



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2018년01월15일
(11) 등록번호 10-1818412
(24) 등록일자 2018년01월09일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 83/04 (2006.01) *B29C 45/00* (2006.01)
B29C 45/02 (2006.01) *C08L 83/05* (2006.01)
C08L 83/07 (2006.01) *H01L 23/29* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2014-7009269
(22) 출원일자(국제) 2012년09월18일
심사청구일자 2016년06월16일
(85) 번역문제출일자 2014년04월08일
(65) 공개번호 10-2014-0078655
(43) 공개일자 2014년06월25일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2012/074601
(87) 국제공개번호 WO 2013/042794
국제공개일자 2013년03월28일
(30) 우선권주장
JP-P-2011-205480 2011년09월21일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문현
WO2010087523 A1

- (73) 특허권자
다우 코닝 도레이 캄파니 리미티드
일본국 도쿄도 100-0004 치요다쿠 오테마치 1-5-1
- (72) 발명자
미야모토 유스케
일본 지바현 2990108 이치하라시 지구사카이간
2-2 다우 코닝 도레이 캄파니 리미티드
요시타케 마코토
일본 지바현 2990108 이치하라시 지구사카이간
2-2 다우 코닝 도레이 캄파니 리미티드
- (74) 대리인
장훈

전체 청구항 수 : 총 4 항

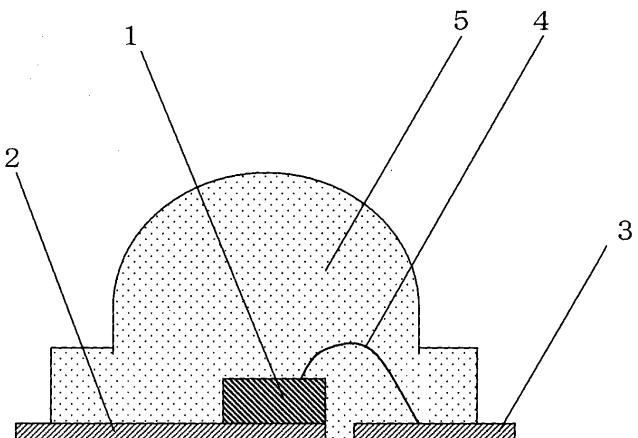
심사관 : 김선아

(54) 발명의 명칭 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물, 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 제조 방법, 및 수지-밀봉된 광학 반도체 소자

(57) 요 약

(A) 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 비닐 기들을 가지며, 다른 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 하기 화학식: $SiO_{4/2}$ 로 나타내어지는 실록산 단위가 결여된 유기폴리실록산; (B) 평균 단위식으로 나타내어지는 유기폴리실록산; (C) 하나의 분자 내에 3개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 가지며, 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 0.7 내지 1.6 질량%의 규소-결합된 수소 원자를 함유하는 유기폴리실록산; 및 (D) 하이드로실릴화 반응 촉매를 포함하며, 성분 (D)가 결여된 이러한 조성물의 25°C에서의 점도와 100°C에서의 점도는 특정 관계가 있는, 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물은, 우수한 성형성을 나타내면서 이송 성형 또는 압축 성형에 의한 수지 밀봉을 효율적으로 수행할 수 있고 낮은 표면 점착성을 갖는 경화물을 제공할 수 있다.

대 표 도 - 도1



명세서

청구범위

청구항 1

광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물로서,

(A) 25°C에서의 점도가 50 내지 100,000 mPa · s이고, 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 비닐 기들을 가지며, 다른 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 하기 화학식: $SiO_{4/2}$ 로 나타내어지는 실록산 단위가 결여된 유기폴리실록산;

(B) 하기 평균 단위식:

$(ViR_2SiO_{1/2})_a (R_3SiO_{1/2})_b (SiO_{4/2})_c (HO_{1/2})_d$

{여기서, Vi 는 비닐 기이고; 각각의 R 은 독립적으로 C_{1-10} 알킬 기이고; a , b , c 및 d 는, 각각, $a + b + c = 1$, $a / (a + b) = 0.15$ 내지 0.35, $c / (a + b + c) = 0.53$ 내지 0.62, 및 $d / (a + b + c) = 0.005$ 내지 0.03을 충족시키는 양수임}으로 나타내어지는 유기폴리실록산으로서, 성분 (A)와 성분 (B)의 합계의 20 내지 35 질량%인, 상기 유기폴리실록산;

(C) 하나의 분자 내에 3개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 가지며, 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 0.7 내지 1.6 질량%의 규소-결합된 수소 원자들을 함유하는 유기폴리실록산으로서, 성분 (A)와 성분 (B) 중 총 비닐 기 1 몰당 성분 (C) 중 규소-결합된 수소 원자 0.8 내지 2.0 몰을 제공하는 양인, 상기 유기폴리실록산;

(D) 상기 조성물을 경화시키기에 충분한 양의 하이드로실릴화 반응 촉매를 포함하며,

성분 (D)가 결여된 이러한 조성물의 25°C에서의 점도는 3,000 내지 10,000 mPa · s이고, mPa · s 단위의 상기 점도를 $n_{25^\circ C}$ 로 하고, 성분 (D)가 결여된 이러한 조성물의 100°C에서의 mPa · s 단위의 점도를 $n_{100^\circ C}$ 로 할 때, 하기 식:

$$\log_{10} n_{100^\circ C} / \log_{10} n_{25^\circ C}$$

의 값은 0.830 내지 0.870인, 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 조성물은 경화되어, JIS K 6253에 규정된 바와 같은 타입 A 경도계 경도가 60 내지 80인 실리콘 경화물을 형성하는, 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물.

청구항 3

JIS C 2105에 규정된 핫 플레이트 방법(hot plate method)에 의해 30 내지 120초의 젤화 시간을 산출하는 온도에서, 제1항에 따른 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 사용하여 이송 성형(transfer molding) 또는 압축 성형(compression molding)에 의해 광학 반도체 소자의 수지-밀봉을 수행하는 것을 특징으로 하는, 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 제조 방법.

