



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104812856 B

(45)授权公告日 2017.03.08

(21)申请号 201380060863.1

(22)申请日 2013.10.23

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 104812856 A

(43)申请公布日 2015.07.29

(30)优先权数据  
2012-235183 2012.10.24 JP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日  
2015.05.21

(86)PCT国际申请的申请数据  
PCT/JP2013/079332 2013.10.23

(87)PCT国际申请的公布数据  
W02014/065432 EN 2014.05.01

(73)专利权人 道康宁东丽株式会社

地址 日本东京都

(72)发明人 须藤通孝 佐川贵志 竹内香须美  
饭村智浩 西岛一裕 森田好次

(74)专利代理机构 北京安信方达知识产权代理  
有限公司 11262

代理人 苏蕾 郑霞

(51)Int.Cl.  
C08G 77/50(2006.01)  
C08L 83/07(2006.01)  
H01L 23/29(2006.01)

审查员 刘春磊

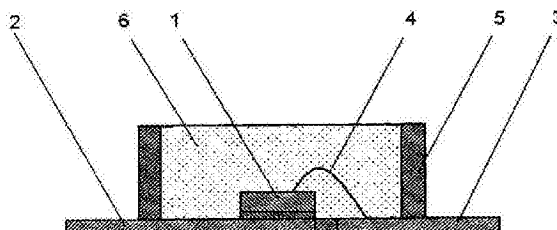
权利要求书1页 说明书18页 附图1页

## (54)发明名称

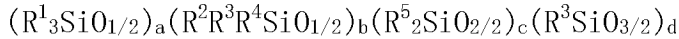
有机聚硅氧烷、可固化有机硅组合物、其固化产物及光学半导体器件

## (57)摘要

本发明涉及一种可固化有机硅组合物,其包含:(A)由特定平均单元式表示的有机聚硅氧烷、(B)任选的在分子中具有至少两个烯基基团并且不具有任何硅键合的氢原子的直链有机聚硅氧烷、(C)在分子中具有至少两个硅键合的氢原子的有机聚硅氧烷、以及(D)硅氢加成反应催化剂。所述可固化有机硅组合物具有高反应性并且形成具有低透气性的固化产物。



1. 一种由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

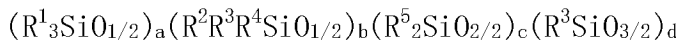


其中,  $R^1$  是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团或具有2至12个碳的烯基基团; 前提是分子中的至少一个  $R^1$  是具有2至12个碳的烯基基团;  $R^2$  是具有1至12个碳的烷基基团;  $R^3$  是相同或不同的具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团;  $R^4$  是具有2至12个碳的烯基基团;  $R^5$  是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、具有2至12个碳的烯基基团或苯基基团; 并且“a”、“b”、“c”和“d”分别是满足  $0.01 \leq a \leq 0.45$ 、 $0.01 \leq b \leq 0.45$ 、 $0 \leq c \leq 0.7$ 、 $0.1 \leq d < 0.9$  并且  $a+b+c+d=1$  的数值。

2. 根据权利要求1所述的有机聚硅氧烷, 其中  $R^3$  是苯基基团或萘基基团。

3. 一种可固化有机硅组合物, 包含:

(A) 由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:



其中,  $R^1$  是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团或具有2至12个碳的烯基基团; 前提是分子中的至少一个  $R^1$  是具有2至12个碳的烯基基团;  $R^2$  是具有1至12个碳的烷基基团;  $R^3$  是相同或不同的具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团;  $R^4$  是具有2至12个碳的烯基基团;  $R^5$  是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、具有2至12个碳的烯基基团或苯基基团; 并且“a”、“b”、“c”和“d”分别是满足  $0.01 \leq a \leq 0.45$ 、

$0.01 \leq b \leq 0.45$ 、 $0 \leq c \leq 0.7$ 、 $0.1 \leq d < 0.9$  并且  $a+b+c+d=1$  的数值;

(B) 占该组合物0至70质量%的直链有机聚硅氧烷, 所述直链有机聚硅氧烷的分子中具有至少两个烯基基团并且不具有任何硅键合的氢原子;

(C) 一定量的在分子中具有至少两个硅键合的氢原子的有机聚硅氧烷, 所述量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于所述组分(A)和(B)中每1摩尔的总烯基基团为0.1至5摩尔; 以及

(D) 有效量的硅氢加成反应催化剂。

4. 根据权利要求3所述的可固化有机硅组合物, 其中组分(A)中的  $R^3$  是苯基基团或萘基基团。

5. 根据权利要求3或4所述的可固化有机硅组合物, 还包含粘附赋予剂(E), 其含量为相对于总共100质量份的组分(A)至(D)的0.01至10质量份。

6. 一种固化产物, 其通过固化权利要求3至5中任一项所述的可固化有机硅组合物制备。

7. 一种光学半导体器件, 其中通过权利要求3至5中任一项所述的可固化有机硅组合物的固化产物来密封光学半导体元件。

## 有机聚硅氧烷、可固化有机硅组合物、其固化产物及光学半导体器件

### 技术领域

[0001] 本发明涉及有机聚硅氧烷、主要包含该有机聚硅氧烷的可固化有机硅组合物、通过固化该组合物形成的固化产物、以及使用该组合物制备的光学半导体器件。

[0002] 本发明要求提交于2012年10月24日的日本专利申请No.2012-235183的优先权,该专利申请的内容以引用方式并入本文中。

### 背景技术

[0003] 可固化有机硅组合物用作光学半导体器件诸如发光二极管(LED)中的光学半导体元件的密封材料或保护涂层材料。然而,由于可固化有机硅组合物的固化产物的透气性较高,当在具有高光强度和大量热量生成的高亮度LED中使用,会出现诸如由腐蚀性气体引起的密封材料的变色和由LED基板上的银镀面的腐蚀引起的亮度降低之类的问题。

[0004] 因此,日本未经审查的专利申请公开No.2012-052045中提出了包含具有甲基苯基乙烯基硅氧烷单元的支链有机聚硅氧烷、有机氢聚硅氧烷和加成反应催化剂的可固化有机硅组合物,作为形成具有低透气性的固化产物的可固化有机硅组合物。

[0005] 然而,这种可固化有机硅组合物产生缓慢固化反应,并且当固化不足时,固化产物的表面上会出现粘着性,这就存在污物或灰尘粘附到表面上的问题。另外,还存在的问题是,需要大量时间和能量才能完成这种可固化有机硅组合物的固化反应。

[0006] 本发明的一个目标是提供具有高硅氢加成反应性并形成具有低透气性的固化产物的有机聚硅氧烷,并且还提供具有高反应性并形成具有低透气性的固化产物的可固化有机硅组合物。本发明的另一个目标是提供具有低透气性的固化产物,并且还提供具有优异可靠性的光学半导体器件。

### 发明内容

[0007] 本发明的有机聚硅氧烷由以下平均单元式表示:

[0008]  $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2R^3R^4SiO_{1/2})_b(R^5_2SiO_{2/2})_c(R^3SiO_{3/2})_d$

