

(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 11 月 15 日 (15.11.2018)



(10) 国际公布号
WO 2018/205336 A1

- (51) 国际专利分类号:
C08L 63/00 (2006.01) **C08L 83/06** (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2017/087821
- (22) 国际申请日: 2017 年 6 月 9 日 (09.06.2017)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201710334882.9 2017 年 5 月 12 日 (12.05.2017) CN
- (71) 申请人: 深圳市华星光电技术有限公司 (SHENZHEN CHINA STAR OPTOELECTRONICS TECHNOLOGY CO., LTD.) [CN/CN]; 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。
- (72) 发明人: 王海军 (WANG, Haijun); 中国广东省深圳市光明新区塘明大道 9-2 号, Guangdong 518132 (CN)。

- (74) 代理人: 广州三环专利商标代理有限公司 (SCIHEAD IP LAW FIRM); 中国广东省广州市越秀区先烈中路 80 号汇华商贸大厦 1508 室, Guangdong 510070 (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,

(54) Title: LED PACKAGING MATERIAL AND PREPARATION METHOD

(54) 发明名称: LED封装材料及制备方法

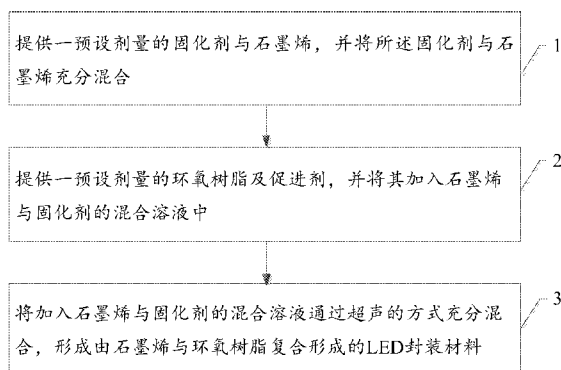


图 1

- 1 Provide a curing agent and graphene in preset amounts, and fully mix the curing agent and the graphene
- 2 Provide epoxy resin and an accelerator in preset amounts, and add the same into a mixture solution of the graphene and the curing agent
- 3 By means of a supersonic manner, fully mix the mixture solution to which the graphene and the curing agent are added, and form an LED packaging material which is formed by means of compositing the graphene and the epoxy resin

(57) Abstract: Disclosed in the present invention is a light-emitting diode (LED) packaging material, which is formed by compositing graphene and silane or epoxy resin so as to alleviate deficiencies which exist when preparing an LED packaging material by means of a single silane or epoxy resin by virtue of the characteristics of graphene so as to improve the performance of the LED packaging material. Further disclosed in the present invention is a method for use in preparing an LED packaging material. The LED packaging material of the present invention and the preparation method therefor, being formed by compositing graphene and silane or epoxy resin so as to alleviate deficiencies which exist when preparing an LED packaging material by means of a single silane or epoxy resin by virtue of the characteristics of graphene so as to improve the performance of the LED packaging material.

(57) 摘要: 本发明公开了一种LED封装材料, 由石墨烯与硅烷或者环氧树脂复合形成, 以借助石墨烯的特性来改善单一硅烷或者环氧树脂制备LED封装材料时存在的缺陷, 以改善LED封装材料的性能。本发明还公开了一种LED封装材料的制备方法。本发明的LED封装材料及其制备方法, 由石墨烯与硅烷或者环氧树脂复合形成, 以借助石墨烯的特性来改善由单一硅烷或者环氧树脂制备LED封装材料时存在的缺陷, 以改善LED封装材料的性能。



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))。

LED 封装材料及制备方法

本申请要求 2017 年 05 月 12 日递交的发明名称为“LED 封装材料及制备方法”的申请号为 201710334882.9 的在先申请优先权，上述在先申请的内容以引入的方式并入本文本中。

技术领域

本发明涉及一种 LED 封装材料，尤其涉及一种具有石墨烯的 LED 封装材料及该种封装材料的制备方法。

背景技术

LED 是由芯片、金属线、支架、导电胶、封装材料等组成，其中封装材料的主要作用是密封以防止芯片受到湿度、温度、氧化等影响而降低效率，从而保护芯片正常工作。另外，封装材料还具有以下功能：固定电子器件，避免电子器件因受到机械振动等冲击而造成器件参数的变化；降低 LED 芯片与空气之间的折射率，提高光发出效率；以及起到 LED 芯片散热作用。因此 LED 封装材料不仅要具有较好的密封性、较高的透过率，同时还有较优的粘结强度。目前的 LED 封装材料主要有环氧树脂、有机硅等材料。其中，环氧树脂因其具有优良的粘结性、电绝缘性、密封性和介电性能，且成本比较低、易成型等特性而成为 LED 封装的主流材料。而有机硅材料则具有良好的透明性、耐高低温性、耐候性、绝缘性及强的疏水性等，使其成为 LED 封装材料的理想选择。

