

doi:10.3788/gzxb20184708.0823002

醇类物质对 LED 硅胶封装气密性的影响

文尚胜¹, 彭星², 马丙戌¹, 宋嘉良¹, 符民¹, 方方³,
胡捷频¹, 康丽娟⁴, 孔令豹²

(1 华南理工大学 发光材料与器件国家重点实验室, 广州 510640)

(2 复旦大学 信息科学与工程学院 上海超精密光学制造工程技术研究中心 上海 200433)

(3 广东金鉴检测科技有限公司, 广州 511300)

(4 华南师范大学 美术学院, 广州 510631)

摘 要:为了探究发光二极管(LED)封装胶对 LED 失效性的影响,选取 LED 封装硅胶失效案例进行了失效性分析.利用傅里叶转换红外光谱分析和气相色谱质谱联用仪对失效样品进行成分分析,根据分析结果总结样品的失效机理.分析结果表明:LED 灯珠封装气密性检测过程中材料的化学不兼容性导致封装胶失效,LED 灯珠气密性变差,进而影响到光、电、热、机械结构、材料特性等,LED 可靠性降低.在 LED 生产制造过程中,需要避免材料的不兼容性,增加 LED 的可靠性.

关键词: LED; 封装硅胶; 可靠性; 失效; 不兼容性; 气密性

中图分类号: TN383⁺.1

文献标识码: A

文章编号: 1004-4213(2018)08-0823002-6

Effect of Alcohol on Air Tightness of LED Silicone Encapsulation

WEN Shang-sheng¹, PENG Xing², MA Bing-xu¹, SONG Jia-liang¹, FU Min¹, FANG Fang³,
HU Jie-pin¹, KANG Li-juan⁴, KONG Ling-bao²

(1 State Key Laboratory of Luminescent Materials and Devices, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

(2 Shanghai Engineering Research Center of Ultra-Precision Optical Manufacturing, School of Information Science and Technology, Fudan University, Shanghai 200433, China)

(3 Gold Metal Analytical & Testing Group, Guangzhou 511300, China)

(4 Academy of Fine Arts Souths China Normal University, Guangzhou 510631, China)

Abstract: In order to explore the impact of Light Emitting Diode (LED) silicone package on the LED failure, the failure case of LED packaging glue is chosen to analyze the failure. Fourier transform infrared spectroscopy and gas chromatography mass spectrometry were used to analyze the composition of the failed samples. Finally, the failure mechanism of the samples was obtained based on the analysis results. The analysis results show that, the chemical incompatibility of the material in the LED lamp bead package sealing process leads to the failure of the sealing glue, and the LED lamp beads have a poor air tightness, which affects the light, electricity, heat, mechanical structure, and material properties. LED reliability is reduced; therefore, in the manufacturing process of LED, it is also necessary to avoid material incompatibility and increase the reliability of the LED.

Key words: LED; Silicone package; Reliability; Failure; Incompatibility; Gas tightness

OCIS Codes: 230.3670; 160.4670; 160.6000; 260.3060; 260.3800; 350.4600

基金项目:广东省科技计划项目(Nos.2017B010114001, 201704030140, 2015B010127004), 广东省应用型科技研发专项(No.2015B010134001), 广州市科技计划项目(Nos.201604040004, 201604016010), 广东省扬帆计划(No.2015YT02C093), 中山市科技计划项目(Nos. 2016A1009, 2017C1011)资助

第一作者:文尚胜(1964-), 男, 教授, 博士, 主要研究方向为半导体器件. Email: shshwen@scut.edu.cn

收稿日期:2018-01-21; **录用日期:**2018-05-30

<http://www.photon.ac.cn>

0 引言

发光二极管(Light Emitting Diode, LED)作为一种新型的半导体照明光源,具有光电转化效率高、稳定性好、寿命长、耐冲击、节能和绿色环保等优点,在显示通信、显示和照明等领域得到广泛应用^[1-7].与此同时,高可靠性是LED广泛应用的基础,如何提高LED的可靠性成为了LED研究的重点,而对LED可靠性的研究重点落在LED的失效分析^[8-10].