[0009] 其中, $R^1$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团或具有2至12个碳的烯基基团;前提条件是分子中的至少一个 $R^1$ 是具有2至12个碳的烯基基团; $R^2$ 是具有1至12个碳的烷基基团; $R^3$ 是相同或不同的具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团; $R^4$ 是具有2至12个碳的烯基基团; $R^5$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、具有2至12个碳的烯基基团或苯基基团;并且“a”、“b”、“c”和“d”分别是满足 $0.01 \leq a \leq 0.45$ 、 $0.01 \leq b \leq 0.45$ 、 $0 \leq c \leq 0.7$ 、 $0.1 \leq d < 0.9$ 并且 $a+b+c+d=1$ 的数值。

[0010] 本发明的可固化有机硅组合物包含:

[0011] (A)由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0012]  $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2R^3R^4SiO_{1/2})_b(R^5_2SiO_{2/2})_c(R^3SiO_{3/2})_d$

[0013] 其中, $R^1$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团或具有2至12个碳的烯基基

团;前提条件是分子中的至少一个 $R^1$ 是具有2至12个碳的烯基基团; $R^2$ 是具有1至12个碳的烷基基团; $R^3$ 是相同或不同的具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团; $R^4$ 是具有2至12个碳的烯基基团; $R^5$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、具有2至12个碳的烯基基团或苯基基团;并且“a”、“b”、“c”和“d”分别是满足 $0.01 \leq a \leq 0.45$ 、 $0.01 \leq b \leq 0.45$ 、 $0 \leq c \leq 0.7$ 、 $0.1 \leq d < 0.9$ 并且 $a+b+c+d=1$ 的数值;

[0014] (B)占该组合物0至70质量%的直链有机聚硅氧烷,该直链有机聚硅氧烷的分子中具有至少两个烯基基团并且不具有任何硅键合的氢原子;

[0015] (C)一定量的在分子中具有至少两个硅键合的氢原子的有机聚硅氧烷,该量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于组分(A)和(B)中每1摩尔的总烯基基团为0.1至5摩尔;以及

[0016] (D)有效量的硅氢加成反应催化剂。

[0017] 通过固化上述可固化有机硅组合物来形成本发明的固化产物。

[0018] 通过用上述可固化有机硅组合物的固化产物密封光学半导体元件来制备本发明的光学半导体器件。

[0019] 发明效果

[0020] 本发明的有机聚硅氧烷的特征在于具有高硅氢加成反应性以及形成具有低透气性的固化产物,并且本发明的可固化有机硅组合物的特征在于具有高反应性以及形成具有低透气性的固化产物。此外,本发明的固化产物的特征在于透气性较低,并且本发明的光学半导体器件的特征在于具有优异可靠性。

## 附图说明

[0021] 图1是作为本发明的光学半导体器件的例子的LED的剖面图。

## 具体实施方式

[0022] 首先,将详细描述本发明的有机聚硅氧烷。

[0023] 本发明的有机聚硅氧烷由以下平均单元式表示:

[0024]  $(R^1_3SiO_{1/2})_a(R^2R^3R^4SiO_{1/2})_b(R^5_2SiO_{2/2})_c(R^3SiO_{3/2})_d$ 。

[0025] 在该式中, $R^1$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、或具有2至12个碳的烯基基团。 $R^1$ 的烷基基团的例子包括甲基基团、乙基基团、丙基基团、丁基基团、戊基基团、己基基团、庚基基团、辛基基团、壬基基团、癸基基团、十一烷基基团和十二烷基基团。其中甲基基团是优选的。 $R^1$ 的烯基基团的例子包括乙烯基基团、烯丙基基团、丁烯基基团、戊烯基基团、己烯基基团、庚烯基基团、辛烯基基团、壬烯基基团、癸烯基基团、十一碳烯基基团和十二碳烯基基团。其中乙烯基基团是优选的。此处,分子中的至少一个 $R^1$ 是具有2至12个碳的烯基基团。 $R^2$ 是具有1至12个碳的烷基基团,并且 $R^2$ 的具有1至12个碳的烷基基团的例子包括与上述 $R^1$ 中的那些相同的烷基基团。其中甲基基团是优选的。 $R^3$ 是相同或不同的具有6至20个碳的芳基基团、或具有7至20个碳的芳烷基基团。 $R^3$ 的芳基基团的例子包括苯基基团、甲苯基基团、二甲苯基基团、萘基基团、蒽基基团、菲基基团、芘基基团、以及其中这些芳基基团的氢原子被烷基基团诸如甲基基团和乙基基团、烷氧基基团诸如甲氧基基团和乙氧基基团、或卤素原子诸如氯原子和溴原子取代的基团。其中苯基基团和萘基基团是优选的。 $R^3$

的芳烷基基团的例子包括苄基基团、苯乙基基团、萘基乙基基团、萘基丙基基团、蒽基乙基基团、菲基乙基基团、芘基乙基基团、以及其中这些芳烷基基团的氢原子被烷基基团诸如甲基基团和乙基基团、烷氧基基团诸如甲氧基基团和乙氧基基团、或卤素原子诸如氯原子和溴原子取代的基团。 $R^4$ 是具有2至12个碳的烯基基团，并且 $R^4$ 的具有2至12个碳的烯基基团的例子包括与 $R^1$ 中的那些相同的烯基基团。其中乙烯基基团是优选的。 $R^5$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、或具有2至12个碳的烯基基团、或苯基基团。 $R^5$ 的烷基基团的例子包括针对 $R^1$ 所述的相同烷基基团。 $R^5$ 的烯基基团的例子包括针对 $R^1$ 所述的相同烯基基团。

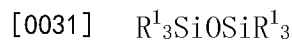
[0026] 此外，在该式中，“a”、“b”、“c”和“d”是满足以下条件的数值： $0.01 \leq a \leq 0.45$ 、 $0.01 \leq b \leq 0.45$ 、 $0 \leq c \leq 0.7$ 、 $0.1 \leq d < 0.9$ 并且 $a+b+c+d=1$ 。优选地，“a”、“b”、“c”和“d”是满足以下条件的数值： $0.05 \leq a \leq 0.45$ 、 $0.05 \leq b \leq 0.45$ 、 $0 \leq c \leq 0.5$ 、 $0.4 \leq d < 0.85$ 并且 $a+b+c+d=1$ 。尤其优选地，“a”、“b”、“c”和“d”是满足以下条件的数值： $0.05 \leq a \leq 0.4$ 、 $0.05 \leq b \leq 0.4$ 、 $0 \leq c \leq 0.4$ 、 $0.45 \leq d < 0.8$ 并且 $a+b+c+d=1$ 。这是因为当“a”大于或等于上述范围的下限时，有机聚硅氧烷的硅氢加成反应性改善，并且当“a”小于或等于上述范围的上限时，固化产物的透气性降低。这还因为当“b”大于或等于上述范围的下限时，固化产物的透气性降低，并且当“b”小于或等于上述范围的上限时，固化产物中不会出现粘性。这还因为当“c”小于或等于上述范围的上限时，固化产物的硬度是有利的并且可靠性改善。这还因为当“d”大于或等于上述范围的下限时，固化产物的折射率是有利的，并且当“d”小于或等于上述范围的上限时，固化产物的机械特性改善。