청구항 4

제3항에 따른 방법에 의해 제조되는 수지-밀봉된 광학 반도체 소자.

발명의 설명

기술 분야

본 발명은 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물, 이러한 조성물을 사용하는 수지-밀봉된 광학 반도체

소자의 제조 방법, 및 이러한 방법에 의해 제조되는 수지-밀봉된 광학 반도체 소자에 관한 것이다.

[0002] 2011년 9월 21일자로 출원된 일본 특허 출원 제2011-205480호에 대해 우선권이 주장되며, 그의 내용이 본 명세서에 참고로 포함된다.

배경기술

[0003] 광학 반도체 소자, 예를 들어, 포토커플러(photocoupler), 발광 다이오드, 고체 활성 소자(solid-state imaging device) 등을 수지-밀봉하기 위해 경화성 실리콘 조성물이 사용된다. 그러한 경화성 실리콘 조성물로부터 얻어지는 실리콘 경화물(cured product)은 광학 반도체 소자로부터 방출되는 광 또는 소자로 입사되는 광을 흡수하거나 산란시키지 않아야만 하며, 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 신뢰성을 개선하기 위해, 이러한 경화물은 또한 변색되거나 접착성이 저하되지 않아야만 한다.

[0004] 예를 들어, 일본 특허 출원 공개 (이하, "일본 공개"(Kokai)로 부름) 제2009-185226호는 (A) 평균 조성식: $R_n^1(C_6H_5)_mSiO_{(4-n-m)/2}$ {여기서, 각각의 R^1 은 독립적으로 하이드록실 기, 알콕시 기, 또는 치환 또는 비치환 1가 탄화수소 기 (비치환 페닐 제외)이고, R^1 로 표시되는 모든 기의 30 내지 90 몰%는 알케닐 기이고; n 및 m 은 $0.1 \leq n < 0.8$, $0.2 \leq m < 1.9$, $1 \leq n + m < 2$, 및 $0.20 \leq m / (n + m) \leq 0.95$ 를 충족시키는 양수임}으로 나타내어지는 유기폴리실록산; (B) 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 갖고, 하기 평균 조성식: $R_a^2H_bSiO_{(4-a-b)/2}$ {여기서, 각각의 R^2 는 독립적으로 치환 (에폭시 기에 의한 치환 및 알콕시 기에 의한 치환 제외) 또는 비치환 1가 탄화수소 기 (지방족 불포화 탄화수소 기를 제외)이고; a 및 b 는 $0.7 \leq a \leq 2.1$, $0.01 \leq b \leq 1.0$, 및 $0.8 \leq a + b \leq 3.0$ 을 충족하는 양수임}으로 나타내어지는 유기수소폴리실록산 (조성물 중 모든 규소-결합된 알케닐 기에 대한 조성물 중 규소-결합된 수소 원자의 총량의 몰 비가 0.5 내지 4.0의 값이 되도록 하는 양}; 및 (C) 하이드로실릴화 반응 촉매를 포함하는 열경화성 실리콘 조성물을 제공한다. 또한, 큐라스토미터(curastometer)를 사용하여 이러한 조성물을 측정할 때, 성형 온도에서, 측정 시작 직후로부터 1 dNm의 토크에 도달하기까지의 시간은 5초 이상이며, 성형 온도에서 1 dNm의 토크로부터 20 dNm의 토크에 도달하기까지의 시간은 2분 이하이다. 이러한 조성물은 성형 온도에서 고온 강도가 높고, 예를 들어, 사출 성형을 위해 사용될 수 있으나; 승온에서 큰 점도 저하를 겪는데, 이는 이송 성형(transfer molding) 또는 압축 성형(compression molding) 시에 플래싱(flapping)의 발생 및 공극(void)의 포함으로 인한 높은 불량률의 문제를 야기한다.

[0005] 다른 한편, 일본 공개 제2006-213789호는 (A) 하나의 분자 내에 평균 0.2개 이상의 규소-결합된 알케닐 기를 갖는 유기폴리실록산; (B) 3차원 네트워크 구조를 가지며, 평균 단위식: $(R^1_3SiO_{1/2})_a(SiO_{4/2})_b$ {여기서, 각각의 R^1 은 독립적으로 치환 또는 비치환 1가 탄화수소 기이고, a 및 b 는 각각 양수이고, a / b 는 0.2 내지 3의 수임}로 나타내어지고, 400 내지 5,000 ppm의 규소-결합된 하이드록실 기를 함유하는 유기폴리실록산 (성분 (A) 및 성분 (B)의 총량을 기준으로 10 내지 80 중량%); (C) 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 갖는 유기수소폴리실록산 {성분 (A) 중 규소-결합된 알케닐 기와 성분 (B) 중 규소-결합된 알케닐 기의 합계 1 몰당 성분 (C) 중 규소-결합된 수소 원자 0.2 내지 5몰을 제공하는 양}; 및 (D) 촉매량의 하이드로실릴화 반응 촉매를 포함하는 경화성 실리콘 조성물을 제공한다.

[0006] 일본 공개 제2006-299099호는, 필수 성분이, (A) 하나의 분자 내에 2개 이상의 비공유결합성 이중 결합 기들을 갖고, 평균 조성식: $(R^1SiO_{3/2})_a(R^2R^3SiO)_b(R^4R^5R^6SiO_{1/2})_c(SiO_{4/2})_d$ {여기서, R^1 내지 R^6 은 각각 독립적으로 1가 탄화수소 기를 나타내며, 전체 1가 탄화수소 기의 1 내지 50 몰%는 비공유 결합성 이중 결합을 함유하고; a , b , c , 및 d 는 개별 실록산 단위의 몰 비를 나타내는 양수이며, $a / (a + b + c + d) = 0.40$ 내지 0.95, $b / (a + b + c + d) = 0.05$ 내지 0.60, $c / (a + b + c + d) = 0$ 내지 0.05, $d / (a + b + c + d) = 0$ 내지 0.10, 및 $a + b + c + d = 1.0$ 임}으로 나타내어지는 유기폴리실록산을, 성분 (A) 전체를 기준으로, 30 질량% 이상 내지 100 질량%로 함유하는 유기규소 화합물; (B) 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 갖는 유기수소폴리실록산; 및 (C) 촉매량의 백금-유형 촉매이며; 여기서, 성분 (A) 및 성분 (B)의 유기폴리실록산은 실란을 기를 함유하지 않는, 부가-경화성 실리콘 수지 조성물 형태의 광학 반도체 소자 밀봉용 수지 조성물을 제공한다.

