

(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2005-298616

(P2005-298616A)

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005.10.27)

(51) Int.Cl.⁷

C08L 63/00

C08K 5/524

F I

C08L 63/00

C08K 5/524

テーマコード (参考)

4J002

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2004-114978 (P2004-114978)

(22) 出願日 平成16年4月9日(2004.4.9)

(71) 出願人 595144466

稲畑産業株式会社

大阪府大阪市中央区南船場1丁目15番14号

(74) 代理人 100077780

弁理士 大島 泰甫

(74) 代理人 100106024

弁理士 稗苗 秀三

(74) 代理人 100106873

弁理士 後藤 誠司

(72) 発明者 杉山 昌生

神奈川県横須賀市三春町5丁目89番地

(72) 発明者 小島 隆

大阪府堺市城山台三丁目8-9

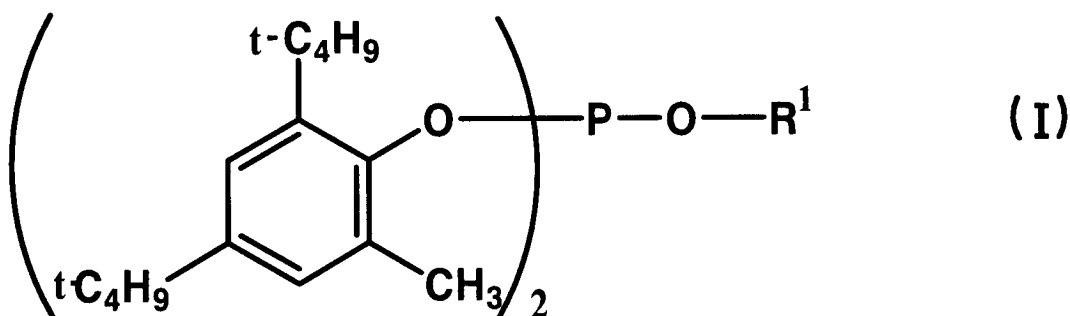
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光半導体封止用樹脂組成物及びこれを用いた光半導体装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】光透過性、UV～nUV安定性および熱安定性に優れた光半導体封止材用の樹脂組成物及びこれを用いた光半導体装置の提供。

【解決手段】下記の(A)～(D)成分を含有する光半導体封止用樹脂組成物及びこれを用いて樹脂封止された光半導体装置である。(A)エポキシ樹脂(B)硬化剤(C)硬化促進剤(D)下記の一般式(I)で表される有機リン化合物。



10

[R¹ は炭素原子数1～9のアルキル基、アルキル置換ピペリジル基、アルキル置換ピペリジールアルキル基、アルキル置換ベンジル基を表す。]

20

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下記の (A) ~ (D) 成分を含有することを特徴とする光半導体封止用樹脂組成物。

