



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 106604970 B

(45) 授权公告日 2023.01.20

(21) 申请号 201580046950.0
 (22) 申请日 2015.08.26
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 106604970 A
 (43) 申请公布日 2017.04.26
 (30) 优先权数据
 2014-177557 2014.09.01 JP
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日
 2017.03.01
 (86) PCT国际申请的申请数据
 PCT/JP2015/004292 2015.08.26
 (87) PCT国际申请的公布数据
 W02016/035285 JA 2016.03.10
 (73) 专利权人 DDP特种电子材料美国第9有限公司
 地址 美国特拉华州
 (72) 发明人 山崎春菜 吉武诚 道源凉太

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公司 31100
 专利代理师 郭辉 徐鑫

(51) Int.Cl.
 C08L 83/07 (2006.01)
 C08L 83/05 (2006.01)
 H01L 23/29 (2006.01)
 H01L 23/31 (2006.01)
 H01L 33/52 (2006.01)

(56) 对比文件
 WO 2014002918 A1, 2014.01.03
 CN 101466795 A, 2009.06.24
 JP 2011099075 A, 2011.05.19
 WO 2011102272 A1, 2011.08.25
 JP 2010508377 A, 2010.03.18
 JP S6429482 A, 1989.01.31
 US 3996195 A, 1976.12.06
 WO 2007099863 A1, 2007.09.07
 WO 2012173167 A1, 2012.12.20

审查员 李金洪

权利要求书2页 说明书17页 附图2页

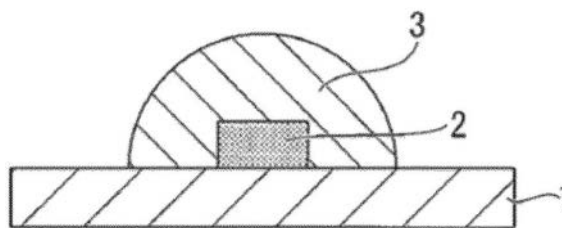
(54) 发明名称

可固化硅酮组合物、可固化热熔硅酮以及光学装置

(57) 摘要

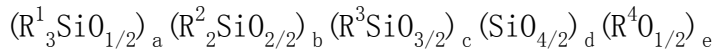
可固化硅酮组合物包含：(A) 由特定平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷；(B) 由特定平均单元化学式表示的任选的有机聚硅氧烷；(C) 由特定平均经验式表示的有机氢聚硅氧烷；以及 (D) 氢化硅烷化催化剂；并且通过使得该组合物经受氢化硅烷化反应来获得可固化热熔硅酮，氢化硅烷化反应的程度没有形成固化产物，所述可固化热熔硅酮在25℃是不可流动的并且在100℃具有小于或等于5000Pa·s的熔体粘度。该可固化硅酮组合物固化，以提供固化产物，其在固化之后具有优异的耐热性和耐光性。该可固化热熔硅酮在室温下是不可流动的，具有低表面粘度，

并且易于通过加热熔化。



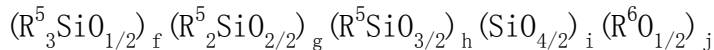
1. 一种可固化硅酮组合物,其包含:

(A) 100质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



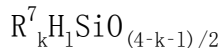
其中, R^1 、 R^2 和 R^3 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;前提是,小于或等于40摩尔%的 R^1 、大于或等于30摩尔%的 R^2 、以及小于或等于10摩尔%的 R^3 是烯基; R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的30-60摩尔%是苯基; R^4 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“a”是0至0.2的数字,“b”是0.2至0.5的数字,“c”是0.3至0.8的数字,“d”是0至0.5的数字,“e”是0至0.1的数字,“c+d”是0.3至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1;

(B) 0-150质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



其中, R^5 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;前提是,全部 R^5 的10-70摩尔%是苯基,以及全部 R^5 中的至少一个是烯基; R^6 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“f”是0.01至0.3的数字,“g”是0.4至0.99的数字,“h”是0至0.2的数字,“i”是0至0.2的数字,“j”是0至0.1的数字,“h+i”是0至0.2的数字;以及“f+g+h+i”是1;

(C) 如下平均组成化学式表示的有机氢聚硅氧烷:



其中, R^7 是苯基或者具有1-6个碳的烷基;前提是全部 R^7 的10-70摩尔%是苯基;“k”是1.0至2.5的数字,“l”是0.01至0.9的数字,以及“k+l”是1.5至3.0的数字,其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是0.5-2.0摩尔/1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基;

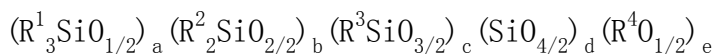
(D) 氢化硅烷化催化剂,其含量足以加速本组合物的氢化硅烷化反应;以及

(E) 反应抑制剂。

2. 如权利要求1所述的可固化硅酮组合物,所述(E)反应抑制剂的含量是0.0001-5质量份数/100质量份数的组分(A)至(D)的总量。

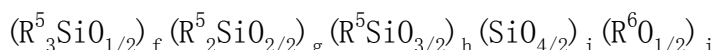
3. 一种可固化热熔硅酮,其在25℃是不可流动的,并且在100℃具有小于或等于5000Pa·s的熔融粘度,所述可固化热熔硅酮是使如下可固化硅酮组合物经受氢化硅烷化反应形成的,所述氢化硅烷化反应的程度没有形成固化产物,所述可固化硅酮组合物包含:

(A) 100质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



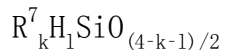
其中, R^1 、 R^2 和 R^3 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;但是,小于或等于40摩尔%的 R^1 、大于或等于30摩尔%的 R^2 、以及小于或等于10摩尔%的 R^3 是烯基; R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的30-60摩尔%是苯基; R^4 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“a”是0至0.2的数字,“b”是0.2至0.5的数字,“c”是0至0.8的数字,“d”是0至0.5的数字,“e”是0至0.1的数字,“c+d”是0.3至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1;

(B) 0-40质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



其中, R^5 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;前提是,全部 R^5 的10-70摩尔%是苯基,以及全部 R^5 中的至少一个是烯基; R^6 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“f”是0.01至0.3的数字,“g”是0.4至0.99的数字,“h”是0至0.2的数字,“i”是0至0.2的数字,“j”是0至0.1的数字,“h+i”是0至0.2的数字;以及“f+g+h+i”是1;

(C) 如下平均组成化学式表示的有机氢聚硅氧烷:



其中, R^7 是苯基或者具有1-6个碳的烷基;但是,全部 R^7 的10-70摩尔%是苯基;“k”是1.0至2.5的数字,“1”是0.01至0.9的数字,以及“k+1”是1.5至3.0的数字,其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是0.5-2.0摩尔/1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基;

(D) 氢化硅烷化催化剂,其含量足以加速本组合物的氢化硅烷化反应;以及

(E) 反应抑制剂。

4. 如权利要求3所述的可固化热熔硅酮,其特征在于,所述(E)反应抑制剂的含量是0.0001-5质量份数/100质量份数的组分(A)至(D)的总量。

5. 如权利要求3或4所述的可固化热熔硅酮,其特征在于,所述可固化热熔硅酮是片状或者粉末状。

6. 如权利要求3或4所述的可固化热熔硅酮,其特征在于,所述可固化热熔硅酮是片剂状。

7. 一种光学装置,其中,光学半导体元件被权利要求1或2所述的可固化硅酮组合物或者权利要求3或4所述的可固化热熔硅酮的固化产物包封、保护或覆盖。

可固化硅酮组合物、可固化热熔硅酮以及光学装置

技术领域

[0001] 本发明涉及可固化硅酮组合物、可固化热熔硅酮以及光学装置。

背景技术

[0002] 可固化硅酮组合物已经被广泛地用于工业领域,因为硅酮组合物固化形成的固化产物具有优异的耐热性、耐冷性、电绝缘性质、耐气候性、斥水性和透明度。具体来说,其固化产物相比于其他有机材料较不容易脱色和引起较少的物理性质劣化。因此,固化产物适合作为光学材料。例如,专利文献1提出了用于发光二极管(LED)元件的液体硅酮树脂组合物,该液体硅酮树脂组合物包含:含烯基硅酮树脂,含与氢原子键合的硅原子的有机聚硅氧烷,以及氢化硅烷化催化剂。