然而，当采用上述两种材料制备 LED 封装材料时都存在技术缺陷：环氧树脂自身存在吸湿性、易老化、耐热性差、高温和短波光照下易变色、固化的内应力大等缺陷，这些不利因素将极大影响和缩短 LED 器件的使用寿命；而有机硅材料本身不具备较强的机械强度，且热膨胀率较高。显然，目前的 LED 封装材料，采用上述两种材料制备时，这些不利因素都会对 LED 封装材料的性能造成较严重的影响。

发明内容

本发明实施例提供一种新的 LED 封装材料，由石墨烯与硅烷或者环氧树脂复合形成，以借助石墨烯的特性来改善单一硅烷或者环氧树脂制备 LED 封装材料时存在的缺陷，以改善 LED 封装材料的性能。

第一方面，本发明提供了第一实施例的一种 LED 封装材料，所述 LED 封装材料由以下重量百分比的原料制成：固化剂 10%-40%、石墨烯 0.05%-1%、环氧树脂 40%-60%和促进剂 0.5%-2%。

其中，所述固化剂由以下材料中的一种或多种组成：甲基四氢苯酐、二乙烯基三胺、氨乙基哌嗪、1,2-二氨基环己烷、四乙烯五胺、二甲胺基丙胺、二己基三胺、亚甲基双苯二胺。

其中，所述石墨烯通过表面改性在其表面增加羟基和/或羧基。

其中，所述促进剂是促进各原料之间相互分散的促进剂，或者是促进各原料之间相互溶解的促进剂，用以促进所述石墨烯与环氧树脂之间的混合。

第二方面，本发明提供了第一实施例的一种 LED 封装材料的制备方法，包括以下步骤：

提供一预设剂量的固化剂与石墨烯，并将所述固化剂与石墨烯充分混合；

提供一预设剂量的环氧树脂及促进剂，并将其加入石墨烯与固化剂的混合溶液中；

将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合，形成由石墨烯与环氧树脂复合形成的 LED 封装材料。

其中，所述固化剂由以下材料中的一种或多种组成：甲基四氢苯酐、二乙烯基三胺、氨乙基哌嗪、1,2-二氨基环己烷、四乙烯五胺、二甲胺基丙胺、二己基三胺、亚甲基双苯二胺；所述石墨烯通过表面改性在其表面增加羟基和/或羧基；所述促进剂是促进各原料之间相互分散的促进剂，或者是促进各原料之间相互溶解的促进剂，用以促进所述石墨烯与环氧树脂之间的混合。

其中，所述固化剂、石墨烯、环氧树脂以及促进剂组成的所述混合溶液中，各组分的重量百分比如下：固化剂 10%-40%、石墨烯 0.05%-1%、环氧树脂 40%-60%和促进剂 0.5%-2%。

其中,所述将所述固化剂与石墨烯充分混合的操作方法如下:利用超声分散仪对相混合的固化剂与石墨烯进行超声处理,其中,超声功率为500W-900W,时长为3-5小时。

其中,所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之前,还包括以下步骤:可以先通过玻璃棒搅拌加入了石墨烯与固化剂的所述混合溶液,使所述混合溶液中各组分分布均匀。

其中,所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之后,还包括以下步骤:将通过超声的方式充分混合后的混合溶液加入真空烤箱中,并在60-80℃下烘烤1小时,以将所述混合溶液中的气泡排除。

第三方面,本发明提供了第二实施例的一种LED封装材料,所述LED封装材料由以下原料制成:硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯,其中,所述碱性离子交换树脂的质量百分比为5%-10%,所述石墨烯的质量百分比为0.5%-2%,所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为1:0.3-1:1。

其中,所述控制剂具有端羟基;所述碱性离子交换树脂为碱性阴离子交换树脂或碱性阳离子交换树脂。

第四方面,本发明提供了第二实施例的一种LED封装材料的制备方法,包括以下步骤:

将预设剂量的硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯混合搅拌并加热以形成封装材料样品;

将所述封装材料样品中的杂质去除,得到LED封装材料。

其中,所述将预设剂量的硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯混合搅拌并加热的步骤中,加热温度为30-80℃,加热时长为5-20小时。

