



(12) **BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
1-0021580

(51)⁷ **C08L 83/07, 83/05, H01L 23/29, 23/31**

(13) **B**

(21) 1-2012-03832

(22) 21.12.2012

(30) 2011-281844 22.12.2011 JP

(45) 26.08.2019 377

(43) 25.06.2013 303

(73) Shin-etsu Chemical Co. Ltd. (JP)

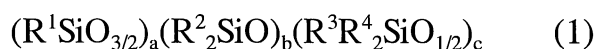
6-1, Ohtemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan

(72) HAMAMOTO, Yoshihira (JP), KASHIWAGI, Tsutomu (JP)

(74) Công ty TNHH T&T INVENMARK Sở hữu trí tuệ Quốc tế (T&T INVENMARK CO., LTD.)

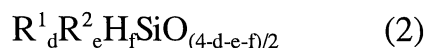
(54) **CHẾ PHẨM NHỰA SILICON CÓ THỂ LƯU HÓA VÀ THIẾT BỊ BÁN DẪN QUANG HỌC CHỨA CHẾ PHẨM NÀY**

(57) Sáng chế đề cập đến thiết bị bán dẫn quang học mà có cả độ thấm khí thấp và độ an toàn cao. Chế phẩm nhựa silicon có thể lưu hóa chứa: (A) polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl bao gồm polysiloxan hữu cơ có công thức thành phần trung bình (1) và chứa ít nhất hai nhóm alkenyl trên mỗi phân tử:



trong đó R^1 là nhóm alkyl, R^2 là nhóm aryl, R^3 là nhóm alkenyl, và R^4 là nhóm alkyl hoặc nhóm aryl,

(B) hydropolysiloxan hữu cơ có công thức thành phần trung bình (2) và chứa ít nhất hai nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic trên mỗi phân tử:



trong đó R^1 và R^2 là như nêu trên, và

(C) chất xúc tác phản ứng cộng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến chế phẩm nhựa silicon là hữu ích làm vật liệu bao lên linh kiện bán dẫn quang học, và thiết bị bán dẫn quang học sử dụng chế phẩm này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Gần đây, diot phát quang (light emitting diode-LED) có độ sáng cao mà có cường độ ánh sáng mạnh và tạo ra lượng nhiệt lớn đã có bán trên thị trường, và hiện nay đang được sử dụng rộng rãi, không chỉ dùng làm đơn vị liên kết cơ bản (basic link unit-BLU) trong máy thu hình tinh thể lỏng và điện thoại di động, mà còn dùng để chiếu sáng thông thường. JP 2010-1335 A (Tài liệu sáng chế 1) mô tả rằng bằng cách bổ sung silicon chứa epoxy vào nhựa silicon chứa phenyl để cải thiện độ bám dính có thể tạo ra vật liệu bao có tính chịu nhiệt, tính ổn định chịu ánh sáng và tính chịu thời tiết hoàn hảo. Ngoài ra, JP 2009-527622 A (Tài liệu sáng chế 2) mô tả chế phẩm nhựa silicon bao gồm nhựa chứa phenyl và hydrooligo siloxan hữu cơ chứa phenyl mạch thẳng, chế phẩm này là hữu ích để kéo dài tuổi thọ của LED.

Trong bao gói của LED, sử dụng một cấu trúc được gọi là khung dây dẫn được tạo ra bằng cách mạ bạc một tấm đồng. Tuy nhiên, biết rằng nếu LED đã được bao trong silicon được để yên trong các điều kiện trong đó hàm lượng lưu huỳnh được tạo ra, sau đó nếu độ thấm khí của silicon cao, thì có xu hướng xảy ra sự bạc màu ở bề mặt bạc, và bạc sulfua được tạo ra làm đen bề mặt này. Vì đã biết rằng sự đen hóa khung dây dẫn làm giảm độ

sáng của LED, nên mong muốn rằng nhựa dùng để bao có độ thấm khí thấp. Tuy nhiên, mặc dù nhựa silicon nêu trên có tính chịu ánh sáng, tính chịu bạc màu do nhiệt và độ bền va đập hoàn hảo, song trong trường hợp nhựa trong tài liệu sáng chế 1, nhóm epoxy có tính chịu nhiệt và chịu ánh sáng kém, và do đó nhựa này có xu hướng bạc màu dưới nhiệt độ cao hoặc ánh sáng cường độ cao. Ngoài ra, trong hỗn hợp gồm nhựa chứa phenyl và hydrooligo siloxan hữu cơ chứa phenyl mạch thẳng như hỗn hợp được mô tả trong tài liệu sáng chế 2, tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng là kém so với tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng của nhựa silicon chứa metyl, và việc cải thiện độ an toàn đã được chứng minh là khó.

Tài liệu sáng chế 1: JP 2010-001335 A

Tài liệu sáng chế 2: JP 2009-527622 A

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Do đó, mục đích của sáng chế là đề xuất chế phẩm nhựa silicon có thể lưu hóa mà có độ an toàn hoàn hảo như tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng, có độ thấm khí thấp, và là lý tưởng để bao các linh kiện bán dẫn quang học, và còn đề xuất thiết bị bán dẫn quang học có độ an toàn cao mà có tính chịu được sự phá hủy do nhiệt và ánh sáng cao.

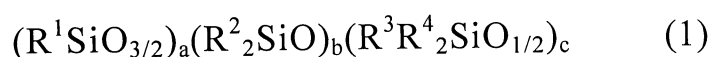
Là kết quả của các nghiên cứu khác nhau nhằm đạt được mục đích nêu trên, các tác giả sáng chế đã phát hiện ra rằng trong nhựa silicon sử dụng nhựa có các đơn vị $(R^2SiO_{3/2})$ (trong đó R^2 là nhóm aryl), các nhóm R^2 tạo ra cấu trúc cực nhạy với sự phá hủy do nhiệt và ánh sáng. Tuy nhiên, họ cũng phát hiện ra rằng bằng cách sử dụng nhựa có các đơn vị $(R^1SiO_{3/2})$ (trong đó R^1 là nhóm alkyl), và còn có các đơn vị (R^2_2SiO) (trong đó R^2 là nhóm aryl) trong nhựa này, có thể cải thiện tính chịu nhiệt và tính chịu ánh

sáng và các đặc tính tương tự, và có thể thu được chế phẩm nhựa silicon có độ thấm khí thấp.

Ngoài ra, các tác giả cũng phát hiện ra rằng bằng cách bao linh kiện bán dẫn quang học (như LED độ sáng cao) bằng sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon nêu trên, có thể tạo ra thiết bị bán dẫn quang học có độ bền hoàn hảo như độ bền màu và độ bền va đập.

Mặt khác, khía cạnh đầu tiên của sáng chế đề xuất chế phẩm nhựa silicon có thể lưu hóa chứa:

(A) polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl bao gồm polysiloxan hữu cơ (A1) có công thức thành phần trung bình (1) được nêu dưới đây và chứa ít nhất hai nhóm alkenyl trên mỗi phân tử:



trong đó

R^1 là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,

R^2 là nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon,

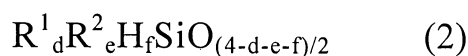
R^3 là nhóm alkenyl có từ 2 đến 8 nguyên tử cacbon,

mỗi nhóm R^4 độc lập là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon,

a là số nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, b là số nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, và c là số nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5, với điều kiện là $a+b+c = 1,0$.

(B) hydropolysiloxan hữu cơ có công thức thành phần trung bình (2) được nêu dưới đây và chứa ít nhất hai nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic trên mỗi phân tử: với lượng mà tạo ra tỷ lệ mol của nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic trong thành phần (B) so với nhóm alkenyl

được liên kết với nguyên tử silic có trong chế phẩm này nằm trong khoảng từ 0,4 đến 4,0:



trong đó R^1 và R^2 là như nêu trên, d là số nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,5, e là số nằm trong khoảng từ 0 đến 0,5, và f là số nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1,0, với điều kiện là $d+e+f = 1,0$ đến 2,5, và

(C) lượng có tác dụng xúc tác của chất xúc tác phản ứng cộng.

Khía cạnh thứ hai của sáng chế đề xuất thiết bị bán dẫn quang học có linh kiện bán dẫn quang học được bao, thiết bị này chứa linh kiện bán dẫn quang học, và sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon nêu trên bao lên vùng hoạt động của linh kiện này.

Chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế có độ an toàn cao, với tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng tốt, và còn có độ thấm khí thấp. Thiết bị bán dẫn quang học theo sáng chế mà sử dụng chế phẩm này làm chất bao có độ bền hoàn hảo như độ bền màu và độ bền va đập.

Mô tả chi tiết sáng chế

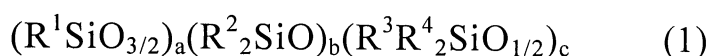
Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây.

Chế phẩm nhựa silic

(A) Polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl

(A1) Polysiloxan hữu cơ:

Nhựa silicon (A) được sử dụng theo sáng chế chứa polysiloxan hữu cơ (A1) có công thức thành phần trung bình (1) được nêu dưới đây và chứa ít nhất hai nhóm alkenyl trên mỗi phân tử, làm thành phần cơ bản.



Trong công thức này:

R^1 là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,

R^2 là nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon,

R^3 là nhóm alkenyl có từ 2 đến 8 nguyên tử cacbon,

mỗi nhóm R^4 độc lập là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon,

a là số nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, b là số nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, và c là số nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5, với điều kiện là $a+b+c = 1,0$.

Trong công thức (1) nêu trên, R^1 là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và các ví dụ cụ thể bao gồm nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, nhóm tert-butyl, nhóm pentyl, nhóm neopentyl, nhóm hexyl, nhóm octyl, nhóm nonyl và nhóm dexyl. Nhóm metyl là được ưu tiên.

R^2 là nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon, và ví dụ cụ thể về các nhóm R^2 bao gồm nhóm aryl như nhóm phenyl, nhóm tolyl, nhóm xylyl và nhóm naphtyl. Nhóm phenyl là được ưu tiên.

Trong công thức (1), R^3 là nhóm alkenyl có từ 2 đến 8 nguyên tử cacbon, và tốt hơn là từ 2 đến 6 nguyên tử cacbon. Ví dụ cụ thể về các nhóm R^3 bao gồm nhóm vinyl, nhóm alyl, nhóm propenyl, nhóm isopropenyl, nhóm butenyl, nhóm hexenyl, nhóm xyclohexenyl và nhóm octenyl, và các nhóm thuộc loại này, ưu tiên nhóm vinyl hoặc nhóm alyl.

Trong công thức (1), R^4 là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon, và ví dụ cụ thể về các nhóm này bao gồm các nhóm giống như các nhóm nêu trên đối với R^1 và R^2 .

Số lượng nhóm alkenyl được đưa vào phân tử đơn polysiloxan hữu cơ có công thức (1) ít nhất là hai, và hàm lượng nhóm alkenyl trong polysiloxan hữu cơ tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,001 đến 1mol/100g, và cụ thể là nằm trong khoảng từ 0,005 đến 0,5mol/100g.

Ngoài ra, a là số dương nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,6, b là số dương nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,3 đến 0,6, và c là số dương nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,3, với điều kiện là $a+b+c = 1,0$.

Theo sáng chế, polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl trong thành phần (A) có thể bao gồm một hoặc nhiều polysiloxan hữu cơ chứa nhóm otheralkenyl, ngoài thành phần (A1) nêu trên, và ví dụ đại diện về polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl này là polysiloxan hữu cơ mạch thẳng chứa nhóm analkenyl (A2) được nêu dưới đây.

