

(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
2014年11月20日 (20.11.2014)

WIPO | PCT

(10) 国际公布号
WO 2014/183236 A1

- (51) 国际专利分类号:
C09J 183/07 (2006.01) C09J 11/06 (2006.01)
C09J 183/05 (2006.01) C09J 11/04 (2006.01)
- (21) 国际申请号: PCT/CN2013/001029
- (22) 国际申请日: 2013年9月2日 (02.09.2013)
- (25) 申请语言: 中文
- (26) 公布语言: 中文
- (30) 优先权:
201310176699.2 2013年5月14日 (14.05.2013) CN
- (71) 申请人: 汕头市骏码凯撒有限公司 (NICHE-TECH KAISER(SHANTOU) LIMITED) [CN/CN]; 中国广东省汕头市龙湖区万吉工业区万吉北街6号颜进, Guangdong 515065 (CN)。
- (72) 发明人: 周振基 (CHOW, Chun-kay); 中国香港特别行政区观塘海滨道177号海裕工业中心9楼, Hong Kong 999077 (CN)。 周博轩 (CHOW, Bok-hin); 中国香港特别行政区观塘海滨道177号海裕工业中心9楼, Hong Kong 999077 (CN)。
- (74) 代理人: 汕头市潮睿专利事务有限公司 (SHANTOU CHAORUI PATENT CO., LTD.); 中国广东省汕头市大华路8号, Guangdong 515031 (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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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: SINGLE-COMPONENT HIGH-REFRACTIVITY LED PACKAGING ADHESIVE AND PREPARATION METHOD THEREFOR

(54) 发明名称: 一种单组分高折射率 LED 封装胶及其制备方法

(57) Abstract: The present invention provides a single-component high-refractivity LED packaging adhesive. The adhesive is prepared by using the following raw materials in parts by weight: 50 to 80 parts of phenyl polysiloxane with vinyl, 25 to 40 parts of cross-linking agent, 0.1 to 0.5 part of platinum catalyst, 0.01 to 0.1 part of inhibitor, and 0 to 5 parts of auxiliary material. The single-component high-refractivity LED packaging adhesive of the present invention has the advantages of high refractivity, high light transmittance, radiation resistance, high and low temperature resistance, weather resistance, or the like; the viscosity of the adhesive is 1000 to 7000 mPa.s, the storage period at a normal temperature is 60 days, the storage period at 0 to 4 degrees centigrade is 6 months, and the hardness after curing is 80A to 70D; and the adhesive is suitable for packaging protection for a high-power and high-light effect LED. The present invention also provides a method for preparing the single-component high-refractivity LED packaging adhesive. The preparation method is accessible to a raw material, is simple to operate, easy to control, produces no pollution, requires mild conditions, and is convenient for industrialization.

(57) 摘要: 本发明提供一种单组分高折射率 LED 封装胶, 由下述重量配比的原料制成: 带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50-80 份, 交联剂 25-40 份, 铂催化剂 0.1-0.5 份, 抑制剂 0.01-0.1 份, 辅料 0-5 份。本发明的单组分高折射率 LED 封装胶具有高折射率、高透光率、耐辐射、耐高低温、耐候等优良性能, 粘度在 1000-7000mPa.s 之间, 在常温下储存期为 60 天, 在 0-4°C 的温度下储存期为 6 个月, 固化后硬度为 80A-70D, 适合用高功率高光效 LED 的封装保护。本发明还提供上述单组分高折射率 LED 封装胶的一种制备方法, 其原料易得, 操作简便, 易于控制, 无污染, 条件温和, 便于产业化。



WO 2014/183236 A1

一种单组分高折射率 LED 封装胶及其制备方法

技术领域

本发明涉及应用于发光二极管（LED）的封装材料，具体涉及一种单组分高折射率 LED 封装胶，以及这种单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法。

背景技术

在全球能源问题日益严峻、环保要求不断提高的情况下，寿命长、节能、安全、绿色环保、色彩丰富、微型化的半导体 LED 照明已被世界公认是继火、白炽灯之后人类照明史上第三次照明革命。

传统的环氧树脂封装材料由于存在吸湿性、易老化、耐热性能差、抗紫外能力差、固化后内应力大等缺陷，已不能满足中高端 LED 封装的应用需求。有机硅 LED 封装材料具有良好的透明性、耐高低温性能、固化物内应力小等优点，已经逐渐取代环氧树脂，成为 LED 封装材料的主流。