在LED工艺中,封装对LED元件起着机械支撑保护和环境保护的作用,实现电讯号向光讯号的转变功能,封装质量对于产品的成品率具有重要影响^[11-12].在LED器件的制造过程中除了芯片制造技术、荧光粉制造技术和散热技术外,封装材料对LED芯片的功能发挥具有重要的影响,散热不畅或出光率低均会导致芯片功能失效,因此LED封装材料要具有优良的密封性、透光性、粘结性、介电性能和机械性能等^[13-15],其对于LED芯片各项性能得以实现具有重要意义.

随着LED技术的深入,LED产品的可靠性日益受到了制造厂商及使用者的关注,如何提高LED的可靠性成为了LED研究的重点^[16-18].从可靠性的角度来看,大多数LED的失效现象主要为光输出功率以及电性能随着时间的推移逐渐退化,有关LED的失效机制研究主要集中在芯片的失效和封装材料的失效等方面^[7,19-20].LED封装胶是LED封装材料的总称,其俗称为LED胶水.LED在使用的过程中由于封装硅胶遭受外来污染物的腐蚀以及热膨胀系数差异等因素,造成LED气密性变差,进而影响到光、电、热、机械结构、材料特性等^[21],LED可靠性降低.因此研究和分析LED封装硅胶对LED失效机制的影响并提出控制方案以减少此类现象的发生,对于提高LED可靠性具有重要意义.

为了探究LED封装硅胶对LED失效性的影响,本文特选取LED封装硅胶失效案例进行了失效性分析,对样品进行异丙醇浸泡试验,利用傅里叶转换红外光谱分析(Fourier Transform Infrared Spectroscopy, FTIR)、气相色谱质谱联用仪(Gas Chromatography and Mass Spectrometry, GCMS)等测试手段分析LED失效的原因.

1 实验

为了探究醇类物质对LED灯珠封装气密性检测试验的影响程度,首先对样品灯珠进行异丙醇浸泡,在浸泡前确保样品灯珠封装胶与支架塑料间无缝隙,浸泡后使用红色中性笔油墨进行染色试验,染色、观察总

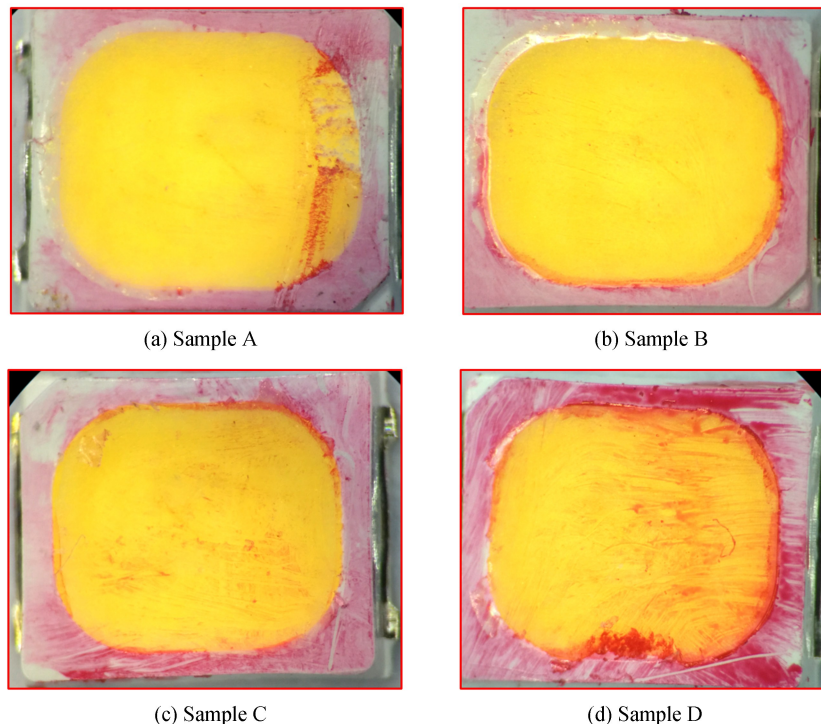


图1 异丙醇浸泡试验结果

Fig.1 Results of isopropanol immersion test

时间少于 1 min, 试验结果如图 1 所示, 样品 A 为试验前样品, 灯珠封装胶和支架杯壁间未产生剥离; 样品 B 和样品 C 在常温异丙醇溶液中浸泡两小时, 封装胶和支架杯壁间存在程度相近的剥离现象; 样品 D 在 80℃ 异丙醇溶液中浸泡两小时, 封装胶与支架杯壁间存在较为严重的剥离现象. 可见异丙醇浸泡试验后的 LED 灯珠封装胶易膨胀、硬度变软, 产生不同程度的剥离现象, 导致 LED 可靠性降低.

