

發明專利說明書

(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

公告本

※申請案號：97116656

※申請日期：97年05月06日

※IPC分類：C08L 83/16, (2006.01)

一、發明名稱：

83/07, (2006.01)

(中) 硬化性有機矽組成物及其硬化物
(英)

C08K 5/545 (2006.01)

二、申請人：(共 1 人)

1. 姓 名：(中) 信越化學工業股份有限公司

(英) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.

代表人：(中) 1. 金川千尋

(英) 1. KANAGAWA, CHIHIRO

地 址：(中) 日本國東京都千代田區大手町二丁目六番一號

(英) 6-1, Otemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan

國籍：(中英) 日本 JAPAN

三、發明人：(共 1 人)

1. 姓 名：(中) 田部井榮一

(英) Tabei, Eiichi

國 籍：(中) 日本

(英) JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利 ☐ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ； 2007/05/07 ； 2007-122487 ☒ 有主張優先權

五、中文發明摘要

發明之名稱：硬化性有機矽組成物及其硬化物

本發明課題為提供一種硬化性有機矽組成物及其硬化物，用為高硬度並且能賦予透明性、耐龜裂性、耐熱性優異之硬化物之硬化性聚矽氧材料、光學元件等之光學元件用密封材料、其他半導體元件等之電子元件用密封材料、電氣絕緣性塗佈材料。

解決手段為一種硬化性有機矽組成物，係含（A）含多環式烴基之有機矽化合物，係（a）在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子之有機矽化合物與（b）在1分子中具有2個氫矽烷化反應性碳－碳雙鍵之多環式烴化合物的加成反應生成物，而且在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子；（B）在1分子中具有2個以上鍵結於矽原子之烯基之矽氧烷系化合物；及（C）氫矽烷化反應觸媒而成，以及藉由使該組成物硬化所得到之硬化物。

六、英文發明摘要

發明之名稱：

七、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：無

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

九、發明說明

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種硬化性有機矽組成物及其硬化物，可用為硬化性聚矽氧材料、光學元件等光學元件用密封材料、其他半導體元件等電子元件用密封材料、電氣絕緣性塗佈材料方面。

【先前技術】

近年來，藍色發光二極體（LED）、白色 LED 之輸出提升，而逐漸開始被使用於行動電話用閃光燈或液晶用背光或一般照明等。另一方面，藉由此種 LED 之高輸出化，紫外線量及發熱量漸漸增大，對於構成元件之材料而言，需要有耐光性、耐熱性、耐龜裂性。

對於 LED 之被覆或密封之材料而言，需要有透明性，而一直以來所使用之環氧樹脂為高硬度，耐龜裂性優異，然而卻被指出有由於紫外線或熱導致變色，使得 LED 輸出降低之問題點。

於是，檢討出使用矽氧樹脂作為此對策。一般而言軟質之矽氧樹脂耐熱性優異，而卻有加工性或塵埃容易附著等之問題點。另外，高硬度之矽氧樹脂雖然加工性或使用方面優異，但是卻有耐龜裂性差等問題點。

【發明內容】

[發明所欲解決之課題]

鑑於上述以往技術之問題點，本發明目的為提供一種硬化性有機矽組成物及其硬化物，係用為高硬度並且能賦予透明性、耐龜裂性、耐熱性優異之硬化物之硬化性聚矽氧材料、光學元件等之光學元件用密封材料、其他之半導體元件等之電子元件用密封材料、電氣絕緣性塗佈材料。

[用於解決課題之方法]

本發明人為了達成上述目的努力進行檢討之結果，以至於使本發明完成。亦即，本發明第一點，提供一種硬化性有機矽組成物，係含：

(A) 多環式烴基含有有機矽化合物，係(a)在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子之有機矽化合物、與(b)在1分子中具有2個氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵之多環式烴化合物之加成反應生成物，而且在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子；

(B) 在1分子中具有2個以上鍵結於矽原子之烯基之矽氧烷系化合物；及

(C) 氫矽烷化反應觸媒
而成。

本發明第二點，提供一種硬化物，係藉由使上述硬化性有機矽組成物硬化所得。

[發明之效果]