[0003] 另一方面,近年来,已经提出了在室温下处于固体或半固体的材料用于新型发光二极管(LED)的生产工艺。例如,专利文献2描述了用于发光二极管(LED)的片状硅酮树脂组合物,该片状硅酮树脂组合物包含:含烯基硅酮树脂,含与氢原子键合的硅原子的有机聚硅氧烷,以及氢化硅烷化催化剂。专利文献3描述了可固化有机聚硅氧烷组合物,其包含:可溶于溶剂的含烯基有机聚硅氧烷,其是通过含烯基有机聚硅氧烷与含与氢原子键合的硅原子的有机聚硅氧烷的氢化硅烷化反应形成的;含与氢原子键合的硅原子的有机聚硅氧烷;以及氢化硅烷化催化剂。专利文献4描述了通过硅酮树脂组合物的半固化获得的硅酮树脂片,所述硅酮树脂组合物包含:在分子中具有至少2个烯基甲硅烷基的有机聚硅氧烷;在分子中具有至少2个氢甲硅烷基的有机聚硅氧烷;氢化硅烷化催化剂;以及反应抑制剂。

[0004] 但是,这些材料具有25℃时表面粘着问题和不足的热熔性质,因而无法满足实际应用。此外,虽然需要更进一步的耐热性/耐光性,但是当实行具有较高亮度的LED封装时,这些材料具有耐热性/耐光性不足的问题。

[0005] 引用文献列表

[0006] 专利文献

[0007] 专利文献1:未审查的日本专利申请公开第2004-186168A号

[0008] 专利文献2:未审查的日本专利申请公开第2009-235368A号

[0009] 专利文献3:未审查的日本专利申请公开第2009-242627A号

[0010] 专利文献4:未审查的日本专利申请公开第2011-219597号

发明内容

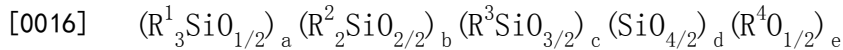
[0011] 技术问题

[0012] 本发明的一个目的是提供可固化硅酮组合物,其提供的固化产物在固化之后具有优异的耐热性和耐光性,以及提供可固化热熔硅酮,其在室温下是不可流动的,具有低表面粘度且通过加热易于熔化。本发明的另一个目标是提供一种具有高可靠性的光学装置。

[0013] 解决问题的方法

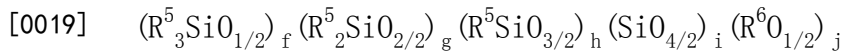
[0014] 本发明的可固化硅酮组合物包含:

[0015] (A) 100质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



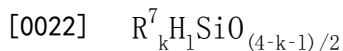
[0017] 其中, R^1 、 R^2 和 R^3 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;前提是,小于或等于40摩尔%的 R^1 、大于或等于30摩尔%的 R^2 、以及小于或等于10摩尔%的 R^3 是烯基; R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的30-60摩尔%是苯基; R^4 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“a”是0至0.2的数字,“b”是0.2至0.5的数字,“c”是0.3至0.8的数字,“d”是0至0.5的数字,“e”是0至0.1的数字,“c+d”是0.3至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1;

[0018] (B) 0-150质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



[0020] 其中, R^5 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;前提是,全部 R^5 的10-70摩尔%是苯基,以及全部 R^5 中的至少一个是烯基; R^6 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“f”是0.01至0.3的数字,“g”是0.4至0.99的数字,“h”是0至0.2的数字,“i”是0至0.2的数字,“j”是0至0.1的数字,“h+i”是0至0.2的数字;以及“f+g+h+i”是1;

[0021] (C) 如下平均经验式表示的有机氢聚硅氧烷:

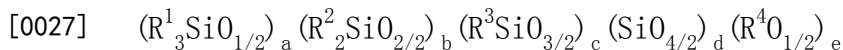


[0023] 其中, R^7 是苯基或者具有1-6个碳的烷基;前提是全部 R^7 的10-70摩尔%是苯基;“k”是1.0至2.5的数字,“l”是0.01至0.9的数字,以及“k+l”是1.5至3.0的数字,其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是0.5-2.0摩尔/1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基;以及

[0024] (D) 氢化硅烷化催化剂,其含量足以加速本组合物的氢化硅烷化反应。

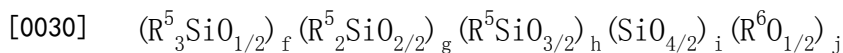
[0025] 本发明的可固化热熔硅酮在25℃是不可流动的,并且在100℃具有小于或等于5000Pa·s的熔融粘度,以及所述可固化热熔硅酮是使如下可固化硅酮组合物经受氢化硅烷化反应形成的,所述氢化硅烷化反应的程度没有形成固化产物,所述可固化硅酮组合物包含:

[0026] (A) 100质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



[0028] 其中, R^1 、 R^2 和 R^3 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;前提是,小于或等于40摩尔%的 R^1 、大于或等于30摩尔%的 R^2 、以及小于或等于10摩尔%的 R^3 是烯基; R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的30-60摩尔%是苯基; R^4 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“a”是0至0.2的数字,“b”是0.2至0.5的数字,“c”是0至0.8的数字,“d”是0至0.5的数字,“e”是0至0.1的数字,“c+d”是0.3至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1;

[0029] (B) 0-40质量份数由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:



[0031] 其中, R^5 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基;但是,全部 R^5 的10-70摩尔%是苯基,以及全部 R^5 中的至少一个是烯基; R^6 是氢原子或者具有1-6个碳的烷基;“f”是0.01至0.3的数字,“g”是0.4至0.99的数字,“h”是0至0.2的数字,“i”是0至0.2的数字,“j”是0至0.1的数字,“h+i”是0至0.2的数字;以及“f+g+h+i”是1;

[0032] (C) 如下平均经验式表示的有机氢聚硅氧烷:

[0033] $R^7_{k-1}SiO_{(4-k-1)/2}$

[0034] 其中, R^7 是苯基或者具有1-6个碳的烷基;但是,全部 R^7 的10-70摩尔%是苯基;“k”是1.0至2.5的数字,“1”是0.01至0.9的数字,以及“k+1”是1.5至3.0的数字,其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是0.5-2.0摩尔/1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基;以及

[0035] (D) 氢化硅烷化催化剂,其含量足以加速本组合物的氢化硅烷化反应;

[0036] 此外,本发明的光学装置具有被上文所述的可固化硅酮组合物或者上文所述的可固化热熔硅酮的固化产物包封、保护或覆盖的光学半导体元件。

[0037] 发明效果

[0038] 本发明的可固化硅酮组合物提供了固化产物,其在固化之后具有优异的耐热性和耐光性。此外,本发明的可固化热熔硅酮在室温下是不可流动的,具有低表面粘度,并且易于通过加热熔化。此外,本发明的光学装置具有优异的可靠性和长寿命。