[0007] 이러한 조성물들은 고농도의 페닐 기를 함유하는 경화성 실리콘 조성물과 비교하여 승온에서의 점도 저하를 더 작게 나타내는 것으로 알려져 있으나; 충분한 기계적 강도 및 낮은 표면 점착성(tack)을 제공하기에 충분히 높

은 경도를 얻기 위해 분지형 중합체 함량을 증가시키는 경우, 큰 점도 저하가 나타나며 고농도의 페닐 기를 함유하는 경화성 실리콘 조성물과 마찬가지로 승온에서의 점도가 저하된다. 따라서, 상기한 것과 동일한 문제가 이송 성형 및 압축 성형에서 일어난다.

[0008] 본 발명의 목적은, 우수한 성형성을 나타내면서 이송 성형 또는 압축 성형에 의해 수지 밀봉을 효율적으로 수행할 수 있고, 낮은 표면 점착성을 갖는 경화물을 제공할 수 있는 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 제공하는 것이다.

[0009] 본 발명의 추가의 목적은, 이러한 조성물을 사용하여, 우수한 성형성을 나타내면서, 광학 반도체 소자의 수지 밀봉을 효율적으로 수행하는 방법을 제공하는 것이다.

[0010] 본 발명의 다른 목적은, 이러한 방법에 의해 얻어지며, 낮은 표면 점착성을 나타내고 플래싱 및 공극을 거의 나타내지 않는 광학 반도체 소자를 제공하는 것이다.

발명의 내용

[0011] 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물은, 특징적으로,

(A) 25°C에서의 점도가 50 내지 100,000 mPa · s이고, 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 비닐 기들을 가지며, 다른 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 하기 화학식: $SiO_{4/2}$ 로 나타내어지는 실록산 단위가 결여된 유기폴리실록산;

(B) 성분 (A)와 성분 (B)의 합계의 15 내지 35 질량%의, 하기 평균 단위식:

$(ViR_2SiO_{1/2})_a (R_3SiO_{1/2})_b (SiO_{4/2})_c (HO_{1/2})_d$

[0015] {여기서, Vi는 비닐 기이고; 각각의 R은 독립적으로 C_{1-10} 알킬 기이고; a, b, c, 및 d는 각각, $a + b + c = 1$, $a / (a + b) = 0.15$ 내지 0.35, $c / (a + b + c) = 0.53$ 내지 0.62, 및 $d / (a + b + c) = 0.005$ 내지 0.03을 충족시키는 양수임}으로 나타내어지는 유기폴리실록산;

[0016] (C) 하나의 분자 내에 3개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 가지며, 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 0.7 내지 1.6 질량%의 규소-결합된 수소 원자들을 함유하는, 성분 (A)와 성분 (B) 중 총 비닐 기 1 몰당 성분 (C) 중 규소-결합된 수소 원자 0.8 내지 2.0 몰을 제공하는 양의 유기폴리실록산; 및

[0017] (D) 상기 조성물을 경화시키기에 충분한 양의 하이드로실릴화 반응 촉매를 포함하며,

[0018] 성분 (D)가 결여된 이러한 조성물의 25°C에서의 점도는 3,000 내지 10,000 mPa · s이고, mPa · s 단위의 이러한 점도를 $n_{25^\circ C}$ 로 하고, 성분 (D)가 결여된 이러한 조성물의 100°C에서의 mPa · s 단위의 점도를 $n_{100^\circ C}$ 로 할 때, 하기 식:

[0019] $\log_{10} n_{100^\circ C} / \log_{10} n_{25^\circ C}$

[0020] 의 값은 0.830 내지 0.870이다.

[0021] 바람직하게는 이러한 조성물은 경화되어, JIS K 6253에 규정된 바와 같은 타입 A 경도계 경도가 60 내지 80인 실리콘 경화물을 형성한다.

[0022] 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 제조 방법은, JIS C 2105에 규정된 핫 플레이트 방법에 의해 30 내지 120초의 젤화 시간을 산출하는 온도에서, 상기한 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 사용하여 이송 성형 또는 압축 성형에 의해 광학 반도체 소자의 수지-밀봉을 수행하는 것을 특징으로 한다.

[0023] 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자는 특징적으로 전술한 방법에 의해 제조된다.

발명의 효과

[0025] 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물은 특징적으로, 우수한 성형성을 나타내면서 이송 성형 또는 압축 성형에 의해 광학 반도체 소자의 수지 밀봉을 효율적으로 수행할 수 있으며, 낮은 표면 점착성을 갖는 경화물을 제공할 수 있다. 또한, 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 제조 방법은 특징적으로, 우수한 성형성을 나타내면서 광학 반도체 소자의 수지 밀봉을 효율적으로 수행할 수 있다. 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자는 특징적으로, 낮은 표면 점착성을 나타내며 플래싱 및 공극을 거의 나타내지 않는다.

도면의 간단한 설명

[0026] <도 1>

도 1은 본 발명의 광학 반도체 소자의 일 예인 LED의 단면도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0027] 우선 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 상세하게 설명할 것이다.