[0027] 本发明的有机聚硅氧烷由上述平均单元式表示，但也可具有由式 $R^2_2R^3SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元、由式 $R^2R^3_2SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元、由式 $R^3_3SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元、由式 $R^2SiO_{3/2}$ 表示的硅氧烷单元、由式 $R^4SiO_{3/2}$ 表示的硅氧烷单元、或由式 $SiO_{4/2}$ 表示的硅氧烷单元，它们处于不会削弱本发明的目标的范围内。在这些式中， $R^2$ 是具有1至12个碳的烷基基团， $R^3$ 是具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团，并且 $R^4$ 是具有2至12个碳的烯基基团，并且这些基团的例子包括与分别在以上描述的那些基团相同的基团。本发明的有机聚硅氧烷也可具有硅键合的烷氧基基团诸如甲氧基基团、乙氧基基团和丙氧基基团或者硅键合的羟基基团，它们处于不会削弱本发明的目标的范围内。

[0028] 制备这种有机聚硅氧烷的方法的例子是在存在酸或碱的情况下使如下物质水解/缩合的方法：由以下通式(I)表示的硅烷化合物：



[0030] 由以下通式(II-1)表示的二硅氧烷：



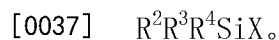
[0032] 和/或由以下通式(II-2)表示的硅烷化合物：



[0034] 以及由以下通式(III-1)表示的二硅氧烷：



[0036] 和/或由以下通式(III-2)表示的硅烷化合物：



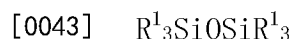
[0038] 由以下通式(I)表示的硅烷化合物：



[0040] 是将由式 $R^3SiO_{3/2}$ 表示的硅氧烷单元引入有机聚硅氧烷中的原材料。在这些式中， $R^3$ 是具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团，并且这些基团的例子与上文所述的基团同义。其中苯基基团或萘基基团是优选的。此外，在该式中，X是烷氧基基团、酰氧基基团、卤素原子或羟基基团。X的烷氧基基团的例子包括甲氧基基团、乙氧基基团和丙氧基基团。X的酰氧基基团的例子包括乙酰氧基基团。X的卤素原子的例子包括氯原子和溴原子。

[0041] 这种硅烷化合物的例子包括烷氧基硅烷，诸如苯基三甲氧基硅烷、萘基三甲氧基硅烷、蒎基三甲氧基硅烷、菲基三甲氧基硅烷、芘基三甲氧基硅烷、苯基三乙氧基硅烷、萘基三乙氧基硅烷、蒎基三乙氧基硅烷、菲基三乙氧基硅烷、和芘基三乙氧基硅烷；酰氧基硅烷，诸如苯基三乙酰氧基硅烷、萘基三乙酰氧基硅烷、蒎基三乙酰氧基硅烷、菲基三乙酰氧基硅烷、和芘基三乙酰氧基硅烷；卤代硅烷，诸如苯基三氯硅烷、萘基三氯硅烷、蒎基三氯硅烷、菲基三氯硅烷、和芘基三氯硅烷；以及羟基硅烷，诸如苯基三羟基硅烷、萘基三羟基硅烷、蒎基三羟基硅烷、菲基三羟基硅烷、和芘基三羟基硅烷。

[0042] 由以下通式(II-1)表示的二硅氧烷：



[0044] 是将由式 $R^1_3SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元引入有机聚硅氧烷中的原材料。在该式中， $R^1$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、或具有2至12个碳的烯基基团。 $R^1$ 的烷基基团的例子与上文所述的基团同义，并且其中甲基基团是优选的。 $R^1$ 的烯基基团的例子与上文所述的基团同义，并且其中乙烯基基团是优选的。

[0045] 这种二硅氧烷的例子包括1,1,1,3,3,3-六甲基二硅氧烷、1,1,1,3,3,3-六乙基二硅氧烷、1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷、1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四乙基二硅氧烷、1,1,3,3-四乙烯基-1,3-二甲基二硅氧烷、以及1,1,1,3,3,3-六乙烯基二硅氧烷。此类二硅氧烷中的两种或更多种类型也可组合使用，但该组合必须包含至少一种1,3-二烯基-1,1,3,3-四烷基二硅氧烷，诸如1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷和1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四乙基二硅氧烷。

[0046] 由以下通式(II-2)表示的硅烷化合物：



[0048] 也是将由式 $R^1_3SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元引入有机聚硅氧烷中的原材料。在该式中， $R^1$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、或具有2至12个碳的烯基基团。 $R^1$ 的烷基基团的例子与上文所述的基团同义，并且其中甲基基团是优选的。 $R^1$ 的烯基基团的例子与上文所述的基团同义，并且其中乙烯基基团是优选的。此外，在该式中，X是烷氧基基团、酰氧基基团、卤素原子或羟基基团；并且其例子与上述基团相同。

[0049] 这种硅烷化合物的例子包括烷氧基硅烷，诸如三甲基甲氧基硅烷、三甲基乙氧基硅烷、二甲基乙烯基甲氧基硅烷、二乙基乙烯基甲氧基硅烷、二甲基乙烯基乙氧基硅烷、二乙基乙烯基乙氧基硅烷、二乙烯基甲基甲氧基硅烷、和三乙烯基甲氧基硅烷；酰氧基硅烷，诸如二甲基乙烯基乙酰氧基硅烷、二乙基乙烯基乙酰氧基硅烷、二乙烯基甲基乙酰氧基硅烷、和三乙烯基乙酰氧基硅烷；卤代硅烷，诸如三甲基氯硅烷、二甲基乙烯基氯硅烷、二乙基乙烯基氯硅烷、二乙烯基甲基氯硅烷、和三乙烯基氯硅烷；以及羟基硅烷，诸如二甲基乙烯基羟基硅烷、二乙基乙烯基羟基硅烷、二乙烯基甲基羟基硅烷、和三乙烯基羟基硅烷。此类

硅烷化合物中的两种或更多种也可组合使用,但该组合物必须包含至少一种烯基二烷基硅烷化合物,诸如二甲基乙烯基甲氧基硅烷、二甲基乙烯基乙酰氧基硅烷、二甲基乙烯基氯硅烷、和二甲基乙烯基羟基硅烷。

[0050] 由以下通式(III-1)表示的二硅氧烷:



[0052] 是将由式 $R^2R^3R^4SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元引入有机聚硅氧烷中的原材料。在该式中, $R^2$ 是具有1至12个碳的烷基基团,其例子与上文所述的基团同义,并且其中甲基基团是优选的。在该式中, $R^3$ 是具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团,其例子与上文所述的基团同义,并且其中苯基基团或萘基基团是优选的。在该式中, $R^4$ 是具有2至12个碳的烯基基团,其例子与上文所述的基团同义,并且其中乙烯基基团是优选的。

[0053] 这种二硅氧烷的例子是1,3-二乙烯基-1,3-二苯基-1,3-二甲基二硅氧烷。

[0054] 由以下通式(III-2)表示的硅烷化合物:



[0056] 也是将由式 $R^2R^3R^4SiO_{1/2}$ 表示的硅氧烷单元引入有机聚硅氧烷中的原材料。在该式中, $R^2$ 是具有1至12个碳的烷基基团,其例子与上文所述的基团同义,并且其中甲基基团是优选的。在该式中, $R^3$ 是具有6至20个碳的芳基基团或具有7至20个碳的芳烷基基团,其例子与上文所述的基团同义,并且其中苯基基团或萘基基团是优选的。在该式中, $R^4$ 是具有2至12个碳的烯基基团,其例子与上文所述的基团同义,并且其中乙烯基基团是优选的。此外,在该式中,X是烷氧基基团、酰氧基基团、卤素原子或羟基基团;并且其例子与上述基团相同。