其中,所述封装材料样品中的杂质包括未充分反应而残留的碱性离子交换树脂,可通过过滤的方式去除所述残留的碱性离子交换树脂。

其中,所述封装材料样品中的杂质还包括低沸点溶剂,可通过减压的方式去除所述低沸点溶剂。

其中,所述离子交换树脂的质量百分比为5%-10%,所述石墨烯的质量百分比为0.5%-2%,所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为1:0.3-1:1;所述控制剂具有端羟基;所述碱性离子交换树脂为碱性阴离子交换树脂或碱性阳离子交换

树脂。

本发明实施例中提供的 LED 封装材料由石墨烯与硅烷或者环氧树脂复合形成，以借助石墨烯的特性来改善由单一硅烷或者环氧树脂制备 LED 封装材料时存在的缺陷，以改善 LED 封装材料的性能。

附图说明

为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案，下面将对实施例或现有技术描述中所需要使用的附图作简单地介绍，显而易见地，下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例，对于本领域普通技术人员来讲，在不付出创造性劳动的前提下，还可以根据这些附图获得其他的附图。

图 1 为本发明第一实施例提供的 LED 封装材料的制备方法流程图。

图2为本发明第二实施例提供的LED封装材料的制备方法流程图。

具体实施方式

下面将结合本发明实施方式中的附图，对本发明实施方式中的技术方案进行清楚、完整地描述。显然，所描述的实施方式是本发明的一部分实施方式，而不是全部实施方式。基在本发明中的实施方式，本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动的前提下所获得的所有其他实施方式，都应属在本发明保护的范围。

此外，以下各实施例的说明是参考附加的图示，用以例示本发明可用以实施的特定实施例。本发明中所提到的方向用语，例如，“上”、“下”、“前”、“后”、“左”、“右”、“内”、“外”、“侧面”等，仅是参考附加图式的方向，因此，使用的方向用语是为了更好、更清楚地说明及理解本发明，而不是指示或暗指所指的装置或元件必须具有特定的方位、以特定的方位构造和操作，因此不能理解为对本发明的限制。

在本发明的描述中，需要说明的是，除非另有明确的规定和限定，术语“安装”、“相连”、“连接”应做广义理解，例如，可以是固定连接，也可以是可拆卸地连接，或者一体地连接；可以是机械连接；可以是直接相连，也可以通过中间媒介间接相连，可以是两个元件内部的连通。对于本领域的普通技术人员

而言，可以具体情况理解上述术语在本发明中的具体含义。

此外，在本发明的描述中，除非另有说明，“多个”的含义是两个或两个以上。若本说明书中出现“工序”的用语，其不仅是指独立的工序，在与其它工序无法明确区别时，只要能够实现所述工序所预期的作用则也包括在本用语中。另外，本说明书中用“~”表示的数值范围是指将“~”前后记载的数值分别作为最小值及最大值包括在内的范围。在附图中，结构相似或相同的单元用相同的标号表示。

本发明实施例提供了一种 LED 封装材料及其制备方法，其由石墨烯与硅烷或者环氧树脂复合形成，以借助石墨烯的特性来改善由单一硅烷或者环氧树脂制备 LED 封装材料时存在的缺陷，以改善 LED 封装材料的性能。以下分别进行详细说明。

本发明第一实施例的 LED 封装材料，该 LED 封装材料由以下重量百分比的原料制成：固化剂 10%-40%、石墨烯 0.05%-1%、环氧树脂 40%-60%和促进剂 0.5%-2%。

在本实施方式中，所述固化剂可以是以下材料中的一种或多种：甲基四氢苯酐、二乙烯基三胺、氨乙基哌嗪、1,2-二氨基环己烷、四乙烯五胺、二甲胺基丙胺、二己基三胺、亚甲基双苯二胺等。在此不对所述固化剂的类型作具体限定。

在本实施方式中，所述石墨烯可以进行表面改性，例如在其表面增加羟基和/或羧基等基团，以提升所述石墨烯的性能。

在本实施方式中，所述促进剂的类型可以是促进各原料之间相互分散的促进剂，或者是促进各原料之间相互溶解的促进剂，用以促进所述石墨烯与环氧树脂之间的混合。在本发明中不对所述促进剂的类型作具体限定，只要能促进所述石墨烯与环氧树脂之间充分混合即可。

本实施例提供的 LED 封装材料，通过固化剂与促进剂可促进石墨烯与环氧树脂复合形成 LED 封装材料，以克服由单一环氧树脂形成 LED 封装材料所存在的吸湿性、易老化、耐热性差、高温和短波光照下易变色、固化的内应力大等缺陷的问题，使得 LED 封装材料的导热性、环境稳定性、机械性能等大