有机硅 LED 封装材料主要通过有机硅材料间的硅氢加成反应，形成固化物，从而对内部的芯片及线材等起到保护作用。由于硅氢加成反应在铂催化剂存在时，即使在室温下也能缓慢进行，因此在封装材料使用前，需要把催化剂与其中某些原料分开存放，从而导致目前市场上的有机硅 LED 封装材料大多为双组分，灌封前需将两种组分充分混合均匀，经长时间真空脱泡后方可用于灌装，使用起来较为麻烦，影响生产效率。而现有的单组分有机硅 LED 封装材料尚存在各种缺点，例如：折射率较低，无法满足高亮度高光效 LED 封装的需

求；储存期和使用寿命较短；制备过程复杂，不易控制。

发明内容

本发明所要解决的技术问题是提供一种单组分高折射率 LED 封装胶及其制备方法，这种单组分高折射率 LED 封装胶具有高折射率、高透光率、耐辐射、耐高低温、耐候、储存期长等优良性能，其制备方法操作简便、易于控制。采用的技术方案如下：

一种单组分高折射率 LED 封装胶，其特征在于由下述重量配比的原料制成：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50—80 份，交联剂 25—40 份，铂催化剂 0.1—0.5 份，抑制剂 0.01—0.1 份，辅料 0—5 份。

优选上述带乙烯基的苯基聚硅氧烷是粘度为 1000—12000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基硅油，或者是粘度为 1000—12000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂，或者是所述苯基乙烯基硅油、所述苯基乙烯基 MDT 硅树脂和乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基 MQ 硅树脂中的多种的组合。优选上述苯基乙烯基 MQ 硅树脂的 M/Q=1.1—1.7。

优选方案中，上述交联剂是粘度为 500—3000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基硅油，或者是粘度为 500—3000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基 MDT 硅树脂，或者是所述苯基氢基硅油、所述苯基氢基 MDT 硅树脂和氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基 MQ 硅树脂中的多种的组

合。优选上述苯基氢基 MQ 硅树脂的 $M/Q=1.1-1.7$ 。

另一优选方案中，上述交联剂是四甲基二苯基二氢化三硅氧烷、苯基三(二甲基氢基)硅氧烷和二苯基二(二甲基氢基)硅氧烷中的一种或其中多种的组合。

优选上述铂催化剂是甲基苯基乙烯硅氧烷配位的铂络合物、甲基苯基多乙烯低聚物配位的铂络合物、邻苯二甲酸二乙酯配位的铂络合物、有机硅微球包覆的铂催化剂或有机硅树脂包覆的铂催化剂；更优选上述铂催化剂为有机硅微球包覆的铂催化剂。上述铂催化剂在常温下保持惰性，当升温到一定程度（通常为 $60-100^{\circ}\text{C}$ ）才体现出明显的活性作用。

抑制剂的主要作用在于抑制和控制硅氢加成反应的速度，从而延长 LED 封装胶的储存和使用时间。优选上述抑制剂是苯基炔或苯基炔醇，如 1,4-联苯基丁二炔、1-苯基-1-丙炔、1-苯基-1-戊炔、1,1-二苯基-2 丙炔-1-醇或 3,4-二苯基-1,5-己二炔-3,4-二醇；更优选上述抑制剂为 1-苯基-1 戊炔。上述苯基炔或苯基炔醇类抑制剂具有良好的热稳定性，不易挥发和分解，能够起到良好的抑制效果；而且，这类抑制剂能够链接到 LED 封装胶的主体结构中，使得 LED 封装胶固化后所得的固化物均一，具有较佳的外观和出光效率，不会出现固化物黄变和胶裂等不良现象。

上述辅料可以是硅烷偶联剂、纳米二氧化硅或球形三氧化二铝。硅烷偶联剂主要起到增强 LED 封装胶的粘结性的作用。纳米二氧化硅主要起到增强 LED 封装胶的强度、帮助应力释放、增加 LED 封装胶的

亮度、提高 LED 封装胶的导热性能等作用。球形三氧化二铝主要起到增强 LED 封装胶的强度、帮助应力释放、增加 LED 封装胶的亮度、提高 LED 封装胶的导热性能等作用。

另一方面，本发明还提供上述单组分高折射率 LED 封装胶的一种制备方法，其特征在于依次包括下述步骤：

(1) 按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50—80 份，交联剂 25—40 份，铂催化剂 0.1—0.5 份，抑制剂 0.01—0.1 份，辅料 0—5 份；