附图说明

[0039] 图1是根据本发明的制造方法制造的光学装置的一个例子的横截面示意图。

[0040] 图2是图1所示光学装置的透明透视示意图。

[0041] 图3是根据本发明的制造方法制造的光学装置的另一个例子的横截面示意图。

[0042] 图4是根据本发明的制造方法制造的光学装置的另一个例子的透明透视示意图。

[0043] 图5是根据本发明的制造方法制造的光学装置的另一个例子的横截面示意图。

[0044] 实施方式说明

[0045] 首先,下面将详细地描述本发明的可固化硅酮组合物。

[0046] 组分(A)是由如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:

[0047] $(R^1_3SiO_{1/2})_a (R^2_2SiO_{2/2})_b (R^3SiO_{3/2})_c (SiO_{4/2})_d (R^4O_{1/2})_e$

[0048] 在化学式中, R^1 、 R^2 和 R^3 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基。烷基的例子包括:甲基、乙基、丙基、丁基、戊基、己基、环戊基和环己基。其中,优选甲基。此外,烯基的例子包括:乙烯基、烯丙基、丁烯基、戊烯基和己烯基。其中,乙烯基和烯丙基是优选的。

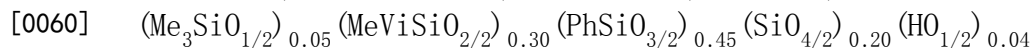
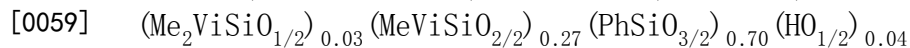
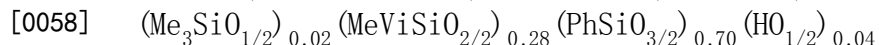
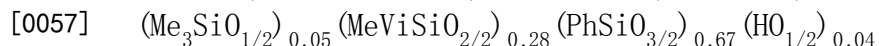
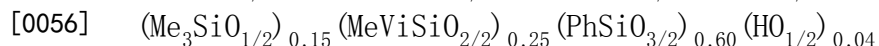
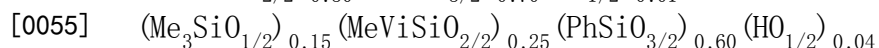
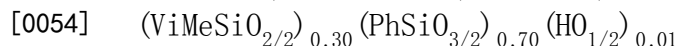
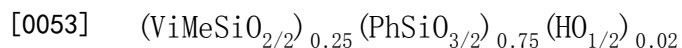
[0049] 注意到的是,小于或等于40摩尔%的 R^1 、大于或等于30摩尔%的 R^2 、以及小于或等于10摩尔%的 R^3 是烯基, R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的30-60摩尔%是苯基。此外,出于实现足够高机械强度和获得具有优异的耐热性和耐光性的固化产物而言,优选小于或等于35摩尔%的 R^1 、大于或等于35摩尔%的 R^2 、以及小于或等于5摩尔%的 R^3 是烯基,以及 R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的35-55摩尔%是苯基。此外,由于可采用本文组合物容易地制备在室温下是不可流动的、具有低表面粘度且易于通过加热熔化的可固化热熔硅酮,优选地,小于或等于10摩尔%的 R^1 、大于或等于45摩尔%的 R^2 、以及小于或等于10摩尔%的 R^3 是烯基,以及 R^1 、 R^2 和 R^3 的总和的35-55摩尔%是苯基。

[0050] 在化学式中, R^4 是氢或者具有1-6个碳的烷基。烷基的例子包括类似于上文所述的烷基,但是烷基优选是甲基或乙基。

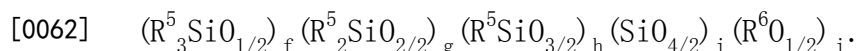
[0051] 在化学式中,“a”是0至0.2的数字,“b”是0.2至0.5的数字,“c”是0.3至0.8的数字,“d”是0至0.5的数字,“e”是0至0.1的数字,“c+d”是0.3至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1。此外,出于实现足够高机械强度和获得具有优异的耐热性和耐光性的固化产物而言,“a”优选

是0至0.10的数字,“b”优选是0.2至0.4的数字,“c”优选是0.4至0.8的数字,“d”优选是0至0.3的数字,“e”优选是0至0.05的数字,“c+d”优选是0.4至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1。此外,由于可采用本文组合物容易地制备在室温下是不可流动的、具有低表面粘度且易于通过加热熔化的可固化热熔硅酮,“a”优选是0至0.10的数字,“b”优选是0.2至0.4的数字,“c”优选是0.5至0.8的数字,“d”优选是0至0.2的数字,“e”优选是0至0.05的数字,“c+d”优选是0.5至0.8的数字;以及“a+b+c+d”是1。

[0052] 该类型的组分(A)的例子包括有机聚硅氧烷,例如下文所述的那些。注意到的是,在化学式中,Me表示甲基,Ph表示苯基,以及Vi表示乙烯基。



[0061] 组分(B)是任选组分,用于调节本文组合物的粘度以及所得到的固化产物的硬度和机械强度,组分(B)是如下平均单元化学式表示的有机聚硅氧烷:

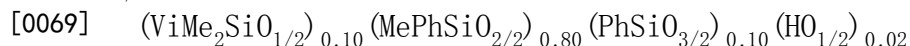
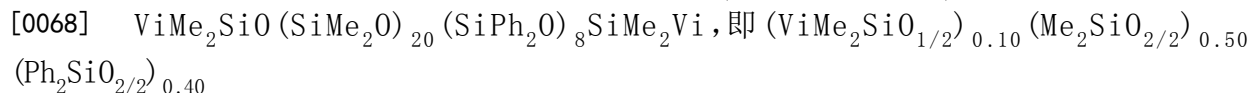
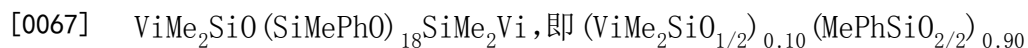


[0063] 在化学式中, R^5 是相同或不同的,并且分别是苯基、具有1-6个碳的烷基、或者具有2-6个碳的烯基。烷基的例子包括上文所述的类似烷基,烷基优选是甲基。烯基的例子包括上文所述的类似烯基,烯基优选是乙烯基或烯丙基。注意的是,在化学式中,虽然全部 R^5 的10-70摩尔%是苯基,但是,因为实现了足够高的机械强度和获得了具有优异耐热性和耐光性的固化产物以及由于在室温下不可流动、具有低表面粘度和采用本文的组合物通过加热可以容易地制备可固化的热熔硅酮,优选全部 R^5 的20-60摩尔%是苯基。

[0064] 此外,在化学式中, R^6 是氢原子或烷基。烷基的例子包括类似于上文 R^4 所述的烷基,以及优选甲基和乙基。

[0065] 此外,在化学式中,“f”是0.01至0.3的数字,“g”是0.4至0.99的数字,“h”是0至0.2的数字,“i”是0至0.2的数字,“j”是0至0.1的数字,“h+i”是0至0.2的数字;以及“f+g+h+i”是1。

[0066] 该类型的组分(B)的例子包括有机聚硅氧烷,例如下文所述的那些。注意到的是,在化学式中,Me表示甲基,Ph表示苯基,以及Vi表示乙烯基。

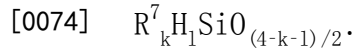


[0071] 在本组合物中,组分(B)的含量是0-150质量份数每100质量份数组分(A)。此外,出于实现足够高机械强度和获得具有优异的耐热性和耐光性的固化产物而言,该含量优选是

0-120重量份数,0-100重量份数,或者0-40重量份数。

[0072] 此外,当采用本组合物制备可固化热熔硅酮时,组分(B)的含量是0-40质量份数每100质量份数组分(A)。此外,由于可以制备在室温下不可流动、具有低表面粘度和易于通过加热熔化的可固化热熔硅酮,该含量优选是0-30质量份数。