大提高。

请参阅图 1，图 1 为本发明第一实施例提供的 LED 封装材料的制备流程图，可制备出上述第一实施例的 LED 封装材料。在本实施例中，所述 LED 封装材料制备方法至少包括以下步骤。

步骤 1、提供一预设剂量的固化剂与石墨烯，并将所述固化剂与石墨烯充分混合。

在本发明一实施方式中，所述石墨烯呈粉末状，便于与所述固化剂的充分混合。并且，所述石墨烯可以在与固化剂混合之前进行表面改性，在其表面增加羟基和/或羧基等基团，从而提升石墨烯的性能。

在本发明一实施方式中，所述固化剂可以是以下材料中的一种或多种：甲基四氢苯酐、二乙烯基三胺、氨乙基哌嗪、1,2-二氨基环己烷、四乙烯五胺、二甲胺基丙胺、二己基三胺、亚甲基双苯二胺等。在此不对所述固化剂的类型作具体限定。

在本发明一实施方式中，将所述固化剂与石墨烯充分混合的操作方法如下：利用超声分散仪对相混合的固化剂与石墨烯进行超声处理，其中，超声功率为 500W-900W，时长为 3-5 小时。

步骤 2、提供一定剂量的环氧树脂及促进剂，并将其加入石墨烯与固化剂的混合溶液中，此时，所述混合溶液包含固化剂、石墨烯、环氧树脂以及促进剂。

在本发明一实施方式中，所述环氧树脂与现有的 LED 封装材料中常用的环氧树脂材料相同，在此不再详细描述。

在本发明一实施方式中，所述促进剂的类型可以是促进各原料之间相互分散的促进剂，或者是促进各原料之间相互溶解的促进剂，用以促进所述石墨烯与环氧树脂之间的混合。在本发明中不对所述促进剂的类型作具体限定，只要能促进所述石墨烯与环氧树脂之间充分混合即可。

在本发明一实施方式中，所述固化剂、石墨烯、环氧树脂以及促进剂组成的混合溶液中，各组分的重量百分比如下：固化剂 10%-40%、石墨烯 0.05%-1%、环氧树脂 40%-60%和促进剂 0.5%-2%。

步骤 3、将加入石墨烯与固化剂后的混合溶液通过超声的方式充分混合，

以形成由石墨烯与环氧树脂复合形成的 LED 封装材料。

在本发明一实施方式中，在将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之前，还包括以下步骤：通过玻璃棒搅拌加入了石墨烯与固化剂的所述混合溶液，使所述混合溶液中各组分分布均匀。通过玻璃棒将所述混合溶液中的各组分搅拌均匀后，再通过超声的方式使各组分之间充分混合。在本发明一实施方式中，通过玻璃棒搅拌的时长为 20 分钟，通过超声混合的时常为 1 小时。

在本发明一实施方式中，所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之后，还包括以下步骤：将通过超声的方式充分混合后的混合溶液加入真空烤箱中，并在 60-80℃ 下烘烤 1 小时，以将所述混合溶液中的气泡排除。其中，所述加入石墨烯与固化剂后的混合液形成 LED 封装材料后，残留的低沸点溶剂挥发成气态而形成所述气泡，因此，可以通过真空的方式将挥发成气态的溶剂（即所述气泡）抽走，即可排除所述混合溶液中的气泡。

本实施例的 LED 封装材料的制备方法，借助超声的方式将所述固化剂、促进剂、石墨烯与环氧树脂充分混合，以通过固化剂与促进剂促进石墨烯与环氧树脂复合形成 LED 封装材料，可克服由单一环氧树脂形成 LED 封装材料时所存在的吸湿性、易老化、耐热性差、高温和短波光照下易变色、固化的内应力大等缺陷的问题，使得 LED 封装材料的导热性、环境稳定性、机械性能、受热稳定性等大大提高。

本发明第二实施例的 LED 封装材料，该 LED 封装材料由以下原料制成：硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯，其中，所述碱性离子交换树脂的质量百分比为 5%-10%，所述石墨烯的质量百分比为 0.5%-2%，所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为 1: 0.3-1:1。

在本发明实施方式中，所述硅烷类型可为甲基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷、苯基三氯硅烷、二苯基二氯硅烷等有机硅单体，也可为其他基团取代的有机硅单体，诸如烷氧基硅烷等。在本发明实施方式中，不对所述硅烷的类型做具体限定。