由本發明之硬化性有機矽組成物所得之硬化物為高

硬度，透明性、耐龜裂性、耐熱性優異。因此，使用此化合物之硬化性組成物可適合使用於發光二極體元件之保護、密封或接著等用途。另外，亦可使用作為鏡片材料、光學元件等光學元件用密封材料、顯示材料等各種光學用材料、其他半導體元件等電子元件用密封材料，進一步還有電氣絕緣性塗佈材料等塗佈材料。

【實施方式】

以下，對於本發明詳細地說明。另外，在本說明書中，「Me」係表示甲基，「Vi」係表示乙烯基，「Ph」係表示苯基。

[(A) 成分]

本發明(A)成分之在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子(以下，有稱為「SiH」之情形)之含多環式烴基之有機矽化合物，係下述(a)成分之在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子之有機矽化合物、與下述(b)成分之在1分子中具有2個氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵之多環式烴化合物之加成反應生成物。

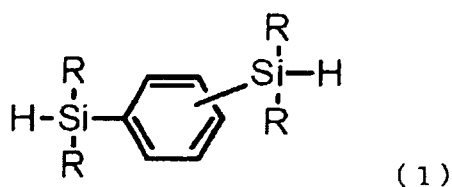
〈(a) 成分〉

(a)成分，係在1分子中具有2個鍵結於矽原子之氫原子之有機矽化合物。(a)成分只要為藉由與(b)成分之加成反應生成(A)成分者，並無特別受到限定，而

由本發明組成物所得到之硬化物之硬度、透明性、耐龜裂性、及/或耐熱性容易提升之方面看來，係以具有伸苯基者為佳，具有矽伸苯基（ $\text{Si}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{Si}$ ）者為較佳。（a）成分係以單獨1種使用或組合2種以上使用皆可。

本發明之其中一個適合之實施形態中，就（a）成分而言，可列舉例如以下述通式（1）所表示之有機矽化合物：

[化 1]



（式中，R 係非取代或取代之碳原子數 1～12（宜為 1～6、較佳為 1～3）之 1 價烴基）。

就上述通式（1）中之 R 而言，可列舉例如甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、第三丁基、戊基、異戊基、己基、第二己基等碳原子數 1～12（宜為 1～6、較佳為 1～3）之烷基；環戊基、環己基等碳原子數 3～12（宜為 4～10、較佳為 5 或 6）之環烷基；苯基、o-，m-，p-甲苯基等之碳原子數 6～12（宜為 6～10、較佳為 6～8）之芳香基；該等烴基之氫原子一部分或全部經鹵素原子（例如氟原子、氯原子、溴原子、碘原子）等取代之基，例如 p-氟苯基、p-氯苯基、p-溴苯基等。由工業上製造容易，取得容易之方面看來，在以上述通式（1）所表示之有機矽化合物之中，尤其以全部的 R 為甲基者為佳。

就以上述通式（1）所表示之有機矽化合物而言，可

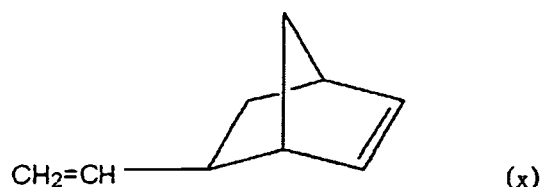
列舉例如以 $\text{HMe}_2\text{Si-p-C}_6\text{H}_4\text{-SiMe}_2\text{H}$ 所表示之 1,4-雙（二甲基矽基）苯、以 $\text{HMe}_2\text{Si-m-C}_6\text{H}_4\text{-SiMe}_2\text{H}$ 所表示之 1,3-雙（二甲基矽基）苯、以 $\text{HMe}_2\text{Si-o-C}_6\text{H}_4\text{-SiMe}_2\text{H}$ 所表示之 1,2-雙（二甲基矽基）苯等矽伸苯基化合物。