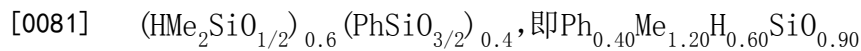
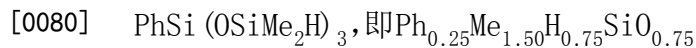
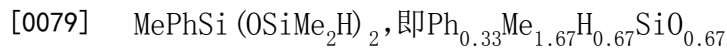
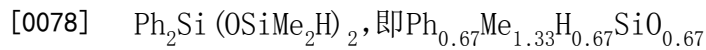
[0073] 组分(C)是为了交联组分(A)和(B),并且其是如下平均组成化学式表示的有机氢聚硅氧烷:



[0075] 在化学式中, R^7 是苯基或者具有1-6个碳的烷基。烷基的例子包括上文所述的类似烷基,烷基优选是甲基。注意的是,在组分(B)中,全部 R^7 的10-70摩尔%是苯基。

[0076] 此外,在化学式中,“k”是1.0至2.5的数字,“1”是0.01至0.9的数字,以及“k+1”是1.5至3.0的数字。此外,出于实现足够高机械强度和获得具有优异的耐热性和耐光性的固化产物而言,“k”优选是1.2至2.3的数字,“1”优选是0.1至0.8的数字,以及“k+1”优选是2.0至2.7的数字。此外,由于可以容易地采用本组合物制备在室温下不可流动、具有低表面粘度和易于通过加热熔化的可固化热熔硅酮,“k”优选是1.5至2.2的数字,“1”优选是0.1至0.8的数字,以及“k+1”优选是2.0至2.7的数字。

[0077] 该类型的组分(C)的例子包括有机聚硅氧烷,例如下文所述的那些。注意到的是,在化学式中,Me表示甲基,以及Ph表示苯基。



[0082] 组分(C)的含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子的量是0.5-2.0摩尔/1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基。此外,出于实现足够高机械强度和获得具有优异的耐热性和耐光性的固化产物而言,该含量优选使得本组分中的与氢原子键合的硅原子的量是0.5-1.8摩尔。当采用本组合物制备可固化热熔硅酮时,该含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子的量是0.7-1.5摩尔/1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基。

[0083] 组分(D)是用于加热本组合物的氢化硅烷化反应的氢化硅烷化催化剂。组分(D)的例子包括铂基催化剂、铑基催化剂和钯基催化剂。由于能够明显促进本组合物固化的能力,铂基催化剂是优选的。铂基催化剂的例子包括:铂细粉末、氯铂酸、氯铂酸的醇溶液、铂-烯基硅氧烷络合物、铂-烯炔络合物和铂-羰基络合物,铂-烯基硅氧烷络合物是特别优选的。烯基硅氧烷的例子包括:1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷、1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷、烯基硅氧烷(这些烯基硅氧烷的部分被乙基或者苯基等取代)、以及烯基硅氧烷(这些烯基硅氧烷的乙烯基被烯丙基或者己烯基等取代)。具体来说,由于铂-烯基硅氧烷络合物的优异稳定性,1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷是优选的。

[0084] 组分(D)的添加量加速了氢化硅烷化反应。具体来说,以本组分中的金属原子的质量单位而言,添加量优选是0.01-500ppm、更优选0.01-100ppm,特别优选0.01-50ppm,相对于组分(A)至(C)的总量而言。这是由于,当组分(D)的添加量大于或等于上述范围的下限时,可以充分地加速本组合物的氢化硅烷化反应。另一方面,当添加量小于或等于上述范围的上限时,在所得到的固化产物中,较不容易发生诸如变色之类的问题。

[0085] 本组合物可含有(E)反应抑制剂作为任选组分,来调节本组合物的固化反应。组分(E)的例子包括:炔醇,例如,2-甲基-3-丁炔-2-醇,3,5-二甲基-1-己炔-3-醇,以及2-苯基-3-丁炔-2-醇;烯炔化合物,例如,3-甲基-3-戊烯-1-炔和3,5-二甲基-3-己烯-1-炔;1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷,1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四己烯基环四硅氧烷,以及苯并三唑。组分(E)的含量没有限制;但是,含量优选为0.0001-5质量份数每100质量份数的上文所述组分(A)至(D)的总量。

[0086] 此外,本组合物可含有磷光体,从而转变来自光学半导体元件的发射波长。磷光体的例子包括发光二极管(LED)中广泛使用的物质,例如发黄光、发红光、发绿光和发蓝光的磷光体,例如,基于氧化物的磷光体、基于氧氮化物的磷光体、基于氮化物的磷光体、基于硫化物的磷光体、以及基于氧硫化物的磷光体。基于氧化物的磷光体的例子包括:钇、铝和金刚砂类型的YAG绿色至黄色的发光磷光体,其含有铈离子;钇、铝和金刚砂类型的TAG黄色的发光磷光体,其含有铈离子;以及硅酸盐绿色至黄色的发光磷光体,其含有铈或铕离子。基于氧氮化物的磷光体的例子包括:硅、铝、氧和氮类型的SiAlON红色至绿色的发光磷光体,其含有铕离子。基于氮化物的磷光体的例子包括:钙、锶、铝、硅和氮类型的CASN红色的发光磷光体,其含有铕离子。基于硫化物的磷光体的例子包括ZnS绿色发光磷光体,其含有铜离子或铝离子。基于氧硫化物的磷光体的例子包括Y₂O₂S红色发光磷光体,其含有铕离子。可以结合使用这些磷光体中的两种或更多种类型。

[0087] 本组合物还可含有促粘剂,用于改善组合物的粘合。优选的促粘剂是在分子中具有至少一个与硅原子键合的烷氧基的有机硅化合物。该烷氧基是例如甲氧基、乙氧基、丙氧基、丁氧基和甲氧基乙氧基;并且甲氧基是特别优选的。此外,除了与硅原子键合的烷氧基之外,有机硅化合物的其他基团的例子包括:卤素取代或未取代的单价烃基团,例如烷基、烯基、芳基、芳烷基和卤化烷基;缩水甘油氧基烷基(glycidoxyl),例如3-缩水甘油氧基丙基和4-缩水甘油氧基丁基;环氧基环己基烷基,例如,2-(3,4-环氧基环己基)乙基和3-(3,4-环氧基环己基)丙基;环氧基烷基,例如,3,4-环氧基丁基和7,8-环氧基辛基;含丙烯酸基团的单价有机基团,例如,3-甲基丙烯酰氧基丙基;以及氢原子。有机硅化合物优选具有能够与本组合物中的烯基或与氢原子键合的硅原子发生反应的基团。具体来说,有机硅化合物优选具有与氢原子键合的硅原子或者烯基。此外,由于向各种类型的基材赋予良好粘性的能力,该有机硅化合物优选在分子中具有至少一个含环氧基团的单价有机基团。该有机硅化合物的例子包括有机硅烷化合物、有机硅氧烷低聚物和硅酸烷基酯。有机硅氧烷低聚物或硅酸烷基酯的分子结构的例子包括线性、部分支化线性、支化、环状和网状结构。分子结构优选是线性、支化或者网状结构。该类型的有机硅化合物的例子包括硅烷化合物,例如,3-缩水甘油氧基丙基三甲氧基硅烷、2-(3,4-环氧环己基)乙基三甲氧基硅烷和3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷;硅氧烷化合物,其在分子中具有与烯基键合的硅原子和与氢原子键合的硅原子中的至少一个以及至少一个与烷氧基键合的硅原子;具有至少一个与烷氧基键合的硅原子的硅烷化合物或硅氧烷化合物与分子中具有至少一个与羟基键合的硅原子和至少一个与烯基键合的硅原子的硅氧烷化合物的混合物;聚硅酸甲酯、聚硅酸乙酯和含环氧基团的聚硅酸乙酯。促粘剂优选是低粘度液体,并且粘度没有特别的限制;但是,在25℃的粘度优选是1-500mPa·s。此外,在本组合物中,促粘剂的含量没有限制,但是优选为0.01-10质量份数每100质量份数的本组合物的总量。