在本发明一实施方式中，所述控制剂的具体类型不限，只要具有端羟基即可，例如双端羟基聚硅氧烷、端羟基聚二甲基硅氧烷等。

在本发明一实施方式中，所述碱性离子交换树脂具体类型不限，可以为碱性阴离子交换树脂，也可以为碱性阳离子交换树脂。

本实施例提供的 LED 封装材料，通过控制剂与碱性离子交换树脂促进石墨烯与硅烷复合形成 LED 封装材料，以克服由单一硅烷形成 LED 封装材料时所存在的机械强度弱、热膨胀率较高等不利因素，作为 LED 封装材料，这些不利因素都会造成较严重的影响的问题。因此，本发明的 LED 封装材料通过控制剂与碱性离子交换树脂促进石墨烯与硅烷复合形成 LED 封装材料，使得其导热性、环境稳定性、机械性能、受热稳定性等大大提高。

请参阅图 2，图 2 为本发明第二实施例提供的 LED 封装材料的制备流程图，可制备出上述第二实施例的 LED 封装材料。在本实施例中，所述 LED 封装材料制备方法至少包括以下步骤。

步骤 21、将预设剂量的硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯混合搅拌并加热以形成封装材料样品。

在本发明一实施方式中，所述硅烷类型可为甲基三氯硅烷、二甲基二氯硅烷、苯基三氯硅烷、二苯基二氯硅烷等有机硅单体，也可为其他基团取代的有机硅单体，诸如烷氧基硅烷等，在此不对所述硅烷的类型做具体限定。

在本发明一实施方式中，所述控制剂的具体类型不限，只要具有端羟基即可，例如双端羟基聚硅氧烷、端羟基聚二甲基硅氧烷等。

在本发明一实施方式中，所述碱性离子交换树脂具体类型不限，可以为碱性阴离子交换树脂，也可以为碱性阳离子交换树脂。

在本发明一实施方式中，所述碱性离子交换树脂的质量百分比为 5%-10%，所述石墨烯的质量百分比为 0.5%-2%，所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为 1: 0.3-1:1。

在本发明一实施方式中，所述将预设剂量的硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯混合搅拌并加热的步骤中，加热温度为 30-80℃，加热时长为 5-20 小时，形成所述封装材料样品。

步骤 22、将所述封装材料样品中的杂质去除，得到 LED 封装材料。

在本发明一实施方式中，所述封装材料样品中的杂质包括未充分反应而残留的碱性离子交换树脂。因此，可通过过滤的方式去除所述残留的碱性离子交换树脂。

在本发明一实施方式中，所述封装材料样品中的杂质还包括所述封装材料样品中所包含的沸点较低的溶剂，比如碱性离子交换树脂中的溶剂。因此，可以通过减压的方式去除沸点较低的所述溶剂。具体原理如下：封装材料样品中沸点较低的溶剂容易挥发成气态，然后通过减压的方式将挥发成气态的溶剂抽走，即可去除封装材料样品中沸点较低的溶剂。

可以理解，当所述封装料样品中的杂质同时包括未充分反应而残留的碱性离子交换树脂以及上述沸点较低的溶剂时，可以依次通过过滤与减压的方式依次去除上述两种杂质。

本实施例的 LED 封装材料的制备方法，通过碱性离子交换树脂与控制剂促进石墨烯与硅烷复合形成 LED 封装材料，可克服由单一硅烷形成 LED 封装材料时所存在的机械强度弱、热膨胀率较高等问题，使得 LED 封装材料的导热性、环境稳定性、机械性能、受热稳定性等大大提高。

在本说明书的描述中，参考术语“一个实施例”、“一些实施例”、“示例”、“具体示例”或“一些示例”等的描述意指结合该实施例或示例描述的具体特征、结构、材料或者特点包含在本发明的至少一个实施例或示例中。在本说明书中，对上述术语的示意性表述不一定指的是相同的实施例或示例。而且，描述的具体特征、结构、材料或特点可以在任何的一个或多个实施例或示例中以合适的方式结合。

以上对本发明实施例所提供的 LED 封装材料及液晶显示面板进行了详细介绍，本文中应用了具体个例对本发明的原理及实施方式进行了阐述，以上实施例的说明只是用于帮助理解本发明的方法及其核心思想；同时，对于本领域的一般技术人员，依据本发明的思想，在具体实施方式及应用范围上均会有改变之处，综上所述，本说明书内容不应理解为对本发明的限制。

权利要求书

1. 一种LED封装材料，其中，所述LED封装材料由以下重量百分比的原料制成：固化剂10%-40%、石墨烯0.05%-1%、环氧树脂40%-60%和促进剂0.5%-2%。