（（b）成分）

（b）成分係在 1 分子中具有 2 個氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵之多環式烴化合物。該（b）成分為下述任一者皆可：（i）形成多環式烴之骨架之碳原子之中，於相鄰的 2 個碳原子間形成氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵者；（ii）結合於形成多環式烴之骨架之碳原子之氫原子經含有氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵之基取代者；或（iii）形成多環式烴之骨架之碳原子之中，於相鄰的 2 個碳原子間形成氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵，且結合於形成多環式烴之骨架之碳原子之氫原子經含有氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵之基取代者。（b）成分係單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用皆可。

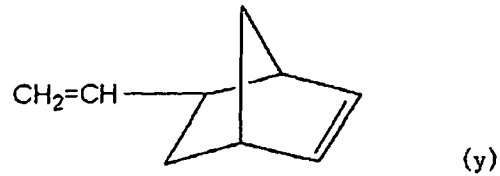
本發明之其中一個適合之實施形態中，就（b）成分而言，可列舉例如以下述構造式（x）所表示之 5-乙炔基雙環[2.2.1]庚-2-烯：

[化 2]



、以下述構造式（y）所表示之 6-乙炔基雙環[2.2.1]庚-2-烯：

[化 3]



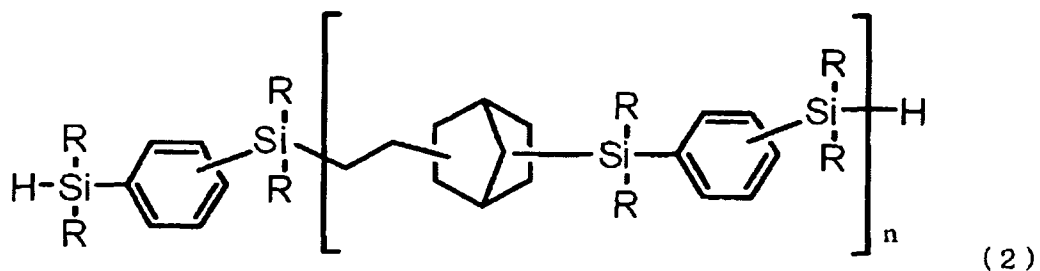
，以及此等之組合。（以下，在沒有必要區別該等 3 者之情況下，有總稱為「乙烯基降莖烯」之情形）

另外，前述乙烯基降莖烯之乙烯基之配置係順式位置（外側型）或反式位置（內側型）之任一者皆可，另外，該（b）成分之反應性等不會由於前述位置之差別而有特別明顯之差異，因此亦可為前述兩配置之異構物之組合。

〈（A）成分之例〉

於以下表示（A）成分之適合之具體例，而並非受其所限定者。

[化 4]



（式中，R 係如同前述，n 係 1～50（宜為 1～30、較佳為 1～20）之整數）。

此化合物由於含有多環式烴基及伸苯基，因此由此化合物所得到之硬化物尤其為高硬度，並且透明性、耐龜裂性、耐熱性優異。

〈（A）成分之調製〉

(A) 成分之含具有 SiH 之多環式烴基之有機矽化合物，可藉由相對於上述 (b) 成分 1 莫耳使上述 (a) 成分以超過 1 莫耳、10 莫耳以下（宜為超過 1 莫耳、5 莫耳以下）之過剩量，在氫矽烷化反應觸媒之存在下進行加成反應而得到。如此，由於其調製時，使相對於上述 (b) 成分為過剩莫耳量之上述 (a) 成分進行反應，因此 (A) 成分之含具有 SiH 之多環式烴基之有機矽化合物係在 1 分子中具有 2 個由上述 (a) 成分之構造而來之 SiH 者。

前述氫矽烷化反應觸媒並未特別受到限定，可使用所有的以往周知者。可列舉例如氯化第 2 鉑、氯化鉑酸、氯化鉑酸與一價醇之反應生成物、氯化鉑酸與烯烴類之錯合物、雙乙醯乙酸鉑、擔持鉑金屬之碳粉末、鉑黑等鉑系觸媒；鈱系觸媒、銻系觸媒等鉑系觸媒以外之鉑族金屬系觸媒。另外，關於加成反應條件、所使用之溶劑等並未特別受到限定，只要按照通常之情形即可。氫矽烷化反應觸媒係單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用皆可。