(2) 将步骤 (1) 所配备的带乙烯基的苯基聚硅氧烷、交联剂、铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中，在真空度为 -0.06—-0.09Mpa、温度为 20—25℃ 的条件下进行搅拌（优选搅拌速度为 50—80 转/分钟，搅拌时间为 1—3 小时），使反应容器中的物料混合均匀，得到单组分高折射率 LED 封装胶。

上述苯基乙烯基 MQ 硅树脂为固体物料，在带乙烯基的苯基聚硅氧烷含有苯基乙烯基 MQ 硅树脂的情况下，在步骤 (2) 将带乙烯基的苯基聚硅氧烷加入反应容器中之前，预先将带乙烯基的苯基聚硅氧烷混合溶解。

上述苯基氢基 MQ 硅树脂为固体物料，在交联剂含有苯基氢基 MQ 硅树脂的情况下，在步骤 (2) 将交联剂加入反应容器中之前，预先将交联剂混合溶解。

为了进一步提高单组分高折射率 LED 封装胶的可靠性及稳定性，还对步骤 (2) 搅拌后得到的混合物料进行过滤，以除去其中的

一些杂质颗粒和无机相杂质（如 Na、K、Cl 等）。作为优选，采用滤孔孔径为 0.4—1 μ m 的聚四氟乙烯有机滤膜对步骤（2）搅拌后得到的混合物料进行过滤。

本发明的单组分高折射率 LED 封装胶具有高折射率（折射率为 1.50—1.60）、高透光率、耐辐射、耐高低温、耐候等优良性能，粘度在 1000—7000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）之间，在常温下储存期为 60 天，在 0—4℃的温度下储存期为 6 个月，固化后硬度为 80A—70D，适合用高功率高光效 LED 的封装保护。本发明单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法原料易得，操作简便，易于控制，无污染，条件温和，便于产业化。

具体实施方式

实施例 1

本实施例中，单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤：

（1）按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 80 千克（其中 60 千克是粘度为 12000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 5%、折射率为 1.54 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂，其余 20 千克是粘度为 1000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 1%、折射率为 1.53 的苯基乙烯基硅油），交联剂 30 千克（均为粘度为 500mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、氢基质量分数为 0.3%、折射率为 1.52 的苯基氢基硅油），铂催化剂 0.15 千克（均为有机硅微球包覆的铂催化剂，其 Pt 含量为 0.3%(重量)），抑制剂 0.015

千克（均为 1-苯基-1-戊炔），辅料 3 千克（均为球形三氧化二铝，其粒径为 50nm）；

（2）将步骤（1）所配备的带乙烯基的苯基聚硅氧烷、交联剂、铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中，在真空度为-0.09Mpa、温度为 25℃的条件下进行搅拌（搅拌速度为 50 转/分钟，搅拌时间为 3 小时），使反应容器中的物料混合均匀，得到混合物料；然后采用滤孔孔径为 0.4um 的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤，得到单组分高折射率 LED 封装胶。得到的单组分高折射率 LED 封装胶的粘度约为 4000mPa.s（25℃），折射率为 1.53。

使用时（用于 SMD5050 固晶焊线灯珠封装），对上述单组分高折射率 LED 封装胶真空排泡后，注入 2mm×10mm×4mm 的模具内，在 80℃下预固化 1 小时，再在 150℃下固化 3 小时，使之成为硅胶片。经测试，该硅胶片的折射率为 1.535，透过率为 95%（在入射光波长为 450nm、硅胶片厚度为 2mm 的情况下测得），硬度为 45D，拉伸强度为 2.56MPa.s，伸长率为 30%；所封装的 SMD5050 固晶焊线灯珠经红墨水、回流焊及冷热冲击 500 回合均无异常。

实施例 2

本实施例中，单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤：

（1）按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 80 千克（其中 50 千克是粘度为 2000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 2.2%、折射率为 1.54 的苯基乙烯基硅油，其余 30

千克是乙烯基质量分数为 3%、折射率为 1.52 的粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂, 该苯基乙烯基 MQ 硅树脂的 M/Q=1.4), 交联剂 25 千克 (均为粘度为 1000mPa.s (在温度为 25°C 的条件下)、氢基质量分数为 0.5%、折射率为 1.52 的苯基氢基硅油), 铂催化剂 0.1 千克 (均为邻苯二甲酸二乙酯配位的铂络合物, 其 Pt 含量为 0.5%(重量)), 抑制剂 0.01 千克 (均为 1,4-联苯基丁二炔), 辅料 3 千克 (均为纳米二氧化硅, 其粒径为 15nm);