2. 如权利要求1所述的LED封装材料，其中，所述固化剂由以下材料中的一种或多种组成：甲基四氢苯酐、二乙烯基三胺、氨乙基哌嗪、1,2-二氨基环己烷、四乙烯五胺、二甲胺基丙胺、二己基三胺、亚甲基双苯二胺。

3. 如权利要求1所述的LED封装材料，其中，所述石墨烯通过表面改性在其表面增加羟基和/或羧基。

4. 如权利要求1所述的LED封装材料，其中，所述促进剂是促进各原料之间相互分散的促进剂，或者是促进各原料之间相互溶解的促进剂，用以促进所述石墨烯与环氧树脂之间的混合。

5. 一种LED封装材料的制备方法，其中，包括以下步骤：

提供一预设剂量的固化剂与石墨烯，并将所述固化剂与石墨烯充分混合；

提供一预设剂量的环氧树脂及促进剂，并将其加入石墨烯与固化剂的混合溶液中；

将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合，以形成由石墨烯与环氧树脂复合形成的LED封装材料。

6. 如权利要求5所述的制备方法，其中，所述固化剂由以下材料中的一种或多种组成：甲基四氢苯酐、二乙烯基三胺、氨乙基哌嗪、1,2-二氨基环己烷、四乙烯五胺、二甲胺基丙胺、二己基三胺、亚甲基双苯二胺；所述石墨烯通过表面改性在其表面增加羟基和/或羧基；所述促进剂是促进各原料之间相互分散的促进剂，或者是促进各原料之间相互溶解的促进剂，用以促进所述石墨烯

与环氧树脂之间的混合。

7. 如权利要求5所述的制备方法, 其中, 固化剂、石墨烯、环氧树脂以及促进剂组成的所述混合溶液中, 各组分的重量百分比如下: 固化剂10%-40%、石墨烯0.05%-1%、环氧树脂40%-60%和促进剂0.5%-2%。

8. 如权利要求5所述的制备方法, 其中, 所述将所述固化剂与石墨烯充分混合的操作方法如下: 利用超声分散仪对相混合的固化剂与石墨烯进行超声处理, 其中, 超声功率为500W-900W, 时长为3-5小时。

9. 如权利要求5所述的制备方法, 其中, 所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之前, 还包括以下步骤: 通过玻璃棒搅拌加入了石墨烯与固化剂的所述混合溶液, 使所述混合溶液中各组分分布均匀。

10. 如权利要求5所述的制备方法, 其中, 所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之后, 还包括以下步骤: 将通超声的方式充分混合后的混合溶液加入真空烤箱中, 并在60-80℃下烘烤1小时, 以将所述混合溶液中的气泡排除。

11. 如权利要求7所述的制备方法, 其中, 所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之后, 还包括以下步骤: 将通超声的方式充分混合后的混合溶液加入真空烤箱中, 并在60-80℃下烘烤1小时, 以将所述混合溶液中的气泡排除。

12. 如权利要求9所述的制备方法, 其中, 所述将加入石墨烯与固化剂的混合溶液通过超声的方式充分混合这一步骤之后, 还包括以下步骤: 将通超声的方式充分混合后的混合溶液加入真空烤箱中, 并在60-80℃下烘烤1小时, 以将所述混合溶液中的气泡排除。

13. 一种LED封装材料，其中，所述LED封装材料由以下原料制成：硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯，其中，所述碱性离子交换树脂的质量百分比为5%-10%，所述石墨烯的质量百分比为0.5%-2%，所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为1: 0.3-1:1。

14. 如权利要求13所述的LED封装材料，其中，所述控制剂具有端羟基；所述碱性离子交换树脂为碱性阴离子交换树脂或碱性阳离子交换树脂。

15. 一种LED封装材料的制备方法，其中，包括以下步骤：

将预设剂量的硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯混合搅拌并加热以形成封装材料样品；

将所述封装材料样品中的杂质去除，得到LED封装材料。

16. 如权利要求15所述的制备方法，其中，所述将预设剂量的硅烷、控制剂、碱性离子交换树脂以及石墨烯混合搅拌并加热的步骤中，加热温度为30-80℃，加热时长为5-20小时。

17. 如权利要求15所述的制备方法，其中，所述封装材料样品中的杂质包括未充分反应而残留的碱性离子交换树脂，可通过过滤的方式去除所述残留的碱性离子交换树脂。

18. 如权利要求15所述的制备方法，其中，所述封装材料样品中的杂质还包括低沸点溶剂，可通过减压的方式去除所述低沸点溶剂。

19. 如权利要求15所述的制备方法，其中，所述离子交换树脂的质量百分比为5%-10%，所述石墨烯的质量百分比为0.5%-2%，所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为1: 0.3-1:1；所述控制剂具有端羟基；所述碱性离子交换树脂为碱性阴离子交换树脂或碱性阳离子交换树脂。