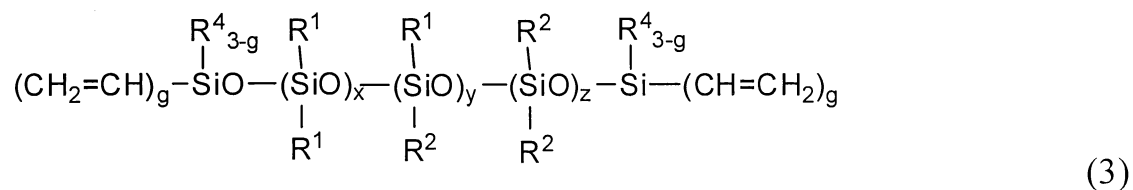
(A2) Polysiloxan hữu cơ mạch thẳng chứa nhóm alkenyl:

Thông thường, polysiloxan hữu cơ trong thành phần (A2) là polysiloxan hữu cơ có cấu trúc thẳng trong đó mạch chính được tạo thành bằng cách lặp lại các đơn vị diorganosiloxan (các đơn vị $(R')_2SiO_{2/2}$), và cả hai đầu tận cùng của mạch phân tử bị chặn bởi nhóm triorganosiloxy (các đơn vị $(R')_3SiO_{1/2}$). Polysiloxan hữu cơ này cũng có thể bao gồm một lượng nhỏ cấu trúc nhánh (cụ thể là, các đơn vị siloxan ba chức) trong mạch phân tử.

Trong các công thức nêu trên, mỗi nhóm R' độc lập là nhóm hydrocacbon hóa trị một có 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và tốt hơn là 1 đến 3 nguyên tử cacbon. Ví dụ cụ thể về R' bao gồm nhóm alkyl như nhóm methyl, nhóm etyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, nhóm tert-butyl, nhóm pentyl, nhóm neopentyl và nhóm hexyl,

nhóm xycloalkyl như nhóm xyclohexyl, nhóm alkenyl như nhóm vinyl, nhóm alyl và nhóm propenyl, nhóm aryl như nhóm phenyl, nhóm tolyl và nhóm xylyl, và nhóm aralkyl như nhóm benzyl, nhóm phenyletyl và nhóm phenylpropyl.

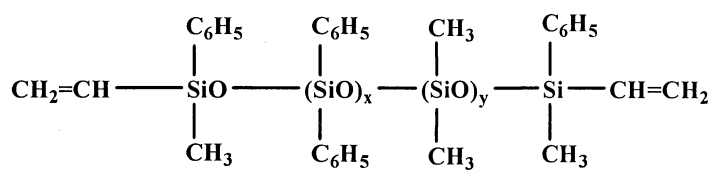
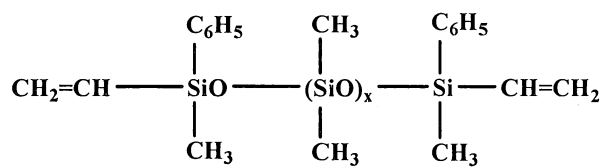
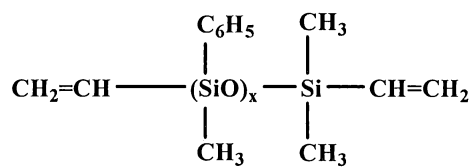
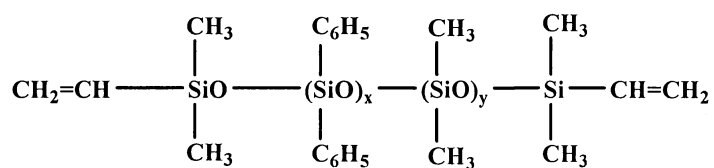
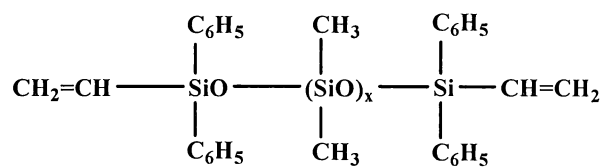
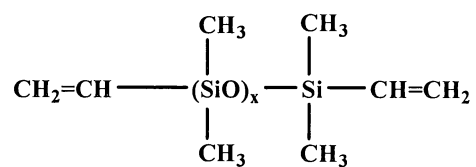
Trong số các khả năng khác nhau, ưu tiên polysiloxan hữu cơ mạch thẳng có công thức (3) được nêu dưới đây, có ít nhất một nhóm vinyl được liên kết với nguyên tử silic ở mỗi trong số các đầu tận cùng của mạch phân tử. Theo quan điểm về khả năng gia công và tính lưu hóa và các đặc tính tương tự, polysiloxan hữu cơ mạch thẳng có độ nhớt ở 25°C tốt hơn là nằm trong khoảng từ 10 đến 1.000.000 mPa.s, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1.000 đến 50.000 mPa.s. Độ nhớt này có thể đo được, ví dụ, bằng cách sử dụng nhớt kế quay hoặc dụng cụ đo tương tự.



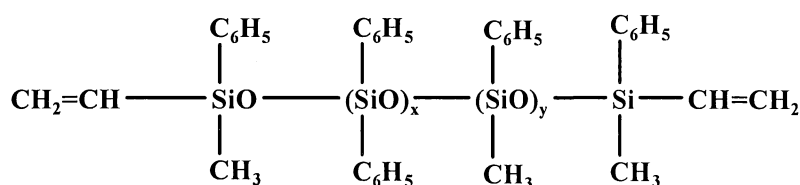
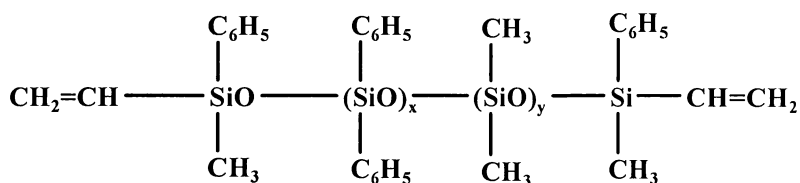
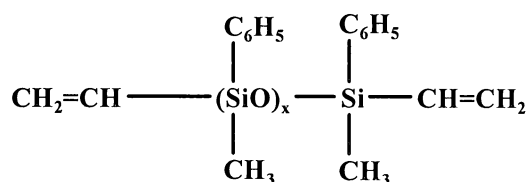
Trong công thức nêu trên, R^1 , R^2 và R^4 là như nêu trên, g là số nguyên 1, 2 hoặc 3, và mỗi trong số x , y và z là 0 hoặc số nguyên dương, với điều kiện là $1 \leq x+y+z \leq 1.000$, và ít nhất một trong số x và y là số nguyên 1 hoặc lớn hơn.

Trong công thức (3) nêu trên, mỗi trong số x , y và z là 0 hoặc số nguyên dương, với điều kiện là $1 \leq x+y+z \leq 1.000$, tốt hơn là $5 \leq x+y+z \leq 500$, và tốt hơn nữa là $30 \leq x+y+z \leq 500$. Tuy nhiên, cũng ưu tiên nếu $0,5 < (x+y)/(x+y+z) \leq 1,0$.

Ví dụ cụ thể về loại polysiloxan hữu cơ có công thức (3) này bao gồm các hợp chất được nêu dưới đây.



Trong các công thức nêu trên, x và y là như nêu trên.



Trong các công thức nêu trên, x và y là như nêu trên.

Bằng cách sử dụng thành phần (A2), khoảng cách giữa các điểm liên kết ngang có thể được kéo dài, và do đó việc điều chỉnh thích hợp lượng thành phần (A2) được thêm vào đem lại ưu điểm là làm cho sản phẩm được lưu hóa có độ đàn hồi trong khi vẫn giữ được độ cứng thích hợp. Tuy nhiên, nếu lượng thành phần (A2) là quá lớn, thì bề mặt của sản phẩm được lưu hóa có xu hướng trở nên dính, và độ thấm khí cũng có xu hướng tăng, độ thấm khí tăng có thể làm giảm độ sáng của LED, và do đó lượng thành phần (A2) được thêm vào tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,01 đến 50 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng, trên 100 phần khối lượng của thành phần (A1).

Trong cấu trúc nhựa polysiloxan hữu cơ (A1), nếu số lượng đơn vị ($\text{R}^1\text{SiO}_{3/2}$) được đặc trưng bởi a, thì số lượng đơn vị (R^2_2SiO) được đặc trưng bởi b, và số lượng đơn vị ($\text{R}^3\text{R}^4_2\text{SiO}_{1/2}$) được đặc trưng bởi c, thì tốt hơn nếu $0,01 \leq \{(b+c)/a\} \leq 2$, tốt hơn là $0,1 \leq \{(b+c)/a\} \leq 1,2$, và tốt hơn nữa là $0,1 \leq \{(b+c)/a\} \leq 1,0$. Ngoài ra, trọng lượng phân tử trung bình-

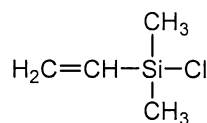
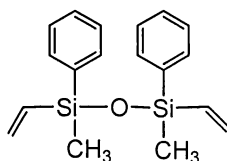
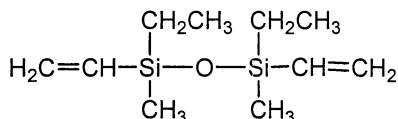
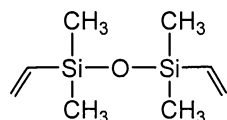
trọng lượng tương đương polystyren của polysiloxan hữu cơ (A1), được xác định bằng GPC, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 500 đến 10.000, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1.000 đến 4.000.

Cấu trúc nhựa polysiloxan hữu cơ (A1) có thể tổng hợp được một cách dễ dàng, ví dụ, bằng cách hóa hợp hợp chất có chức năng làm nguồn đơn vị cho ba loại đơn vị siloxan nêu trên (cụ thể là các đơn vị mà các chỉ số dưới dòng a, b và c được gắn kèm) với lượng mà thỏa mãn tỷ lệ mol nêu trên, và sau đó tiến hành phản ứng đồng thủy phân với sự có mặt của một axit. Ngoài ra, polysiloxan hữu cơ (A2) mạch thẳng nêu trên cũng có thể được tổng hợp theo cách tương tự bằng cách sử dụng các hợp chất có chức năng làm nguồn đơn vị cho các đơn vị cấu thành.

Ví dụ về hợp chất có thể được sử dụng làm nguồn đơn vị a bao gồm n-propyltriclosilan, metyltriclosilan, metyltrimetoxysilan và metyltriethoxysilan.

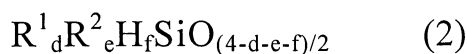
Ví dụ về hợp chất có thể được sử dụng làm nguồn đơn vị b bao gồm diclodiphenylsilan và dimetoxydiphenylsilan.

Ví dụ về hợp chất có thể được sử dụng làm nguồn đơn vị c bao gồm các hợp chất được nêu dưới đây.



(B) Hydropolysiloxan hữu cơ

Hydropolysiloxan hữu cơ trong thành phần (B) được sử dụng theo sáng chế làm chất liên kết ngang, và tạo ra sản phẩm được lưu hóa bằng phản ứng cộng giữa các nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic (sau đây được gọi là nhóm SiH) trong thành phần (B) và nhóm alkenyl trong thành phần (A). Hydropolysiloxan hữu cơ có công thức thành phần trung bình (2) được nêu dưới đây, và chứa ít nhất hai nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic trên mỗi phân tử.