[0028] 성분 (A)는 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 적합한 가요성을 부여하고; 하나의 분자 내에 2개 이상의 규소-결합된 비닐 기들을 가지며, 다른 규소-결합된 유기 기들에 대해 C_{1-10} 알킬을 가지고, 화학식: $SiO_{4/2}$ 로 나타내어지는 실록산 단위가 결여된 유기폴리실록산이다. 이러한 성분 중 비닐 기 이외의 규소-결합된 유기 기는 C_{1-10} 알킬이고, 구체적으로는, 직쇄 알킬 기, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 및 부틸; 분지형 알킬 기, 예를 들어, 아이소프로필 및 3차-부틸; 및 사이클로알킬 기, 예를 들어, 사이클로펜틸 및 사이클로헥실에 의해 예시될 수 있다. 이러한 성분은 25°C에서의 점도가 50 내지 100,000 mPa · s의 범위이지만, 300 내지 50,000 mPa · s의 범위가 바람직한데, 이러한 조성물에 우수한 취급 특성을 제공하고 이러한 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 우수한 기계적 강도를 제공하기 때문이다. 성분 (A)의 분자 구조는 특별히 제한되지 않으며, 성분 (A)의 분자 구조는 직쇄, 부분 분지형 직쇄, 및 분지쇄에 의해 예시될 수 있다.

[0029] 성분 (A)는 하기 유기폴리실록산들에 의해 예시될 수 있다. 이들 화학식에서, Vi는 비닐 기를 나타내고 Me는 메틸 기를 나타낸다.

[0030] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{160}SiMe_2Vi$

[0031] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{310}SiMe_2Vi$

[0032] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{515}SiMe_2Vi$

[0033] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{800}SiMe_2Vi$

[0034] $Me_3SiO(Me_2SiO)_{140}(MeViSiO)_{20}SiMe_3$

[0035] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{500}(MeViSiO)_{15}SiMe_2Vi$

[0036] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{780}(MeViSiO)_{20}SiMe_2Vi$

[0037] $MeSi\{O(Me_2SiO)_{80}SiMe_2Vi\}_3$

[0038] $Si\{O(Me_2SiO)_{60}SiMe_2Vi\}_4$

[0039] 성분 (B)는 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 적합한 경도 및 기계적 강도를 부여하고; 하기 평균 단위식:

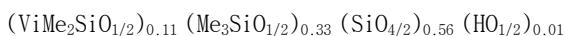
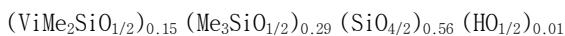
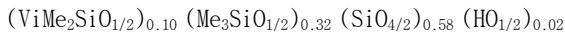
[0040] $(ViR_2SiO_{1/2})_a (R_3SiO_{1/2})_b (SiO_{4/2})_c (HO_{1/2})_d$

[0041]로 나타내어지는 유기폴리실록산이다.

[0042] 이러한 화학식에서 Vi는 비닐 기이다. 또한, 상기 화학식에서 각각의 R은 독립적으로 C_{1-10} 알킬 기이고, 구체적으로는, 직쇄 알킬 기, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 및 부틸; 분지형 알킬 기, 예를 들어, 아이소프로필 및 3차-부틸; 및 사이클로알킬 기, 예를 들어, 사이클로펜틸 및 사이클로헥실에 의해 예시될 수 있다. 상기 화학식에서 a, b, c, 및 d는 각각, $a + b + c = 1$, $a / (a + b) = 0.15$ 내지 0.35, $c / (a + b + c) = 0.53$ 내지 0.62, 및 $d / (a + b + c) = 0.005$ 내지 0.03을 충족시키는 양수이다. $a / (a + b)$ 는 0.15 내지 0.35 범위의 수이며, 본 발명의 조성물에 충분한 경화성을 제공하기 위해서는 바람직하게는 0.2 내지 0.3 범위의 수이다. $c / (a + b + c)$ 는 0.53 내지 0.62 범위의 수이고, 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 충분한 경도 및 기계적 강도를 제공하기 위해서는 바람직하게는 0.55 내지 0.60 범위의 수이다. $d / (a + b + c)$ 는 0.005 내지 0.03 범위의 수이고, 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 충분한 접착성 및 기

계적 강도를 제공하기 위해서는 바람직하게는 0.01 내지 0.025 범위의 수이다.

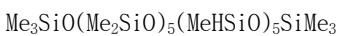
[0043] 성분 (B)는 하기 유기폴리실록산들에 의해 예시될 수 있다. 이들 화학식에서, Vi는 비닐 기를 나타내고 Me는 메틸 기를 나타낸다.



[0047] 성분 (B) 함량은 성분 (A)와 성분 (B)의 총량의 15 내지 35 질량%의 범위이다. 성분 (B) 함량은 바람직하게는 20 내지 30 질량%의 범위인데, 본 발명의 조성물의 25°C에서의 점도의 상당한 증가를 방지할 수 있고, 100°C에서의 점도의 상당한 저하를 방지할 수 있고, 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 적합한 경도 및 기계적 강도를 제공할 수 있기 때문이다. 성분 (A) 및 성분 (B)의 총량은 특별히 제한되지 않으나, 이러한 함량은, 성분 (A), 성분 (B), 성분 (C), 및 성분 (D)의 총량을 기준으로 표시할 때, 바람직하게는 80 질량% 이상이고 특히 바람직하게는 90 질량% 이상이다.

