(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国 际 局

(43) 国际公布日
2018 年 7 月 5 日 (05.07.2018)

WIPO | PCT

(10) 国际公布号
WO 2018/121048 A1

(51) 国际专利分类号:
C09J 163/00 (2006.01) *C09J 11/04* (2006.01)
C09J 163/02 (2006.01) *H01L 33/56* (2010.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2017/109033

(22) 国际申请日: 2017 年 11 月 2 日 (02.11.2017)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201611223141.5 2016年12月27日 (27.12.2016) CN

(71) 申请人: 苏州兴创源新材料科技有限公司 (SUZHOU XING CHUANG YUAN NEW MATERIALS TECHNOLOGY CO., LTD) [CN/CN]; 中国江苏省苏州市常熟经济技术开发区生态园路8号王行柱, Jiangsu 215500 (CN)。

(72) 发明人: 王行柱 (WANG, Xingzhu); 中国江苏省苏州市常熟经济技术开发区生态园路8号, Jiangsu 215500 (CN)。 肖军 (XIAO, Jun); 中国江苏省苏州市常熟经济技术开发区生态园路8号, Jiangsu 215500 (CN)。 吴卫平 (WU, Weiping); 中国江苏省苏州市常熟经济技术开发区生态园路8号, Jiangsu 215500 (CN)。 肖启振 (XIAO, Qizhen); 中国江苏省苏州市常熟经济技术开发区生态园路8号, Jiangsu 215500 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明，要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国 (除另有指明，要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:
— 包括国际检索报告 (条约第21条(3))。

(54) **Title:** HEAT-RESISTANT PACKAGING ADHESIVE FOR HIGH-POWER LED AND MANUFACTURING METHOD THEREOF

(54) 发明名称: 大功率LED照明灯用耐高温封装胶及其制备方法

(57) **Abstract:** A heat-resistant packaging adhesive for a high-power LED and a manufacturing method thereof. The adhesive is based on an epoxy resin material and contains an active toughening diluent and an active filler. The adhesive is made under certain process conditions and comprises an epoxy resin, a curing agent, and an accelerator. The epoxy resin selected is a bisphenol-A-type epoxy resin E-51 serving as a matrix resin. A mixture of epoxy resins F-44 and E-51 is used in order to improve the heat- and cold-resistant properties of a product. The F-44 contains at least 2 epoxy groups in the molecular structure thereof and as a result has high reactivity. A cured product of the F-44 has a high crosslink density, a compact structure, and good heat-resistance, mechanical strength and chemical-resistance. Materials, such as a silane coupling agent and the like, that modify and activate the surface of silicon particles are also used. The resultant packaging adhesive has suitable adhesion, longer operable time, and good mechanical processing property and does not break in a high and low temperature shock test.

(57) 摘要: 一种大功率LED照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，以环氧树脂为基体材料，添加活性增韧稀释剂、活性填料在一定的工艺条件下制成，包括环氧树脂、固化剂和促进剂。所述环氧树脂选择双酚A型环氧树脂E-51作为主体树脂，同时为了提高产品的耐高低温性能，同时采用环氧树脂F-44与E-51复配，由于F-44分子结构中含有2个以上环氧基团，活性大，其固化物的交联密度大，结构紧密，且耐热性、机械强度、耐化学品性能优良。同时采用硅烷偶联剂等材料对硅微粉颗粒表面进行改性活化处理，制得的封装胶粘度适中，可操作时间长，机械加工性能优良，经高低温循环冲击后不开裂。

WO 2018/121048 A1

大功率LED照明灯用耐高温封装胶及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法。

背景技术

[0002] 随着电子集成技术和印刷电路板技术的发展,电子组装的密度大幅提高,电子元器件在成千上万倍地缩小,同时运算速度也越来越快。在高频工作下,电子元器件产生的热量迅速积累、增加,造成材料的性能下降。导热高分子材料对于高频微电子元器件的散热,精度提高、延长寿命具有愈来愈重要的作用。但是目前市场上的封装技术的材料存在耐高温性能差，在制备过程中相容性差等问题。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于提供一种大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，采用环氧树脂 F-44 与 E-51 复配，同时采用硅烷偶联剂等材料对硅微粉颗粒表面进行改性活化处理，制得的封装胶粘度适中，可操作时间长，机械加工性能优良，经高低温循环冲击后不开裂。

[0004] 为实现上述目的，本发明的技术方案是提供一种大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，通过如下步骤制备：