(2) 对带乙烯基的苯基聚硅氧烷进行预处理: 将步骤 (1) 所配备的苯基乙烯基硅油和粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂混合, 在真空度为-0.09Mpa、温度为 130°C 的条件下进行搅拌, 使粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂完全溶解, 然后冷却至 20°C;

(3) 将经步骤 (2) 预处理的带乙烯基的苯基聚硅氧烷, 以及步骤 (1) 所配备的交联剂、铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中, 在真空度为-0.06Mpa、温度为 20°C 的条件下进行搅拌 (搅拌速度为 80 转/分钟, 搅拌时间为 1 小时), 使反应容器中的物料混合均匀, 得到混合物料; 然后采用滤孔孔径为 1 μ m 的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤, 得到单组分高折射率 LED 封装胶。得到的单组分高折射率 LED 封装胶的粘度约为 5000mPa.s, 折射率为 1.51。

使用时 (用于 SMD5050 固晶焊线灯珠封装), 对上述单组分高折射率 LED 封装胶真空排泡后, 注入 2mm \times 10mm \times 4mm 的模具内, 在 80°C 下预固化 1 小时, 再在 150°C 下固化 3 小时, 使之成为硅胶片。经测试, 该硅胶片的折射率为 1.522, 透过率为 94% (在入射光波长

为 450nm、硅胶片厚度为 2mm 的情况下测得), 硬度为 50D, 拉伸强度为 3.26MPa.s, 伸长率为 30%; 所封装的 SMD5050 固晶焊线灯珠经红墨水、回流焊及冷热冲击 500 回合均无异常。

实施例 3

本实施例中, 单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤:

(1) 按重量计, 配备下述原料: 带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50 千克 (其中 20 千克是粘度为 1500mPa.s (在温度为 25°C 的条件下)、乙烯基质量分数为 4.5%、折射率为 1.54 的苯基乙烯基硅油; 其余 30 千克是乙烯基质量分数为 5%、折射率为 1.54 的粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂, 该苯基乙烯基 MQ 硅树脂的 M/Q=1.7), 交联剂 35 千克 (均为 2700mPa.s (在温度为 25°C 的条件下)、氢基质量分数为 0.4%、折射率为 1.54 的苯基氢基硅油), 铂催化剂 0.12 千克 (均为有机硅微球包覆的铂催化剂, 其 Pt 含量为 0.6%(重量)), 抑制剂 0.011 千克 (均为 1,1-二苯基-2 丙炔-1-醇);

(2) 对带乙烯基的苯基聚硅氧烷进行预处理: 将步骤 (1) 所配备的苯基乙烯基硅油和粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂混合, 在真空度为 -0.09Mpa、温度为 130°C 的条件下进行搅拌, 使粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂完全溶解, 然后冷却至 22°C;

(3) 将经步骤 (2) 预处理的带乙烯基的苯基聚硅氧烷, 以及步骤 (1) 所配备的交联剂、铂催化剂和抑制剂加入到反应容器中, 在真空度为 -0.08Mpa、温度为 22°C 的条件下进行搅拌 (搅拌速度为 60

转/分钟，搅拌时间为 2 小时)，使反应容器中的物料混合均匀，得到混合物料；然后采用滤孔孔径为 0.4 μ m 的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤，得到单组分高折射率 LED 封装胶。得到的单组分高折射率 LED 封装胶粘度约为 4500mPa.s，折射率为 1.54。

使用时（用于 SMD5050 固晶焊线灯珠封装），对上述单组分高折射率 LED 封装胶真空排泡后，注入 2mm \times 10mm \times 4mm 的模具内，在 80 $^{\circ}$ C 下预固化 1 小时，再在 150 $^{\circ}$ C 下固化 3 小时，使之成为硅胶片。经测试，该硅胶片的折射率为 1.546，透过率为 95%（在入射光波长为 450nm、硅胶片厚度为 2mm 的情况下测得），硬度为 30D，拉伸强度为 2.03MPa.s，伸长率为 50%；所封装的 SMD5050 固晶焊线灯珠经红墨水、回流焊及冷热冲击 500 回合均无异常。

实施例 4

本实施例中，单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤：

(1) 按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50 千克（均为粘度为 5000mPa.s（在温度为 25 $^{\circ}$ C 的条件下）、乙烯基质量分数为 4%、折射率为 1.54 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂），交联剂 40 千克（均为四甲基二苯基二氢化三硅氧烷），铂催化剂 0.5 千克（均为甲基苯基乙烯硅氧烷配位的铂络合物，其 Pt 含量为 0.5%(重量)），抑制剂 0.06 千克（均为 1-苯基-1-戊炔），辅料 5 千克（均为球形三氧化二铝，其粒径为 50nm）；