[0048] 성분 (C)는 본 발명의 조성물을 경화시키는 기능을 하고, 하나의 분자 내에 3개 이상의 규소-결합된 수소 원자들을 가지며 규소-결합된 유기 기들에 대해 C₁₋₁₀ 알킬을 갖는 유기폴리실록산이다. 이러한 성분 중 규소-결합된 유기 기는 C₁₋₁₀ 알킬이고, 구체적으로는, 칙체 알킬 기, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 및 부틸; 분지형 알킬 기, 예를 들어, 아이소프로필 및 3차-부틸; 및 사이클로알킬 기, 예를 들어, 사이클로펜틸 및 사이클로헥실에 의해 예시될 수 있다. 이러한 성분은 0.7 내지 1.6 질량%의 규소-결합된 수소 원자들을 함유한다. 그 이유는 다음과 같다: 규소-결합된 수소 원자 함량이 더 적으면 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에서 경도가 감소되고 접착성이 불충분해지며; 함량이 더 크면 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에서 기계적 강도가 감소되고/되거나 경도가 과도하게 증가된다. 성분 (C)의 점도는 특별히 제한되지 않으나, 25°C에서의 그의 점도는 바람직하게는 1 내지 10,000 mPa · s의 범위, 더욱 바람직하게는 1 내지 5,000 mPa · s의 범위, 특히 바람직하게는 5 내지 1,000 mPa · s의 범위인데, 이는 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물에 우수한 기계적 특성을 제공하고 본 발명의 조성물에 우수한 충전 거동(filling behavior)을 제공하기 때문이다.

[0049] 성분 (C)는 하기 유기폴리실록산들에 의해 예시될 수 있다. 이들 화학식에서 Me는 메틸 기를 나타낸다.



[0053] 성분 (C) 함량은, 각각의 경우에 성분 (A)와 성분 (B)에 존재하는 비닐 기의 총량 1 몰당 성분 (C) 중 규소-결합된 수소 원자 0.8 내지 2.0 몰을 제공하는 양이며, 바람직하게는 0.9 내지 1.8 몰을 제공하는 양이다. 그 이유는 다음과 같다: 생성되는 조성물은 성분 (C) 함량이 표시 범위의 하한 이상일 때 우수한 경화성을 갖는 한편, 생성되는 경화물의 기계적 특성 및 내열성은 표시 범위의 상한 이하에서 우수하다.

[0054] 성분 (D)는 본 발명의 조성물의 경화를 촉진하기 위한 하이드로실릴화 반응 촉매이다. 성분 (D)는 백금 촉매, 로듐 촉매, 및 팔라듐 촉매에 의해 예시될 수 있으며, 본 발명의 조성물의 경화를 상당히 촉진할 수 있기 때문에 백금 촉매가 바람직하다. 이러한 백금 촉매는 미분된 백금 분말, 염화백금산, 염화백금산의 알코올 용액, 백금-알케닐실록산 착물, 백금-올레핀 착물, 및 백금-카르보닐 착물에 의해 예시될 수 있으며, 백금-알케닐실록산 착물이 특히 바람직하다. 알케닐실록산은 1,3-다이비닐-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산 및 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐사이클로테트라실록산에 의해 예시될 수 있다. 1,3-다이비닐-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산이 특히 바람직한데, 상응하는 백금-알케닐실록산 착물이 우수한 안정성을 갖기 때문이다. 더욱이, 이러한 백금-알케닐실록산 착물의 안정성은 1,3-다이비닐-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산, 1,3-다이알릴-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐사이클로테트라실록산 등과 같은 알케닐실록산, 또는 다이메틸실록산 올리고머 등과 같은 유기실록산 올리고머를 착물에 첨가함으로써 향상될 수 있으므로, 이러한 첨가가 바람직하고, 알케닐실록산의 첨가가 특히 바람직하다.

[0055] 성분 (D) 함량은 본 발명의 조성물의 경화를 촉진하는 양이어야 하지만, 달리 특별히 제한되지는 않으며, 구체적으로는, 바람직하게는 본 발명의 조성물을 기준으로 이러한 성분 중에 0.01 내지 500 질량 ppm의 금속 원자를 제공하는 양이며, 특히 바람직하게는 본 발명의 조성물을 기준으로 이러한 성분 중에 0.01 내지 50 질량 ppm의 금속 원자를 제공하는 양이다. 그 이유는 다음과 같다: 본 발명의 조성물은 성분 (D) 함량이 표시 범위의 하한 이상일 때 우수한 경화성을 나타내는 한편, 생성되는 경화물의 변색과 같은 문제들의 발생은 표시 범위의 상한 이하에서 억제된다.

[0056] 본 발명의 조성물은 추가의 선택 성분으로서 반응 억제제, 예를 들어, 2-메틸-3-부틴-2-올, 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 및 2-페닐-3-부틴-2-올과 같은 알킨 알코올; 3-메틸-3-펜텐-1-인 및 3,5-다이메틸-3-헥센-1-인과 같은 엔-인(ene-yne) 화합물; 뿐만 아니라, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐사이클로테트라실록산, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라헥세닐사이클로테트라실록산, 및 벤조트라이아졸을 함유할 수 있다. 이러한 반응 억제제의 함량은 제한되지 않지만, 바람직하게는 그의 함량은 성분 (A)와 성분 (B)의 총량 100 질량부당 0.0001 내지 5 질량부의 범위이다.