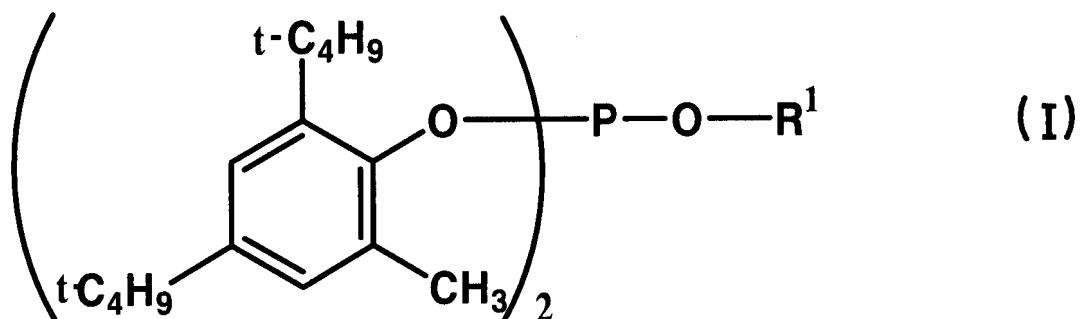
(A) エポキシ樹脂

(B) 硬化剤

(C) 硬化促進剤

(D) 下記の一般式 (I) で表される有機リン化合物

【化 1】

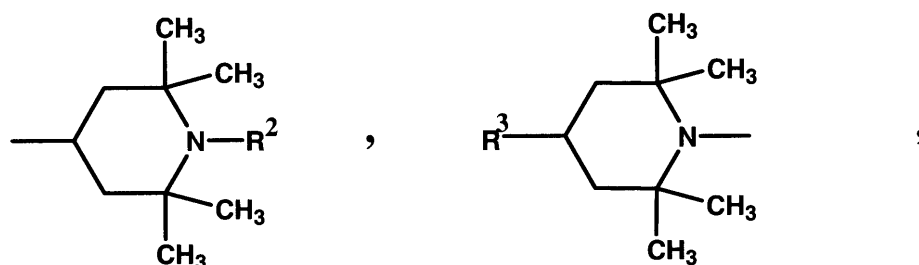


10

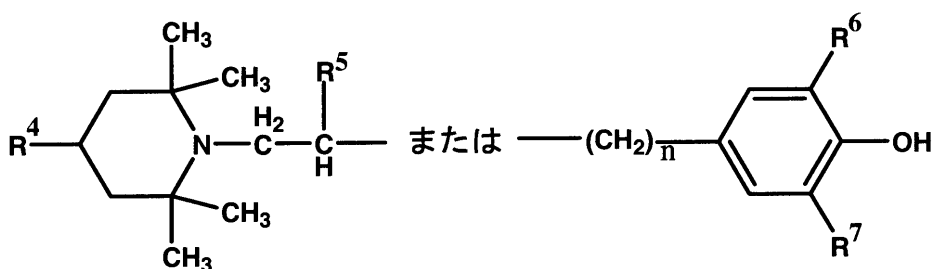
〔式中、 R^1 は炭素原子数 1 ~ 9 のアルキル基または次式：

20

【化 2】



30



の基を表し；

40

R^2 は水素原子、メチル基もしくはメトキシ基を表し；

R^3 および R^4 は水素原子、-OH 基もしくはメトキシ基を表し；

R^5 は水素原子またはメチル基を表し；

R^6 と R^7 は、他と独立して、水素原子もしくは炭素原子数 1 ~ 9 のアルキル基を表し；

そして n は 1 ~ 3 を表す。〕

【請求項 2】

一般式 (I) で表される有機リン化合物の R^1 が炭素原子数 1 ~ 4 のアルキル基であることを特徴とする請求項 1 記載の光半導体封止用樹脂組成物。

【請求項 3】

一般式 (I) で表される有機リン化合物が、ビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイトであることを特徴とする請求項 2 記載の光半導体封

50

止用樹脂組成物。

【請求項 4】

(D) 成分の含有量が、(A) 成分 100 重量部に対して 0.1 重量部～10 重量部であることを特徴とする請求項 1、2 又は 3 記載の光半導体封止用樹脂組成物。

【請求項 5】

請求項 1～4 のいずれか一つに記載の光半導体樹脂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】

この発明は、光透過性、熱安定性および UV～nUV 安定性に優れた光半導体封止材を、その硬化によって付与する樹脂組成物及び該樹脂組成物の硬化によって樹脂封止された光半導体装置に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、種々の表示板、画像読み取り用光源、交通信号、大型ディスプレイ用ユニット等
に実用化されている発光ダイオード(LED)等の発光素子や受光素子等の光半導体装置
は、大部分が封止樹脂を用いて製造されている。このような封止用の樹脂としては、耐熱
性、接着性、耐湿性、機械的強度および電気特性等に優れていることから、エポキシ樹脂
が一般的に使用されている。

【0003】

しかしながら、今日のLEDの飛躍的な進歩により、LEDの高出力化および短波長化
が急速に現実のものとなり始めていて、特に窒化物半導体を用いた高出力な発光が可能と
なっている。一例を挙げると、蛍光体と紫外(以下「UV」と略す)～近紫外(以下「n
UV」と略す)光の励起エネルギーの高い光を発するLEDを組み合わせ、次世代の照明
用途をターゲットとした研究や開発がなされている。従って、このような励起エネルギー
の高い光を用いる分野において、上述のエポキシ樹脂で封止すると、LEDチップから発
せられる熱および紫外線、太陽光から照射されるUV光等により、封止材料が経時的に劣
化し、基本性能である光透過性が顕著に低下するという問題が発生する。