[0057] 这种硅烷化合物的例子包括烷氧基硅烷,诸如甲基苯基乙烯基甲氧基硅烷和甲基苯基乙烯基乙氧基硅烷;乙酰氧基硅烷,诸如甲基苯基乙烯基乙酰氧基硅烷;氯硅烷,诸如甲基苯基乙烯基氯硅烷;以及羟基硅烷,诸如甲基苯基乙烯基羟基硅烷。

[0058] 在上述制备方法中,可在必要时将用于引入由式 $R^5_2SiO_{2/2}$ 表示的硅氧烷单元的硅烷化合物或环状有机硅化合物或者用于引入由式 $SiO_{4/2}$ 表示的硅氧烷单元的硅烷化合物或硅烷低聚物与有机聚硅氧烷反应。在这些式中, $R^5$ 是相同或不同的具有1至12个碳的烷基基团、具有2至12个碳的烯基基团、或苯基基团。 $R^5$ 的烷基基团的例子包括针对 $R^1$ 所述的相同烷基基团。 $R^5$ 的烯基基团的例子包括针对 $R^1$ 所述的相同烯基基团。

[0059] 这种硅烷化合物的例子包括烷氧基硅烷,诸如二甲基二甲氧基硅烷、甲基乙基二甲氧基硅烷、甲基苯基二甲氧基硅烷、二苯基二甲氧基硅烷、二甲基二乙氧基硅烷、甲基乙基二乙氧基硅烷、甲基苯基二乙氧基硅烷、二苯基二乙氧基硅烷、四甲氧基硅烷、和四乙氧基硅烷;乙酰氧基硅烷,诸如二甲基二乙酰氧基硅烷、甲基苯基二乙酰氧基硅烷、二苯基二乙酰氧基硅烷、和四乙酰氧基硅烷;卤代硅烷,诸如二甲基二氯硅烷、甲基苯基二氯硅烷、二苯基二氯硅烷、和四氯硅烷;以及羟基硅烷,诸如二甲基二羟基硅烷、甲基苯基二羟基硅烷、和二苯基二羟基硅烷。这种环状有机硅化合物的例子包括环状二甲基硅氧烷低聚物、环状苯基甲基硅氧烷低聚物、和环状二苯基硅氧烷低聚物。此外,硅烷低聚物的例子包括四甲氧基硅烷的部分水解产物和四乙氧基硅烷的部分水解产物。

[0060] 上述制备方法的特征在于硅烷化合物(I)、二硅氧烷(II-1)和/或硅烷化合物(II-2)、和二硅氧烷(III-1)和/或硅烷化合物(III-2)以及其他硅烷化合物、环状有机硅化合

物、或硅烷低聚物在必要时在存在酸或碱的情况下水解/缩合。

[0061] 可使用的酸的例子有盐酸、乙酸、甲酸、硝酸、草酸、硫酸、磷酸、多磷酸、多羧酸、三氟甲烷磺酸、以及离子交换树脂。此外,所利用的碱的例子有无机碱,诸如氢氧化钾、氢氧化钠等;和有机碱化合物,诸如三乙胺、二乙胺、单乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、氨水、四甲基氢氧化铵、具有氨基基团的烷氧基硅烷、氨基丙基三甲氧基硅烷等。

[0062] 此外,可在制备方法中使用有机溶剂。所使用的有机溶剂的例子有醚、酮、醋酸酯、芳族或脂族烃、和 $\gamma$ -丁内酯;以及此类溶剂中的两种或更多种类型的混合物。优选的有机溶剂的例子有丙二醇单甲醚、丙二醇单甲醚醋酸酯、丙二醇单乙醚、丙二醇单丙醚、丙二醇单丁醚、丙二醇单叔丁醚、 $\gamma$ -丁内酯、甲苯、以及二甲苯。

[0063] 为了加速制备方法中各组分的水解和缩合反应,优选地加入水或水与醇的混合溶液。甲醇和乙醇是醇的优选例子。该反应通过加热来促进,并且如果使用有机溶剂,则反应优选地在该有机溶剂的回流温度下进行。

[0064] 本发明的这种有机聚硅氧烷具有有利的硅氢加成反应性,因此硅氢加成反应可固化有机硅组合物可通过使用该物质作为基础化合物并添加在分子中具有至少两个硅键合的氢原子的有机聚硅氧烷以及硅氢加成反应催化剂来制备。

[0065] 接下来,将详细阐释本发明的可固化有机硅组合物。

[0066] 本发明的可固化有机硅组合物的特征在于其包含上述的组分(A)至(D)。组分(A)的有机聚硅氧烷如上所述。

[0067] 组分(B)是赋予固化产物柔软性、延展性和柔韧性的任选组分,该组分是分子中具有至少两个烯基基团并且不具有任何硅键合的氢原子的直链有机聚硅氧烷。组分(B)中的烯基基团的例子包括具有2至12个碳的烯基基团,诸如乙烯基基团、烯丙基基团、丁烯基基团、戊烯基基团、己烯基基团、庚烯基基团、辛烯基基团、壬烯基基团、癸烯基基团、十一碳烯基基团、以及十二碳烯基基团,并且乙烯基基团是优选的。组分(B)中除烯基基团之外键合至硅原子的基团的例子包括具有1至12个碳的烷基基团,诸如甲基基团、乙基基团、丙基基团、丁基基团、戊基基团、己基基团、庚基基团、辛基基团、壬基基团、癸基基团、十一烷基基团、和十二烷基基团;具有6至20个碳的芳基基团,诸如苯基基团、甲苯基基团、二甲苯基基团、萘基基团、蒽基基团、菲基基团、芘基基团、以及其中这些芳基基团的氢原子被烷基基团诸如甲基基团和乙基基团、烷氧基基团诸如甲氧基基团和乙氧基基团、或卤素原子诸如氯原子和溴原子取代的基团;具有7至20个碳的芳烷基基团,诸如苄基基团、苯乙基基团、萘基乙基基团、蒽基丙基基团、蒽基乙基基团、菲基乙基基团、芘基乙基基团、以及其中这些芳烷基基团的氢原子被烷基基团诸如甲基基团和乙基基团、烷氧基基团诸如甲氧基基团和乙氧基基团、或卤素原子诸如氯原子和溴原子取代的基团;以及具有1至12个碳的卤代烷基基团,诸如氯甲基基团和3,3,3-三氟丙基基团。各自基团的例子与上文所述的基团同义,并且甲基基团和苯基基团是优选的。

[0068] 这种组分(B)的例子包括在两个分子末端均被三甲基甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷与甲基乙烯基硅氧烷的共聚物、在两个分子末端均被三甲基甲硅烷氧基基团封端的甲基乙烯基聚硅氧烷、在两个分子末端均被三甲基甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷、甲基乙烯基硅氧烷与甲基苯基硅氧烷的共聚物、在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的二甲基聚硅氧烷、在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团

封端的甲基乙烯基聚硅氧烷、在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷与甲基乙烯基硅氧烷的共聚物、在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷、甲基乙烯基硅氧烷与甲基苯基硅氧烷的共聚物、以及这些有机聚硅氧烷中的两种或更多种类型的混合物。