20. 如权利要求16所述的制备方法, 其中, 所述离子交换树脂的质量百分比为5%-10%, 所述石墨烯的质量百分比为0.5%-2%, 所述硅烷与控制剂两者的摩尔比为1: 0.3-1:1; 所述控制剂具有端羟基; 所述碱性离子交换树脂为碱性阴离子交换树脂或碱性阳离子交换树脂。

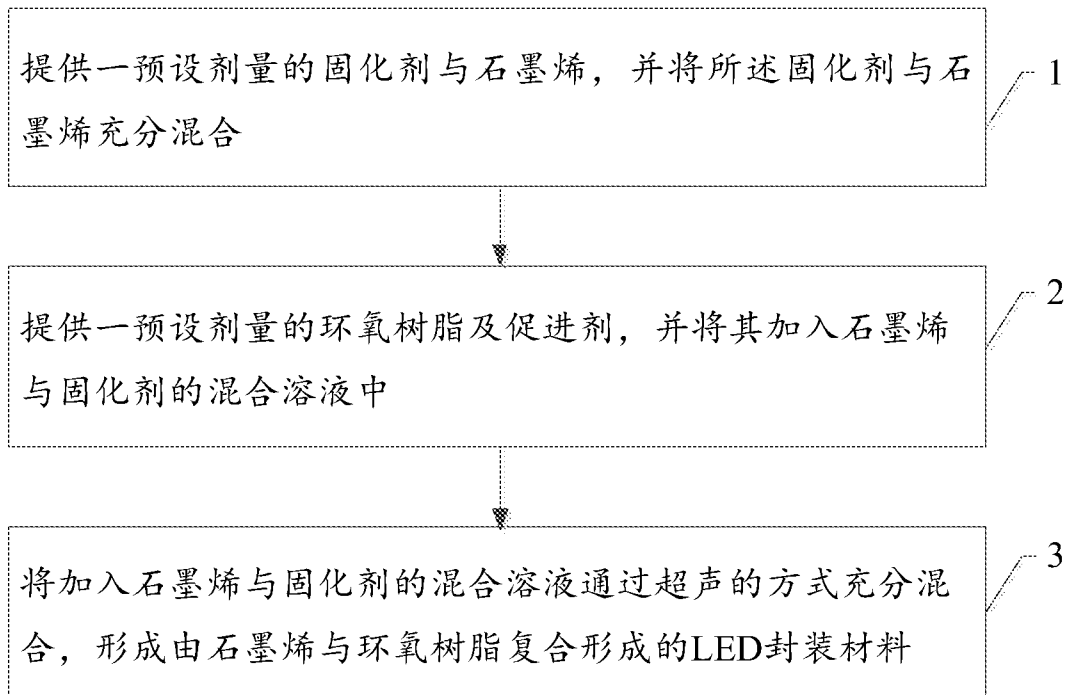


图 1

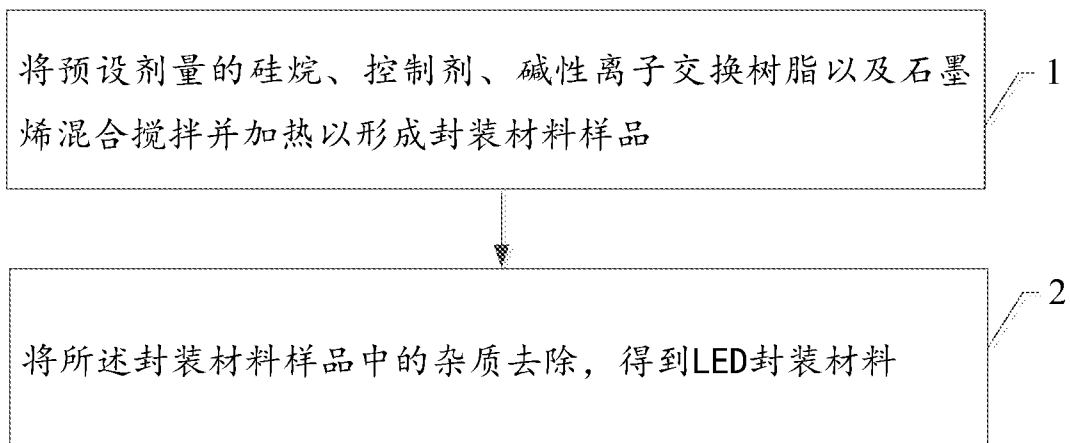


图 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/CN2017/087821

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C08L 63/00 (2006.01) i; C08L 83/06 (2006.01) i