为了进一步地分析样品失效原因, 对来自天凯与百世迪案例中的失效胶水进行 FTIR 和 GCMS 分析, 最后根据各个分析结果得出样品的失效机理. 实验分析检测标准采用 GB/T17359-98 电子探针和扫描电镜 X 射线能谱定量分析方法通则以及 JY/T 010-1996 分析型扫描电子显微镜方法通则. 实验中使用的傅里叶转换红外光谱分析仪型号为 FTIR-7600, 气相色谱质谱联用仪的型号为 QP2010 Ultr, 扫描电镜的型号为 JSM-6010PLUS/LA.

2 结果与讨论

2.1 样品成分分析

普遍应用于 LED 封装气密性检测的红墨水含醇量可达 50% 以上, 为了研究气密性检测过程对 LED 封装胶的影响, 选取一组实验用红墨水和英雄牌红墨水进行 FTIR 对比分析, 实验结果如图 2, 观察图 2 上半部分红外吸收图谱得知, 实验用红墨水在 3280 cm^{-1} 附近存在羟基吸收峰; 图 2 下半部分英雄牌红墨水的红外吸收图谱显示在 3380 cm^{-1} 处出现强而宽的羟基吸收峰, 通过前面的实验可知醇类物质会使 LED 封装胶膨胀、硬度变软, 导致 LED 气密性变差, 可靠性降低.

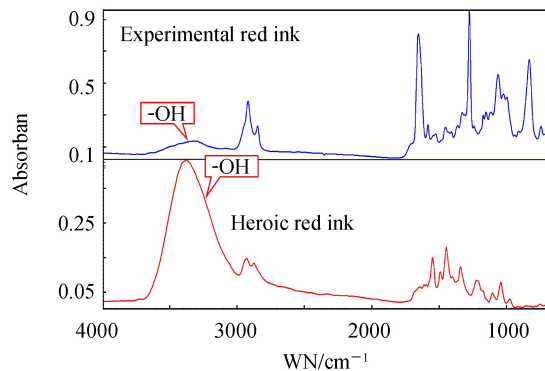


图 2 红墨水 FTIR 分析结果
Fig.2 FTIR analysis result of red ink

2.2 失效机理分析

在 LED 行业发展的过程中, 普遍存在封装气密性的问题, 由于各种因素的影响容易导致 LED 封装硅胶与封装支架之间粘接性能欠佳, 使得潮气通过两者的结合界面入侵, 从而出现气密性不良的问题^[22-23]. 在前面实验的基础上, 分析两组胶水失效的案例, 研究胶水开裂、剥离、分层、变软等异常情况产生的原因. 选取案例一中的失效胶水进行 14.936 min 分解峰值的 FTIR 分析, 实验结果如图 3, 图片上半部分为失效胶水的测试谱图, 观察发现, 其与苯甲醇的匹配度达 57.42%, 因此推测封装胶常温降解的物质中包含苯甲醇; 选取案例二中失效封装胶的裂解产物进行 GCMS 分析, 实验结果如图 4 所示, 分析发现 400℃ 时会出现少量的苯甲醇和大量苯氧烷烃的二聚体三聚体碎片, 且苯甲醇含有羟基, 与封装胶异常部位实验数据相匹配. 由于苯甲醇不是硅胶类封装胶的固有成分, 而灌封胶在受热情况下会有大量的苯甲醇挥发出来, 因此推断苯甲醇是经灌封胶挥发后入侵到硅胶多孔网状结构中, 由于化学不兼容性导致 LED 封装胶失效.