[0069] 该组合物中的组分(B)的含量在相对于该组合物的0至70质量%的范围内、优选地在0至50质量%的范围内、并且尤其优选地在0至40质量%的范围内。这是因为当(B)的含量小于或等于上述范围的上限时,可以赋予固化产物柔软性、延展性和柔韧性而不增加固化产物的透气性,从而使得可以改善使用该组合物制备的光学半导体器件的可靠性。

[0070] 组分(C)为本发明组合物的交联剂,并且为分子中具有至少2个硅键合的氢原子的有机聚硅氧烷。硅键合的氢原子在组分(C)中的键合位置的例子为分子链末端和/或分子侧链。组分(C)中键合至硅原子的其他基团的例子包括具有1至12个碳的烷基基团,诸如甲基基团、乙基基团、丙基基团、丁基基团、戊基基团、己基基团、庚基基团、辛基基团、壬基基团、癸基基团、十一烷基基团、和十二烷基基团;具有6至20个碳的芳基基团,诸如苯基基团、甲苯基基团、二甲苯基基团、萘基基团、蒽基基团、菲基基团、芘基基团、以及其中这些芳基基团的氢原子被烷基基团诸如甲基基团和乙基基团、烷氧基基团诸如甲氧基基团和乙氧基基团、或卤素原子诸如氯原子和溴原子取代的基团;具有7至20个碳的芳烷基基团,诸如苜基基团、苜乙基基团、萘基乙基基团、萘基丙基基团、蒽基乙基基团、菲基乙基基团、芘基乙基基团、以及其中这些芳烷基基团的氢原子被烷基基团诸如甲基基团和乙基基团、烷氧基基团诸如甲氧基基团和乙氧基基团、或卤素原子诸如氯原子和溴原子取代的基团;以及具有1至12个碳的卤代烷基基团,诸如氯甲基基团和3,3,3-三氟丙基基团。各自基团的例子与上文所述的基团同义,并且其中甲基基团和苯基基团是优选的。组分(C)可具有直链、支链、环状、网状或部分支链的直链分子结构。

[0071] 该种类型的组分(C)的例子有在两个分子末端均被三甲基甲硅烷氧基基团封端的甲基氢聚硅氧烷、在两个分子末端均被三甲基甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷与甲基氢硅氧烷的共聚物、在两个分子末端均被三甲基甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷、甲基氢硅氧烷和甲基苯基硅氧烷的共聚物、在两个分子末端均被二甲基氢甲硅烷氧基基团封端的二甲基聚硅氧烷、在两个分子末端处均被二甲基氢甲硅烷氧基基团封端的二甲基硅氧烷与甲基苯基硅氧烷的共聚物、在两个分子末端均被二甲基氢甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、由通式 $R'_3SiO_{1/2}$ 所表示的硅氧烷单元和通式 $R'_2HSiO_{1/2}$ 所表示的硅氧烷单元以及式 $SiO_{4/2}$ 所表示的硅氧烷单元组成的有机聚硅氧烷共聚物、由通式 $R'_2HSiO_{1/2}$ 所表示的硅氧烷单元以及式 $SiO_{4/2}$ 所表示的硅氧烷单元组成的有机聚硅氧烷共聚物、由通式 $R'_2HSiO_{2/2}$ 所表示的硅氧烷单元和通式 $R'_3SiO_{3/2}$ 所表示的硅氧烷单元或式 $HSiO_{3/2}$ 所表示的硅氧烷单元组成的有机聚硅氧烷共聚物,以及两种或更多种此类有机聚硅氧烷的混合物。在这些式中, $R'$ 是具有1至12个碳的烷基基团、具有6至20个碳的芳基基团、具有7至20个碳的芳烷基基团、或具有1至12个碳的卤代烷基基团,其例子包括与分别在以上描述的那些基团相同的基团。

[0072] 在本发明组合物中,对于每1摩尔组分(A)和(B)中的总烯基基团,组分(C)的含量范围使得组分(C)中的硅键合的氢原子在0.1摩尔至5摩尔的范围内并且优选地在0.5摩尔至2摩尔的范围内。这是因为当组分(C)的含量大于或等于上述范围的下限时,组合物被充

分固化,并且当含量小于或等于上述范围的上限时,固化产物的耐热性改善,从而使得可以改善使用该组合物制备的光学半导体器件的可靠性。

[0073] 组分(D)是用于加速该组合物的固化的硅氢加成反应催化剂,并且例子包括铂基催化剂、铑基催化剂和钯基催化剂。尤其是,组分(D)优选地为铂基催化剂,以使得可显著加速本发明组合物的固化。铂基催化剂的例子包括铂细粉、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,其中铂-烯基硅氧烷络合物是优选的。

[0074] 该组合物中的组分(D)的含量是加速该组合物的固化的有效量。具体地讲,为了能够充分加速该组合物的固化反应,组分(D)的含量优选地为一定量以使得组分(D)中的催化剂金属以相对于该组合物的质量单位计在0.01至500ppm的范围内、更优选地在0.01至100ppm的范围内、并且尤其优选地在0.01至50ppm的范围内。

[0075] 该组合物也可包含粘附赋予剂(E)以改善固化产物相对于组合物在固化过程期间与之接触的基础材料的粘附性。优选的组分(E)是在分子中具有至少一个键合至硅原子的烷氧基基团的有机硅化合物。该烷氧基基团的例子有甲氧基基团、乙氧基基团、丙氧基基团、丁氧基基团、和甲氧基乙氧基基团;并且甲氧基基团是尤其优选的。此外,该有机硅化合物的键合至硅原子的非烷氧基基团的例子有取代或未取代的单价烃基团,诸如烷基基团、烯基基团、芳基基团、芳烷基基团、卤代烷基基团等;含环氧基团的单价有机基团,诸如3-缩水甘油氧基丙基基团、4-缩水甘油氧基丁基基团、或类似的缩水甘油氧基烷基基团;2-(3,4-环氧环己基)乙基基团、3-(3,4-环氧环己基)丙基基团、或类似的环氧环己基烷基基团;或4-环氧乙烷基丁基基团、8-环氧乙烷基辛基基团、或类似的环氧乙烷基烷基基团;含丙烯酸基团的单价有机基团,诸如3-甲基丙烯酰氧基丙基基团等;以及氢原子。该有机硅化合物优选地具有硅键合的烯基基团或硅键合的氢原子。此外,由于赋予相对于各种类型的基板的良好粘附性的能力,该有机硅化合物优选地在分子中具有至少一个含环氧基团的单价有机基团。这种类型的有机硅化合物的例子有有机硅烷化合物、有机硅氧烷低聚物和烷基硅酸酯。有机硅氧烷低聚物或烷基硅酸酯的分子结构的例子有直链结构、部分支链的直链结构、支链结构、环状结构和网状结构。直链结构、支链结构和网状结构是尤其优选的。这种类型的有机硅化合物的例子有硅烷化合物,诸如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、3-甲基丙烯酰氧基丙基三甲氧基硅烷等;在分子中具有硅键合的烯基基团和硅键合的氢原子中的至少一者以及至少一个硅键合的烷氧基基团的硅氧烷化合物;在分子中具有至少一个硅键合的烷氧基基团的硅烷化合物或硅氧烷化合物以及在分子中具有至少一个硅键合的羟基基团和至少一个硅键合的烯基基团的硅氧烷化合物的混合物;以及聚硅酸甲酯、聚硅酸乙酯、和含环氧基团的聚硅酸乙酯。