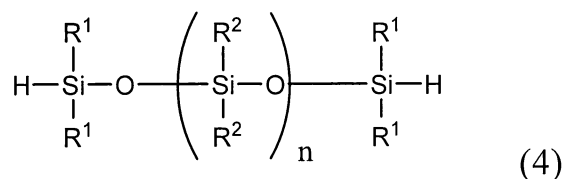


Trong công thức này, R^1 và R^2 là như nêu trên, d là số nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,5, e là số nằm trong khoảng từ 0 đến 0,5, và f là số nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1,0, với điều kiện là $d+e+f = 1,0$ đến 2,5.

Trong công thức (2) nêu trên, R^1 và R^2 là như nêu trên, còn R^1 tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon, và cụ thể là nhóm alkyl thấp có từ 1 đến 3 nguyên tử cacbon như nhóm metyl. R^2 tốt hơn là nhóm phenyl. Ngoài ra, d là số nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,5, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,4, e là số nằm trong khoảng từ 0 đến 0,5, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 0,4, và f là số dương nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1,0, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,4 đến 0,8, với điều kiện là $d+e+f = 1,0$ đến 2,5, và tốt hơn là $d+e+f = 1,5$ đến 2,4. Không có giới hạn cụ thể đối với các vị trí của nhóm SiH trong phân tử này, và nhóm SiH có thể được liên kết với các đầu tận cùng của mạch phân tử hoặc với các vị trí không phải đầu tận cùng trong mạch phân tử này.

Tốt hơn, nếu hydropolysiloxan hữu cơ trong thành phần (B) bao gồm hydropolysiloxan hữu cơ mạch thẳng mà có một nhóm SiH ở mỗi trong số hai đầu tận cùng và có thể bao gồm một vài phân nhánh riêng với lượng ít nhất là 20% khối lượng, cụ thể là từ 20 đến 100% khối lượng, và cụ thể là

từ 30 đến 90% khối lượng. Ví dụ về hydropolysiloxan hữu cơ mạch thẳng này bao gồm hợp chất có công thức (4) được nêu dưới đây.



Trong công thức nêu trên, R^1 và R^2 là như nêu trên, và n là số nguyên trong số 1 hoặc lớn hơn, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1 đến 50, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến 10.

Trong công thức (4), R^2 là như nêu trên, và các ví dụ cụ thể bao gồm các nhóm giống như các nhóm được nêu ở trên đối với R^2 .

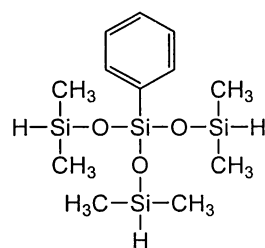
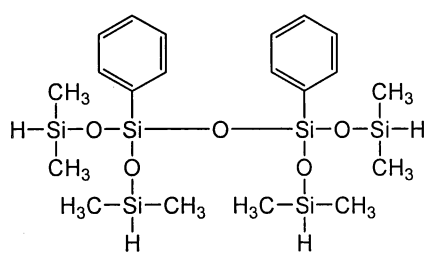
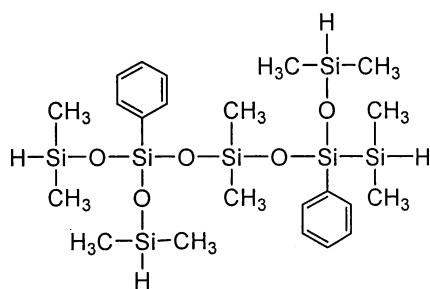
Ví dụ về hydropolysiloxan hữu cơ không phải hydropolysiloxan hữu cơ có công thức (4) nêu trên bao gồm các hợp chất có ít nhất ba, tốt hơn là từ 3 đến 10, và tốt hơn nữa là từ 3 đến 6 nhóm SiH trên mỗi phân tử, và đặc biệt thuận tiện nếu có thể sử dụng hydropolysiloxan hữu cơ mạch nhánh. Không có giới hạn cụ thể đối với vị trí của nhóm SiH trong các phân tử này, và các nhóm SiH có thể được liên kết với các đầu tận cùng của mạch phân tử hoặc với các vị trí không phải đầu tận cùng trong mạch phân tử này.

Như nêu trên, ưu tiên hydropolysiloxan hữu cơ mạch thẳng, và hợp chất có công thức (4) là đặc biệt mong muốn, nhưng hydropolysiloxan hữu cơ có ít nhất ba nhóm SiH trên mỗi phân tử nêu trên, và tốt hơn là hydropolysiloxan hữu cơ mạch nhánh, có thể được bổ sung vào nếu muốn, và nếu bổ sung, thì lượng hydropolysiloxan hữu cơ có ít nhất ba nhóm SiH này thường không lớn hơn 80% khối lượng, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0 đến 80% khối lượng của hydropolysiloxan hữu cơ trong thành phần (B).

Ví dụ cụ thể về hydropolysiloxan hữu cơ mạch nhánh có ít nhất ba nhóm SiH trên mỗi phân tử bao gồm tris(dimethylhydrosiloxy)metylsilan,

tris(dimethylhydrosiloxy)phenylsilan, 1,1,3,3-tetrametyldisiloxan, 1,3,5,7-tetrametylxycloctetrasiloxan, metylhydropolysiloxan với cả hai đầu tận cùng bị chặn bởi nhóm trimetylsiloxy, copolyme của dimetylsiloxan và metylhydrosiloxan với cả hai đầu tận cùng bị chặn bởi nhóm trimetylsiloxy, copolyme của dimetylsiloxan và metylhydrosiloxan với cả hai đầu tận cùng bị chặn bởi nhóm dimethylhydrosiloxy, copolyme của metylhydrosiloxan và diphenylsiloxan với cả hai đầu tận cùng bị chặn bởi nhóm trimetylsiloxy, copolyme của metylhydrosiloxan, diphenylsiloxan và dimetylsiloxan với cả hai đầu tận cùng bị chặn bởi nhóm trimetylsiloxy, copolyme gồm các đơn vị $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ và các đơn vị $\text{SiO}_{4/2}$, và copolyme gồm các đơn vị $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$, các đơn vị $\text{SiO}_{4/2}$ và các đơn vị $(\text{C}_6\text{H}_5)\text{SiO}_{3/2}$.

Ngoài ra, cũng có thể sử dụng hydropolysiloxan hữu cơ có các công thức được nêu dưới đây.



Cấu trúc phân tử của hydropolysiloxan hữu cơ mạch không thẳng có thể là cấu trúc vòng, phân nhánh hoặc cấu trúc mạng ba chiều, song số lượng các nguyên tử silic trong một phân tử (hoặc mức độ polyme hóa) thường nằm trong khoảng từ 3 đến 100, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 3 đến 10.

Loại hydropolysiloxan hữu cơ này có thể được tạo ra bằng cách sử dụng các phương pháp thông thường, và thường thu được bằng cách thủy phân closilan như R^5SiHCl_2 , $(R^5)_3SiCl$, $(R^5)_2SiCl_2$ hoặc $(R^5)_2SiHCl$ (trong đó R^5 là nhóm hydrocacbon hóa trị một không chứa liên kết béo không no và tốt hơn là có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon, và ví dụ cụ thể về R^5 bao gồm nhóm alkyl như nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, nhóm tert-butyl, nhóm pentyl, nhóm neopentyl, nhóm hexyl, nhóm octyl, nhóm nonyl và nhóm dexyl, nhóm aryl như nhóm phenyl, nhóm tolyl, nhóm xylyl và nhóm naphtyl, và nhóm aralkyl như nhóm benzyl, nhóm phenyletyl và nhóm phenylpropyl, và R^5 tốt hơn là nhóm aryl), hoặc bằng cách tiến hành làm cân bằng siloxan thu được nhờ quá trình thủy phân bằng cách sử dụng chất xúc tác axit mạnh.

Tốt hơn, nếu hydropolysiloxan hữu cơ trong thành phần (B) chứa nhóm SiH với lượng nằm trong khoảng từ 0,30 đến 1,50mol/100g.

Lượng hydropolysiloxan hữu cơ của thành phần (B) được thêm vào phải là hữu hiệu để lưu hóa chế phẩm theo sáng chế bằng phản ứng hydro-silic hóa với thành phần (A) nêu trên. Cụ thể, lượng được sử dụng của thành phần (B) được xác định sao cho tỷ lệ mol của nguyên tử hydro được liên kết với nguyên tử silic (nhóm SiH) trong thành phần (B) so với tất cả các nhóm alkenyl được liên kết với nguyên tử silic có trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,5 đến 4,0, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,8 đến 2,0, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,9 đến 1,5. Nếu tỷ lệ mol này quá thấp, thì phản ứng lưu hóa tiến hành kém, ngược lại nếu tỷ lệ mol này quá cao,

thì lượng lớn nhóm SiH chưa phản ứng vẫn còn trong sản phẩm được lưu hóa, lượng này có thể làm thay đổi tính chất vật lý của sản phẩm được lưu hóa thu được theo thời gian.

Thuật ngữ "tất cả các nhóm alkenyl được liên kết với nguyên tử silic có trong chế phẩm" nêu trên bao gồm không chỉ nhóm alkenyl trong thành phần (A), và ví dụ, trong trường hợp mà hợp chất chứa nhóm alkenyl được sử dụng làm chất xúc tác bám dính trong thành phần tùy ý (D) được nêu dưới đây, mà còn bao gồm (các) nhóm alkenyl được liên kết với nguyên tử silic trong hợp chất này. Trong số các nhóm alkenyl được liên kết với nguyên tử silic có trong chế phẩm này, tỷ lệ của nhóm alkenyl từ thành phần (A) tốt hơn là ít nhất 80% mol, tốt hơn nữa là ít nhất 85% mol, và thậm chí tốt hơn nữa là 90% mol hoặc lớn hơn. Nếu tỷ lệ nhóm alkenyl từ thành phần (A) là quá thấp, thì tính chất của chất xúc tác bám dính trở nên quá quan trọng, và độ an toàn có xu hướng giảm.

Theo quan điểm để đạt được sự cân bằng thuận lợi giữa độ thấm khí, tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng, thì hàm lượng nhóm aryl trong số tất cả các thành phần trong chế phẩm theo sáng chế tốt hơn là nằm trong khoảng từ 20 đến 50% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 25 đến 50% khối lượng, so với khối lượng hỗn hợp của thành phần (A) và thành phần (B). Nếu hàm lượng nhóm aryl này là quá thấp, thì độ thấm khí sẽ tăng, ngược lại nếu hàm lượng nhóm aryl này là quá cao, thì tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng có thể giảm. Ở đây, thuật ngữ "hàm lượng nhóm aryl trong số tất cả các thành phần trong chế phẩm theo sáng chế" bao gồm không chỉ nhóm aryl trong thành phần (A) và thành phần (B), mà cả nhóm aryl trong các thành phần khác. Ví dụ, nếu hợp chất chứa nhóm aryl được sử dụng làm chất xúc tác bám dính trong thành phần tùy ý (D) được nêu dưới đây, thì nhóm aryl trong hợp chất này cũng có thể có trong hàm lượng nhóm aryl.