具體而言，例如含有以上述通式 (2) 所表示之多環式烴基之有機矽化合物，可藉由相對於 5-乙炔基雙環 [2.2.1] 庚-2-烯、6-乙炔基雙環 [2.2.1] 庚-2-烯或此等之組合 1 莫耳，使以上述通式 (1) 所表示之有機矽化合物以超過 1 莫耳、10 莫耳以下（宜為超過 1 莫耳、5 莫耳以下）之過剩量在氫矽烷化反應觸媒之存在下進行加成反應而得到。此反應係在溶劑不存在之狀態下進行，或在甲苯等溶劑之存在下進行皆可。反應溫度通常為 50~150℃（宜

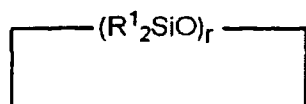
為 $80 \sim 120^{\circ}\text{C}$) 。反應時間為 $10 \sim 30$ 小時之程度即可。氫矽烷化反應觸媒之添加量，只要為可促進上述加成反應之有效量即可。通常，換算為鉑族金屬量，係相對於原料化合物之合計為 1ppm (質量基準，以下為相同) ~ 1 質量%之範圍，宜為 $10 \sim 500\text{ppm}$ 之範圍。若該添加量在此範圍內，則容易充分地促進加成反應，另外，因應該添加量之增加，加成反應之速度容易提升，故經濟方面亦容易成為有利的。

[(B) 成分]

(B) 成分係於 1 分子中具有 2 個以上鍵結於矽原子之烯基之矽氧烷系化合物，藉由與上述 (A) 成分發生氫矽烷化反應加成而賦予硬化物。(B) 成分之分子構造並未特別受到限定，可為直鏈狀、分枝鏈狀、三次元網狀、環狀等之任一者。(B) 成分具有分子鏈末端之情況下，鍵結於矽原子之烯基，係可鍵結於分子鏈末端及分子鏈非末端之矽原子之任何一者，或可鍵結於該等之兩者。(B) 成分係單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用皆可。

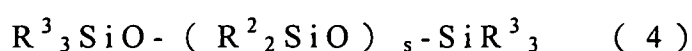
就 (B) 成分而言，可列舉例如以下述通式 (3) 所表示之環狀矽氧烷系化合物、以下述通式 (4) 所表示之線狀矽氧烷系化合物等。

[化 5]



(3)

(式中， R^1 係獨立地，為非取代或取代之碳原子數 1~12 (宜為 1~6) 之一價烴基，但是，全部 R^1 之中至少 2 個為烯基， r 為 3~20 (宜為 3~8) 之整數)。



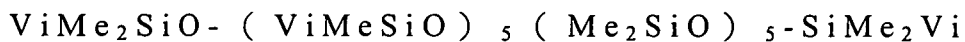
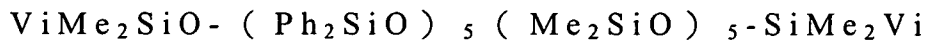
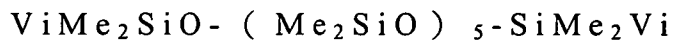
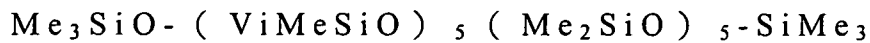
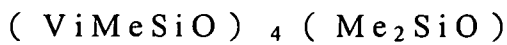
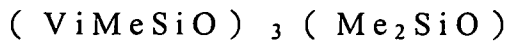
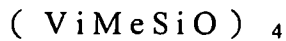
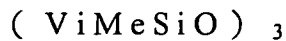
(式中， R^2 及 R^3 係獨立地，為非取代或取代之碳原子數 1~12 (宜為 1~6) 之一價烴基，但是，全部 R^2 及全部 R^3 之合計之中至少 2 個為烯基，

全部 R^3 之中至少 2 個為烯基之情況下， s 為 0~100 (宜為 1~20) 之整數，全部 R^3 之中僅 1 個為烯基之情況或全部 R^3 為烯基以外之一價烴基之情況下， s 為 2~100 (宜為 2~20) 之整數。