【0004】

ところで、基本性能である光透過性が良好であることが要求される発光素子や受光素子
等の光半導体装置の封止材料としては、この光透過性を確保する観点からこれまで様々な
改善がなされているが主として熱酸化防止の観点からである。例えば、エポキシ樹脂の熱
による着色を防ぐための酸化防止剤の一つとして、ジフェニルイソデシルホスファイト、
9,10-ジヒドロ-9-オキサ-10-ホスファフェナントレン-10-オキシド等の
有機リン化合物が開示されている(例えば、特許文献1参照)。なお、封止用エポキシ樹
脂成形材料の一つとして添加した有機リン化合物の事例としては、有機ホスフィン、ホス
ホニウムボレート、有機ホスフィン類と有機ボロン類との錯体(例えば、特許文献2参照
)が開示されているが、これらは硬化促進剤として添加されたものである。

【0005】

一方、酸化的、熱的または光誘発的崩壊を受け易い有機材料(ポリオレフィン繊維)に
対する加工安定剤提供を課題としていることから、ポリオレフィン繊維の光誘発的崩壊に
対する安定剤提供の課題の解決を含むものとして、該ポリオレフィン繊維にベンゾフラノ
-2-オン型の化合物の少なくとも1種及び立体障害性アミンの群からの化合物の少なく
とも1種からなる組成物にさらに有機ホスフィットまたはホスホナイトからの群の化合物
の少なくとも1種を含ませた組成物が開示されている(特許文献3参照)。しかし、これ
らの有機ホスフィット等を含む組成物が封止材としてのエポキシ樹脂の光誘発的崩壊に対
して何らかの安定化の作用をするかどうかについては何ら明らかにされていない。

【0006】

また、光誘導および/または熱酸化的分解を受ける有機材料のための効果的安定剤の提

10

20

30

40

50

供を課題とし、それを解決するための手段としてビス(2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル)基を有する有機リン化合物と酸化的、熱的および/または光誘導分解を受けやすい合成ポリマーからなる組成物が開示されている(特許文献4参照)。しかし、この有機リン化合物がUV~nUVといった励起エネルギーの高い光に対して安定剤として作用するかどうかの開示はなく、さらにいえば、これらの光に晒される封止材として用いるエポキシ樹脂に対する該有機リン化合物による安定化効果の有無については何ら明らかにされていないものである。

【特許文献1】特開平6-256475号公報(段落0008、0009参照)

【特許文献2】特開2003-201386号公報(段落0023、0024参照)

【特許文献3】特開平10-114835号公報(段落0004、0008参照)

10

【特許文献4】特許第2920445号公報(特許請求の範囲、段落0003参照)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

この発明は、このような事情に鑑みなされたもので、光透過性、UV~nUV安定性および熱安定性に優れた光半導体封止材用の樹脂組成物及びこれを用いた光半導体装置の提供を目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

すなわち、本発明者らは、上記問題点を解決すべく、一連の研究を重ねた。そして、エポキシ樹脂に様々な添加剤を用いた結果、特許文献4記載のビス(2,6-ジ-tert-ブチル-4-メチルフェニル)基を有する有機リン化合物のうちの、またはそれらとは異なる、下記の特定の有機リン化合物を用いる場合にのみ、光透過性、UV~nUV安定性および熱安定性に優れた封止材が得られることを見出し、ついに本発明を完成するに至った。