(C) Chất xúc tác phản ứng cộng

Chất xúc tác phản ứng cộng trong thành phần (C) được thêm vào để xúc tiến phản ứng cộng giữa nhóm alkenyl trong thành phần (A) và nhóm SiH trong thành phần (B), và có thể sử dụng các loại chất xúc tác đã biết rõ đối với các chuyên gia trong lĩnh vực này. Có thể sử dụng các chất xúc tác dựa trên kim loại nhóm platin như chất xúc tác nền platin, chất xúc tác nền paladi và chất xúc tác nền rodi, song theo quan điểm về giá thành và quan điểm tương tự, ưu tiên chất xúc tác nền platin. Ví dụ về chất xúc tác nền platin thích hợp bao gồm $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot m\text{H}_2\text{O}$, K_2PtCl_6 , $\text{KHPtCl}_6 \cdot m\text{H}_2\text{O}$, K_2PtCl_4 , $\text{K}_2\text{PtCl}_4 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ và $\text{PtO}_2 \cdot m\text{H}_2\text{O}$ (trong đó m là số nguyên dương). Ngoài ra, cũng có thể sử dụng phức chất của chất xúc tác nền platin nêu trên với hydrocacbon như olefin, rượu, hoặc nhóm polysiloxan hữu cơ chứa vinyl. Chất xúc tác đơn có thể được sử dụng một mình, hoặc có thể sử dụng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều chất xúc tác khác nhau.

Chất xúc tác phản ứng cộng chỉ được bổ sung vào với lượng có tác dụng xúc tác (cụ thể là, lượng là hữu hiệu làm chất xúc tác), và chất xúc tác này tốt hơn là được sử dụng với lượng mà tạo ra khối lượng tương đương của kim loại nhóm platin nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,5 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,0001 đến 0,05 phần khối lượng, so với 100 phần khối lượng của hỗn hợp gồm thành phần (A) và thành phần (B).

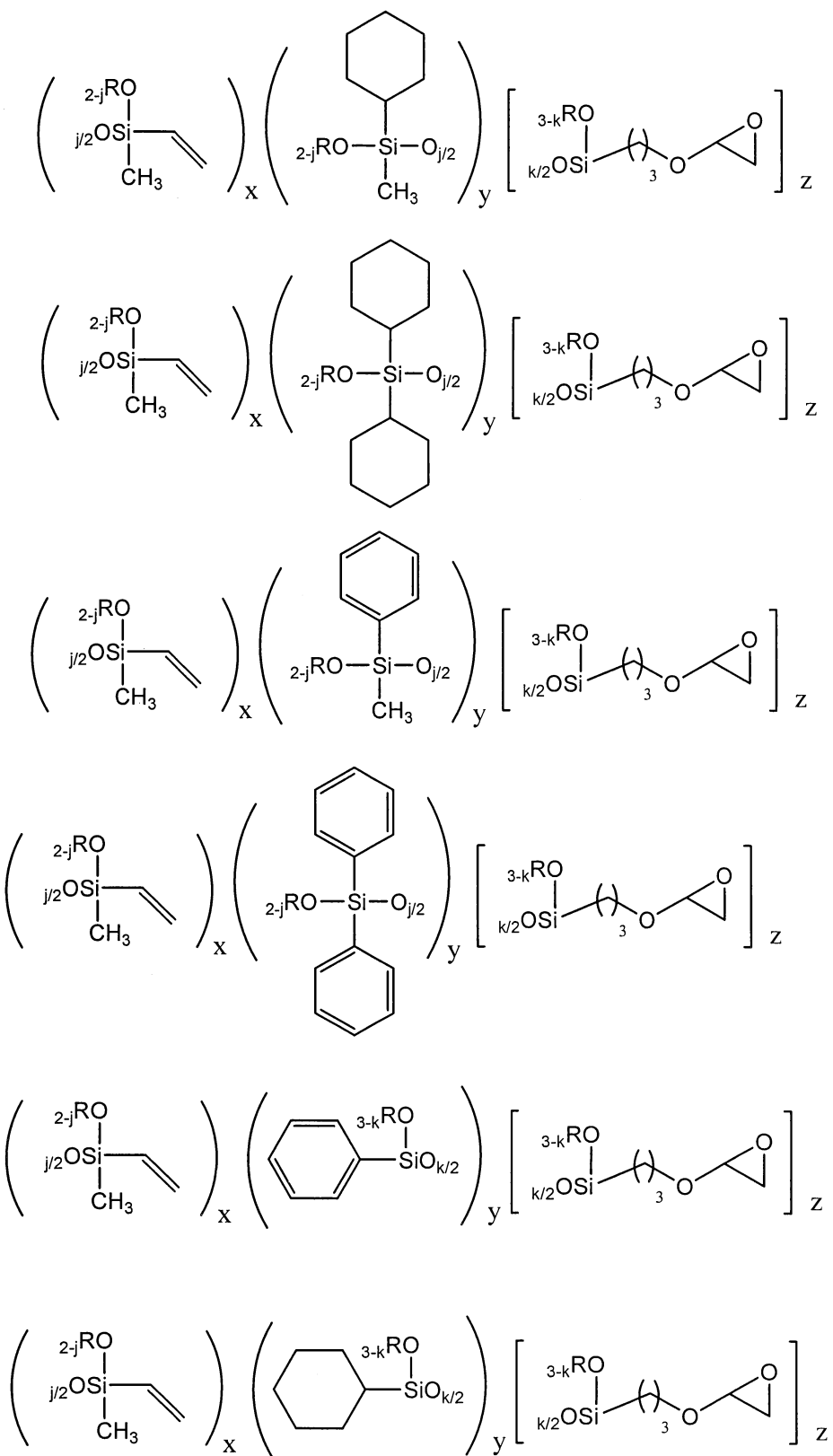
Các thành phần tùy ý khác

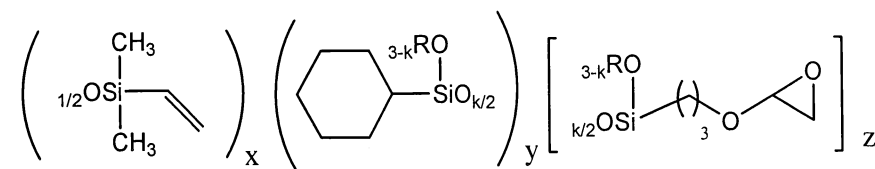
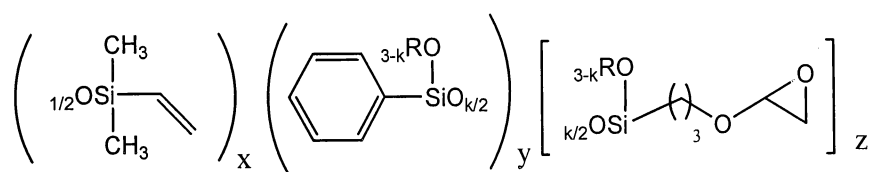
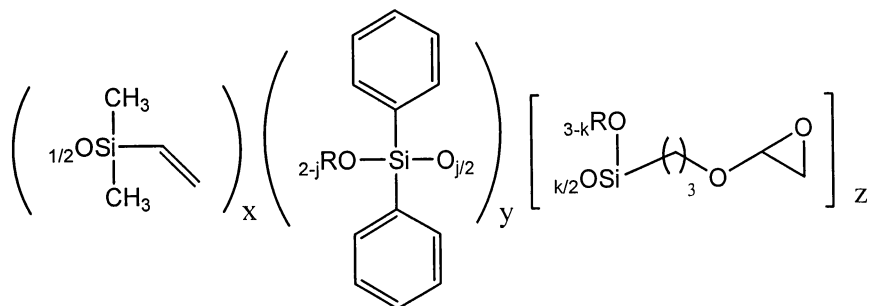
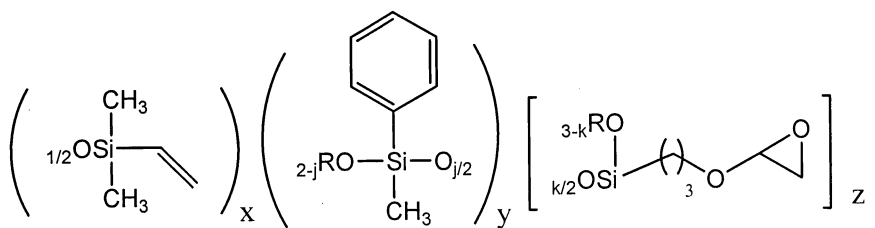
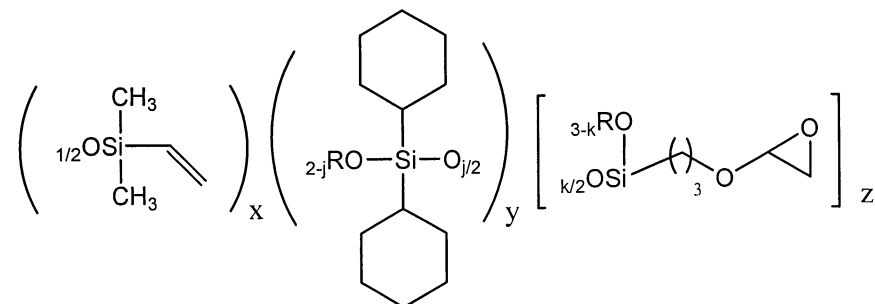
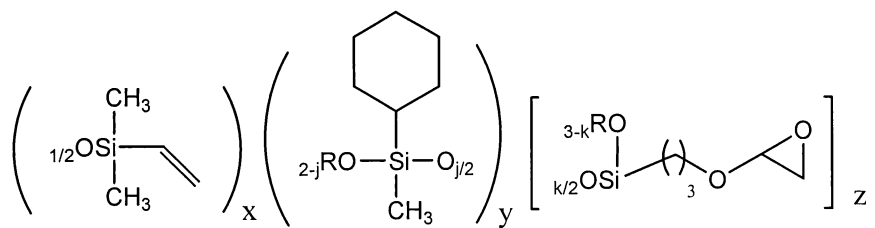
Khi cần thiết, chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế còn có thể bao gồm các chất phụ gia thông thường khác nhau bên cạnh các thành phần từ (A) đến (C) nêu trên, với điều kiện là việc bổ sung các chất phụ gia này không làm hỏng các mục đích và tác dụng của sáng chế.