就上述 $R^1 \sim R^3$ 而言，可列舉例如甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、第三丁基、戊基、己基、庚基、辛基、壬基、癸基、十二基等烷基；環戊基、環己基等環烷基；苯基、甲苯基、苕基、萘基等芳香基；苺基、苺乙基、3-苺丙基等芳烷基；3,3,3-三氟丙基、3-氯丙基等鹵化烷基；乙烯基、丙烯基、丁烯基、戊烯基、己烯基等烯基等。該等之中，由工業上容易取得上述環狀矽氧烷系化合物及上述線狀矽氧烷系化合物之層面看來，在上述 $R^1 \sim R^3$ 為烯基之情況下，係以乙烯基為佳，另外，在為烯基以外之一價烴基之情況下，係以甲基為佳。

於以下表示 (B) 成分之適合之具體例，而 (B) 成分

並非受到該等所限定者。



(B) 成分之配合量，可定為相對於上述 (A) 成分中之 SiH1 莫耳，(B) 成分中之乙烯基等烯基之莫耳數宜成為 0.5~2.0 莫耳、較佳為 0.8~1.5 莫耳之量。若該配合量在前述範圍內，則可容易地得到在塗佈材料等用途上具有充分之硬度之硬化物。

[(C) 成分]

(C) 成分之氫矽烷化反應觸媒，係促進 (A) 成分中之 SiH 與 (B) 成分中之鍵結於矽原子之烯基之氫矽烷化反應者。就 (C) 成分之氫矽烷化反應觸媒而言，並沒有受到特別限定，可使用所有的以往周知者。就 (C) 成分而言，可列舉例如鉑黑、氯化第 2 鉑、氯化鉑酸、氯化鉑酸與一價醇之反應生成物、氯化鉑酸與烯烴類之錯合物、雙乙醯乙酸鉑等鉑系觸媒；鈰系觸媒、銻系觸媒等之鉑系觸媒以外之鉑族金屬系觸媒。(C) 成分係單獨使用 1 種

或組合 2 種以上使用皆可。

(C) 成分之配合量，只要是作為觸媒之有效量即可，並未特別受到限制，而相對於上述 (A) 成分與 (B) 成分之合計，以質量換算，鉑族金屬原子宜為 1~500ppm、特佳為 2~100ppm 程度。若該配合量在前述範圍內，則硬化反應所需要之時間成為適度，所得到之硬化物不容易發生著色等問題。

[其他配合成分]

本發明組成物，上述 (A) ~ (C) 成分之外，還可在不損及本發明之效果之範圍，任意配合其他成分。

例如為了調整組成物之黏度、硬化物之硬度等，將鍵結於矽原子之烯基或具有 SiH 之直鏈狀二取代有機聚矽氧烷或網狀有機聚矽氧烷、非反應性之直鏈狀或環狀二取代有機聚矽氧烷、矽伸苯基系化合物等配合於本發明組成物亦可。或為了賦予對基材之接著性，將具有環氧基之反應性矽氧烷化合物配合於本發明組成物亦可。

將上述 (A) 成分以外之具有 SiH 之各種構造之有機聚矽氧烷（以下，稱為有機聚矽氧烷 H）。配合於本發明組成物之情況下，其配合量係相對於有機聚矽氧烷 H 中之 SiH 與上述 (A) 成分中之 SiH 之合計 1 莫耳，上述 (B) 成分中烯基之量可為 0.5~2.0 莫耳，較佳為 0.8~1.5 莫耳之量。

將上述 (B) 成分以外之具有鍵結於矽原子之烯基之

各種構造之有機聚矽氧烷（以下，稱為有機聚矽氧烷 A）。

配合於本發明組成物之情況下，其配合量，係相對於上述（A）成分中之 SiH1 莫耳，有機聚矽氧烷 A 中之烯基與上述（B）成分中之烯基之合計量可為 0.5～2.0 莫耳、較佳為 0.8～1.5 莫耳。

另外，於本發明組成物，上述（A）～（C）成分之外，還可因應必要配合抗氧化劑。就抗氧化劑而言，可使用全部以往周知之抗氧化劑。可列舉例如 2,6-二第三丁基-4-甲基酚、2,5-二第三戊基氫醌、2,5-二第三丁基氫醌、4,4'-亞丁基雙（3-甲基-6-第三丁基酚）、2,2'-亞甲基雙（4-甲基-6-第三丁基酚）、2,2'-亞甲基雙（4-乙基-6-第三丁基酚）等。該等係單獨使用 1 種或組合 2 種以上使用皆可。