20

【0009】

すなわち、本発明のうち第1の発明は、下記の(A)~(D)成分を含有することを特徴とする光半導体封止用樹脂組成物である。

(A) エポキシ樹脂

(B) 硬化剤

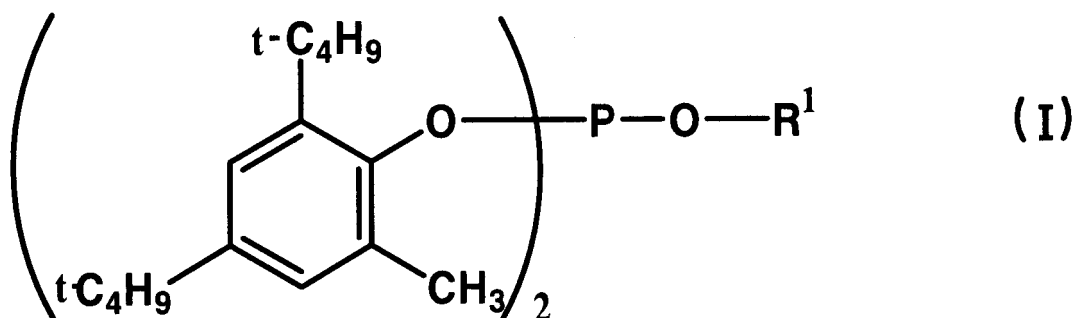
30

(C) 硬化促進剤

(D) 下記の一般式(I)で表される有機リン化合物

【0010】

【化3】

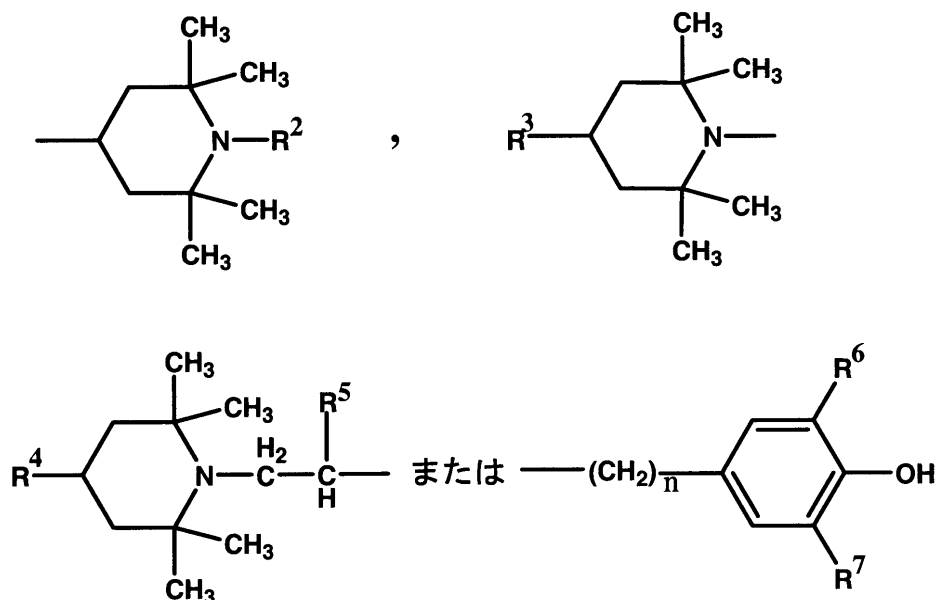


40

〔式中、R¹ は炭素原子数1~9のアルキル基または次式：

【0011】

【化 4】



10

の基を表し；

20

R²は水素原子、メチル基もしくはメトキシ基を表し；

R³およびR⁴は水素原子、-OH基もしくはメトキシ基を表し；

R⁵は水素原子またはメチル基を表し；

R⁶とR⁷は、他と独立して、水素原子もしくは炭素原子数1～9のアルキル基を表し；

そしてnは1～3を表す。]

上記エポキシ樹脂（A成分）としては、いわゆるエポキシ樹脂であれば特に制限されるものではないが、着色の少ないものを用いるのが好ましい。例えば、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、フェノールまたはクレゾールノボラック型エポキシ樹脂、脂環式エポキシ樹脂、トリグリシジルイソシアネート、ヒダントインエポキシ等の含複素環エポキシ樹脂、水添加ビスフェノールA型エポキシ樹脂、脂肪族系エポキシ樹脂、グリシジルエーテル型エポキシ樹脂等があげられる。これらは単独でもし

30

【0012】

上記硬化剤（B成分）としては、エポキシ樹脂の硬化剤であれば特に制限されるものではないが、着色の少ないものを用いるのが好ましい。例えば、酸無水物系硬化剤では無水フタル酸、無水マレイン酸、無水トリメリット酸、無水パイロメリット酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、テトラヒドロ無水フタル酸、無水メチルナジック酸、無水ナジック酸、無水グルタル酸等が例示される。その他、フェノール系硬化剤、アミン系硬化剤等も用いることができる。これらは単独でもしくは併せて用いることができる。また、フェノール系硬化剤、アミン系硬化剤においても、着色が少なく、UV安定性および熱安定性に優れたものを用いるのが好ましい。これら硬化剤（B成分）の使用量は、上記エポキシ樹脂（A成分）のエポキシ基1当量に対して、通常、0.6～1.5当量、好適には0.8～1.2当量となるように配合される。