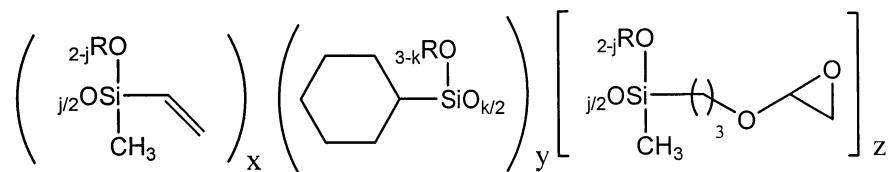
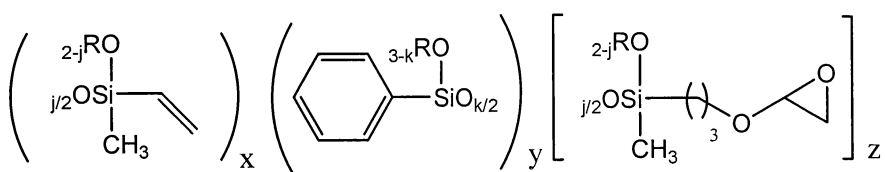
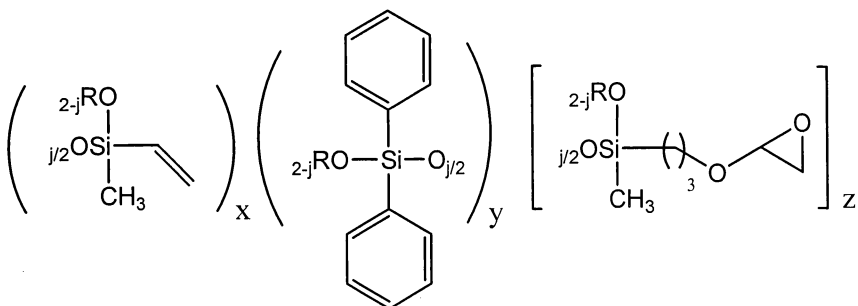
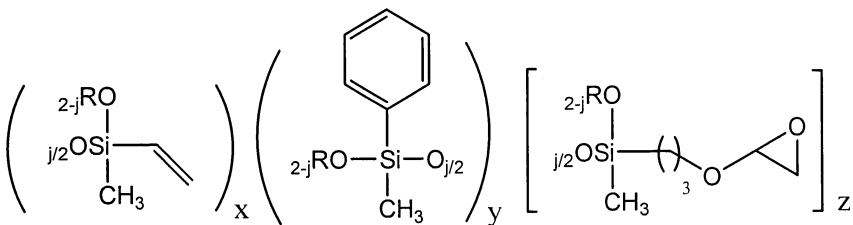
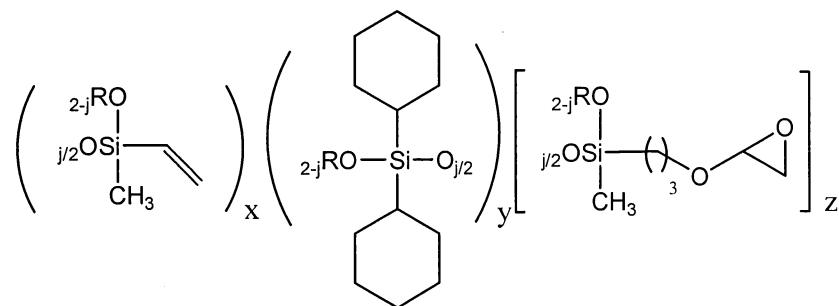
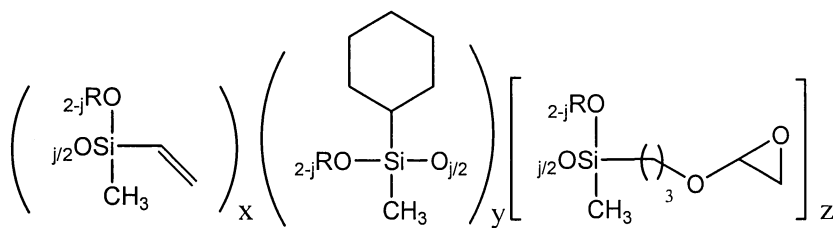
(D) Chất xúc tác bám dính:

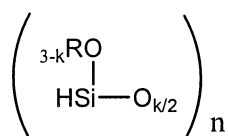
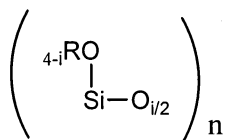
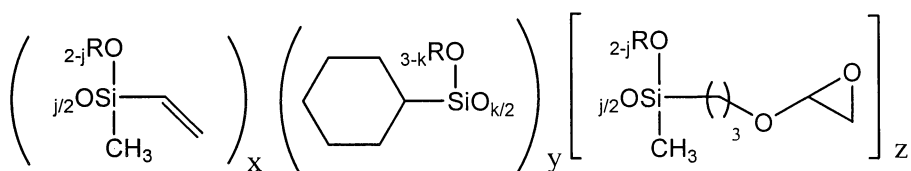
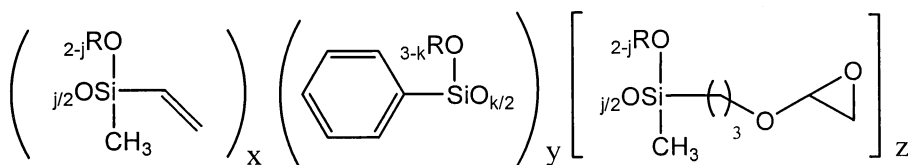
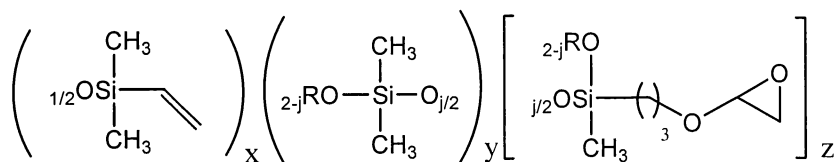
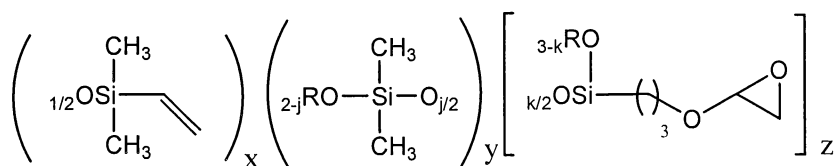
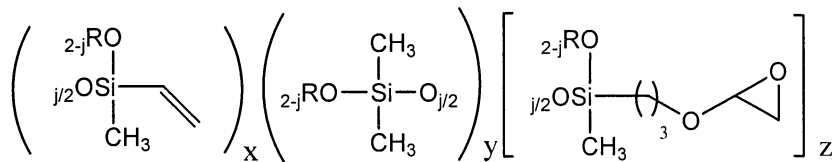
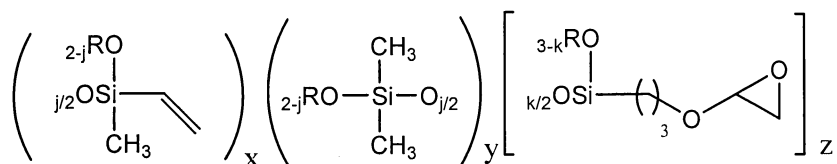
Chất xúc tác bám dính có chức năng cải thiện độ bám dính của chế phẩm theo sáng chế với mặt bám dính, hoặc trong trường hợp bao linh kiện bán dẫn quang học là làm cải thiện độ bám dính với linh kiện này. Ví dụ cụ thể về chất xúc tác bám dính bao gồm các chất kết hợp silan như vinyltrimetoxysilan, vinyltriethoxysilan, 2-(3,4-epoxyxyclohexyl)etyltrimetoxysilan, 3-glycidoxypropyltrimetoxysilan, 3-glycidoxypropylmetyldietoxysilan, 3-glycidoxypropyltriethoxysilan, 3-metacryloyloxypropylmetyldimethoxysilan, 3-metacryloyloxypropyltrimethoxysilan, 3-metacryloyloxypropylmetyldietoxysilan, 3-metacryloyloxypropyltriethoxysilan, N-2-(aminoethyl)-3-aminopropylmetyldimethoxysilan, N-2-(aminoethyl)-3-aminopropyltrimethoxysilan, N-2-(aminoethyl)-3-aminopropyltriethoxysilan, 3-aminopropyltrimethoxysilan, 3-aminopropyltriethoxysilan, N-phenyl-3-aminopropyltrimethoxysilan và 3-mercaptopropyltrimethoxysilan, cũng như trimethoxysilan, tetramethoxysilan, và các oligome của chúng.

Các ví dụ khác bao gồm các hợp chất silic hữu cơ chứa một hoặc nhiều nhóm được chọn từ nhóm bao gồm nhóm vinyl, nhóm epoxy, nhóm alkoxy được liên kết với nguyên tử silic và nhóm hydroxyl được liên kết với nguyên tử silic trong một phân tử, như được thể hiện bằng các công thức được nêu dưới đây.





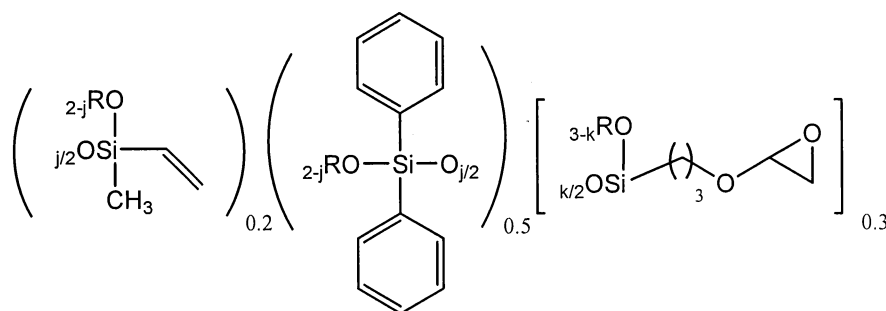




Trong các công thức nêu trên, R là nhóm hydrocarbon hóa trị một, và tốt hơn là nhóm alkyl có từ 1 đến 6 nguyên tử cacbon. Ví dụ về nhóm R

này bao gồm nhóm methyl, nhóm ethyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, nhóm tert-butyl, nhóm pentyl, nhóm neopentyl, nhóm hexyl, nhóm octyl, nhóm nonyl và nhóm dexyl. Mỗi trong số i, j và k là số tự nhiên, trong đó i = 1, 2, 3 hoặc 4, k = 1, 2 hoặc 3, và j = 1 hoặc 2. Mỗi trong số x, y và z là số 0 hoặc lớn hơn, với điều kiện là $0 \leq x, y, z \leq 1$ và $x+y+z = 1$. n là số tự nhiên thỏa mãn $1 \leq n \leq 100$. Trọng lượng phân tử, được báo cáo là trọng lượng phân tử trung bình được xác định bởi GPC, thường là số nằm trong khoảng từ 1.000 đến 20.000, tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1.000 đến 10.000, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1.000 đến 6.000.

Trong số các hợp chất nêu trên, ưu tiên sử dụng chất trợ xúc tác kết dính có công thức được nêu dưới đây.



Trong công thức nêu trên, R, j và k là như nêu trên.

Chất xúc tác bất kỳ trong số các chất xúc tác bám dính này có thể được sử dụng một mình, hoặc có thể sử dụng hỗn hợp gồm hai hoặc nhiều chất xúc tác bám dính.

Tốt hơn, nếu chất xúc tác bám dính được bổ sung vào với lượng nằm trong khoảng từ 0 đến 10% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0 đến 5% khối lượng, so với khối lượng hỗn hợp gồm thành phần (A) và thành phần (B), và nếu bổ sung vào, thì tốt hơn là bổ sung với lượng ít nhất là 1% khối lượng. Nếu lượng chất xúc tác bám dính là quá lớn, thì sản

phẩm được lưu hóa trở nên từ dễ hỏng đến nứt, và độ an toàn của chế phẩm làm vật liệu bao có thể giảm.

Các chất phụ gia khác

Ví dụ về chất phụ gia khác là chất độn vô cơ (E). Ví dụ về chất độn vô cơ bao gồm chất độn vô cơ gia cố như silic oxit được hun khói và titan dioxit được hun khói, và chất độn vô cơ không gia cố như canxi cacbonat, canxi silicat, titan dioxit, sắt (III) oxit, muội than và kẽm oxit. Các chất phụ gia khác có thể được sử dụng bao gồm chất ức chế sự phá hủy do ánh sáng như amin không tự do, và chất pha loãng dễ phản ứng như vinyl ete, vinyl amit, nhựa epoxy, oxetan, alyl phtalat và vinyl adipat.

Ngoài ra, vì silicon chứa phenyl có tính chịu nhiệt kém so với dimethyl silicon, nên lượng chất xúc tác thích hợp cũng có thể được bổ sung vào chế phẩm này.