（1）、将 100 份环氧树脂 E-51、20-40 份环氧树脂 F-44 按比例复合；

（2）、加入 10-20 份活性增韧剂、150-300 份活性填料搅拌均匀；

（3）、经过三辊研磨机研磨；

（4）、真空脱净气泡后加入 20-25 份固化剂和 1-2 促进剂混合均匀并真空脱净气泡后浇注到反应器内；

（5）、按 100℃的固化条件进行固化 30min 后制得所述封装胶。

[0005] 优选的，所述的活性增韧剂为环氧树脂 D-410。

[0006] 优选的，所述的固化剂为二乙烯三胺。

[0007] 优选的，所述的促进剂为酸酐促进剂。

[0008] 优选的，所述的活性填料为硅烷偶联剂。

[0009] 本发明的优点和有益效果在于：加入环氧树脂 D-410 活性增韧剂，使固化物交联网络结构中，醚网络比例大大增加，大大提高了固化产物的机械力学性能和电气绝缘性，采用硅烷偶联剂作为活性填料，有效的提高树脂与石英粉硅微粉的粘结力和界面憎水性能，制得

的封装胶粘度适中，可操作时间长，机械加工性能优良，经高低温循环冲击后不开裂。

具体实施方式

[0010] 下面结合实施例，对本发明的具体实施方式作进一步描述。以下实施例仅用于更加清楚地说明本发明的技术方案，而不能以此来限制本发明的保护范围。

[0011] 本发明具体实施的技术方案是：

实施例 1：

将 100 份环氧树脂 E-51、20-40 份环氧树脂 F-44 按比例复合；加入 10-20 份活性增韧剂、150-300 份活性填料搅拌均匀；经过三辊研磨机研磨；真空脱净气泡后加入 20-25 份固化剂和 1-2 促进剂混合均匀并真空脱净气泡后浇注到反应器内；按 100℃的固化条件进行固化 30min 后制得所述封装胶。

[0012] 实施例 2：

将 130 份环氧树脂 E-51、20-40 份环氧树脂 F-44 按比例复合；加入 16 份活性增韧剂、180 份活性填料搅拌均匀；经过三辊研磨机研磨；真空脱净气泡后加入 30 份固化剂和 2 促进剂混合均匀并真空脱净气泡后浇注到反应器内；按 130℃的固化条件进行固化 35min 后制得所述封装胶。

[0013] 实施例 3：

将 165 份环氧树脂 E-51、20-40 份环氧树脂 F-44 按比例复合；加入 18 份活性增韧剂、190 份活性填料搅拌均匀；经过三辊研磨机研磨；真空脱净气泡后加入 35 份固化剂和 1 促进剂混合均匀并真空脱净气泡后浇注到反应器内；按 140℃的固化条件进行固化 40min 后制得所述封装胶。

[0014] 以上所述仅是本发明的优选实施方式，应当指出，对于本技术领域的普通技术人员来说，在不脱离本发明技术原理的前提下，还可以做出若干改进和润饰，这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

权 利 要 求 书

1、一种大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，其特征在于，包括环氧树脂 E-51、环氧树脂 F-44、活性增韧剂、活性填料、固化剂和促进剂按照 100:20-40:10-20:150-300:20-25:1-2 的比例混合制得。

2、根据权利要求 1 所述的大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，其特征在于，通过如下步骤制备：

（1）、将 100 份环氧树脂 E-51、20-40 份环氧树脂 F-44 按比例复合；

（2）、加入 10-20 份活性增韧剂、150-300 份活性填料搅拌均匀；

（3）、经过三辊研磨机研磨；

（4）、真空脱净气泡后加入 20-25 份固化剂和 1-2 促进剂混合均匀并真空脱净气泡后浇注到反应器内；

（5）、按 100℃的固化条件进行固化 30min 后制得所述封装胶。

3、根据权利要求 2 所述的大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，其特征在于，所述的活性增韧剂为环氧树脂 D-410。

4、根据权利要求 2 所述的大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，其特征在于，所述的固化剂为二乙烯三胺。

5、根据权利要求 2 所述的大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，其特征在于，所述的促进剂为酸酐促进剂。

6、根据权利要求 2 所述的大功率 LED 照明灯用耐高温封装胶及其制备方法，其特征在于，所述的活性填料为硅烷偶联剂。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2017/109033

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09J 163/00 (2006.01) i; C09J 163/02 (2006.01) i; C09J 11/04 (2006.01) i; H01L 33/56 (2010.01)n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C09J; H01L

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNKI, CNPAT, EPODOC, WPI: CN105969277, 灌封胶, 固化剂, 环氧树脂, 促进剂, 王行柱, 硅烷偶联剂, 封装胶, 灌装胶, 增韧剂, packaging adhesive, epoxy resin, active toughening agent, active fillers, curing, accelerator