[0088] 此外,在本组合中中可以含有:不具有与氢原子键合的硅原子的硅酮组分,无机填料例如二氧化硅、氧化钛、玻璃、氧化铝或者氧化锌,聚甲基丙烯酸酯树脂等的有机树脂细粉末,阻热剂,染料,颜料以及阻燃剂等,作为任选组分,其水平不影响本发明的目的。

[0089] 接下来,下面将详细地描述本发明的可固化热熔硅酮。

[0090] 本发明的可固化热熔硅酮是通过使得可固化硅酮组合物经受氢化硅烷化反应获得的,所述可固化硅酮组合物包含:100质量份数的上文所述的组分(A);0-40质量份数的上文所述的组分(B);上文所述的组分(C),其含量使得本组分中与氢原子键合的硅原子是0.5-2.0摩尔每1摩尔的组分(A)和(B)中的总烯基;以及组分(D),其含量足以加速本组合物的氢化硅烷化反应;

[0091] 所述氢化硅烷化反应的程度没有形成固化产物;以及所述可固化热熔硅酮在25℃是不可流动的并且在100℃的熔体粘度小于或等于5000Pa·s。

[0092] 在制备本发明的可固化热熔硅酮的可固化硅酮组合物中,组分(A)至(D)以及其他任选组分如上文所述。

[0093] 在热熔硅酮中,“使上文所述的可固化硅酮组合物经受氢化硅烷化反应的程度不形成固化产物”指的是在工艺的中段终止可固化硅酮组合物的固化反应。具体来说,优选进行氢化硅烷化反应直至可固化硅酮组合物中的烯基或者与氢原子键合的硅中较小量的那个的任意一个的50-90%被消耗掉的时间,即,直至反应的转化程度变为50-90%的时间。例如,可以采用差示扫描量热计(DSC)由反应热差异来确定该转化程度。

[0094] 本热熔硅酮在25℃是不可流动的,并且100℃的熔体粘度小于或等于5000Pa·s,以及优选10-3500Pa·s。注意的是,“不可流动”指的是当没有施加负荷时不发生流动,表明状态处于低于软化点,所述软化点是通过JIS K 6863-1994,“Testing methods for the softening point of hot melt adhesives(用于热熔粘合剂的软化点的测试方法)”规定的热熔粘合剂的环-球方法的软化点的测试方法测定的。也就是说,为了使得在25℃是不可流动的,软化点需要高于25℃。这是因为如果热熔硅酮在25℃是不可流动的话,则可以在该温度实现优异的形状保留性质,并且可以获得具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。此外,当100℃的熔体粘度处于上文所述的范围内时,在热熔化之后,可以获得在冷却至25℃之后具有优异粘性的可固化热熔硅酮。此外,本热熔硅酮的软化点高于25℃但是优选低于50℃。也就是说,本热熔硅酮在50℃的熔体粘度优选大于或等于2000Pa·s,以及在50℃的熔体粘度更优选大于或等于100℃时的熔体粘度的2倍,以及甚至更优选大于或等于100℃时的熔体粘度的25倍。这是因为,当50℃时的熔体粘度大于或等于上文所述的下限,且相对于100℃时的熔体粘度而言,当50℃时的熔体粘度大于或等于上文所述的下限时,展现出25℃时的不可流动性、低表面粘度以及优异的热熔性质。

[0095] 可以将本热熔硅酮加工成各种形式,例如,可以制成厚度为5μm至5mm的片材、粉末形式或者片剂形式。可以通过各种方法,例如层叠、压模和传递模塑,将获得的具有各种形式的热熔硅酮形成为具有所需形状的固化产物。

[0096] 接着,下面将详细地描述本发明的光学装置。

[0097] 本发明的光学装置的特征在于,光学半导体元件被上文所述的可固化硅酮组合物或者可固化热熔硅酮的固化产物包封、保护或覆盖。该光学半导体元件的例子是发光二极管元件。此外,此类光学装置的例子是发光二极管(LED)。

[0098] 本发明还涉及提供有凸起的固化产物的光学装置。图1-4显示光学装置,其具有安装在基材1上的LED 2,所述基材1具有平坦表面,并且还提供了凸起的固化产物3。基材1上的LED 2和电极(未示出)通过电线(同样未示出)等连接。

[0099] 图1和2所示的根据本发明的光学装置可通过如下方式制造:将可固化硅酮组合物逐滴沉积到基材1上,从而覆盖LED 2,使得组合物固化,以及形成凸起的固化产物3。图1和2所示的根据本发明的光学装置的凸起的固化产物3是半球体,从而可以控制光发射的方向并且保持正面亮度不会太大,从而实现优异的光学性质。

[0100] 图3显示提供有具有略微平坦圆顶形状的凸起固化产物3的光学装置,不同于图1所示的情况。如图1和2所示的光学装置的情况,基材1上的LED 2和电极(未示出)通过电线(同样未示出)等连接。图3所示的根据本发明的光学装置的凸起固化产物3略微平坦,能够保持光学装置的低厚度。

[0101] 图4显示提供有具有半圆柱形状的凸起固化产物3的光学装置,不同于图1所示的情况。如图1和2所示的光学装置的情况,基材1上的LED 2和电极(未示出)通过电线(同样未示出)等连接。图4所示的根据本发明的光学装置的凸起固化产物3具有半圆柱形形状,能够将凸起固化产物3比较致密地沉积在基材1上。

[0102] 在图1-4所示的实施方式中,在基材1的表面上无需提供挡板元件(dam member)(突出物)来防止逐滴沉积到基材1的表面的可固化硅酮组合物的铺展。因此,即使基材1具有平坦表面,仍然可以容易地制造半球体、半圆柱形、圆顶形状或者类似凸起的固化产物3。此外,由于无需挡板元件防止可固化硅酮组合物的铺展,也就无需在根据本发明的制造方法获得的光学装置中通过切割操作来对挡板元件进行切割。

[0103] 同时,图5显示了包括围绕着LED 2的反射元件4的光学装置,不同于图1-4。图5所示的根据本发明的光学装置在基材1上提供有LED 2和反射元件4,以及凸起的固化产物3。基材1上的LED 2和电极(未示出)通过电线(同样未示出)等连接。图5所示的根据本发明的光学装置可通过如下方式制造:将可固化硅酮组合物逐滴沉积到反射元件4的框架内,从而覆盖LED 2,使得组合物固化,以及形成凸起的固化产物3。通常来说,会通过用密封材料填充框架,之后将棱镜与其粘结,来形成类似于图5所示的光学装置。但是,在根据本发明的制造方法中,填充密封材料的工艺和形成棱镜的工艺可以同时进行,从而实现了光学装置制造工艺的简化。此外,消除了对于棱镜粘结和密封材料的需求,从而能够消除棱镜和密封材料之间的光反射。

实施例

[0104] 下面将采用实施例和比较例来详细描述本发明的可固化硅酮组合物、可固化热熔硅酮以及光学装置。如下文所述测量可固化硅酮组合物的固化产物的硬度的脱色程度,可固化热熔硅酮在25℃的表面粘度,在50℃和100℃的熔体粘度,以及反应中的转化程度。此外,在化学式中,Me表示甲基,Ph表示苯基,以及Vi表示乙烯基。