Ví dụ về chất chống oxy hóa bao gồm pentaerythritol tetrakis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], N,N'-propan-1,3-diylbis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionamit], thiodietylenbis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], octadexyl-3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat, 6,6'-di-tert-butyl-2,2'-thiodi-p-cresol, N,N'-hexan-1,6-diylbis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionamit]], axit 3,5-bis(1,1-dimetyletyl)-4-hydroxybenzenpropanoic, este chứa C₇₋₉ alkyl có mạch bên, dietyl[[3,5-bis(1,1-dimetyletyl)-4-hydroxyphenyl]metyl]phosphonat, 2,2'-etylidenbis[4,6-di-tert-butylphenol], 3,3',3'',5,5',5''-hexa-tert-butyl-a,a',a''-(mesitylen-2,4,6-triyl)tri-p-cresol, canxi dietylbis[[[3,5-bis(1,1-dimetyletyl)-4-hydroxyphenyl]metyl]phosphonat], 4,6-bis(octylthiometyl)-o-cresol, 4,6-

bis(dodexylthiometyl)-o-cresol, etylenbis(oxyetylen)bis[3-(5-tert-butyl-4-hydroxy-m-tolyl)propionat], hexametylenbis[3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl)propionat], 1,3,5-tris(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxybenzyl)-1,3,5-triazin-2,4,6-trion, 1,3,5-tris[(4-tert-butyl-3-hydroxy-2,6-xylyl)metyl]-1,3,5-triazin-2,4,6-(1H,3H,5H)-trion, 6,6'-di-tert-butyl-4,4'-thiodi-m-cresol, diphenylamin, sản phẩm phản ứng của N-phenylbenzenamin và 2,4,4-trimethylpenten, 2,6-di-tert-butyl-4-(4,6-bis(octylthio)-1,3,5-triazin-2-ylamino)phenol, 3,4-dihydro-2,5,7,8-tetrametyl-2-(4,8,12-trimethyltridexyl)-2H-1-benzopyran-6-ol, 2',3-bis[[3-[3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl]propionyl]]propionohydrazit, didodexyl 3,3'-thiodipropionat và dioctadexyl 3,3'-thiodipropionat. Các chất chống oxy hóa được ưu tiên bao gồm Irganox 245, 259, 295, 565, 1010, 1035, 1076, 1098, 1135, 1130, 1425WL, 1520L, 1726, 3114 và 5057 (do BASF Japan Ltd. sản xuất). Các chất chống oxy hóa này cũng có thể được sử dụng trong hỗn hợp chứa hai hoặc nhiều chất chống oxy hóa.

Phương pháp điều chế chế phẩm nhựa silicon

Chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế được điều chế bằng cách khuấy, hòa tan, trộn và/hoặc phân tán các thành phần được yêu cầu nêu trên, đồng thời hoặc theo các mẻ riêng biệt, và khi cần thiết trong khi sử dụng nhiệt. Thông thường, để ngăn phản ứng lưu hóa khởi tiến hành trước khi sử dụng chế phẩm này, chế phẩm này được bảo quản ở dạng hai chất lỏng riêng biệt, với một gói chứa các thành phần (A) và (C), và gói khác chứa các thành phần (B) và (D). Sau đó, hai chất lỏng này được trộn cùng nhau vào thời điểm sử dụng để tiến hành lưu hóa. Ví dụ, nếu thành phần (C) và thành phần (B) và/hoặc thành phần (D) được bảo quản trong cùng

một chất lỏng, sau đó có khả năng xảy ra phản ứng loại hydro, và do đó tốt hơn nếu thành phần (C) và thành phần (B) và/hoặc thành phần (D) được tách riêng trong quá trình bảo quản. Theo cách khác, chế phẩm này có thể được sử dụng làm chất lỏng đơn chứa một lượng nhỏ chất làm chậm sự lưu hóa được bổ sung vào như rượu axetylen.

Không có giới hạn cụ thể đối với dụng cụ được sử dụng trong thao tác khuấy, và ví dụ về các dụng cụ có thể được sử dụng bao gồm máy nghiền có chức năng trộn và đun nóng, máy nghiền trục lăn ba ngả, máy nghiền bi và máy trộn xoay. Ngoài ra, cũng có thể sử dụng kết hợp các dụng cụ này. Độ nhớt của chế phẩm nhựa silicon thu được, được đo ở 25°C bằng cách sử dụng nhớt kế quay, thường nằm trong khoảng từ 100 đến 10.000.000 mPa.s, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 300 đến khoảng 500.000 mPa.s.

Chế phẩm nhựa silicon thu được theo cách này có thể được lưu hóa ngay lập tức bằng cách đun nóng, nếu cần, và sản phẩm được lưu hóa thu được có độ trong suốt cao và độ bám dính hoàn hảo đối với chất nền kim loại và vật liệu bao gói như polyme tinh thể lỏng (Liquid crystal polymer-LCP). Do vậy, chế phẩm nhựa silicon là hữu hiệu để bao các linh kiện bán dẫn quang học. Ví dụ về các linh kiện bán dẫn quang học này bao gồm LED, diot quang, dụng cụ ghép điện tích (Charge-Coupled Device-CCD) và chất bán dẫn kim loại oxit bù (Complementary metal-oxide semi-CMOS) và bộ ghép quang, và chế phẩm này là đặc biệt hữu hiệu để bao LED.

Phương pháp được sử dụng để bao thiết bị bán dẫn quang học trong sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế có thể sử dụng các phương pháp thông thường thích hợp cho loại linh kiện bán dẫn quang học. Mặc dù không có giới hạn cụ thể đối với điều kiện lưu hóa chế phẩm nhựa silicon, song việc lưu hóa thường được tiến hành ở nhiệt độ nằm trong khoảng từ 40 đến 250°C, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 60 đến 200°C, trong thời gian nằm trong khoảng từ 5 phút đến 10 giờ, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 30 phút đến 6 giờ.

Khi khung dây dẫn được mạ bạc được bao, thì tốt hơn nếu bề mặt của khung dây dẫn được mạ bạc này được xử lý bề mặt sơ bộ để làm tăng tính thấm ẩm của chế phẩm nhựa silicon. Theo quan điểm tính gia công và bảo trì thiết bị và các đặc tính tương tự, tốt hơn nếu việc xử lý bề mặt là xử lý khô như xử lý bằng ánh sáng tử ngoại, xử lý bằng ozon hoặc xử lý bằng plasma. Xử lý bằng plasma là đặc biệt mong muốn. Để làm tăng tính tương thích với chế phẩm nhựa silicon, tốt hơn nếu vật liệu làm bao gói được đúc sơ bộ có hàm lượng thành phần silicon ít nhất là 15% khối lượng của tổng khối lượng các thành phần hữu cơ. Thành phần silicon này được xác định là hợp chất có các đơn vị Si và các polyme của chúng. Nếu hàm lượng thành phần silicon nhỏ hơn 15% khối lượng của tổng khối lượng các thành phần hữu cơ, thì vì tính tương thích với chế phẩm nhựa silicon giảm, nên các khoảng trống (bọt không khí) có thể tồn tại giữa chế phẩm nhựa silicon và thành bên trong của bao gói được đúc sơ bộ trong khi bao, dẫn đến thiết bị bán dẫn quang học dễ nứt.

Khi được tạo ra ở dạng sản phẩm được lưu hóa dạng tấm có độ dày là 1 mm, tốt hơn nếu sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon

theo sáng chế có tốc độ thấm hơi nước không lớn hơn $20 \text{ g/m}^2 \cdot \text{ngày}$, tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 1 đến $20 \text{ g/m}^2 \cdot \text{ngày}$, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 5 đến $18 \text{ g/m}^2 \cdot \text{ngày}$. Để đạt được tốc độ thấm hơi nước của chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế thỏa mãn khoảng nêu trên, thì lượng đơn vị siloxan chứa nhóm alkenyl trong polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl trong thành phần (A) tốt hơn là ít nhất 20% mol. Tốc độ thấm hơi nước có thể được xác định bằng phương pháp Lyssy (sử dụng dụng cụ L80-5000, do Lyssy Co., Ltd. sản xuất) theo JIS K 7129.

Sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế có độ thấm khí thấp, và thiết bị bán dẫn quang học được bao trong sản phẩm được lưu hóa chịu được sự bạc màu của sản phẩm được lưu hóa và có độ bền hoàn hảo.

Ví dụ thực hiện sáng chế

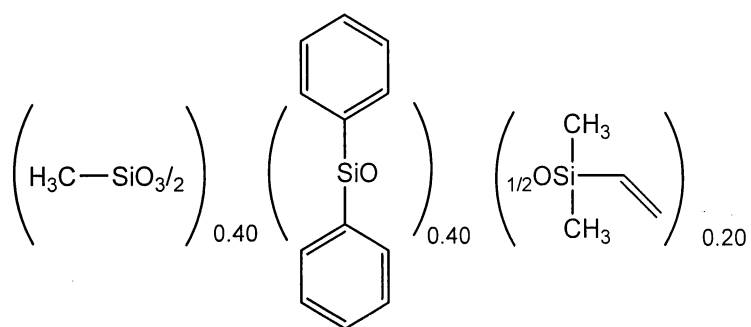
Sáng chế được mô tả chi tiết hơn dưới đây dựa vào một loạt ví dụ và ví dụ so sánh, nhưng sáng chế không bị giới hạn bởi các ví dụ được nêu dưới đây.

Ví dụ điều chế 1

Điều chế polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl (A1)

Bình phản ứng được nạp 408,7g (3,00mol) methyltrimetoxysilan và 360,6g 2-propanol, và hỗn hợp này được khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng. Dung dịch thu được được bổ sung 754g xylen và 1.071g nước, và hỗn hợp này được khuấy trong khi nhiệt độ bên trong được tăng đến 60°C . Trong quy trình điều chế riêng biệt, 759,6g (3,00mol) diphenyldiclosilan, 181,0g (1,50mol) vinyl dimethylclosilan và 503g xylen được cân trước và sau đó trộn cùng nhau để điều chế dung dịch closilan, và dung dịch closilan

này được bổ sung nhỏ giọt trong thời gian một giờ vào dung dịch methyltrimetoxysilan, dung dịch này được đun nóng đến 60°C. Sau khi kết thúc việc bổ sung nhỏ giọt, dung dịch phản ứng thu được được khuấy trong ba giờ, axit thải được tách ra, và pha hữu cơ còn lại được rửa bằng nước. Sau khi khử nước đồng sôi dung dịch thu được, 6g dung dịch KOH nồng độ 50% khối lượng (0,053mol) được bổ sung vào, và dung dịch thu được được hồi lưu qua đêm ở nhiệt độ bên trong là 150°C. Dung dịch phản ứng thu được được trung hòa bằng 13,5g (0,125mol) trimethylclosilan và 36,7g (0,375mol) kali axetat, và sau khi lọc, dung môi được loại bỏ khỏi nước lọc bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm. Cặn được rửa bằng metanol, và dung môi được loại bỏ lần nữa bằng cách chưng cất. Theo cách này, nhựa siloxan (nhựa 1) có công thức thành phần trung bình được nêu dưới đây được điều chế. Trọng lượng phân tử trung bình-trọng lượng tương đương polystyren của nhựa siloxan thu được được xác định bằng GPC là 1.500, và hàm lượng nhóm vinyl là 0,119mol/100g.