[0076] 组分(E)的含量不受特别限制,但优选地在相对于总共100质量份的上述组分(A)至(D)的0.01至10质量份的范围内,以确保对于组合物在固化过程期间与之接触的基础材料的有利粘附性。

[0077] 反应抑制剂例如炔醇诸如2-甲基-3-丁炔-2-醇、3,5-二甲基-1-己炔-3-醇和2-苯基-3-丁炔-2-醇;烯炔化合物诸如3-甲基-3-戊烯-1-炔和3,5-二甲基-3-己烯-1-炔;或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或苯并三唑可作为任选组分掺入到本发明组合物中。该组合物中的反应抑制剂的含量不受特别限制,但优选地在相对于总共100质量份的上述组分(A)至(D)的0.0001至5质量份

的范围内。

[0078] 该组合物也可包含荧光物质作为任选组分。该荧光物质的例子有广泛用于发光二极管(LED)的物质,诸如发黄光、红光、绿光和蓝光的荧光物质,诸如氧化物荧光物质、氮氧化物荧光物质、氮化物荧光物质、硫化物荧光物质、硫氧化物荧光物质等。氧化物荧光物质的例子包括包含铈离子的钇、铝和石榴石类YAG发绿光到黄光的荧光物质;包含铈离子的钷、铝和石榴石类TAG发黄光的荧光物质;以及包含铈或镧离子的硅酸酯发绿光到黄光的荧光物质。氮氧化物荧光物质的例子包括包含镧离子的硅、铝、氧和氮类SiAlON发红光到绿光的荧光物质。氮化物荧光物质的例子包括包含镧离子的钙、锶、铝、硅和氮类CASN发红光的荧光物质。硫化物荧光物质的例子包括包含铜离子或铝离子的ZnS发绿光的荧光物质。硫氧化物荧光物质的例子包括包含镧离子的Y<sub>2</sub>O<sub>2</sub>S发红光的荧光物质。这些荧光物质可用作单一类型或两种或更多种类型的混合物。该组合物中的荧光物质的含量不受特别限制,但优选地在该组合物中的0.1至70质量%的范围内并且更优选地在1至20质量%的范围内。

[0079] 此外,无机填料诸如二氧化硅、玻璃、氧化铝或氧化锌;聚甲基丙烯酸酯树脂的有机树脂细粉等;耐热剂、染料、颜料、阻燃剂、溶剂等可作为任选组分以不损害本发明目标的水平掺入本发明的组合物中。

[0080] 本发明的组合物使得固化在室温或加热下发生,但优选的是,对组合物加热以实现快速固化。加热温度优选地为50至200℃。

[0081] 现在详细描述本发明的固化产物。

[0082] 通过固化上述可固化有机硅组合物来形成本发明的固化产物。固化产物的形状不受特别限制,并且例子包括薄片形状和膜形状。固化产物可作为单一物质处理,或也可以固化产物覆盖或密封光学半导体元件等的状态处理。

[0083] 现在将详细阐述本发明的光学半导体器件。

[0084] 通过用上述可固化有机硅组合物的固化产物密封光学半导体元件来制备本发明的光学半导体器件。本发明的这种光学半导体器件的例子包括发光二极管(LED)、光耦合器和CCD。光学半导体元件的例子包括发光二极管(LED)芯片和固态图像感测器件。

[0085] 图1示出了作为本发明的光学半导体器件的一个例子的单个表面安装型LED的横截面图。在图1所示的LED中,LED芯片1被贴片于引线框2上,且LED芯片1和引线框3由接合线4线接合。框材料5提供于该LED芯片1周围,并且框材料5内部的LED芯片1被本发明的可固化有机硅组合物的固化产物6密封。

[0086] 制备图1所示的表面安装型LED的方法的例子是如下步骤的方法:将LED芯片1贴片于引线框2;使用金接合线4将LED芯片1和引线框3线接合;在提供于LED芯片1周围的框材料5的内部填充本发明的可固化有机硅组合物;然后通过50至200℃下加热将组合物固化。

[0087] 实例

[0088] 将用实践例对本发明的有机聚硅氧烷、可固化有机硅组合物、其固化产物以及光学半导体器件进行详细描述。粘度是在25℃下的值。在实践例中,Me表示甲基基团,Vi表示乙烯基基团,Ph表示苯基基团,Naph表示萘基基团,并且Ep表示3-缩水甘油氧基丙基基团。可固化有机硅组合物、其固化产物以及光学半导体器件的特性按照如下测量。

[0089] [固化性的评价]

[0090] 通过将大约0.5g的可固化有机硅组合物置于铝杯中并将组合物在150℃循环热空

气烘箱中加热2分钟来制备固化产物。随后立即将固化产物冷却至室温,并用手指触摸表面以基于表面上的粘着性的存在或不存在来评价固化性。另外,根据在使用硫化计(Curelastometer)(由精工电子纳米科技有限公司(SII Nanotechnology Inc.)制造的DSC7000)以10℃/分钟的加热速率测量时的可固化有机硅组合物的热量生成峰值温度,来评价固化速度。

[0091] [固化产物的水蒸汽渗透率]

[0092] 通过使用压制机将可固化有机硅组合物在150℃下固化2小时来制备厚度为1mm的固化膜。根据JIS Z0208的杯法在40℃的温度和90%相对湿度的条件下测量固化膜的水蒸汽渗透率。

[0093] [光学半导体器件的可靠性]

[0094] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2小时来制备图1所示的光学半导体器件。在50℃的温度、75%相对湿度以及20ppm的硫化氢气体浓度的条件下,对该光学半导体器件进行24小时暴露测试。通过在暴露测试之前和之后测量光学半导体器件的发光效率的变化,来评价光学半导体器件的可靠性。

[0095] [参考实例1]

[0096] 首先,将82.2g的1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷、143g的水、0.38g的三氟甲烷磺酸以及500g的甲苯装入配有搅拌器、回流冷却器和温度计的四颈烧瓶中,并在1小时的过程中在搅拌的同时将524.7g的苯基三甲氧基硅烷滴入混合物中。滴加完成以后,将混合物加热回流1小时。然后将混合物冷却,并且在分离底层后,用水洗涤甲苯溶液层三次。接下来,将314g的甲基缩水甘油氧基丙基二甲氧基硅烷、130g的水以及0.50g的氢氧化钾加入水洗甲苯溶液层中,并将混合物加热回流1小时。然后蒸馏出甲醇,并通过共沸脱水移除过量的水。在加热回流4小时后,将甲苯溶液冷却,用0.55g的乙酸中和,并用水洗涤3次。在移除水后,在减压下蒸馏出甲苯以制备粘度为8,500mPa·s的由以下平均单元式表示的粘附赋予剂:

[0097]  $(\text{ViMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.18}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.53}(\text{EpMeSiO}_{2/2})_{0.29}$

[0098] [实践例1]

[0099] 首先,将400g(2.02mol)的苯基三甲氧基硅烷、84.86g(0.27mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷、以及3.64g(0.02mol)的1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入3.47g(23mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入120g(6.6mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入87.6g的甲苯和1.82g(32.5mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应8小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.67g(11.2mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到343g(98%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0100] 经核磁共振光谱(下文称为NMR分析),观察到该液体是由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0101]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.210}(\text{MeViSiO}_{1/2})_{0.015}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.775}$ 。

[0102] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量(Mw)为1,439,并且分散度(Mw/Mn)为1.22。

[0103] [实践例2]