(2) 将步骤（1）所配备的带乙烯基的苯基聚硅氧烷、交联剂、

铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中，在真空度为-0.07Mpa、温度为 25℃的条件下进行搅拌（搅拌速度为 70 转/分钟，搅拌时间为 2 小时），使反应容器中的物料混合均匀，得到混合物料；然后采用滤孔孔径为 0.8um 的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤，得到单组分高折射率 LED 封装胶。得到的单组分高折射率 LED 封装胶的粘度约为 4000mPa.s（25℃），折射率为 1.53。

使用时（用于 SMD5050 固晶焊线灯珠封装），对上述单组分高折射率 LED 封装胶真空排泡后，注入 2mm×10mm×4mm 的模具内，在 80℃下预固化 1 小时，再在 150℃下固化 3 小时，使之成为硅胶片。经测试，该硅胶片的折射率为 1.535，透过率为 95%（在入射光波长为 450nm、硅胶片厚度为 2mm 的情况下测得），硬度为 45D，拉伸强度为 2.56MPa.s，伸长率为 30%；所封装的 SMD5050 固晶焊线灯珠经红墨水、回流焊及冷热冲击 500 回合均无异常。

实施例 5

本实施例中，单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤：

（1）按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 60 千克（其中 30 千克是粘度为 10000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 3%、折射率为 1.52 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂，其余 30 千克是乙烯基质量分数为 2%、折射率为 1.53 的苯基乙烯基 MQ 硅树脂，该苯基乙烯基 MQ 硅树脂的 M/Q=1.6），交联剂 30 千克（均为粘度为 2000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、氢基质量分数

为 0.5%、折射率为 1.53 的粉末状苯基氢基 MDT 硅树脂), 铂催化剂 0.3 千克(均为有机硅微球包覆的铂催化剂, 其 Pt 含量为 0.5%(重量)), 抑制剂 0.03 千克 (均为 3,4-二苯基-1,5-己二炔-3,4-二醇), 辅料 1 千克 (均为硅烷偶联剂);

(2) 对带乙烯基的苯基聚硅氧烷进行预处理: 将步骤 (1) 所配备的苯基乙烯基 MDT 硅树脂和粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂混合, 在真空度为-0.09Mpa、温度为 130°C 的条件下进行搅拌, 使粉末状苯基乙烯基 MQ 硅树脂完全溶解, 然后冷却至 25°C;

(3) 将经步骤 (2) 预处理的带乙烯基的苯基聚硅氧烷, 以及步骤 (1) 所配备的交联剂、铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中, 在真空度为-0.08Mpa、温度为 25°C 的条件下进行搅拌 (搅拌速度为 60 转/分钟, 搅拌时间为 2.5 小时), 使反应容器中的物料混合均匀, 得到混合物料; 然后采用滤孔孔径为 0.6um 的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤, 得到单组分高折射率 LED 封装胶。得到的单组分高折射率 LED 封装胶的粘度约为 4000mPa.s (25°C), 折射率为 1.53。

使用时 (用于 SMD5050 固晶焊线灯珠封装), 对上述单组分高折射率 LED 封装胶真空排泡后, 注入 2mm×10mm×4mm 的模具内, 在 80°C 下预固化 1 小时, 在 150°C 下固化 3 小时, 使之成为硅胶片。经测试, 该硅胶片的折射率为 1.535, 透过率为 95% (在入射光波长为 450nm、硅胶片厚度为 2mm 的情况下测得), 硬度为 45D, 拉伸强度为 2.56MPa.s, 伸长率为 30%; 所封装的 SMD5050 固晶焊线灯珠

经红墨水、回流焊及冷热冲击 500 回合均无异常。

实施例 6

本实施例中，单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤：

(1) 按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 80 千克（其中 50 千克是粘度为 10000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 3%、折射率为 1.54 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂，其余 30 千克是粘度为 3000mPa.s（在温度为 25℃的条件下）、乙烯基质量分数为 4%、折射率为 1.53 的苯基乙烯基硅油），交联剂 40 千克（其中 20 千克是苯基三(二甲基氢基)硅氧烷，其余 20 千克是二苯基二(二甲基氢基)硅氧烷），铂催化剂 0.4 千克（均为甲基苯基多乙烯低聚物配位的铂络合物，其 Pt 含量为 0.3%(重量)），抑制剂 0.05 千克（均为 1-苯基-1-丙炔），辅料 2 千克（均为球形三氧化二铝，其粒径为 50nm）；