使用抗氧化劑之情況下，其配合量只要是作為抗氧化劑之有效量即可，並沒有特別受到限制，而相對於上述（A）成分與（B）成分之合計，以質量換算宜為 10～10,000ppm、特佳為 100～1,000ppm 程度。若該配合量在前述範圍內，則由於氧化防止能力充分發揮，因此著色、白濁、氧化劣化等之發生情況少，可得到光學特性優異之硬化物。

另外，為了確保適用期，可將 1-乙炔基環己醇、3,5-二甲基-1-己炔基-3-醇等加成反應控制劑配合於本發明組成物。進一步在不會對由本發明組成物所得到之硬化物之透明性造成影響之範圍，為了使強度提升，可將發煙矽石

等之無機質充填劑配合於本發明組成物，亦可因應必要將染料、顏料、難燃劑等配合於本發明組成物。

進一步爲了賦予對太陽光線、螢光燈等之光能量造成之光劣化之抵抗性，亦可將光安定劑配合於本發明組成物。對於光安定劑而言，係以能將由本發明組成物所得到之硬化物因爲光能量導致氧化而劣化時所生成之自由基加以捕捉之受阻胺系安定劑爲適合，藉著使其與上述抗氧化劑併用，可更加提升氧化防止效果。就光安定劑之具體例而言，可列舉雙（2,2,6,6-四甲基-4-哌啶基）癸二酸酯、4-苯甲醯基-2,2,6,6-四甲基哌啶等。

[組成物之調製]

本發明之硬化性有機矽組成物可藉由混合（A）～（C）成分，及因應必要混合其他成分而調製。

[硬化物之製造]

藉由使本發明之硬化性有機矽組成物硬化，可得到高硬度並且透明性、耐龜裂性、耐熱性優異之硬化物。硬化條件，係按照該組成物之量而有所不同，並未特別受到限制，而以硬化溫度定爲 60～180℃ 者爲佳，硬化時間爲 1～10 小時即可。

[用途]

本發明之硬化性有機矽組成物，可用爲硬化性聚矽氧

材料、光學元件等光學元件用密封材料、其他半導體元件等電子元件用密封材料、電氣絕緣性塗佈材料。就該光學元件而言，可列舉 LED、半導體雷射、光二極體、光電晶體、太陽能電池、CCD 等光學元件；鏡片等光學零件等。就該電子元件而言，可列舉二極體、電晶體、IC、CPU、記憶體等半導體元件等。

[實施例]

於以下表示實施例及比較例，並且對本發明作具體地說明，而本發明並沒有受到下述實施例所限制。

[合成例 1]

〈(A) 成分之調製〉

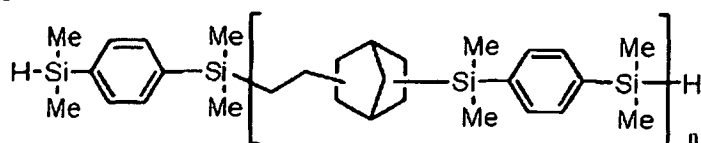
於具備攪拌裝置、冷卻管、滴液漏斗及溫度計之 500 mL 四口燒瓶，加入 1,4-雙(二甲基矽基)苯 194 g (1 mol) 及作為溶劑之甲苯 100 g，於 85℃ 使用油浴加熱。於此添加擔持 5 質量%之鉑金屬之碳粉末 0.1 g，攪拌並且同時花費 60 分鐘滴入乙炔基降莰烯(商品名：V0062，東京化成工業股份有限公司製；5-乙炔基雙環[2.2.1]庚-2-烯與 6-乙炔基雙環[2.2.1]庚-2-烯之大約等莫耳量之異構物混合物) 60 g (0.5 莫耳)。滴入結束後，進一步於 120℃ 進行加熱攪拌 24 小時之後，冷卻至室溫。其後，藉由過濾除去擔持鉑金屬之碳粉末，將甲苯及未反應之原料減壓餾除，得到無色透明之油狀反應生成物(於 25℃ 之黏度：