[0057] 본 발명의 조성물은 그의 접착성을 개선하기 위해 접착 촉진제를 또한 함유할 수 있다. 이러한 접착 촉진제는 바람직하게는 하나의 문자 내에 하나 이상의 규소-결합된 알콕시 기를 갖는 유기규소 화합물이다. 이러한 알콕시 기는 메톡시, 에톡시, 프로포시, 부톡시, 및 메톡시에톡시에 의해 예시될 수 있으며, 메톡시가 특히 바람직하다. 이러한 유기규소 화합물에서, 알콕시 기 이외에, 규소에 결합되는 기는 치환 및 비치환 1가 탄화수소기, 예를 들어, 알킬, 알케닐, 아릴, 아르알킬, 및 할로겐화 알킬에 의해; 에폭시 기-함유 1가 유기 기, 예를 들어, 3-글리시독시프로필, 4-글리시독시부틸, 또는 유사한 글리시독시알킬 기; 2-(3,4-에폭시사이클로헥실)에틸, 3-(3,4-에폭시사이클로헥실)프로필, 또는 유사한 에폭시사이클로헥실알킬 기; 및 4-옥시라닐부틸, 8-옥시라닐옥틸, 또는 유사한 옥시라닐알킬 기에 의해; 3-메타크릴옥시프로필과 같은 아크릴 기-함유 1가 유기 기에 의해; 그리고 수소 원자에 의해 예시될 수 있다. 이러한 유기규소 화합물은 바람직하게는 본 발명의 조성물 중의 알케닐 또는 규소-결합된 수소와 반응할 수 있는 기를 가지며, 특히 바람직하게는 규소-결합된 알케닐 기 또는 규소-결합된 수소 원자를 갖는다. 또한, 다양한 기재에 대한 우수한 접착성을 부여할 수 있기 때문에, 이러한 유기규소 화합물은 바람직하게는 하나의 문자 내에 하나 이상의 에폭시 기-함유 1가 유기 기를 갖는다. 이러한 유기규소 화합물은 유기실란 화합물, 유기실록산 올리고머, 및 알킬 실리케이트에 의해 예시될 수 있다. 유기실록산 올리고머 및 알킬 실리케이트의 문자 구조는 직쇄, 부분 분지형 직쇄, 분지쇄, 환형, 및 네트워크에 의해 예시될 수 있는데, 직쇄, 분지쇄, 및 네트워크가 바람직하다. 이러한 유기규소 화합물은 3-글리시독시프로필트라이메톡시실란, 2-(3,4-에폭시사이클로헥실)에틸트라이메톡시실란, 및 3-메타크릴옥시프로필트라이메톡시실란과 같은 실란 화합물; 각각의 문자 내에 하나 이상의 규소-결합된 알케닐 기 또는 규소-결합된 수소 원자 및 하나 이상의 규소-결합된 알콕시 기를 갖는 실록산 화합물; 하나 이상의 규소-결합된 알콕시 기를 갖는 실란 화합물 또는 실록산 화합물과 하나의 문자 내에 하나 이상의 규소-결합된 하이드록시 기 및 하나 이상의 규소-결합된 알케닐 기를 갖는 실록산 화합물과의 혼합물; 메틸 폴리실리케이트; 에틸 폴리실리케이트; 및 에폭시 기-함유 에틸 폴리실리케이트에 의해 예시될 수 있다. 이러한 접착 촉진제는 바람직하게는 저점도 유체의 형태를 취하며, 그의 점도는 제한되지 않지만, 25°C에서의 점도가 1 내지 500 mPa · s의 범위인 것이 바람직하다. 고려되는 조성물 중의 이러한 접착 촉진제의 함량은 제한되지 않으나, 본 발명의 조성물의 총량 100 질량부당 0.01 내지 10 질량부의 범위가 바람직하다.

[0058] 본 발명의 목적을 해치지 않는 한, 본 발명의 조성물은 또한 하기를, 예를 들어, 추가의 선택 성분으로서 함유할 수 있다: 실리카, 유리, 알루미나, 산화아연 등과 같은 무기 충전제; 폴리메타크릴레이트 수지 등과 같은 유기 수지의 미분된 분말; 열 안정제; 염료; 안료; 난연제; 용매 등.

[0059] 본 발명의 조성물은, 성분 (D)가 결여된 조성물, 즉, 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C)로 구성된 조성물의 25°C에서의 점도가 3,000 내지 10,000 mPa · s의 범위인 것을 특징으로 하며, mPa · s 단위의 이러한 점도를 $\eta_{25^\circ\text{C}}$ 로 하고 성분 (A), 성분 (B), 및 성분 (C)로 구성된 조성물의 100°C에서의 mPa · s 단위의 점도를 $\eta_{100^\circ\text{C}}$ 로 할 때, 하기 식:

$$\log_{10} \eta_{100^\circ\text{C}} / \log_{10} \eta_{25^\circ\text{C}}$$

[0061] 의 값은 0.830 내지 0.870, 바람직하게는 0.840 내지 0.860인 것을 특징으로 한다. 그 이유는 다음과 같다: 이러한 값이 표시 범위의 하한 이상일 때 플래싱의 발생이 억제되고 양호한 성형성이 얻어지는 한편, 우수한 금형 충전 거동 및 우수한 성형성을 표시 범위의 상한 이하에서 얻어진다.