[0104] 首先,将470g(2.37mol)的苯基三甲氧基硅烷、87.93g(0.28mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷、以及13.20g(0.07mol)的1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入4.09g(27mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入140.8g(7.8mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入102g的甲苯和2.14g(38.1mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应8小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.78g(13.1mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到400g(98%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0105] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0106]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.184}(\text{MeViSiO}_{1/2})_{0.046}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.77}$ 。

[0107] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量(Mw)为1,376,并且分散度(Mw/Mn)为1.16。

[0108] [实践例3]

[0109] 首先,将470g(2.37mol)的苯基三甲氧基硅烷、65.95g(0.21mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷、以及26.39g(0.14mol)的1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入4.09g(27mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入140.8g(7.8mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入100g的甲苯和2.13g(37.9mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应10小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.77g(12.8mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到391g(98%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0110] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0111]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.138}(\text{MeViSiO}_{1/2})_{0.092}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.77}$ 。

[0112] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量(Mw)为1,786,并且分散度(Mw/Mn)为1.15。

[0113] [实践例4]

[0114] 首先,将148.8g(0.6mol)的1-萘基三甲氧基硅烷、49.6g(0.16mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷、以及7.44g(0.04mol)的1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入1.002g(6.7mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入32.4g(1.8mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入70.5g的甲苯和0.538g(9.6mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应6小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.577g(9.6mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到152.4g(92.7%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0115] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0116]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.32}(\text{MeViSiO}_{1/2})_{0.08}(\text{NaphSiO}_{3/2})_{0.60}$ 。

[0117] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量(Mw)为960,并且分散度(Mw/Mn)为1.02。折射

率为1.619。

[0118] [实践例5]

[0119] 首先,将148.8g(0.6mol)的1-萘基三甲氧基硅烷、37.2g(0.12mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷、以及14.9g(0.08mol)的1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入0.978g(6.5mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入35.6g(1.98mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入69.1g的甲苯和0.525g(9.4mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应6小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.57g(9.5mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到141.9g(89.0%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0120] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0121]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.24}(\text{MeViSiO}_{1/2})_{0.16}(\text{NaphSiO}_{3/2})_{0.60}$ 。

[0122] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量(Mw)为980,并且分散度(Mw/Mn)为1.02。折射率为1.617。

[0123] [实践例6]

[0124] 首先,将150g(0.76mol)的苯基三甲氧基硅烷、52.47g(0.17mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷、3.0g(0.016mol)的1,3-二乙烯基四甲基二硅氧烷、以及146.78g(0.48mol)的二苯基二甲氧基硅烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入2.14g(19mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入64.1g(3.6mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入28g的甲苯和1.17g(20.9mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应8小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.48g(8.0mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到244g(98%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0125] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0126]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.21}(\text{MeViSiO}_{1/2})_{0.02}(\text{Ph}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.30}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.47}$ 。

[0127] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量(Mw)为1,103,并且分散度(Mw/Mn)为1.18。

[0128] [比较例1]

[0129] 首先,将400g(2.02mol)的苯基三甲氧基硅烷和93.5g(0.30mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入1.74g(11.6mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入110g(6.1mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入89g的甲苯和1.18g(21.1mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应6小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.68g(11.4mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到347g(98%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0130] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0131]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.23}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.77}$ 。

[0132] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量( $M_w$ )为1,617,并且分散度( $M_w/M_n$ )为1.16。

[0133] [比较例2]

[0134] 首先,将400g(2.02mmol)的苯基三甲氧基硅烷和56.2g(0.30mol)的1,3-二乙烯基-四甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入0.35g(2.3mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入120g(6.65mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入80g的甲苯和0.61g(10.8mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应6小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入0.61g(10.2mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到310g(98%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0135] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0136]  $(\text{Me}_2\text{ViSiO}_{1/2})_{0.23}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.77}$ 。

[0137] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量( $M_w$ )为1,375,并且分散度( $M_w/M_n$ )为1.17。

[0138] [比较例3]

[0139] 首先,将892.8g(3.6mol)的1-萘基三甲氧基硅烷和372.0g(1.2mol)的1,3-二乙烯基-1,3-二苯基二甲基二硅氧烷装入反应容器中并预先混合。接下来,加入6.15g(41mmol)的三氟甲烷磺酸,并加入213.84g(11.88mol)的水,并且在搅拌的同时加热回流2小时。然后在大气压下通过加热蒸馏混合物直到混合物达到85℃。接下来,加入435.6g的甲苯和3.28g(58.6mmol)的氢氧化钾,并且在大气压下通过加热蒸馏混合物直到反应温度达到120℃之后,使混合物在该温度下反应6小时。然后将混合物冷却至室温,并且通过加入3.524g(58.7mmol)的乙酸进行中和反应。通过过滤来移除生成的盐。通过在真空下加热从所得透明溶液移除低沸点物质,得到957.4g(94.2%收率)的无色透明胶状粘滞液体。

[0140] 经NMR分析,发现该液体为由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷:

[0141]  $(\text{MePhViSiO}_{1/2})_{0.40}(\text{NaphSiO}_{3/2})_{0.60}$ 。

[0142] 该有机聚硅氧烷的质量平均分子量( $M_w$ )为1,000,并且分散度( $M_w/M_n$ )为1.02。折射率为1.621。

[0143] [实践例7]

[0144] 通过将如下物质混合来制备可固化有机硅组合物:78.2质量份的实践例1中制备的有机聚硅氧烷、21.8质量份的由下式表示的有机三硅氧烷:

[0145]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0146] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷中每1摩尔的乙烯基基团为1摩尔)、2质量份的参考实例1中制备的粘附赋予剂、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0147] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为114℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $8.1\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0148] [实践例8]

[0149] 通过将如下物质混合来制备粘度为 $8,000\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的可固化有机硅组合物:77.7质

量份的实践例2中制备的有机聚硅氧烷、22.3质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0150]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0151] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷中每1摩尔的乙烯基基团为1摩尔)、2质量份的参考实例1中制备的粘附赋予剂、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0152] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为109℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $9.4\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0153] [实践例9]

[0154] 通过将如下物质混合来制备粘度为 $4,500\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的可固化有机硅组合物:63.7质量份的实践例2中制备的有机聚硅氧烷、15.2质量份的粘度为 $3,000\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、21.1质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0155]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0156] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0157] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为107℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $11\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0158] [实践例10]

[0159] 通过将如下物质混合来制备可固化有机硅组合物:64.6质量份的实践例2中制备的有机聚硅氧烷、15.2质量份的粘度为 $3,000\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、18.4质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0160]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0161] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为0.5摩尔)、1.8质量份的由以下平均单元式表示的有机聚硅氧烷：

[0162]  $(\text{HMe}_2\text{SiO}_{1/2})_{0.60}(\text{PhSiO}_{3/2})_{0.40}$

[0163] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为0.5摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0164] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $10.5\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0165] [实践例11]

[0166] 通过将如下物质混合来制备可固化有机硅组合物:64.2质量份的实践例3中制备

的有机聚硅氧烷、15.2质量份的粘度为3,000mPa·s的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、20.6质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0167]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0168] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0169] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为111℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为13g/m<sup>2</sup>·24h。

[0170] [实践例12]

[0171] 通过将如下物质混合来制备粘度为5,200mPa·s的可固化有机硅组合物:80.7质量份的实践例6中制备的有机聚硅氧烷、19.3质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0172]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0173] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0174] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为114℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为7.4g/m<sup>2</sup>·24h。