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 101974302 A (YANTAI DARBOND ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.), 16 February 2011 (16.02.2011), description, paragraphs [0009]-[0025]	1-6
X	CN 105969277 A (SUZHOU KUIKELI ELECTRONIC TECHNOLOGY CO., LTD.), 28 September 2016 (28.09.2016), description, paragraphs [0005]-[0011]	1-6
X	CN 106010399 A (SUZHOU KUIKELI ELECTRONIC TECHNOLOGY CO., LTD.), 12 October 2016 (12.10.2016), claims 1-8	1-6
X	CN 102850988 A (CENTRAL SOUTH UNIVERSITY), 02 January 2013 (02.01.2013), claims 1-3	1-6
X	CN 102031081 A (YANTAI DARBOND ELECTRONICS MATERIALS CO., LTD.), 27 April 2011 (27.04.2011), claims 1-7	1-6
X	CN 104672785 A (SHENZHEN DANBOND TECHNOLOGY CO., LTD.), 03 June 2015 (03.06.2015), embodiments 1-4	1-6
PX	CN 106700997 A (SUZHOU XINGCHUANGYUAN NEW MATERIAL TECHNOLOGY CO., LTD.), 24 May 2017 (24.05.2017), claims 1-6	1-6

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
08 January 2017	01 February 2018
Name and mailing address of the ISA State Intellectual Property Office of the P. R. China No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing 100088, China Facsimile No. (86-10) 62019451	Authorized officer FENG, Zhiqiang Telephone No. (86-10) 61648246

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2017/109033

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 101974302 A	16 February 2011	None	
CN 105969277 A	28 September 2016	None	
CN 106010399 A	12 October 2016	None	
CN 102850988 A	02 January 2013	CN 102850988 B	07 May 2014
CN 102031081 A	27 April 2011	None	
CN 104672785 A	03 June 2015	None	
CN 106700997 A	24 May 2017	None	

国际检索报告

国际申请号
PCT/CN2017/109033

A. 主题的分类

C09J 163/00(2006.01)i; C09J 163/02(2006.01)i; C09J 11/04(2006.01)i; H01L 33/56(2010.01)n

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C09J; H01L

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称，和使用的检索词（如使用）)

CNKI, CNPAT, EPODOC, WPI: CN105969277，灌封胶，固化剂，环氧树脂，促进剂，王行柱，硅烷偶联剂，封装胶，灌装胶，增韧剂，packaging adhesive，epoxy resin，active toughening agent，active fillers，curing，accelerator

C. 相关文件

类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
X	CN 101974302 A（烟台德邦电子材料有限公司）2011年 2月 16日（2011-02-16） 说明书第[0009]-[0025]段	1-6
X	CN 105969277 A（苏州市奎克力电子科技有限公司）2016年 9月 28日（2016-09-28） 说明书第[0005]-[0011]段	1-6
X	CN 106010399 A（苏州市奎克力电子科技有限公司）2016年 10月 12日（2016-10-12） 权利要求1-8	1-6
X	CN 102850988 A（中南大学）2013年 1月 2日（2013-01-02） 权利要求1-3	1-6
X	CN 102031081 A（烟台德邦电子材料有限公司）2011年 4月 27日（2011-04-27） 权利要求1-7	1-6
X	CN 104672785 A（广东丹邦科技有限公司）2015年 6月 3日（2015-06-03） 实施例1-4	1-6
PX	CN 106700997 A（苏州兴创源新材料科技有限公司）2017年 5月 24日（2017-05-24） 权利要求1-6	1-6

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。

☑ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型：

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件，或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件（如具体说明的）

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布，与申请不相抵触，但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件，单独考虑该文件，认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件，当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时，要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期	国际检索报告邮寄日期
2017年 1月 8日	2018年 2月 1日

ISA/CN的名称和邮寄地址	受权官员
中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN) 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088	封志强
传真号 (86-10)62019451	电话号码 (86-10)61648246

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2017/109033

检索报告引用的专利文件			公布日（年/月/日）	同族专利			公布日（年/月/日）
CN	101974302	A	2011年 2月 16日	无			
CN	105969277	A	2016年 9月 28日	无			
CN	106010399	A	2016年 10月 12日	无			
CN	102850988	A	2013年 1月 2日	CN	102850988	B	2014年 5月 7日
CN	102031081	A	2011年 4月 27日	无			
CN	104672785	A	2015年 6月 3日	无			
CN	106700997	A	2017年 5月 24日	无			