300 Pa · s) 206 g。

對反應生成物藉由 FT-IR、NMR、GPC 等進行分析之結果，判斷此物為以下述式之構造所表示之混合物（ $n=1$ ：38 莫耳 %； $n=2$ ：20 莫耳 %； $n=3$ ：16 莫耳 %； $n=4 \sim 10$ ：合計 26 莫耳 %）。

另外，此反應生成物之折射率為 1.545。

[化 6]



[實施例 1]

將 (A) 於實施例 1 所得到之反應生成物：77 質量份

(B) (ViMeSiO)₄：15 質量份、

(C) 作為硬化觸媒之鉑-乙炔基矽氧烷錯合物：相對於組成物全體，以質量換算，鉑金屬原子為 20 ppm 之量、

(D) 1-乙炔基環己醇：0.03 質量份

(其他成分) 1-(2-三甲氧基矽基乙基)-3-(3-縮水甘油醚氧基丙基)-1,3,5,7-四甲基環四矽氧烷：8 質量份
均勻地混合而得到組成物。使此組成物以成為 2 mm 厚之方式灌入以玻璃板組合成之模具之中，於 150℃ 加熱 5 小時而得到硬化物。

[實施例 2]

將 (A) 於實施例 1 所得到之反應生成物：75 質量份

(B) (ViMeSiO)₄：17 質量份、

(C) 作為硬化觸媒之鉑-乙炔基矽氧烷錯合物：相對於組成物全體，鉑金屬原子，以質量換算為 20ppm 之量、

(D) 1-乙炔基環己醇：0.03 質量份

(其他成分) 1-(2-三甲氧基矽基乙基)-3-(3-縮水甘油醚氧基丙基)-1,3,5,7-四甲基環四矽氧烷：8 質量份
均勻地混合而得到組成物。使此組成物以成為 2mm 厚之方式灌入以玻璃板組合成之模具之中，於 150℃ 加熱 5 小時而得到硬化物。

[實施例 3]

將 (A) 於實施例 1 所得到之反應生成物：73 質量份

(B) (ViMeSiO)₄：19 質量份、

(C) 作為硬化觸媒之鉑-乙炔基矽氧烷錯合物：相對於組成物全體，以質量換算，鉑金屬原子為 20ppm 之量、

(D) 1-乙炔基環己醇：0.03 質量份

(其他成分) 1-(2-三甲氧基矽基乙基)-3-(3-縮水甘油醚氧基丙基)-1,3,5,7-四甲基環四矽氧烷：8 質量份
均勻地混合而得到組成物。使此組成物以成為 2mm 厚之方式灌入以玻璃板組合成之模具之中，於 150℃ 加熱 5 小時而得到硬化物。

[比較例 1]

於實施例 1 之中，除了使用 $(\text{MeHSiO})_4$ 60 質量份代替 (A) 成分 77 質量份、將 (B) 成分之 $(\text{ViMeSiO})_4$ 之使用量由 17 質量份變更爲 40 質量份、以及並未使用 (其他成分) 之外，係以與實施例 1 同樣之方式得到組成物及硬化物。

[比較例 2]

使用苯基矽氧樹脂系硬化性組成物 (商品名: X-34-1195, 信越化學工業股份有限公司製, 苯基含量: 約 50 莫耳%) 代替於實施例 1 所得到之組成物之外，係以與實施例 1 同樣之方式得到硬化物。

[性能評估手法]

關於在上述各實施例及比較例中所得之硬化物，按照下述手法對性能進行評估。

〈外觀〉

藉由目視觀察各硬化物之外觀。將觀察結果表示於表 1。

〈硬度〉

依據 ASTM D2240，測定各硬化物之硬度 (Shore D)