[0175] [比较例4]

[0176] 通过将如下物质混合来制备粘度为7,600mPa·s的可固化有机硅组合物:78.1质量份的比较例1中制备的有机聚硅氧烷、21.9质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0177]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0178] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷中每1摩尔的乙烯基基团为1摩尔)、2质量份的参考实例1中制备的粘附赋予剂、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0179] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物显示出表面粘着性并且未充分固化。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为122℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为6.7g/m<sup>2</sup>·24h。

[0180] 通过比较和对比实践例7、8和12与比较例4,观察到实践例7、8和12的可固化有机硅组合物显示出较比较例4的可固化有机硅组合物更好的固化性。

[0181] [比较例5]

[0182] 通过将如下物质混合来制备粘度为5,400mPa·s的可固化有机硅组合物:63.9质量份的比较例1中制备的有机聚硅氧烷、15.6质量份的粘度为3,000mPa·s的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、20.5质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0183]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0184] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0185] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物显示出表面粘着性并且未充分固化。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为120℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为12g/m<sup>2</sup>·24h。

[0186] 通过比较和对比实践例9、10和11与比较例5,观察到实践例9、10和11的可固化有机硅组合物显示出较比较例5的可固化有机硅组合物更好的固化性。

[0187] [比较例6]

[0188] 通过将如下物质混合来制备粘度为4,000mPa·s的可固化有机硅组合物:73.5质量份的比较例2中制备的有机聚硅氧烷、26.5质量份的由下式表示的有机三硅氧烷:

[0189]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0190] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0191] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为92.5℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为11.4g/m<sup>2</sup>·24h。

[0192] 通过比较和对比实践例7、8和12与比较例6,观察到实践例7、8和12的可固化有机硅组合物显示出较比较例6的可固化有机硅组合物更好的固化性。

[0193] [比较例7]

[0194] 通过将如下物质混合来制备粘度为3,000mPa·s的可固化有机硅组合物:61.8质量份的比较例2中制备的有机聚硅氧烷、15.2质量份的粘度为3,000mPa·s的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、23.0质量份的由下式表示的有机三硅氧烷:

[0195]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0196] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0197] 通过将可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为93℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为15g/m<sup>2</sup>·24h。

[0198] 通过比较和对比实践例9、10和11与比较例7,观察到实践例9、10和11的可固化有机硅组合物显示出较比较例7的可固化有机硅组合物更好的固化性。

[0199] [实践例13]

[0200] 通过将如下物质混合来制备粘度为4,500mPa·s的可固化有机硅组合物:60.6质量份的实践例4中制备的有机聚硅氧烷、14.0质量份的粘度为3,000mPa·s的在两个分子末

端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、25.4质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0201]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0202] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0203] 通过将该可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为131.2℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $3.4\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0204] [实践例14]

[0205] 通过将如下物质混合来制备粘度为 $4,100\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的可固化有机硅组合物:59.8质量份的实践例5中制备的有机聚硅氧烷、14.0质量份的粘度为 $3,000\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、26.2质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0206]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0207] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0208] 通过将该可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物被充分固化,且无表面粘着性。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为128.5℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $3.6\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0209] [比较例8]

[0210] 通过将如下物质混合来制备粘度为 $3,600\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的可固化有机硅组合物:60.7质量份的比较例3中制备的有机聚硅氧烷、14.0质量份的粘度为 $3,000\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的在两个分子末端均被二甲基乙烯基甲硅烷氧基基团封端的甲基苯基聚硅氧烷、25.3质量份的由下式表示的有机三硅氧烷：

[0211]  $\text{HMe}_2\text{SiOPh}_2\text{SiOSiMe}_2\text{H}$

[0212] (其量使得该组分中的硅键合的氢原子的量对应于上述有机聚硅氧烷和甲基苯基聚硅氧烷中每1摩尔的总乙烯基基团为1摩尔)、以及0.2质量份的铂-1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二硅氧烷络合物(包含0.1质量%的铂)的1,3,5,7-四甲基-1,3,5,7-四乙烯基环四硅氧烷溶液。

[0213] 通过将该可固化有机硅组合物在150℃下加热2分钟而获得的固化产物显示出表面粘着性并且未充分固化。该可固化有机硅组合物的DSC热量生成峰值温度为133.7℃。该固化产物的水蒸汽渗透率为 $3.7\text{g}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ 。

[0214] 通过比较和对比实践例13和14与比较例8,观察到实践例13和14的可固化有机硅组合物形成具有与比较例8大约相同的水蒸汽渗透率的固化产物并且显示出较比较例8的可固化有机硅组合物更好的固化性。

[0215] [实践例15]

[0216] 使用实践例8中制备的可固化有机硅组合物来制备光学半导体器件。当评价该光学半导体器件的可靠性时,暴露测试之前和之后未观察到发光效率的变化。

[0217] [比较例9]

[0218] 使用比较例6中制备的可固化有机硅组合物来制备光学半导体器件。当评价该光学半导体器件的可靠性时,与暴露测试之前的发光效率相比,暴露测试之后发光效率降低大约6%。

[0219] 工业适用性

[0220] 本发明的可固化有机硅组合物可用作电气/电子应用的粘合剂、灌封剂、保护剂、涂层剂或底填料剂。尤其是,可固化有机硅组合物具有高反应性并且可形成具有低透气性的固化产物,因此该组合物适合作为光学半导体器件诸如发光二极管(LED)中的光学半导体元件的密封剂或保护涂层材料。

[0221] 符号描述

[0222] 1 光学半导体元件

[0223] 2 引线框

[0224] 3 引线框

[0225] 4 接合线

[0226] 5 框材料

[0227] 6 可固化有机硅组合物的固化产物

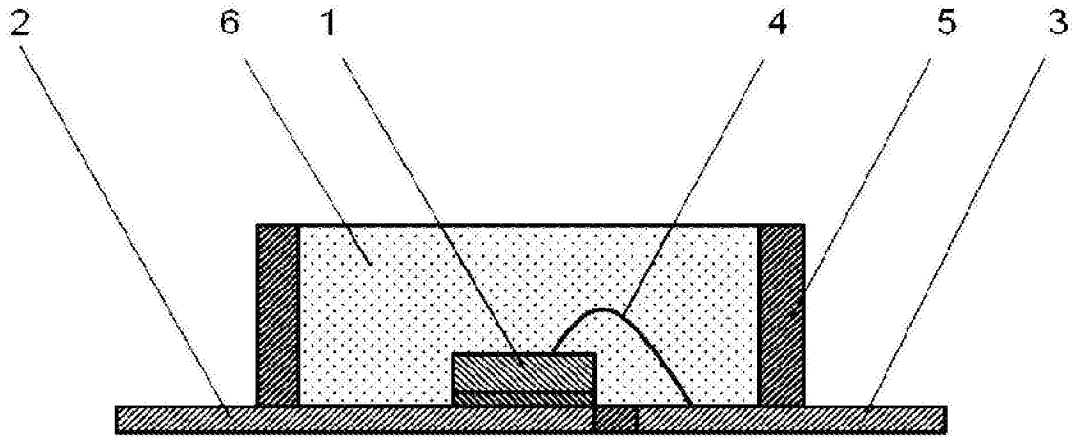


图1