[0105] 固化产物的硬度

[0106] 通过使可固化硅酮组合物在180℃经受压模1小时来生产片状固化产物。通过D型硬度计,如JIS K 6253所规定的那样测量片状固化产物的硬度。

[0107] 固化产物的脱色程度。

[0108] 通过将可固化硅酮组合物在180℃维持1小时进行固化,来生产厚度为2mm的测试样品。测量初始脱色程度以及该测试样品在180℃加热240小时之后的脱色程度。通过分光光度计测量脱色程度,采用JIS Z 8729-1980,“Specification of Colour of Materials according to the CIE 1976 (L*a*b*) Space and the CIE 1976 (L*u*v*) Space (根据CIE 1976 (L*a*b*) 空间和CIE 1976 (L*u*v*) 空间的材料的颜色规格)”规定的L*a*b*色空间中所使用的b*值作为黄色脱色程度的指示。

[0109] 可固化热熔硅酮的表面粘度

[0110] 通过用手指触摸来观察可固化热熔硅酮在25℃的表面粘度。

[0111] 可固化热熔硅酮的熔体粘度

[0112] 采用TA仪器公司制造的AR550流变仪测量可固化热熔硅酮在50℃和100℃的熔体粘度,采用直径为20mm的锥板,锥角为22°,剪切速率为1/s。

[0113] 反应中的转化程度

[0114] 对于可固化热熔硅酮以及作为可固化热熔硅酮的原材料的可固化硅酮组合物,采用精工仪器有限公司(Seiko Instruments Inc.)制造的差示扫描量热仪(DSC)XDSC7000测量放热氢化硅烷化反应的热值,基于如下等式计算可固化热熔硅酮反应中的转化程度。

[0115] [公式1]

[0116] 反应中的转化程度 = $(X - Y) / X \times 100$

[0117] X: 在可固化硅酮组合物的固化过程中测得的卡路里

[0118] X: 在可固化热熔硅酮的固化过程中测得的卡路里

[0119] 光学装置的可靠性测试

[0120] 在其上安装有光学半导体元件的陶瓷基材上,通过如下方式形成圆顶形状固化产物:使得本发明的可固化硅酮组合物或者可固化热熔硅酮经受150℃压模持续5分钟,之后在150℃的烘箱中固化2小时,以产生图1所示的光学装置。

[0121] 采用该光学装置,在85℃和85%相对湿度,打开700mA的电流,发光。在100小时之后,取走光学装置,测量打开30mA电流的发光情况下的光辐射通量(mW),计算初始光辐射通量的保持时间。

[0122] 实施例1

[0123] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:62.1质量份数的有机聚硅氧烷,其含有7.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0124] $(\text{ViMeSiO}_{2/2})_{0.3} (\text{PhSiO}_{3/2})_{0.7} (\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0125] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0126] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.10} (\text{PhMeSiO}_{2/2})_{0.90} (\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0127] 27.9质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

[0128] $\text{Ph}_2\text{Si}(\text{OSiMe}_2\text{H})_2$

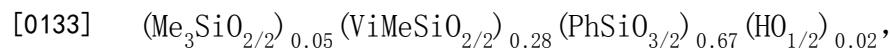
[0129] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.0摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本

组合物的量是1ppm), 1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

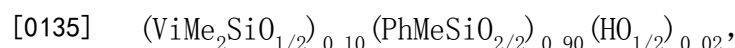
[0130] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0131] 实施例2

[0132] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:67.1质量份数的有机聚硅氧烷,其含有6.6质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0134] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0136] 22.9质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.75质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

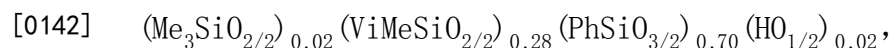


[0138] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是1ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

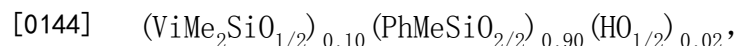
[0139] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0140] 实施例3

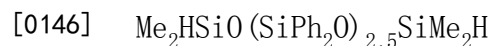
[0141] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:50.2质量份数的有机聚硅氧烷,其含有6.5质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0143] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0145] 9.9质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.32质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下平均化学式:

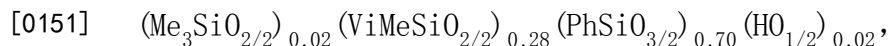


[0147] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是5.5ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

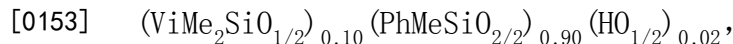
[0148] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0149] 实施例4

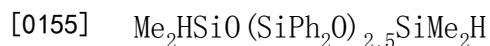
[0150] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:56.2质量份数的有机聚硅氧烷,其含有6.5质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0152] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0154] 3.8质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.32质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下平均化学式:

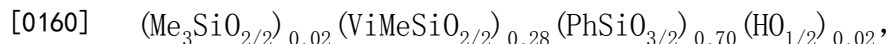


[0156] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是5.5ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

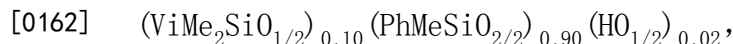
[0157] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0158] 实施例5

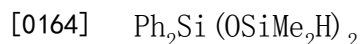
[0159] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:67.3质量份数的有机聚硅氧烷,其含有6.5质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0161] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0163] 22.7质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

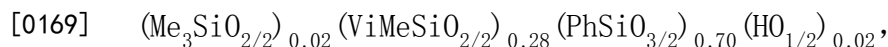


[0165] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是5.5ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

[0166] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0167] 实施例6

[0168] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:70.6质量份数的有机聚硅氧烷,其含有6.5质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0170] 29.4质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

[0171] $\text{Ph}_2\text{Si}(\text{OSiMe}_2\text{H})_2$

[0172] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.1摩尔/1摩尔的上述有机聚硅氧烷中的乙烯基), 铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是5.5ppm), 1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

[0173] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0174] 实施例7

[0175] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:49.4质量份数的有机聚硅氧烷,其含有6.5质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0176] $(\text{Me}_3\text{SiO}_{2/2})_{0.02}(\text{ViMeSiO}_{2/2})_{0.28}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.70}(\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0177] 30.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0178] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.10}(\text{PhMeSiO}_{2/2})_{0.90}(\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0179] 23.2质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

[0180] $\text{Ph}_2\text{Si}(\text{OSiMe}_2\text{H})_2$

[0181] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是0.8摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基), 铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是4.0ppm), 1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

[0182] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表1所示。

[0183] [表1]

	实施例						
	1	2	3	4	5	6	7
D 型硬度计硬度	66	60	54	52	73	30	64
[0184] 固化产物的脱色程度 b*	初始	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	在 180°C 加热 240 小时之后	1.3	1.4	1.3	1.4	1.4	1.4
	光辐射通量的保留率 (%)	98	100	99	97	98	98

[0185] 实施例8

[0186] 当实施例1中的可固化硅酮组合物在120°C加热20分钟时,获得在25°C不可流动且具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50°C的熔体粘度是8060Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100°C的熔体粘度是180Pa·s。反应的转化程度是65%。此外,当该可固化热熔硅酮在180°C加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质的固化产物。

[0187] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0188] 实施例9

[0189] 当实施例2中的可固化硅酮组合物在120℃加热30分钟时,获得在25℃不可流动且具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50℃的熔体粘度是10100Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100℃的熔体粘度是100Pa·s。反应的转化程度是66%。此外,当该可固化热熔硅酮在180℃加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质的固化产物。

[0190] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0191] 实施例10

[0192] 当实施例3中的可固化硅酮组合物在120℃加热20分钟时,获得在25℃不可流动且具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50℃的熔体粘度是12000Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100℃的熔体粘度是3050Pa·s。反应的转化程度是73%。此外,当该可固化热熔硅酮在180℃加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质的固化产物。