(2) 将步骤（1）所配备的带乙烯基的苯基聚硅氧烷、交联剂、铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中，在真空度为-0.09Mpa、温度为 25℃的条件下进行搅拌（搅拌速度为 60 转/分钟，搅拌时间为 3 小时），使反应容器中的物料混合均匀，得到混合物料；然后采用滤孔孔径为 0.4um 的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤，得到单组分高折射率 LED 封装胶。得到的单组分高折射率 LED 封装胶的粘度约为 4000mPa.s（25℃），折射率为 1.53。

使用时（用于 SMD5050 固晶焊线灯珠封装），对上述单组分高

折射率 LED 封装胶真空排泡后,注入 2mm×10mm×4mm 的模具内,在 80℃下预固化 1 小时,在 150℃下固化 3 小时,使之成为硅胶片。经测试,该硅胶片的折射率为 1.535,透过率为 95% (在入射光波长为 450nm、硅胶片厚度为 2mm 的情况下测得),硬度为 45D,拉伸强度为 2.56MPa.s,伸长率为 30%;所封装的 SMD5050 固晶焊线灯珠经红墨水、回流焊及冷热冲击 500 回合均无异常。

实施例 7

本实施例中,单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法依次包括下述步骤:

(1) 按重量计,配备下述原料:带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50 千克(均为粘度为 9000mPa.s (在温度为 25℃的条件下)、乙烯基质量分数为 6%、折射率为 1.54 的苯基乙烯基硅油),交联剂 25 千克(其中 15 千克是粘度为 1000mPa.s (在温度为 25℃的条件下)、氢基质量分数为 0.5%、折射率为 1.52 的苯基氢基硅油,另外 10 千克是氢基质量分数为 0.4%、折射率为 1.53 的粉末状苯基氢基 MQ 硅树脂,该苯基氢基 MQ 硅树脂的 M/Q=1.4),铂催化剂 0.2 千克(均为有机硅树脂包覆的铂催化剂,其 Pt 含量为 0.5%(重量)),抑制剂 0.03 千克(均为 1,4-联苯基丁二炔);

(2) 对交联剂进行预处理:将步骤(1)所配备的苯基氢基硅油和粉末状苯基氢基 MQ 硅树脂混合,在真空度为-0.08Mpa、温度为 120℃的条件下进行搅拌,使粉末状苯基氢基 MQ 硅树脂完全溶解,然后冷却至 20℃;

(3) 将经步骤(2)预处理的交联剂,以及步骤(1)所配备的带乙烯基的苯基聚硅氧烷、铂催化剂和抑制剂加入到反应容器中,在真空度为-0.06Mpa、温度为20℃的条件下进行搅拌(搅拌速度为80转/分钟,搅拌时间为1.5小时),使反应容器中的物料混合均匀,得到混合物料;然后采用滤孔孔径为0.8um的聚四氟乙烯有机滤膜对混合物料进行过滤,得到单组分高折射率LED封装胶。得到的单组分高折射率LED封装胶的粘度约为5000mPa.s,折射率为1.51。

使用时(用于SMD5050固晶焊线灯珠封装),对上述单组分高折射率LED封装胶真空排泡后,注入2mm×10mm×4mm的模具内,在80℃下预固化1小时,再在150℃下固化3小时,使之成为硅胶片。经测试,该硅胶片的折射率为1.522,透过率为94%(在入射光波长为450nm、硅胶片厚度为2mm的情况下测得),硬度为50D,拉伸强度为3.26MPa.s,伸长率为30%;所封装的SMD5050固晶焊线灯珠经红墨水、回流焊及冷热冲击500回合均无异常。

权利要求述

1、一种单组分高折射率 LED 封装胶，其特征在于由下述重量配比的原料制成：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50—80 份，交联剂 25—40 份，铂催化剂 0.1—0.5 份，抑制剂 0.01—0.1 份，辅料 0—5 份。

2、根据权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶，其特征是：所述带乙烯基的苯基聚硅氧烷是粘度为 1000—12000mPa.s、乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基硅油，或者是粘度为 1000—12000mPa.s、乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂，或者是所述苯基乙烯基硅油、所述苯基乙烯基 MDT 硅树脂和乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基 MQ 硅树脂中的多种的组合。

3、根据权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶，其特征是：所述交联剂是粘度为 500—3000mPa.s、氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基硅油，或者是粘度为 500—3000mPa.s、氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基 MDT 硅树脂，或者是所述苯基氢基硅油、所述苯基氢基 MDT 硅树脂和氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基 MQ 硅树脂中的多种的组合。