。將測定結果表示於表 1。

〈耐龜裂性〉

將各實施例及比較例中所得之樹脂組成物，收納於以金屬線對 LED 晶片作導線焊接之 PPA 杯體，於 100℃ 加熱 1 小時、於 150℃ 加熱 5 小時，使其硬化。使用冷熱衝擊測試機，觀察使 -40℃ / 放置 30 分與 100℃ / 放置 30 分所構成之循環重覆 100 次循環後之龜裂情形。將觀察結果依照下述之評估基準表示於表 1。

◎：並無異常

○：於導線部分有微小龜裂

△：於導線部分、晶片部分有龜裂

×：於密封樹脂全體有龜裂或剝離

〈耐熱性〉

對於在各實施例及比較例之中所製作之 2mm 厚之硬化物，測定 150℃ 放置 240 小時前後之 400nm 透過率。將測定結果表示於表 1。

[表 1]

項目	實施例			比較例	
	1	2	3	1	2
外觀	無色透明	無色透明	無色透明	無色透明	無色透明
硬度 (ShoreD)	70	71	75	0	64
耐龜裂性	◎	◎	◎	×	×
初期透過率 (%)	88.3	88.7	88.4	90.5	88.1
150℃/240 小時 後之透過率 (%)	85.2	84.1	84.5	84.7	85.1

[評 估]

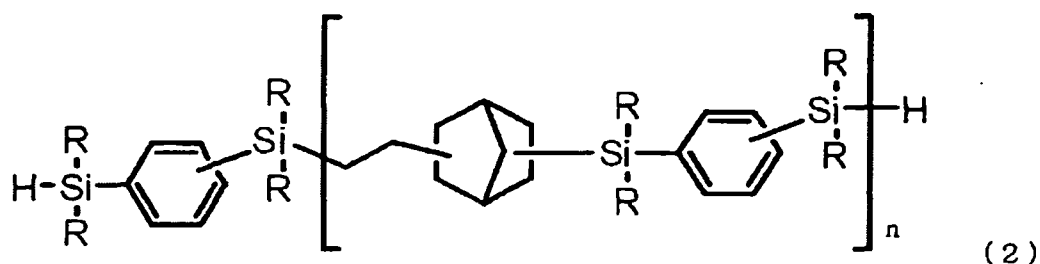
實施例之硬化物係無色透明，高硬度，同時耐龜裂性優異、光透過性亦優異。另外，耐熱變色性亦與以往之聚矽氧材料同等地為優異，可適用於各種光學材料或密封材料。

十、申請專利範圍

102年9月13日	修正 登錄	頁(次)
-----------	----------	------

1. 一種硬化性有機矽組成物，其特徵為：含

(A) 以下述通式 (2) 所表示之含多環式烴基之有機矽化合物，其係 (a) 在 1 分子中具有 2 個鍵結於矽原子之氫原子之有機矽化合物、與 (b) 在 1 分子中具有 2 個氫矽烷化反應性碳-碳雙鍵之多環式烴化合物的加成反應生成物，而且在 1 分子中具有 2 個鍵結於矽原子之氫原子；

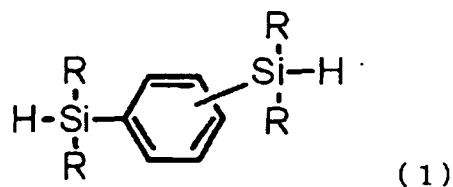


(式中，R 係非取代或取代之碳原子數 1~12 之 1 價烴基，n 係 1~50 之整數)；

(B) 在 1 分子中具有 2 個以上鍵結於矽原子之烯基之矽氧烷系化合物；及

(C) 氫矽烷化反應觸媒而成。

2. 如申請專利範圍第 1 項之硬化性有機矽組成物，其中，該 (a) 成分係以下述通式 (1) 所表示之有機矽化合物，



(式中，R 係非取代或取代之碳原子數 1~12 之 1 價烴

基) 。

52年9月3日修正
劃線頁(本)

3.如申請專利範圍第 1 或 2 項之硬化性有機矽組成物，其中，該 (b) 成分係 5-乙烯基雙環[2.2.1]庚-2-烯、6-乙烯基雙環[2.2.1]庚-2-烯或此等之組合。

4.一種硬化物，其特徵為：藉由使如申請專利範圍第 1～3 項中任一項之硬化性有機矽組成物硬化而得到。