[0193] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0194] 实施例11

[0195] 当实施例4中的可固化硅酮组合物在120℃加热10分钟时,获得在25℃不可流动且具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50℃的熔体粘度是2580Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100℃的熔体粘度是27Pa·s。反应的转化程度是70%。此外,当该可固化热熔硅酮在180℃加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质的固化产物。

[0196] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0197] 实施例12

[0198] 当实施例5中的可固化硅酮组合物在120℃加热10分钟时,获得在25℃不可流动且具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50℃的熔体粘度是10400Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100℃的熔体粘度是152Pa·s。反应的转化程度是74%。此外,当该可固化热熔硅酮在180℃加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质的固化产物。

[0199] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0200] 实施例13

[0201] 当实施例6中的可固化硅酮组合物在120℃加热10分钟时,获得在25℃不可流动且具有低表面粘度的热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50℃的熔体粘度是12200Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100℃的熔体粘度是158Pa·s。反应的转化程度是60%。当该可固化热熔硅酮在180℃加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质

的固化产物。

[0202] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0203] 实施例14

[0204] 当实施例7中的可固化硅酮组合物在120°C加热10分钟时,获得在25°C不可流动且具有低表面粘度的可固化热熔硅酮。该可固化热熔硅酮在50°C的熔体粘度是12700Pa·s,以及该可固化热熔硅酮在100°C的熔体粘度是3400Pa·s。反应的转化程度是58%。此外,当该可固化热熔硅酮在180°C加热时,一旦可固化热熔硅酮熔化然后在5分钟内固化获得不具有热熔体性质的固化产物。

[0205] 测量该可固化热熔硅酮的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化热熔硅酮生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表2所示。

[0206] [表2]

	实施例						
	8	9	10	11	12	13	14
D 型硬度计硬度	65	60	54	53	73	31	64
[0207] 固化产物的脱色程度 b*							
	初始	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	在 180°C 加热 240 小时 之后	1.3	1.4	1.3	1.4	1.4	1.4
光辐射通量的保留率 (%)	99	99	99	97	99	98	100

[0208] 比较例1

[0209] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:71.7质量份数的有机聚硅氧烷,其含有4.9质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0210] $(\text{ViMeSiO}_{2/2})_{0.25}(\text{Ph}_2\text{SiO}_{2/2})_{0.30}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.45}(\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0211] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0212] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.10}(\text{PhMeSiO}_{2/2})_{0.90}(\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0213] 18.3质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.75质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

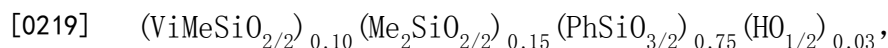
[0214] $\text{PhMeSi}(\text{OSiMe}_2\text{H})_2$

[0215] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是1ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

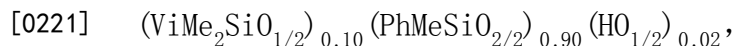
[0216] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表3所示。

[0217] 比较例2

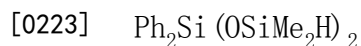
[0218] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:67.8质量份数的有机聚硅氧烷,其含有4.9质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0220] 20.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0222] 18.3质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

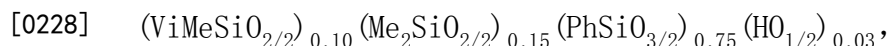


[0224] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是1ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

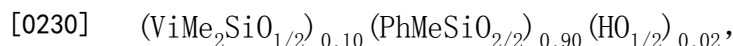
[0225] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表3所示。

[0226] 比较例3

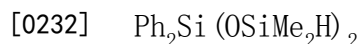
[0227] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:64.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有4.9质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0229] 10.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0231] 26.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

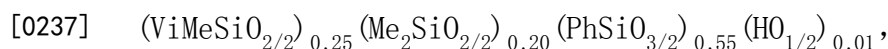


[0233] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1.26摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是1ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

[0234] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表3所示。

[0235] 比较例4

[0236] 通过混合如下组分来制备可固化硅酮组合物:76.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有4.9质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:



[0238] 24.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有2.0质量%的乙烯基且表示为如下平均单元化学式:

[0239] $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.10}(\text{PhMeSiO}_{2/2})_{0.90}(\text{HO}_{1/2})_{0.02}$,

[0240] 27.0质量份数的有机聚硅氧烷,其含有0.60质量%的与氢原子键合的硅原子且表示为如下化学式:

[0241] $\text{Ph}_2\text{Si}(\text{OSiMe}_2\text{H})_2$

[0242] (其含量使得本组分中的与氢原子键合的硅原子是1.00摩尔/1摩尔的上述两种类型的有机聚硅氧烷中的乙烯基),铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷溶液(其含量使得铂金属的量(质量单位)相对于本组合物的量是1ppm),1-乙炔基环己-1-醇(其含量是100ppm(质量单位)相对于本组合物的量而言)。

[0243] 测量该可固化硅酮组合物的固化产物的硬度和脱色程度。此外,对于采用该可固化硅酮组合物生产的光学装置,进行可靠性测试。这些结果见表3所示。

[0244] 比较例5

[0245] 当比较例2中制备的可固化硅酮组合物在120°C加热5分钟、10分钟和15分钟时,在所有情况下都获得固化产物,发现没有实现热熔体性质。

[0246] 比较例6

[0247] 当比较例4中制备的可固化硅酮组合物在120°C加热5分钟、10分钟和15分钟时,在所有情况下都获得固化产物,发现没有实现热熔体性质。

[0248] [表3]

	比较例				
	1	2	3	4	
D 型硬度计硬度	68	45	69	55	
[0249] 固化产物的脱色程度 b*	初始	0.1	0.1	0.1	0.1
	在 180°C 加热 240 小时之后	3.1	2.2	2.4	2.4
光辐射通量的保留率 (%)	12	30	20	32	

[0250] 工业适用性

[0251] 由于本发明的可固化硅酮组合物提供了具有优异耐光性和耐热性的固化产物,可固化硅酮组合物适用于需要耐用性的应用,例如光学装置。此外,由于本发明的可固化热熔硅酮在25°C是不可流动的,具有低表面粘度,并且通过固化提供了具有优异耐光性和耐热性的固化产物,其类似于上文所述的可固化硅酮组合物在经由加热简单熔化之后获得的固化产物。因此,可固化热熔硅酮适用于需要耐热性和耐光性的半导体装置的密封材料以及热熔粘合剂等。此外,由于本发明的可固化热熔硅酮除了热熔体性质之外还具有可固化性,可固化热熔硅酮适用于需要耐用性的应用。此外,本发明的光学装置适用于需要高耐用性的光学装置,因为在本发明的光学装置中,用具有优异的耐光性和耐热性的硅酮固化产品包封、保护或覆盖了光学半导体元件。