40

【0013】

上記硬化促進剤（C成分）としては、上記エポキシ樹脂の硬化促進剤であれば特に制限されるものではないが、三級アミン、イミダゾール類、カルボン酸金属塩、リン化合物等が例示される。これらの硬化促進剤（C成分）の使用量は、上記硬化剤（B成分）100重量部（以下「部」と略す）に対して0.05～10部の範囲に設定することが好ましく、より好ましくは0.1～5部である。すなわち、硬化促進剤（C成分）の使用量が0.05部未満では、ゲル化時間が長くなり硬化作業性が著しく低下する恐れが生じる。また、逆に10部を超えると、硬化が急激に進み、その結果、硬化時の発熱が大きくなって注

50

型品にクラックが生じたり、光透過性が低下したりする傾向がみられるからである。

【0014】

上記特定の有機リン化合物(D成分)は、上記の一般式(I)で表される有機リン化合物はであればいずれも有用であるが、具体的に化合物名を列記すると、例えば、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)メチルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)プロピルもしくはイソプロピルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)ブチルもしくはイソブチルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)ペンチルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)ヘキシルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)ヘプチルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)オクチルホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)-4-(2, 2, 6, 6-テトラメチルピペリジル)ホスファイト、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)-1-(2, 2, 6, 6-テトラメチル-4-ヒドロキシピペリジル)ホスファイト、またはビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)-1-(3, 5-ジノニル-4-ヒドロキシベンジル)ホスファイト等が挙げられる。これらは単独でもしくは併せて用いられる。

10

【0015】

第2の発明は、一般式(I)で表される有機リン化合物のR¹が炭素原子数1~4のアルキル基であることを特徴とする第1発明記載の光半導体封止用樹脂組成物である。

20

【0016】

この場合、R¹は、具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、イソプロピル基、ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基またはtert-ブチル基を表す。

【0017】

第3の発明は、一般式(I)で表される有機リン化合物が、ビス(2, 4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイトであることを特徴とする第2発明記載の光半導体封止用樹脂組成物である。

【0018】

第4の発明は、(D)成分の含有量が、(A)成分100重量部に対して0.1重量部~10重量部であることを特徴とする第1発明、第2発明または第3発明記載の光半導体封止用樹脂組成物である。

30

【0019】

すなわち、有機リン化合物(D成分)の含有量は、上記エポキシ樹脂(A成分)100重量部に対して0.1重量部~10重量部、好適には0.5重量部~5重量部となるように配合される。その理由は、D成分の含有量が0.1重量部未満では十分な光透過性の改善効果が得られず、10重量部を超え多量に用いると得られるエポキシ樹脂組成物硬化体の物性(ガラス転移温度, 耐湿性, ヒートサイクル性)が劣化する傾向がみられるからである。

【0020】

第5の発明は、第1発明~第4発明のいずれか一つに記載の光半導体樹脂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である。

40

【発明の効果】

【0021】

第1の発明によれば、光透過性、UV~nUV安定性および熱安定性に優れた光半導体封止用のエポキシ樹脂組成物が得られる。第2の発明の組成物は、第1の発明の効果に加えて有機リン化合物とエポキシ樹脂との相溶性がよく、また、有機リン化合物の原料アルコールが安価で取り扱い易いため有機リン化合物の製造コストが安価になるメリットを有し、第3の発明の組成物は、上記UV~nUV安定性、相溶性等の物性面や製造コスト面において特に優れている。第5の発明によれば、光透過性、UV~nUV安定性および熱

50

安定性に優れた光半導体装置が得られる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

本発明を実施するための形態は次の通りであるが、これらは本発明を実施するための形態の一例に過ぎず、本発明はこれらの実施の形態に限定されるものではない。

【0023】

以下に、この発明を実施するための形態の一例について説明する。この発明の光半導体封止用樹脂組成物の実施の形態の一例としては、(1)ビスフェノールA型エポキシ樹脂や脂環式エポキシ樹脂等のエポキシ樹脂(A)と、(2)無水フタル酸、無水マレイン酸、無水トリメリット酸等(特に充分精製され着色の少ないものが好ましい。)の酸無水物系硬化剤(B)と、(3)リン化合物等の硬化促進剤(C)と、(4)ビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイト、ビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)メチルホスファイト、ビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)プロピルホスファイト又はビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)ブチルホスファイト等の有機リン化合物(D)を用いて、例えば、次のようにして得ることが出来る。これらの成分はそれぞれ、単独でまたは併せて用いることができるのはもちろんである。組成物の形状としては液状、粉末状またはこの粉末状を打錠したタブレット状のものが得られる。