LED 封装胶主要包括环氧树脂和有机硅两大类, 而实验表明醇类物质会对环氧、有机硅起到溶胀作用, 当醇类或其他溶剂类物质靠近和环氧、有机硅胶具有相同或相似结构性能的物质时, 会形成较强的相互作用力, 溶剂物质可以扩散进入环氧、有机硅内部, 使其体积膨胀, 在宏观上表现为膨胀、结合面粘结性能变差、硬度下降等, 相对来讲, 该溶剂物质越接近环氧、有机硅特性, 越能产生较强的分子间作用力, 溶胀作用越明显. 受固化剂含量的影响, LED 封装胶分子链之间接触的紧密程度会存在差异, 因此醇类物质容易渗透到 LED 封装硅胶内部产生溶胀作用导致胶水失效. 因为普遍应用于 LED 封装气密性检测的红墨水均含有醇类物

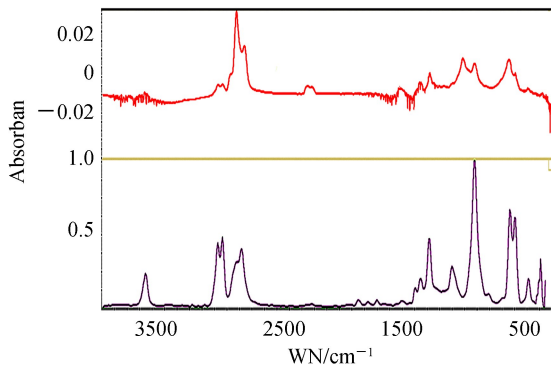


图3 胶水失效案例一 FTIR 分析结果

Fig.3 FTIR analysis result of glue failure case one

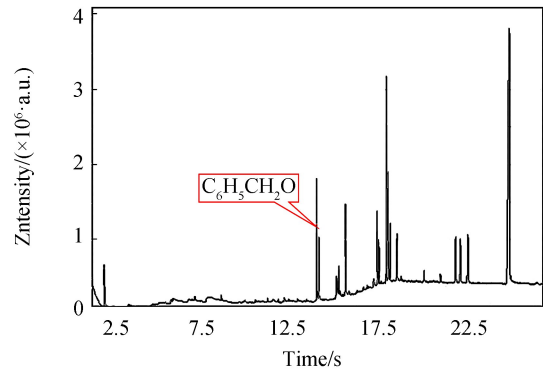


图4 胶水失效案例二 GCMS 分析结果

Fig.4 GCMS analysis result of glue failure case two

质,所以红墨水试验不适用于检测 LED 封装气密性。

为了进一步提高 LED 封装气密性检测的可靠性,选用型号为 Sono Scan D6000 的超声扫描显微镜 (Scanning Acoustic Microscope, SAM) 来观察灯珠封装缝隙,确定封装缺陷方位,并对其进行失效性分析, SAM 通过图像对比度判别材料内部声阻抗差异、确定缺陷形状和尺寸、确定缺陷方位.检测实验参考标准《IPC/JEDEC J-STD-035 非气密性封装元件的声学显微镜检查方法》.实验样品来自金鉴的胶水失效案例.实验结果如图 5 所示,样品 1 中 LED 封装胶和支架间无剥离现象;样品 2 和样品 3 中 LED 封装胶和支架在红色标记区域发生剥离;样品 4 和样品 5 是对检测区域进一步放大的结果,样品 4 显示 LED 封装胶和支架之间未产生剥离,样品 5 中的 LED 封装胶和支架在红色区域发生剥离,LED 灯珠气密性变差,可靠性降低。