4、根据权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶，其特征是：所述交联剂是四甲基二苯基二氢化三硅氧烷、苯基三(二甲基氢基)硅氧烷和二苯基二(二甲基氢基)硅氧烷中的一种或其中多种的组合。

5、根据权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶，其特征是：所述铂催化剂是甲基苯基乙烯硅氧烷配位的铂络合物、甲基苯基多乙烯低聚物配位的铂络合物、邻苯二甲酸二乙酯配位的铂络合物、有机硅微球包覆的铂催化剂或有机硅树脂包覆的铂催化剂。

6、根据权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶，其特征

是：所述抑制剂是苯基炔或苯基炔醇。

7、根据权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶，其特征是：所述辅料是硅烷偶联剂、纳米二氧化硅或球形三氧化二铝。

8、权利要求 1 所述的单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法，其特征在于依次包括下述步骤：

(1) 按重量计，配备下述原料：带乙烯基的苯基聚硅氧烷 50—80 份，交联剂 25—40 份，铂催化剂 0.1—0.5 份，抑制剂 0.01—0.1 份，辅料 0—5 份；

(2) 将步骤 (1) 所配备的带乙烯基的苯基聚硅氧烷、交联剂、铂催化剂、抑制剂和辅料加入到反应容器中，在真空度为 -0.06—-0.09Mpa、温度为 20—25℃ 的条件下进行搅拌，使反应容器中的物料混合均匀，得到单组分高折射率 LED 封装胶。

9、根据权利要求 8 所述的单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法，其特征是：所述带乙烯基的苯基聚硅氧烷是粘度为 1000—12000mPa.s、乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基硅油，或者是粘度为 1000—12000mPa.s、乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基 MDT 硅树脂，或者是所述苯基乙烯基硅油、所述苯基乙烯基 MDT 硅树脂和乙烯基质量分数为 1—6%、折射率>1.51 的苯基乙烯基 MQ 硅树脂中的多种的组合；在带乙烯基的苯基聚硅氧烷含有苯基乙烯基 MQ 硅树脂的情况下，在步骤 (2) 将带乙烯基的苯基聚硅氧烷加入反应容器中之前，预先将带乙烯基的苯基聚硅氧烷混合溶解。

10、根据权利要求 8 所述的单组分高折射率 LED 封装胶的制备方法，其特征是：所述交联剂是粘度为 500—3000mPa.s、氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基硅油，或者是粘度为 500—3000mPa.s、氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 \geq 1.52 的苯基氢基

MDT 硅树脂，或者是所述苯基氢基硅油、所述苯基氢基 MDT 硅树脂和氢基质量分数为 0.3—0.5%、折射率 ≥ 1.52 的苯基氢基 MQ 硅树脂中的多种的组合；在交联剂含有苯基氢基 MQ 硅树脂的情况下，在步骤（2）将交联剂加入反应容器中之前，预先将交联剂混合溶解。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2013/001029

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

See the extra sheet

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)

IPC: C09J 183/-, C09J 11/-, C08L 83/-

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, WPI, EPODOC: Ph, vi, Pt, alkyne, package, LED, vinyl, ethylene, phenyl, silicon?? Resin/rubber/oil, siloxane?, organosilicon+, crosslink+, cross, link+, platinum, catalyst, inhibitor, packaging, encapsula+

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 103242801 A (NITCITECH KAISER (SHANTOU) LIMITED), 14 August 2013 (14.08.2013), see claims 1-10	1-10
X	CN 101712800 A (CHEN, Jungguang), 26 May 2010 (26.05.2010), see claims and description, paragraphs [0010]-[0069], and embodiment 1	1-10
X	CN 102181159 A (HANGZHOU NORMAL UNIVERSITY), 14 September 2011 (14.09.2011), see claims, and description, paragraphs [0009]-[0014], embodiment 8	1-10
X	CN 102863799 A (DONGGUAN CITY BETTERLY MATERAILS CO., LTD.), 09 January 2013 (09.01.2013), see claims, and description, paragraphs [0004]-[0007]	1-10

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

11 February 2014 (11.02.2014)

Date of mailing of the international search report

27 February 2014 (27.02.2014)

Name and mailing address of the ISA/CN:
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