10

【0024】

本発明に係る光半導体封止用樹脂組成物の製造方法の一例を、上記(1)に例示するエポキシ樹脂組成物の状態から下記の二つの方法に大別して述べる。

20

【0025】

一つは、エポキシ樹脂組成物を、液状で提供する場合である。この場合、まず、上記A~D成分の必須成分と、必要に応じて以下に述べる他の添加剤を攪拌混合する。通常は、上記(1)に例示するエポキシ樹脂(A成分)と(4)に例示する有機リン化合物(D成分)および下記の他の添加剤を主体とするa液と、(2)に例示する酸無水物系硬化剤(B成分)と(3)に例示する硬化促進剤(C成分)および下記の他の添加剤を主体とするb液の二液を準備し、これらを攪拌混合することにより目的とする液状のエポキシ樹脂組成物を得ることができる。

【0026】

他の一つは、エポキシ樹脂組成物を、粉末もしくはタブレット状で提供する場合である。この場合、まず、上記(1)~(4)に例示する必須成分と、必要に応じて下記他の添加剤を混合する。そして、この混合物を常法に準じてドライブレンド法または熔融ブレンド法を適宜採用し、混合・混練して、冷却することにより目的とする粉末状のエポキシ樹脂組成物を得ることができる。そして、タブレット状の場合は、上記粉末状の組成物を打錠することにより得られる。

30

【0027】

このような光半導体封止用樹脂組成物を用いての光半導体素子の封止は、特に限定するものではなく、例えば注型等の公知のモールド方法あるいはトランスファー成形を用いて適宜に行うことができる。

40

【0028】

この発明に用いる光半導体封止用樹脂組成物は、通常行われる硬化条件によりその得られる硬化物の無色透明性において良好な結果が得られる。そして、好適な硬化条件としては、80~150の温度で数分間~1日間であり、また120~150で数分間~数時間の短時間の硬化でも良好な結果が得られる。

【0029】

このようにして得られる光半導体封止用樹脂組成物の硬化物は、光透過率、UV~nUV安定性および熱安定性に優れ、UV等の照射や熱負荷後も初期の硬化体と同程度の光透過性を維持することができる。

【0030】

50

なお、この発明に用いる光半導体封止用樹脂組成物には、上記したように、本発明に係る A ～ D 成分以外に、必要に応じて着色剤、変性剤、離型剤、光分散剤、消泡剤等の他の添加剤を適宜に配合することが出来る。ここで、従来公知の着色剤、変性剤、離型剤、光分散剤、消泡剤等としては、夫々以下のようなものが例示される。

【 0 0 3 1 】

上記着色剤としては、例えば各種染料および顔料等が挙げられる。

【 0 0 3 2 】

上記変性剤としては、シリコン化合物、アルコール、他価アルコール類等が挙げられる。

【 0 0 3 3 】

上記離型剤としては、ステアリン酸、ベヘン酸等が挙げられる。

【 0 0 3 4 】

上記光分散剤としては、シリカ粉末、炭化カルシウム粉末、アルミナ粉末、窒化ケイ素粉末等が挙げられる。

【 0 0 3 5 】

上記消泡剤としては、エチルアクリレート、2 - エチルヘキシルアクリレート等が挙げられる。

【 実施例 】

【 0 0 3 6 】

つぎに、実施例について比較例と併せて説明する。

[実施例 1 ～ 1 0 、 比較例 1 ～ 8]

下記の表 1 ～ 3 に示す各原料を同表に示す割合で配合し（配合数値の単位は重量部である。）、加温（80 ）下、撈拌することにより目的とする液状サンプルである a 液および b 液をそれぞれ準備した。そして、a 液および b 液を同表に示す配合割合で混合した後、減圧脱泡することにより液状の光半導体封止用エポキシ樹脂組成物を得た。ついで、上記液状の光半導体封止用エポキシ樹脂組成物を φ 5 0 m m × 1 m m の金型に注型し、硬化物を得た。