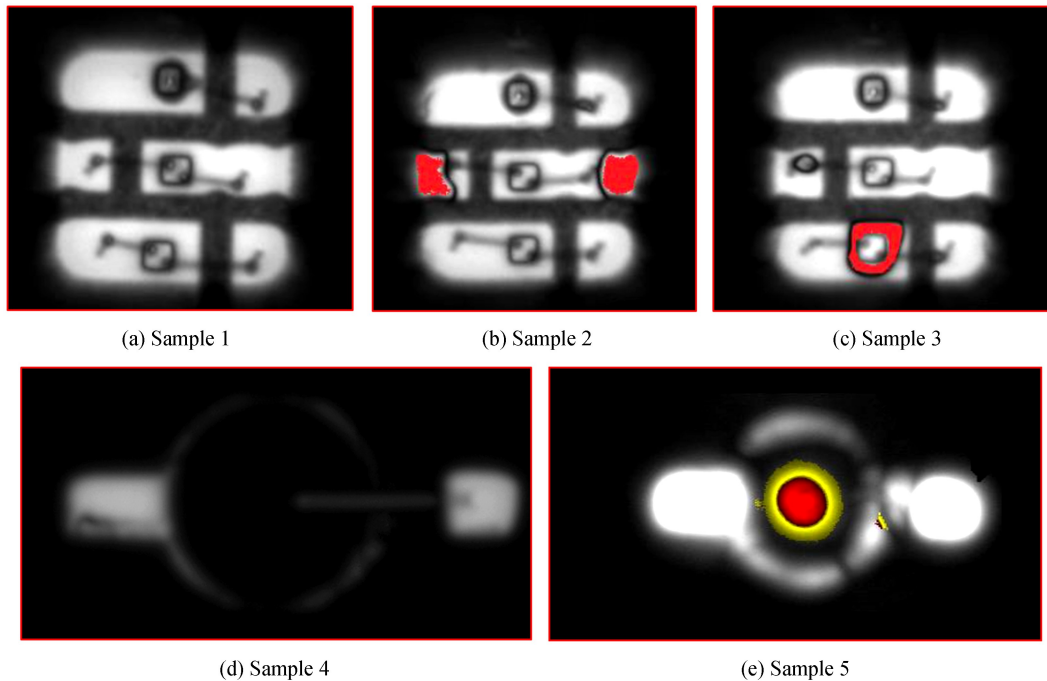


图5 LED 封装缝隙检测的 SAM 图片

Fig.5 SAM images of the package gap detection of LEDs

造成 LED 封装气密性差的因素主要有:一是界面材料具有不同的热膨胀系数,产生的热机械疲劳导致胶层出现裂缝或分层;二是粘接时胶水与基板界面存在气泡,这种缺陷既会减少接触面积,也会增加裂纹的产生;三是工艺缺陷导致胶水内部产生裂纹并扩展到界面.此外由于 LED 封装气密性检测过程中红墨水所含醇类物质与 LED 封装胶之间存在化学不兼容现象,会导致 LED 封装胶失效,LED 灯珠气密性变差,进而影响到光、电、热、机械结构、材料特性等,LED 可靠性降低。

灯珠封装裂纹和空洞会随着时间的推移逐渐扩展,导致界面上的粘结电阻增加甚至导致 LED 芯片断

路.由于裂缝的存在,粘结界面容易出现氧化腐蚀的现象,随着潮气的侵蚀,在杂质离子存在的情况下,具有不同电势的两种金属相互接触时,容易形成电化学腐蚀,导致界面金属层氧化或导电粒子氧化,形成绝缘氧化物,从而使某点接触电阻增加、粘接强度变弱^[24],致使LED表现出色温漂移、电参数漂移、死灯等失效模式,严重影响器件的寿命.

3 结论

LED失效机理的分析在LED研究和制造中都具有重要作用.为了探究LED封装胶对LED失效性的影响,本文特选取LED封装胶失效案例进行了失效性分析.分析步骤为:异丙醇试验,发现醇类物质与LED封装胶间存在化学不兼容性,导致封装胶失效,LED灯珠气密性变差,进而影响到光、电、热、机械结构、材料特性等,LED可靠性降低;然后对用于LED封装气密性检测的红墨水进行FTIR分析;接着用FTIR和GCMS分析LED封装胶的失效原因,利用SAM检测灯珠封装的缝隙;最后根据分析结果得出样品的失效机理.分析结果表明:LED灯珠封装气密性检测过程中所使用的红墨水和LED封装胶材料之间存在化学不兼容性,导致LED封装胶失效,LED灯珠气密性变差,器件寿命减少,LED可靠性降低;因此,在LED的生产制造过程中,也需要去避免气密性检测材料和封装材料之间的化学不兼容性,增加LED的可靠性.