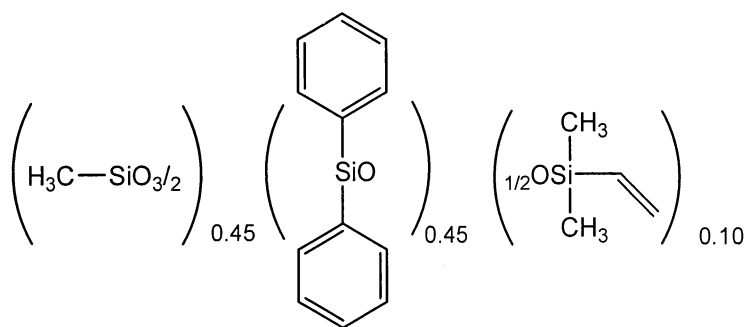


Ví dụ điều chế 2

Điều chế polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl (A1)

Bình phản ứng được nạp 544,9g (4,00mol) methyltrimetoxysilan và 484,8g 2-propanol, và hỗn hợp này được khuấy qua đêm ở nhiệt độ trong phòng. Dung dịch thu được được bổ sung 548g xylen và 1.270g nước, và hỗn hợp này được khuấy trong khi nhiệt độ bên trong được tăng đến 60°C. Trong quy trình điều chế riêng biệt, 977,4g (4,00mol) diphenyldiclosilan,

107,2g (0,89mol) vinyltrimethylsiloxan và 1.000g xylen được cân trước và sau đó trộn cùng nhau để điều chế dung dịch closilan, và dung dịch closilan này được bổ sung nhỏ giọt trong thời gian một giờ vào dung dịch methyltrimetoxysilan, dung dịch này được đun nóng đến 60°C. Sau khi kết thúc việc bổ sung nhỏ giọt, dung dịch phản ứng thu được được khuấy trong ba giờ, axit thải được tách ra, và pha hữu cơ còn lại được rửa bằng nước. Sau khi khử nước đồng sôi dung dịch thu được, 7,1g dung dịch KOH nồng độ 50% khối lượng (0,063mol) được bổ sung vào, và dung dịch thu được được hồi lưu qua đêm ở nhiệt độ bên trong là 150°C. Dung dịch phản ứng thu được được trung hòa bằng 14,5g (0,134mol) trimethylclosilan và 43,6g (0,445mol) kali axetat, và sau khi lọc, dung môi được loại bỏ khỏi nước lọc bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm. Cặn được rửa bằng metanol, và dung môi được loại bỏ lần nữa bằng cách chưng cất. Nhựa siloxan (nhựa 2) có công thức thành phần trung bình được nêu dưới đây được điều chế. Trọng lượng phân tử trung bình-trọng lượng tương đương polystyren của nhựa siloxan thu được được xác định bằng GPC là 1.800, và hàm lượng nhóm vinyl là 0,096mol/100g.



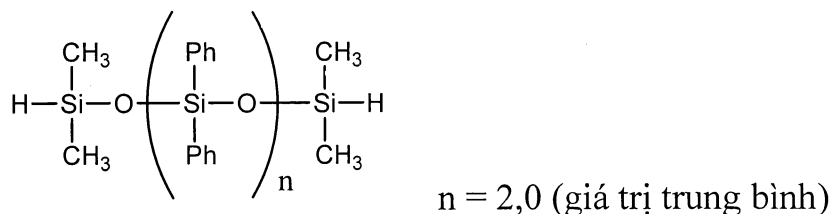
Ví dụ điều chế 3

Điều chế hydropolysiloxan hữu cơ (B)

Bình phản ứng được nạp 5.376g (22,0mol) diphenyldimethoxysilan và 151,8g axetonitril, hỗn hợp thu được được làm lạnh đến 10°C hoặc thấp

hơn, và các phản ứng nhỏ giọt được nêu dưới đây được tiến hành ở nhiệt độ bên trong là 10°C hoặc thấp hơn.

Cụ thể là, 303,69g dung dịch axit sulfuric đặc được bổ sung nhỏ giọt vào hỗn hợp đã được làm lạnh, 940,36g nước được bổ sung nhỏ giọt từ từ trong thời gian một giờ, và 2.216g (16,5mol) (HSiMe₂)₂O được bổ sung nhỏ giọt vào bình phản ứng. Sau đó, hỗn hợp thu được được khuấy qua đêm. Sau đó, axit thải được tách khỏi hỗn hợp phản ứng, và sau khi rửa bằng nước, dung môi được loại bỏ bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm, tạo ra hydropolysiloxan hữu cơ 1 có cấu trúc được nêu dưới đây. Hàm lượng nhóm SiH là 0,403mol/100g.

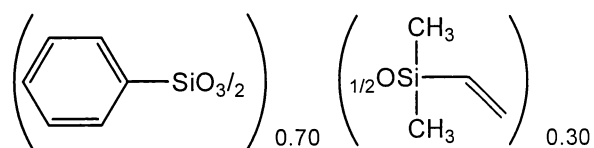


Ví dụ điều chế 4

Điều chế polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl so sánh

Bình phản ứng được nạp 1.050g xylen và 5.143g nước, và hỗn hợp chứa 2.222g (10,5mol) phenyltriclosilan, 543g (4,50mol) vinyltrimethylsiloxy và 1.575g xylen được thêm nhỏ giọt vào bình này. Sau khi kết thúc việc bổ sung nhỏ giọt, dung dịch thu được được khuấy trong ba giờ, axit thải được tách ra, và hỗn hợp còn lại được rửa bằng nước. Sau khi khử nước đồng sôi, 6g (0,15mol) KOH được bổ sung vào bình phản ứng, và dung dịch thu được được hồi lưu qua đêm kết hợp với đun nóng ở 150°C. Hỗn hợp phản ứng thu được được trung hòa bằng 27g (0,25mol) trimethylsiloxy và 24,5g (0,25mol) kali axetat, và sau khi lọc, dung môi được loại bỏ khỏi nước lọc bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm, hoàn thành quy trình điều chế nhựa siloxan (nhựa 3) có công thức

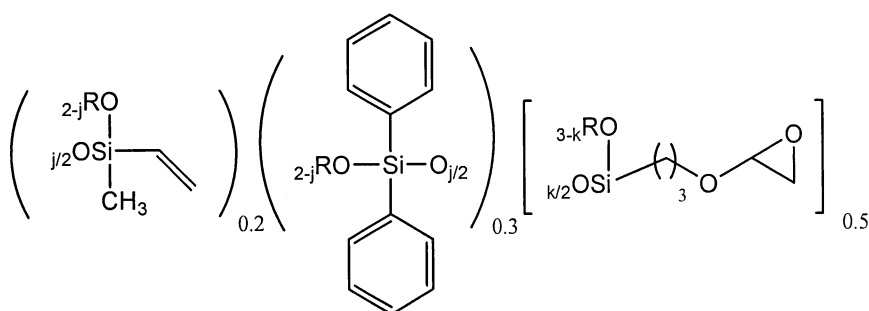
thành phần trung bình được nêu dưới đây. Hàm lượng nhóm vinyl là 0,195mol/100g.



Ví dụ điều chế 5

Điều chế chất xúc tác bám dính

Bình phản ứng được nạp 264,46g (2,00mol) vinylmetyldimetoxyxylan, 733,08g (3,00mol) diphenyldimetoxyxylan, 1181,5g (5,00mol) 3-glyxidoxypropyltrimetoxyxylan và 2.700ml IPA, 82,00g dung dịch tetrametylamoni hydroxit nồng độ 25% khối lượng và 740g nước được trộn cùng nhau và được bổ sung vào bình, và dung dịch thu được được khuấy trong ba giờ. Toluen được bổ sung vào, và dung dịch thu được được trung hòa bằng dung dịch nước natri dihydro phosphat, và sau đó rửa bằng nước. Dung môi được loại bỏ bằng cách chưng cất dưới áp suất giảm, hoàn thành quy trình điều chế chất trợ xúc tác kết dính 1 được nêu dưới đây. Hàm lượng nhóm vinyl là 0,098mol/100g.



Chất xúc tác bám dính này là hỗn hợp các hợp chất có công thức nêu trên trong đó $k = 1, 2$ hoặc 3 , $j = 1$ hoặc 2 , và R là nguyên tử hydro, nhóm methyl hoặc nhóm isopropyl.

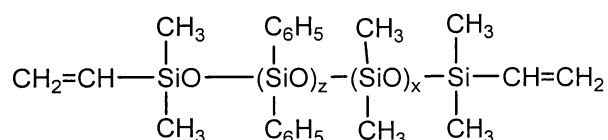
Các ví dụ từ 1 đến 3

Trong mỗi ví dụ, các thành phần được điều chế trong các ví dụ điều chế từ 1 đến 5 và các thành phần được liệt kê dưới đây được trộn với nhau với lượng được nêu trong bảng 1, để điều chế một loạt chế phẩm nhựa silicon.

Polysiloxan hữu cơ mạch thẳng với cả hai đầu tận cùng của phân tử bị chặn bởi nhóm vinyl:

Phenylmethylpolysiloxan với cả hai đầu tận cùng của phân tử bị chặn bởi nhóm vinyl dimethylsiloxo, có công thức được nêu dưới đây.

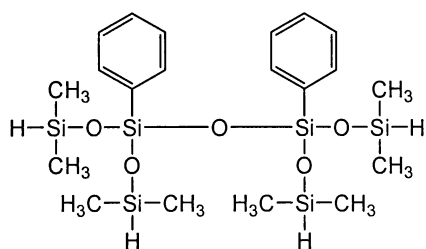
Hàm lượng phenyl: 30% khối lượng, hàm lượng nhóm vinyl: 0,0185mol/100g.



Trong công thức này, x là 30 (giá trị trung bình) và z là 68 (giá trị trung bình).

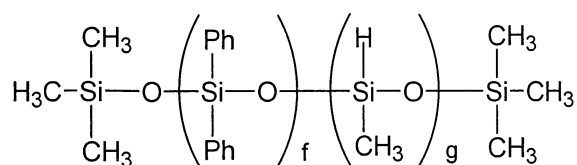
Hydropolysiloxan hữu cơ 2: hydropolysiloxan hữu cơ mạch nhánh chứa nhóm phenyl có công thức được nêu dưới đây.

Lượng khí hydro được tạo ra: 170,24ml/g (0,760mol/100g).



Hydropolysiloxan hữu cơ 3: hydropolysiloxan hữu cơ mạch nhánh chứa nhóm phenyl có công thức được nêu dưới đây.

Lượng khí hydro được tạo ra: 167,99ml/g (0,750mol/100g).



Trong công thức này, f và g là giá trị trung bình, trong đó $10 < f+g < 300$.

Chất xúc tác phản ứng cộng: dung dịch được cải biến bằng rượu octylic chứa axit cloplatinic (nồng độ platin: 2% khối lượng).

Ví dụ so sánh 1

Nhựa 3 được điều chế trong ví dụ điều chế 4 và các thành phần được liệt kê ở trên được trộn với lượng được nêu trong bảng 1 để điều chế chế phẩm nhựa silicon.

Đánh giá các đặc tính

Điều chế vật liệu thử nghiệm:

Mỗi trong số chế phẩm nhựa silicon trong các ví dụ từ 1 đến 3 và ví dụ so sánh 1 được đúc dưới nhiệt độ 150°C trong 4 giờ để tạo ra sản phẩm được lưu hóa dạng tấm có kích thước chiều dài $\times$ chiều rộng $\times$ độ dày = $110\text{mm} \times 120\text{mm} \times 2\text{mm}$. Các vật liệu thử nghiệm thu được theo cách này được sử dụng để đánh giá các đặc tính dưới đây.

Vẻ bề ngoài:

Vẻ bề ngoài của mỗi vật liệu thử nghiệm được đánh giá bằng thị giác.

Các đặc tính cơ học:

Đối với mỗi vật liệu thử nghiệm, độ bền kéo, độ cứng (được đo bằng cách sử dụng máy thử lò xo loại A) và độ giãn khi đứt được xác định theo JIS K6301.

Tốc độ thấm ẩm:

Tốc độ thấm ẩm được xác định bằng phương pháp Lyssy (sử dụng dụng cụ L80-5000, do Lyssy Co., Ltd. sản xuất) theo JIS K 7129.