【 0 0 3 7 】

【 表 1 】

		実施例					
		1	2	3	4	5	6
a 液	ビスフェノール A 型エポキシ樹脂	49.5	49.0	48.0	47.0	33.0	32.0
	脂環式エポキシ樹脂 *1	49.5	49.0	48.0	47.0	66.0	64.0
	一般式 (I) で表される有機リン化合物 *2	1.0	2.0	4.0	6.0	1.0	4.0
b 液	酸無水物系硬化剤 *3	98					
	硬化促進剤 *4	2					
a 液と b 液の混合重量比 (a 液 : b 液)		100 : 100					
硬化条件	プレキュアー	125℃ × 4 時間					
	ポストキュアー	150℃ × 4 時間					

*1 : 3,4-エポキシシクロヘキシルメチル(3,4-エポキシ)シクロヘキシルカルボキシレート

*2 : ビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイト

*3 : メチルヘキサヒドロ無水フタル酸

*4 : テトラブチルホスホニウムブロマイド

【 0 0 3 8 】

【表 2】

		実施例				比較例	
		7	8	9	10	1	2
a 液	ビスフェノール A 型エポキシ樹脂	---	---	---	---	50.0	---
	脂環式エポキシ樹脂 *1	99.0	98.0	96.0	94.0	50.0	100.0
	一般式(I)で表される有機リン化合物 *2	1.0	2.0	4.0	6.0	---	---
b 液	酸無水物系硬化剤 *3	98					
	硬化促進剤 *4	2					
a 液と b 液の混合重量比(a 液 : b 液)		100 : 100					
硬化条件		ブレイクチャー					
		ポストキュア					

*1 : 3,4-エポキシシクロヘキシルメチル(3,4-エポキシ)シクロヘキシルカルボキシレート

*2 : ビス(2,4-ジ-tert-ブチル-6-メチルフェニル)エチルホスファイト

*3 : メチルヘキサヒドロ無水フタル酸

*4 : テトラブチルホスホニウムブロマイド

10

【0039】

20

【表 3】

				比較例					
				3	4	5	6	7	8
a 液	ビスフェノール A 型エポキシ樹脂			49.5	48	48	---	---	---
	脂環式エポキシ樹脂 *1			49.5	48	48	99	96	96
	リン系酸化防止剤	①	*2	1			1		
		②	*3		4			4	
		③	*4			4			4
b 液	酸無水物系硬化剤 *5			98					
	硬化促進剤 *6			2					
a 液と b 液の混合重量比(a 液 : b 液)				100 : 100					
硬化条件		ブレイクチャー		125℃×4 時間					
		ポストキュア		150℃×4 時間					

*1 : 3,4-エポキシシクロヘキシルメチル(3,4-エポキシ)シクロヘキシルカルボキシレート

*2 : ビス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)ペンタエリトリールホスファイト

*3 : 6-[3-(3-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロポキシ]-2,4,8,10-テトラ-tert-ブチルペンシス
[d,f][1,3,2]シオキサホスフィン

*4 : 9,10-ジヒドロ-9-オキサ-10-ホスファフェナントレン-10-オキシド

*5 : メチルヘキサヒドロ無水フタル酸

*6 : テトラブチルホスホニウムブロマイド

30

40

このようにして得られた実施例および比較例のa液および硬化物について、a液におけるエポキシ樹脂と酸化防止剤の相溶性もしくは硬化物の外観、硬化直後の光透過性、硬化物のUV～nUV安定性および熱安定性を評価した。また、その結果を下記の表4～6に示す。

[a 液におけるエポキシ樹脂と酸化防止剤の相溶性もしくは硬化物の外観]

上記の方法で得られたa液および硬化物を目視で観察した際、濁りおよび析出物が認められるものを「×」、全く認められないものを「○」として評価した。

50

〔硬化直後の光透過性〕

上記の製法で得られた硬化物を分光光度計（日立製：U-2001）にセットし、350nm、400nm、800nmの波長における透過率（％）を測定・評価した。

〔硬化物のUV～nUV安定性〕

上記の製法で得られた硬化体を26W/m²（300nm～400nm）の照度、温度50の促進耐光試験機（スガ試験機製：サンテスターXT750）に100時間放置した後、上記と同様の方法で透過率（％）を測定・評価した。