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)

C08L; C08K; C09J

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)

DWPI; SIPOABS; CNPAT; CNKI; Elsevier: 石墨烯, 发光二极管, 环氧树脂, 硅烷, 硅氧烷, 聚硅氧烷, graphene, light emitting diode, LED, epoxy, silane, siloxane, polysiloxane

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 105255120 A (ANHUI JI STEWART INTELLIGENT EQUIPMENT CO., LTD.), 20 January 2016 (20.01.2016), claims 1-2	1-20
X	CN 105062082 A (ZHU, Zhi), 18 November 2015 (18.11.2015), claims 1-2, and embodiments	1-20
X	CN 106449952 A (CHANGZHOU DINGRI ENVIRONMENTAL PROTECTION SCIENCE AND TECHNOLOGY CO., LTD.), 22 February 2017 (22.02.2017), claim 1, and embodiments 1-3	1-20
X	CN 103408895 A (CHANGZHOU ADVANCED MATERIAL RESEARCH INSTITUTE, BEIJING UNIVERSITY OF CHEMICAL TECHNOLOGY), 27 November 2013 (27.11.2013), embodiments 1-4	1-20

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	“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
“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	“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
“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date	“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
“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)	“&” document member of the same patent family
“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	

Date of the actual completion of the international search 07 February 2018	Date of mailing of the international search report 22 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 GAO, Feng Telephone No. (86-10) 62084462

International application No.
PCT/CN2017/087821

Form PCT/ISA/210 (patent family annex) (July 2009)

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2017/087821

A. 主题的分类 C08L 63/00(2006.01)i; C08L 83/06(2006.01)i 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) C08L; C08K; C09J 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)) DWPI; SIPOABS; CNPAT; CNKI; Elsevier: 石墨烯, 发光二极管, 环氧树脂, 硅烷, 硅氧烷, 聚硅氧烷, graphene, light emitting diode, LED, epoxy, silane, siloxane, polysiloxane																	
C. 相关文件 <table border="1"> <thead> <tr> <th>类 型*</th> <th>引用文件, 必要时, 指明相关段落</th> <th>相关的权利要求</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>CN 105255120 A (安徽吉思特智能装备有限公司) 2016年 1月 20日 (2016 - 01 - 20) 权利要求1-2</td> <td>1-20</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>CN 105062082 A (朱志) 2015年 11月 18日 (2015 - 11 - 18) 权利要求1-2, 实施例</td> <td>1-20</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>CN 106449952 A (常州市鼎日环保科技有限公司) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 权利要求1, 实例1-3</td> <td>1-20</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>CN 103408895 A (北京化工大学常州先进材料研究院) 2013年 11月 27日 (2013 - 11 - 27) 实施例1-4</td> <td>1-20</td> </tr> </tbody> </table>			类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求	X	CN 105255120 A (安徽吉思特智能装备有限公司) 2016年 1月 20日 (2016 - 01 - 20) 权利要求1-2	1-20	X	CN 105062082 A (朱志) 2015年 11月 18日 (2015 - 11 - 18) 权利要求1-2, 实施例	1-20	X	CN 106449952 A (常州市鼎日环保科技有限公司) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 权利要求1, 实例1-3	1-20	X	CN 103408895 A (北京化工大学常州先进材料研究院) 2013年 11月 27日 (2013 - 11 - 27) 实施例1-4	1-20
类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求															
X	CN 105255120 A (安徽吉思特智能装备有限公司) 2016年 1月 20日 (2016 - 01 - 20) 权利要求1-2	1-20															
X	CN 105062082 A (朱志) 2015年 11月 18日 (2015 - 11 - 18) 权利要求1-2, 实施例	1-20															
X	CN 106449952 A (常州市鼎日环保科技有限公司) 2017年 2月 22日 (2017 - 02 - 22) 权利要求1, 实例1-3	1-20															
X	CN 103408895 A (北京化工大学常州先进材料研究院) 2013年 11月 27日 (2013 - 11 - 27) 实施例1-4	1-20															
☐ 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 2018年 2月 7日		国际检索报告邮寄日期 2018年 2月 22日															
ISA/CN的名称和邮寄地址 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 传真号 (86-10)62019451		授权官员 皋锋 电话号码 (86-10)62084462															

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2017/087821

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	105255120	A	2016年 1月 20日	无	
CN	105062082	A	2015年 11月 18日	无	
CN	106449952	A	2017年 2月 22日	无	
CN	103408895	A	2013年 11月 27日	无	