YUAN, Shuai

Telephone No.: (86-10) **62084554**

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2013/001029**C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 103013431 A (YANTAI DARBOND ADVANCED SILICON MATERIAL CO., LTD.), 03 April 2013 (03.04.2013), see claims, and description, paragraphs [0006]-[0025], embodiments 1 and 3	1-10
X	CN 101747632 A (CHEN, Jungguang), 23 June 2010 (23.06.2010), see claims, and description, paragraphs [0009]-[0065]	1-10
X	CN 101671483 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.), 17 March 2010 (17.03.2010), see claims, description, page 3, line 20 to page 13, line 3	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/CN2013/001029

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
CN 103242801 A	14.08.2013	None	
CN 101712800 A	26.05.2010	CN 101712800 B	03.10.2012
CN 102181159 A	14.09.2011	CN 102181159 B	23.01.2013
CN 102863799 A	09.01.2013	None	
CN 103013431 A	03.04.2013	None	
CN 101747632 A	23.06.2010	None	
CN 101671483 A	17.03.2010	JP 2010090363 A	22.04.2010
		KR 20100031076 A	19.03.2010
		CN 101671483 B	08.08.2012

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2013/001029

CONTINUATION OF BOX A ON SECOND SHEET:

CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C09J 183/07 (2006.01) i

C09J 183/05 (2006.01) i

C09J 11/06 (2006.01) i

C09J 11/04 (2006.01) i

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

A. 主题的分类		
参见附加页		
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)		
IPC: C09J 183/-, C09J 11/-, C08L 83/-		
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,WPI,EPODOC: 乙烯基, 苯基, Ph, vi, 硅氧烷/硅油/硅树脂/有机硅/硅橡胶, 交联剂, 催化剂, 铂, Pt, 抑制剂, 炔, 封装, LED, vinyl, ethylene, phenyl, silicon?? Resin/rubber/oil, siloxane?, organosilicon+, crosslink+, cross link+, platinum, catalyst, inhibitor, packaging, encapsula+		
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
PX	CN103242801 A (汕头市骏马凯撒有限公司) 14.8 月 2013 (14.08.2013) 参见权利要求 1-10	1-10
X	CN101712800 A (陈俊光) 26.5 月 2010 (26.05.2010) 参见权利要求书, 说明书第【0010】-【0069】段, 实施例一	1-10
X	CN102181159 A (杭州师范大学) 14.9 月 2011 (14.09.2011) 参见权利要求书, 说明书第【0009】-【0014】段, 实施例 8	1-10
X	CN102863799 A (东莞市贝特利新材料有限公司) 09.1 月 2013 (09.01.2013) 参见权利要求书, 说明书第【0004】-【0007】段	1-10
<input checked="" type="checkbox"/> 其余文件在 C 栏的续页中列出。 <input checked="" type="checkbox"/> 见同族专利附件。		
* 引用文件的具体类型:		“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
“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件		“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
“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利		“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
“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)		“&” 同族专利的文件
“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		
国际检索实际完成的日期 11.2 月 2014 (11.02.2014)	国际检索报告邮寄日期 27.2 月 2014 (27.02.2014)	
ISA/CN 的名称和邮寄地址: 中华人民共和国国家知识产权局 中国北京市海淀区蓟门桥西土城路 6 号 100088 传真号: (86-10)62019451	受权官员 袁帅 电话号码: (86-10) 62084554	

C(续). 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	CN103013431 A(烟台德邦先进硅材料有限公司)03.4月2013(03.04.2013) 参见权利要求书, 说明书第【0006】-【0025】段, 实施例1, 3	1-10
X	CN101747632 A(陈俊光)23.6月2010(23.06.2010) 参见权利要求书, 说明书第【0009】-【0065】段	1-10
X	CN101671483 A(信越化学工业株式会社)17.3月2010(17.03.2010) 参见权利要求书, 说明书第3页第20行-第13页第3行	1-10

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号
PCT/CN2013/001029

检索报告中引用的 专利文件	公布日期	同族专利	公布日期
CN103242801 A	14.08.2013	无	
CN101712800 A	26.05.2010	CN101712800 B	03.10.2012
CN102181159 A	14.09.2011	CN102181159 B	23.01.2013
CN102863799 A	09.01.2013	无	
CN103013431 A	03.04.2013	无	
CN101747632 A	23.06.2010	无	
CN101671483 A	17.03.2010	JP2010090363 A	22.04.2010
		KR20100031076 A	19.03.2010
		CN101671483B	08.08.2012

续第 2 页

A. 主题的分类

C09J 183/07 (2006.01) i

C09J 183/05 (2006.01) i

C09J 11/06 (2006.01) i

C09J 11/04 (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