〔硬化物の熱安定性〕

上記の製法で得られた硬化物を150のギヤオープンに72時間放置した後、上記と同様の方法で透過率（％）を測定・評価した。

10

【0040】

なお、下表の表4～6中の硬化物のUV～nUV安定性および硬化物の熱安定性における評価基準は、波長ごとに定め、350nmにおいては硬化直後の透過率の70％以上を維持しているものを「 $\square$ 」、70～60％のものを「○」、60％～50％のものを「 $\square$ 」、50％～0％のものを「×」と示した。400nmにおいては硬化直後の透過率の95％以上を維持しているものを「 $\square$ 」、95～90％以上を維持しているものを「○」、90～80％のものを「 $\square$ 」、80％～0％のものを「×」と示した。800nmにおいては硬化直後の透過率の95％以上を維持しているものを「 $\square$ 」、95～90％のものを「○」、90～80％のものを「 $\square$ 」、80％～0％を「×」と示した。なお、表4～6において、硬化直後の光透過性を表す数値の単位は％である。

20

【0041】

【表4】

		実施例					
		1	2	3	4	5	6
a液におけるエポキシ樹脂と酸化防止剤の相溶性もしくは硬化物の外観		○	○	○	○	○	○
硬化直後の光透過性（％）	350nm	83	84	84	83	85	86
	400nm	91	92	93	92	92	92
	800nm	93	93	94	94	94	93
硬化物のUV～nUV安定性	350nm	○	○	○	○	○	○
	400nm	○	○	○	○	◎	◎
	800nm	◎	◎	◎	◎	◎	◎
硬化物の熱安定性	350nm	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	400nm	◎	◎	◎	◎	◎	◎
	800nm	◎	◎	◎	◎	◎	◎

30

【0042】

【表 5】

		実施例				比較例	
		7	8	9	10	1	2
a 液におけるエポキシ樹脂と酸化防止剤の相溶性もしくは硬化物の外観		○	○	○	○	○	○
硬化直後の光透過性 (%)	350nm	87	89	89	88	78	80
	400nm	93	92	93	93	88	90
	800nm	94	93	94	94	91	92
硬化物の UV ~ n UV 安定性	350nm	◎	◎	◎	◎	○	○
	400nm	◎	◎	◎	◎	○	○
	800nm	◎	◎	◎	◎	◎	◎
硬化物の熱安定性	350nm	◎	◎	◎	◎	△	△
	400nm	◎	◎	◎	◎	△	△
	800nm	◎	◎	◎	◎	◎	◎

10

【 0 0 4 3 】

【表 6】

		比較例					
		3	4	5	6	7	8
a 液におけるエポキシ樹脂と酸化防止剤の相溶性もしくは硬化物の外観		×	○	○	×	○	○
硬化直後の光透過性 (%)	350nm	---	80	71	---	83	69
	400nm	---	88	86	---	91	87
	800nm	---	91	90	---	93	90
硬化物の UV ~ n UV 安定性	350nm	---	△	×	---	△	×
	400nm	---	△	△	---	○	△
	800nm	---	◎	◎	---	◎	◎
硬化物の熱安定性	350nm	---	△	×	---	△	×
	400nm	---	○	△	---	○	○
	800nm	---	◎	◎	---	◎	◎

20

30

上記表 4 ~ 6 の結果から、本発明に係る一般式 (I) で表される有機リン化合物を用いた実施例品は、これを用いない比較例品に比べて光透過性、UV ~ n UV 安定性および熱安定性において明確な有意差を確認できた。すなわち、350nm 及び 400nm の光の透過性において、実施例と比較例の上記光及び熱安定性の有意差は明らかであり、それ故、本発明に係る有機リン化合物が、特に UV ~ n UV 光の励起エネルギーの高い光を発する LED の封止に有効であることが明らかになった。

40

【 0 0 4 4 】

そして、上記実施例で調製したエポキシ樹脂組成物を用いて光半導体素子を公知の方法でモールドした結果、光透過率、UV ~ n UV 安定性および熱安定性に優れた光半導体装置が得られた。

フロントページの続き

(72)発明者 船山 雄一郎
埼玉県さいたま市浦和区北浦和 5 - 7 - 1 3 - 7 0 6

(72)発明者 大井 冊雄
兵庫県神戸市須磨区道正台 1 - 1 - 3 - 4 0 1

(72)発明者 山本 洋之
和歌山県和歌山市松江東 4 - 6 - 2 8 - 4 0 7

県営東松江住宅

(72)発明者 大瀬 光弘
和歌山県和歌山市内原 1 1 0 4

F ターム(参考) 4J002 CD001 EW066 FD036 GQ05

【要約の続き】

【選択図】なし