[0252] 引用标记列表

[0253] 1 基材

- [0254] 2 LED
- [0255] 3 凸起的固化产物
- [0256] 4 反射元件

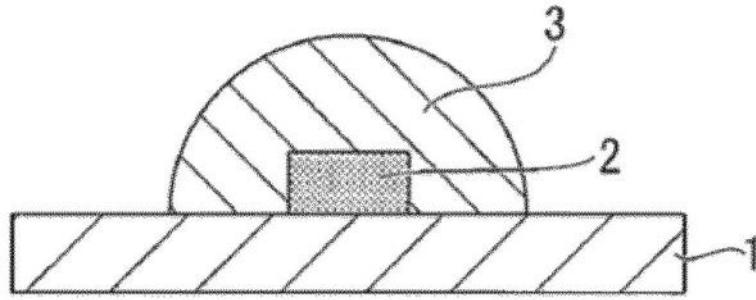


图1

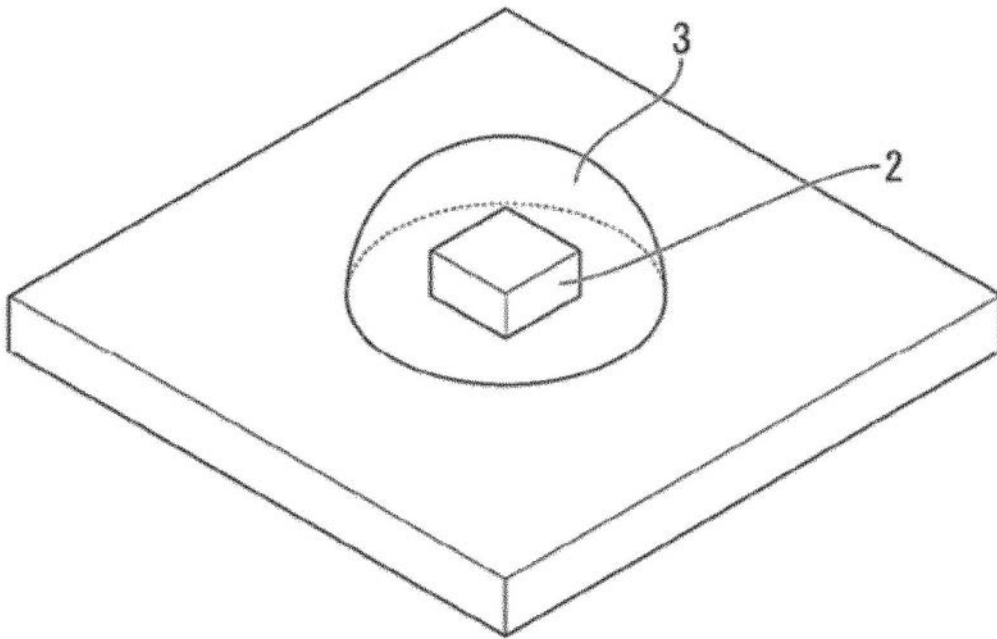


图2

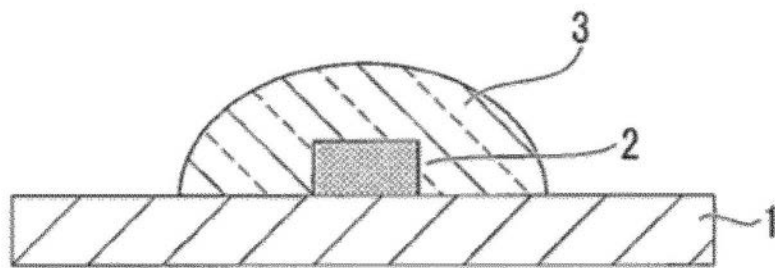


图3

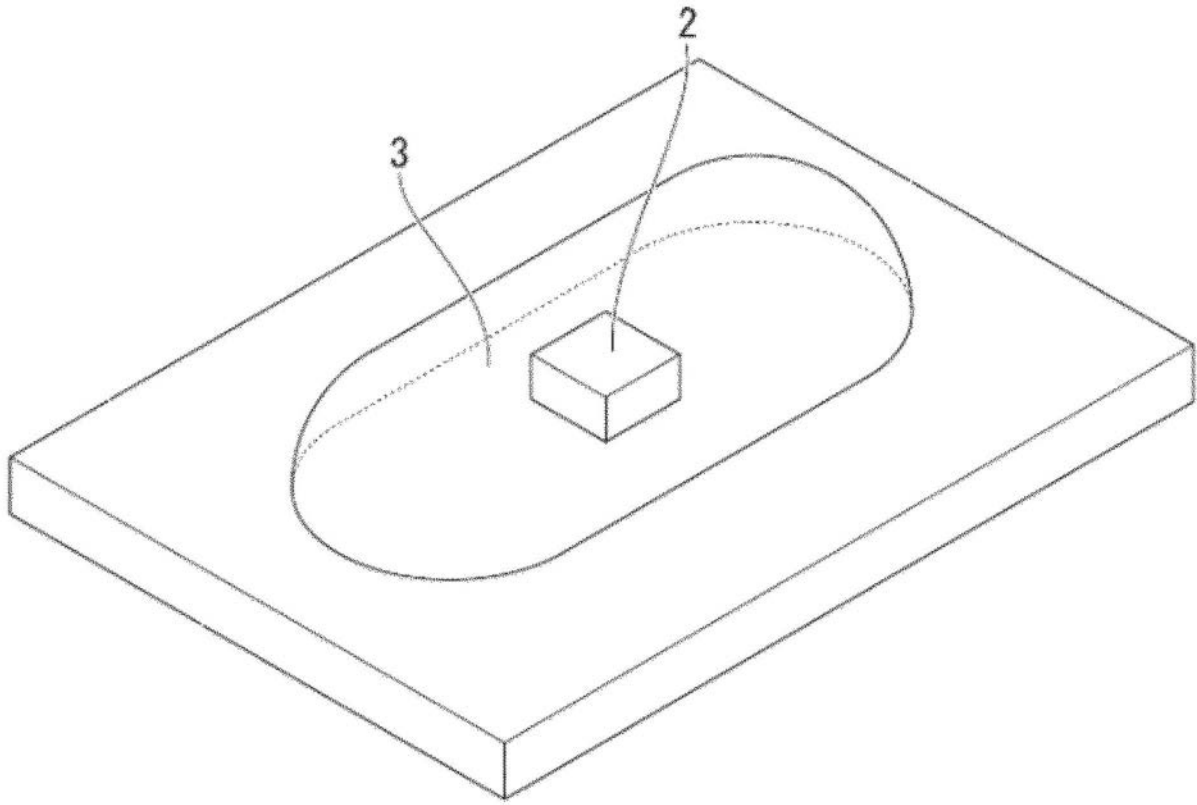


图4

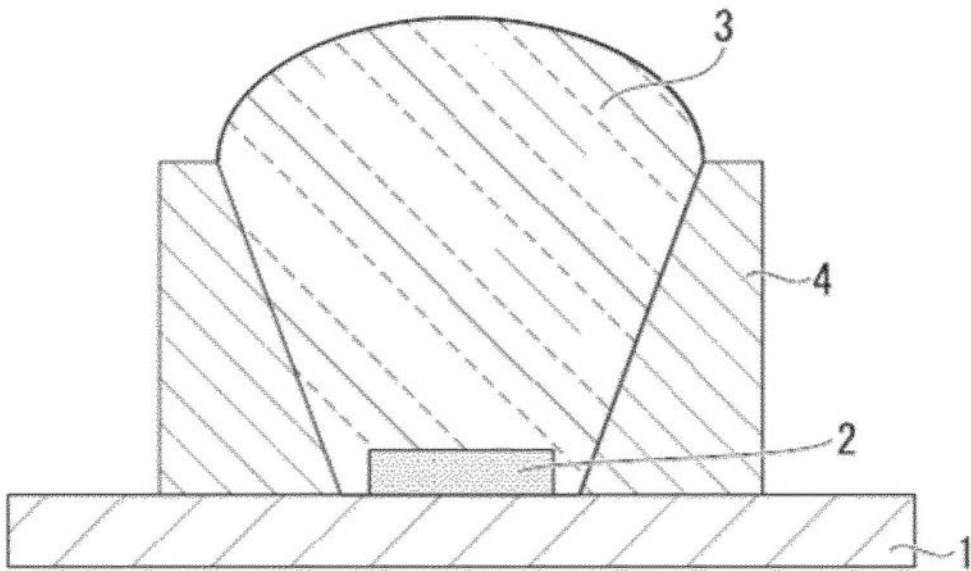


图5