Tạo ra thiết bị LED

Sử dụng mỗi trong số các chế phẩm nhựa silicon được điều chế trong các ví dụ từ 1 đến 3 và ví dụ so sánh 1, một loạt thiết bị bán dẫn được bao trong sản phẩm chứa chế phẩm nhựa silicon được tạo ra theo cách được nêu dưới đây.

Vật bao gói được đúc trước dạng cốc cho LED ($3\text{mm} \times 3\text{mm} \times 1\text{mm}$, đường kính miệng: $2,6\text{mm}$) có khung dây dẫn bằng đồng được mạ bạc dày $2\mu\text{m}$ được tạo ra ở bề mặt đáy của vật bao gói được xử lý bằng plasma Ar (đầu ra: 100W , thời gian chiếu: 10 giây) trong điều kiện áp suất giảm. Điện cực của linh kiện diot phát ra ánh sáng màu xanh nước biển InGaN được nối với khung dây dẫn ở bề mặt đáy bằng cách sử dụng bột nhão vàng (chất bám dính dẫn điện), và điện cực trái dấu của dụng cụ phát ra ánh sáng được nối với khung dây dẫn trái dấu bằng cách sử dụng dây bằng vàng. Chế phẩm nhựa silicon có thể lưu hóa được trong các ví dụ 1, 2, 3 hoặc ví dụ so sánh 1 được phun vào miệng của vật bao gói, và sau đó được xử lý bằng nhiệt ở 60°C trong một giờ và sau đó ở 150°C trong 4 giờ nữa, nhờ đó bao dụng cụ phát ra ánh sáng và hoàn thành quy trình tạo ra thiết bị LED.

Thiết bị LED trong các ví dụ từ 1 đến 3 và ví dụ so sánh 1 được điều chế theo cách này được đánh giá các đặc tính dưới đây.

Đánh giá các đặc tính

Thử nghiệm độ an toàn:

Thiết bị LED được chiếu sáng bằng cách cho dòng điện 25mA đi qua thiết bị này, và sau khi để ở trạng thái được chiếu sáng trong 1.000 giờ ở

hiệt độ chuyển tiếp (junction temperature- T_j) = 150°C, độ bạc màu ở gần bề mặt được mạ bạc bên trong vật bao gói được đánh giá bằng thị giác.

Thử nghiệm chu kỳ nhiệt độ:

Năm thiết bị LED được tạo ra được xử lý 1.000 chu kỳ nhiệt độ lặp lại, trong đó mỗi chu kỳ bao gồm giữ thiết bị này ở -40°C trong 10 phút, và sau đó giữ thiết bị này ở 100°C trong 10 phút. Sau đó, thiết bị này được kiểm tra bằng thị giác về trạng thái bám dính ở bề mặt chung giữa sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon và vật bao gói (nếu cần, có thể quan sát sự tách lớp, thiết bị này được đánh giá là có lỗi bám dính), và sự tồn tại của vết nứt bất kỳ trong sản phẩm được lưu hóa. Thiết bị có lỗi bám dính và/hoặc vết nứt đáng chú ý được đánh giá là hỏng, và số lượng thiết bị được đánh giá là hỏng được nêu trong bảng 1. Ngoài ra, sản phẩm được lưu hóa được đánh giá bằng thị giác về sự bạc màu. Kết quả được nêu trong bảng 1.

Thử nghiệm chiếu sáng nhiệt độ cao, độ ẩm cao:

Năm thiết bị LED được tạo ra được chiếu sáng liên tục trong 1.000 giờ trong điều kiện nhiệt độ 60°C và độ ẩm tương đối 90%. Sau đó, thiết bị này được đánh giá về lỗi bằng cách đánh giá trạng thái bám dính và sự tồn tại các vết nứt theo cách giống như được mô tả trong thử nghiệm theo chu kỳ nhiệt độ, và số lượng thiết bị được đánh giá là hỏng được nêu trong bảng 1. Ngoài ra, sự bạc màu của sản phẩm được lưu hóa cũng được đánh giá theo cách giống như nêu trên. Kết quả được nêu trong bảng 1.

Bảng 1

Chế phẩm		Ví dụ 1	Ví dụ 2	Ví dụ 3	Ví dụ so sánh 1
Tỷ lệ Si-H/Si-Vi		1,10	1,10	1,10	1,10
Nhựa 1	phần khối lượng	100		100	
Nhựa 2	phần khối lượng		100		
Nhựa 3	phần khối lượng				100
Phenylmetylpolysiloxan với cả hai đầu tận cùng của phân tử bị chặn bởi nhóm vinyl dimetylsiloxy	phần khối lượng	15	30	15	30
Hydropolysiloxan hữu cơ 1	phần khối lượng	15,2	9,7	16,6	16,7
Hydropolysiloxan hữu cơ 2	phần khối lượng			5,1	
Hydropolysiloxan hữu cơ 3	phần khối lượng	12,0	9,8		5,1
Chất xúc tác phản ứng cộng	phần khối lượng	0,02	0,02	0,02	0,02
Chất xúc tác bám dính 1	phần khối lượng	3	3	3	3
Kết quả đánh giá					
Vẽ bề ngoài sau khi lưu hóa		không màu và trong suốt	không màu và trong suốt	không màu và trong suốt	Màu trắng và bán trong suốt

Độ cứng	Loại A	90	85	88	80
Độ bền kéo	MPa	3,6	3,3	2,8	1,5
Độ giãn khi đứt	%	55	70	20	120
Tốc độ thấm hơi ẩm	g/m ² ·ngày	11	10	14	27
Thử nghiệm độ an toàn (Tj=150°C/1000giờ) Vẻ bề ngoài	Bạc màu hoặc bị phá hủy	không màu và trong suốt	không màu và trong suốt	không màu và trong suốt	bạc màu thành màu vàng nhạt, nhưng trong suốt
Thử nghiệm chu kỳ nhiệt độ (-40°C và 100°C/1000 chu kỳ) Tỷ lệ hỏng, vẻ bề ngoài	Số thiết bị hỏng/5 Bạc màu	0/5 không bạc màu	0/5 không bạc màu	0/5 không bạc màu	3/5 (nứt) không bạc màu
Thử nghiệm chiếu sáng nhiệt độ cao, độ ẩm cao (60°C/độ ẩm tương đối 90%/1000giờ) Tỷ lệ hỏng, vẻ bề ngoài	Số thiết bị hỏng/5 Bạc màu	0/5 không bạc màu	0/5 không bạc màu	0/5 không bạc màu	3/5 (nứt) không bạc màu

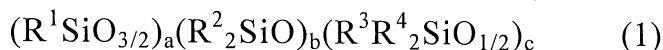
Như được nêu trong bảng 1, sản phẩm được lưu hóa chứa chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế có độ thấm hơi ẩm thấp và không bị bạc màu nhựa ngay sau khi thử nghiệm chiếu sáng. Ngoài ra, ngay trong thử nghiệm độ an toàn, không quan sát thấy vết nứt hoặc tách lớp.

Chế phẩm nhựa silicon theo sáng chế có thể tạo ra thiết bị bán dẫn quang học mà so với thiết bị sử dụng chế phẩm nhựa silicon chứa phenyl, có tính chịu nhiệt và tính chịu ánh sáng tốt hơn, và chịu được độ thấm khí hoàn hảo, và do đó chế phẩm theo sáng chế có thể được sử dụng thuận tiện để bao các linh kiện bán dẫn quang học.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm nhựa silicon có thể lưu hóa chứa:

(A) polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl, chứa polysiloxan hữu cơ (A1) được biểu diễn bằng công thức thành phần trung bình (1) dưới đây và chứa ít nhất hai nhóm alkenyl mỗi phân tử:



trong đó:

R^1 là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon,

R^2 là nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon,

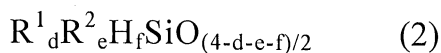
R^3 là nhóm alkenyl có từ 2 đến 8 nguyên tử cacbon,

mỗi nhóm R^4 độc lập là nhóm alkyl có từ 1 đến 10 nguyên tử cacbon hoặc nhóm aryl có từ 6 đến 14 nguyên tử cacbon,

trong đó:

a là số nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, b là số nằm trong khoảng từ 0,2 đến 0,6, và c là số nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5, với điều kiện $a+b+c = 1,0$,

(B) hydropolysiloxan hữu cơ được biểu diễn bằng công thức thành phần trung bình (2) dưới đây và chứa ít nhất hai nguyên tử hydro liên kết với nguyên tử silic trên mỗi phân tử: với lượng tạo ra tỷ lệ mol của nguyên tử hydro liên kết với nguyên tử silic trong thành phần (B) so với nhóm alkenyl liên kết với nguyên tử silic có mặt trong chế phẩm nằm trong khoảng từ 0,4 đến 4,0:



trong đó R^1 và R^2 là như được xác định trên đây, d là số nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,5, e là số nằm trong khoảng từ 0 đến 0,5, và f là số nằm trong khoảng từ 0,4 đến 1,0, với điều kiện $d+e+f = 1,0$ đến 2,5, và

(C) lượng có tác dụng xúc tác của chất xúc tác phản ứng cộng.

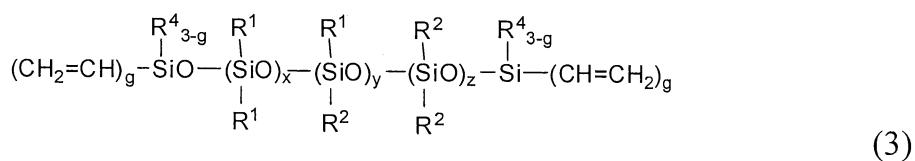
2. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 1, trong đó thành phần polysiloxan hữu cơ chứa nhóm alkenyl (A) còn chứa polysiloxan hữu cơ (A2) có cấu trúc mạch

thẳng trong đó mạch chính được cấu tạo bởi các đơn vị disiloxan hữu cơ lặp lại và cả hai đầu tận cùng của mạch phân tử bị chặn bằng nhóm trisiloxy hữu cơ, và lượng thành phần (A2) nằm trong khoảng từ 0,01 đến 50 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của thành phần (A1).

3. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 2, trong đó lượng của thành phần (A2) nằm trong khoảng từ 1 đến 30 phần khối lượng trên 100 phần khối lượng của thành phần (A1).

4. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 2, trong đó polysiloxan hữu cơ có cấu trúc mạch thẳng trong thành phần (A2) là polysiloxan hữu cơ được biểu diễn bằng công thức (3) dưới đây:

[Công thức hóa học 3]



trong đó R^1 , R^2 và R^4 là như được xác định trên đây, g là các số nguyên 1, 2 hoặc 3, và mỗi giá trị x , y và z bằng 0 hoặc số nguyên dương, với điều kiện $1 \leq x+y+z \leq 1000$, và ít nhất một trong số các giá trị x và y là số nguyên lớn hơn hoặc bằng 1.

5. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa chất xúc tiến liên kết (D).

6. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 1, trong đó chế phẩm này còn chứa chất độn vô cơ (E).

7. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 5, trong đó chế phẩm này còn chứa chất độn vô cơ (E).

8. Chế phẩm nhựa silicon theo điểm 1, trong đó sản phẩm được lưu hóa của chế phẩm có độ dày 1mm có tốc độ thấm hơi nước, đo bằng phương pháp Lyssy theo JIS K 7129, không lớn hơn $20\text{g/m}^2 \cdot \text{ngày}$.

9. Thiết bị bán dẫn quang học có linh kiện bán dẫn quang học được bao, trong đó thiết bị này chứa linh kiện bán dẫn quang học và sản phẩm được lưu hóa của chế phẩm nhựa silicon xác định theo điểm bất kỳ trong số các điểm từ 1 đến 8 bao lấy vùng hoạt động của linh kiện.