- [0062] 본 발명의 조성물을 경화시켜 얻어지는 실리콘 경화물의 경도는 특별히 제한되지 않지만, JIS 6253에 규정된 타입 A 경도계 경도가 60 내지 80의 범위, 바람직하게는 65 내지 75의 범위이다. 그 이유는 다음과 같다: 실리콘 경화물의 경도가 표시 범위의 하한 이상일 때 실리콘 경화물은 표면 점착성을 거의 나타내지 않으며, 개별 수지-밀봉된 광학 반도체 소자들 사이의 점착성이 억제되고, 밀봉 수지의 표면에 먼지가 부착되는 것이 억제될 수 있으며; 다른 한편, 표시 범위의 상한 이하에서 실리콘 경화물은 우수한 기계적 특성을 가지며, 예를 들어, 송온에서의 실장 또는 패키징 작업 시에, 밀봉 수지에서의 균열의 발생이 억제될 수 있다.
- [0063] 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 제조 방법이 하기에 상세하게 설명된다.
- [0064] 본 방법에 사용되는 밀봉 수지는 본 명세서에 상기에 기재된 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물이다. 본 방법은, JIS C 2105에 규정된 핫 플레이트 방법에 의해 30 내지 120초, 바람직하게는 45 내지 90초 범위의 젤화 시간을 산출하는 온도에서, 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 사용하여 이송 성형 또는 압축 성형에 의해 광학 반도체 소자의 수지-밀봉을 수행하는 것을 특징으로 한다. 젤화 시간이 상기에 주어진 범위의 하한 이상일 때, 성형 시에 우수한 금형 충전 거동이 얻어지는 한편, 젤화 시간이 이러한 범위의 상한 이하일 때 성형 시간이 단축되고 이어서 생산성이 개선된다.
- [0065] 생산성의 관점에서 살펴볼 때, 성형 온도는 바람직하게는 80°C 내지 200°C의 범위, 특히 바람직하게는 100°C 내지 150°C의 범위이다. 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물 중의 성분 (D) 함량 및 반응 억제제 함량을 조정함으로써, 이러한 성형 온도에서의 젤화 시간을 30 내지 120초, 바람직하게는 45 내지 90 초의 범위내로 조정할 수 있다.
- [0066] 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자가 하기에 상세하게 설명된다.
- [0067] 본 발명의 수지-밀봉된 광학 반도체 소자는 상기에 기재된 방법에 의해 제조된 수지-밀봉된 광학 반도체 소자이다. 광학 반도체 소자는 발광 다이오드 (LED)에 의해 예시될 수 있다.
- [0068] 도 1은 본 발명의 반도체 소자의 일 예인 표면 실장 LED의 단면도이다. 도 1에 나타낸 LED에서는, 광학 반도체 소자(1)가 리드 프레임(lead frame; 2) 상에 다이-본딩(die-bond)되며, 이러한 광학 반도체 소자(1)는 본딩 와이어(4)에 의해 리드 프레임(3)에 와이어-본딩된다. 이러한 광학 반도체 소자(1)는, 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물에 의해 형성되는 실리콘 경화물(5)에 의해 수지-밀봉된다.
- [0069] 도 1에 나타낸 표면-실장 LED의 제조 방법은, 광학 반도체 소자(1)를 리드 프레임(2)에 다이-본딩하고; 상기 광학 반도체 소자(1)를 금 본딩 와이어(4)로 리드 프레임(3)에 와이어-본딩하고; 이어서, 30 내지 120초, 바람직하게는 45 내지 90초 범위의 젤화 시간을 제공하는 성형 온도에서, 광학 반도체 소자(1) 상에 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 이송 성형 또는 압축 성형하여 수지 밀봉을 수행하는 방법에 의해 예시될 수 있다.
- [0070] 실시예
- [0071] 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물, 본 발명에 따른 수지-밀봉된 광학 반도체 소자의 제조 방법, 및 본 발명에 따른 수지-밀봉된 광학 반도체 소자를, 실시예 및 비교예를 사용하여 더욱 상세하게 설명한다. 점도는 25°C에서의 값이다. 화학식에서, Me는 메틸 기를 나타내고 Vi는 비닐 기를 나타낸다.
- [0072] [점도]
- [0073] 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물에 상응하는, 하이드로실릴화 반응 촉매를 함유하지 않는 조성물의 25°C에서의 점도 및 100°C에서의 점도를 둘 모두 티에이 인스트루먼츠(TA Instruments)로부터의 어드밴스드 레오미터(Advanced Rheometer) AR550을 사용하여 측정하였다.
- [0074] [겔화 시간]
- [0075] JIS C 2105-1992, "전기 젤연용 무용매 액체 수지의 시험 방법"(Test methods for solventless liquid resins for electrical insulation)에 기초하여, 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물의 120°C에서의 젤화 시간을, 알파 테크놀로지스(Alpha Technologies)로부터의 레오미터 MDR 2000P를 사용하여 측정하였다.
- [0076] [실리콘 경화물의 경도]
- [0077] 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 150°C에서 2시간 동안 가열하여 제공되는 실리콘 경화물에 대해, JIS K 6253-1997, "가황 고무 또는 열가소성 고무 - 경도 측정"(Rubber, vulcanized or thermoplastic -

Determination of hardness)에 규정된 타입 A 경도계를 사용하여 경도를 측정하였다.

[0078] [성형성]

[0079] 이송 성형기를 사용하여 조성물을 평탄한 알루미나 세라믹 기재 상에 120°C에서 3분 동안 성형한 후에, 얻어진 성형물에서 공극의 존재/부재 및 플래싱의 존재/부재에 대해 조사하였다.

[0080] [실시예 1]

[0081] 하기를 균일하게 혼합하여 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:

[0082] 평균 단위식:

[0083] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.11} (\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})_{0.33} (\text{SiO}_{4/2})_{0.56} (\text{HO}_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 25.00 질량부;

[0084] 화학식:

[0085] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{515}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 44.50 질량부;

[0086] 화학식:

[0087] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{160}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 26.06 질량부;

[0088] 화학식:

[0089] $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{50}\text{SiMe}_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 4.30 질량부

[0090] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.5 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.04 질량부.

[0091] [실시예 2]

[0092] 하기를 균일하게 혼합하여 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:

[0093] 평균 단위식:

[0094] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.11} (\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})_{0.33} (\text{SiO}_{4/2})_{0.56} (\text{HO}_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 30.00 질량부;

[0095] 화학식:

[0096] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{515}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 45.00 질량부;

[0097] 화학식:

[0098] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{310}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산 10.00 질량부;

[0099] 화학식:

[0100] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{160}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 10.56 질량부;

[0101] 화학식:

[0102] $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{50}\text{SiMe}_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 4.30 질량부

[0103] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.3 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.04 질량부.

[0104] [실시예 3]

[0105] 하기를 균일하게 혼합하여 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:

[0106] 평균 단위식:

- [0107] $(ViMe_2SiO_{1/2})_{0.11} (Me_3SiO_{1/2})_{0.33} (SiO_{4/2})_{0.56} (HO_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 20.00 질량부;
- [0108] 화학식:
- [0109] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{515}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 30.00 질량부;
- [0110] 화학식:
- [0111] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{310}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 45.19 질량부;
- [0112] 화학식:
- [0113] $Me_3SiO(MeHSiO)_{14}SiMe_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 4.66 질량부
- [0114] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.8 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.05 질량부.
- [0115] [실시예 4]
- [0116] 하기를 균일하게 혼합하여 광학 반도체 소자 밀봉-용 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:
- [0117] 평균 단위식:
- [0118] $(ViMe_2SiO_{1/2})_{0.11} (Me_3SiO_{1/2})_{0.33} (SiO_{4/2})_{0.56} (HO_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 25.00 질량부;
- [0119] 화학식:
- [0120] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{515}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 37.50 질량부;
- [0121] 화학식:
- [0122] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{310}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 23.37 질량부;
- [0123] 화학식:
- [0124] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{160}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 10.00 질량부;
- [0125] 화학식:
- [0126] $Me_3SiO(MeHSiO)_{50}SiMe_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 4.00 질량부
- [0127] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.4 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.03 질량부.
- [0128] [비교예 1]
- [0129] 하기를 균일하게 혼합하여 광학 반도체 소자 밀봉-용 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:
- [0130] 평균 단위식:
- [0131] $(ViMe_2SiO_{1/2})_{0.11} (Me_3SiO_{1/2})_{0.33} (SiO_{4/2})_{0.56} (HO_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 15.00 질량부;
- [0132] 화학식:
- [0133] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{515}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 23.00 질량부;
- [0134] 화학식:
- [0135] $ViMe_2SiO(Me_2SiO)_{310}SiMe_2Vi$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 58.20 질량부;
- [0136] 화학식:

- [0137] $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{50}\text{SiMe}_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 3.67 질량부
- [0138] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 2.0 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.03 질량부.
- [0139] [비]교예 2]
- [0140] 하기를 균일하게 혼합하여 광학 반도체 소자 밀봉-용 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:
- [0141] 평균 단위식:
- [0142] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.04} (\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})_{0.4} (\text{SiO}_{4/2})_{0.56} (\text{HO}_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 15.00 질량부;
- [0143] 화학식:
- [0144] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.15} (\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})_{0.47} (\text{SiO}_{4/2})_{0.38} (\text{HO}_{1/2})_{0.0001}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 20.00 질량부;
- [0145] 화학식:
- [0146] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{515}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 10.00 질량부;
- [0147] 화학식:
- [0148] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{160}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 49.36 질량부;
- [0149] 화학식:
- [0150] $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{50}\text{SiMe}_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 5.5 질량부
- [0151] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.5 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.04 질량부.
- [0152] [비]교예 3]
- [0153] 하기를 균일하게 혼합하여 광학 반도체 소자 밀봉-용 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:
- [0154] 평균 단위식:
- [0155] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.06} (\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})_{0.44} (\text{SiO}_{4/2})_{0.50} (\text{HO}_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 45.00 질량부;
- [0156] 화학식:
- [0157] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{515}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 18.00 질량부;
- [0158] 화학식:
- [0159] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{310}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 19.70 질량부;
- [0160] 화학식:
- [0161] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{160}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 13.55 질량부;
- [0162] 화학식:
- [0163] $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{14}\text{SiMe}_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 3.60 질량부
- [0164] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.2 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.05 질량부.
- [0165] [비]교예 4]

[0166] 하기를 균일하게 혼합하여 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물을 제조하였다:

[0167] 평균 단위식:

[0168] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.11} (\text{Me}_3\text{SiO}_{1/2})_{0.33} (\text{SiO}_{4/2})_{0.56} (\text{HO}_{1/2})_{0.01}$ 로 나타내어지는 유기폴리실록산, 35.00 질량부;

[0169] 화학식:

[0170] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{515}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 25.00 질량부;

[0171] 화학식:

[0172] $\text{ViMe}_2\text{SiO}(\text{Me}_2\text{SiO})_{160}\text{SiMe}_2\text{Vi}$ 로 나타내어지는 다이메틸폴리실록산, 35.94 질량부;

[0173] 화학식:

[0174] $\text{Me}_3\text{SiO}(\text{MeHSiO})_{50}\text{SiMe}_3$ 으로 나타내어지는 메틸수소폴리실록산, 3.93 질량부

[0175] (전술한 폴리실록산들 중 규소-결합된 비닐 기의 총량 1 몰당 이러한 성분 중 규소-결합된 수소 원자 1.0 몰을 제공하는 양); 대략 6,000 ppm의 백금 금속을 함유하는, 백금/1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착물의 1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 용액, 0.10 질량부; 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 0.03 질량부.

[0176] [표 1]

항목	구분				비교예			
	설시예 1	설시예 2	설시예 3	설시예 4	비교예 1	비교예 2	비교예 3	비교예 4
$\eta_{25^\circ\text{C}}$ (mPa·s)	3590	6050	3800	4600	3140	860	3150	6400
$\eta_{100^\circ\text{C}}$ (mPa·s)	980	1550	1170	1300	1030	370	650	1400
$\text{Log}_{10} \eta_{100^\circ\text{C}} / \text{Log}_{10} \eta_{25^\circ\text{C}}$	0.841	0.844	0.857	0.850	0.862	0.875	0.804	0.827
120°C에서의 결화 시간 (초)	75	76	108	50	54	77	110	40
타입 A 경도계 경도	71	74	61	67	56	66	69	74
성형성	우수	우수	우수	우수	불량 (불충분한 경도)	불량 (공극 포함)	불량 (플래싱 발생)	불량 (플래싱 발생)

[0177]

산업상 이용가능성

[0179] 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물은, 표면 점착성이 없는 가요성의 고도로 투명한 실리콘 경화물을 형성하기 때문에, 광, 예를 들어, 가시광, 적외광, 자외광, 원자외광 등을 방출하는 광학 반도체 소자용 밀봉제로서의 응용에 매우 적합하다. 특히, 본 발명의 광학 반도체 소자 밀봉용 경화성 실리콘 조성물의 경화에 의해 제공되는 실리콘 경화물은 온도에 의해 유발되는 투명도 변화를 겪지 않으며 따라서 고에너지, 고출력 광학 반도체 소자용 밀봉제로서의 응용에 매우 적합하다.

부호의 설명

[0181] 1 광학 반도체 소자

[0182] 2 리드 프레임

[0183] 3 리드 프레임

[0184] 4 본딩 와이어

[0185] 5 실리콘 경화물

도면

도면1