参考文献

- [1] FU Min, WEN Shang-sheng, XIA Yun-yun, *et al.* Failure analysis of GaN-based light-emitting diode with hole vertical structure[J]. *Acta Physica Sinica*, 2017, **66**(4):048501.
符民,文尚胜,夏云云,等. GaN基通孔垂直结构的发光二极管失效分析[J]. 物理学报, 2017, **66**(4):048501.
- [2] SHI Xiang-liu, XINH Yun-li, XIANG Long-yu, *et al.* A route for white LED package using luminescent low-temperature cofired ceramics[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, **655**:203-207.
- [3] BALAJI D, KAVIRASU K, DURAIRUJAN A, *et al.* Photoluminescence properties of novel Sm³⁺ and Dy³⁺ co-activated CsGd(WO₄)₂ phosphors[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, **637**:350-360.
- [4] LIU Xin, FANG Wen-xiao. Analysis on the failure modes and mechanisms of LED packaging[C]. 2012 International Conference on Electronic Packaging Technology & High Density Packaging, 2012: 1500-1502.
- [5] FU Min, WEN Shang-sheng, CHEN Hao-wei, *et al.* LSD analysis based on multiple LED light quality ratio on growth of aloe[J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2016, **37**(3):366-371.
符民,文尚胜,陈浩伟,等. 基于LSD分析LED多重光质对比对芦荟生长的影响[J]. 发光学报, 2016, **37**(3):366-371.
- [6] MYUNG W, MIN K, YONGIL Ki, *et al.* Effect of Ag content on the reliability of LED package component with Sn-Bi-Ag solder[J]. *Mater Electron*, 2015, **26**(11):8707-8713.
- [7] MOONHWAN C, DIGANTA D, VARDE P, *et al.* Light emitting diodes reliability review [J]. *Microelectronics Reliability*, 2012, **52**(5):762-782.
- [8] ZOU Shui-ping, WU Bai-xi, WAN Zhen-ping, *et al.* Effect of current-temperature stress on the reliability of GaN LED [J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2016, **37**(1):124-129.
邹水平,吴柏禧,万珍平,等. 电-热应力对GaN基白光LED可靠性的影响[J]. 发光学报, 2016, **37**(1):124-129.
- [9] XUE Zheng-qun, HUANG Sheng-rong, ZHANG Bao-ping, *et al.* Analysis of failure mechanism of GaN-based white light-emitting diode[J]. *Acta Physica Sinica*, 2010, **59**(7):5002-5009.
薛正群,黄生荣,张保平,等. GaN基白光发光二极管失效机理分析[J]. 物理学报, 2010, **59**(7):5002-5009.
- [10] XIE Qian-wen. LED packaging and reliability research[D]. Chengdu: University of Electronic Science and Technology of China, 2012.
谢倩雯. LED封装及可靠性研究[D].成都:电子科技大学, 2012.
- [11] GAO Chuan-hua, JIANG Hao, HAN Zhi-yuan, *et al.* Preparation and properties of high performance and high refractive index silicone encapsulant for LED[J]. *Silicon Material*, 2016, **30**(3):207-211.
高传花,江昊,韩志远,等. 高折射率LED封装胶的制备及性能研究[J]. 有机硅材料, 2016, **30**(3):207-211.
- [12] ZHUANG Wei, WEN Jing, WEN Yu-mei, *et al.* Experimental research on the ideality factor of LED chips in packaging[J]. *Journal of Optoelectronics, Laser*, 2011, **22**(9):1290-1294.
庄伟,文静,王玉梅,等. 封装过程中LED芯片理想因子的实验研究[J]. 光电子激光, 2011, **22**(9):1290-1294.
- [13] WU Qi-bao, QING Shuang-gui, XIONG Tao, *et al.* Current situation of high-power LED encapsulant [J]. *Technology & Development of Chemical Industry*, 2009, **38**(2):15-17.
吴启保,青双桂,熊陶,等. 大功率LED器件封装材料的研究现状[J]. 化工技术与开发, 2009, **38**(2):15-17.
- [14] ZHANG Bao-tan, LI Ru, CHEN Xiu-ning, *et al.* Advanced progress of LED encapsulation materials [J]. *New Chemical Materials*, 2010, **38**(4):23-27.
张保坦,李茹,陈修宁,等. LED封装材料的研究进展[J]. 化工新型材料, 2010, **38**(4):23-27.

- [15] TSAO J Y. Solid-state lighting[J]. *IEEE Circuits & Devices*, 2004, **20**(3):28-37.
- [16] XIAO Cheng-di, LIU Chun-jun, LIU Wei-dong, *et al.* Reliability assessment of LED lamp based on acceleration degradation test[J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2014, **35**(9):1143-1151.
肖承地,刘春军,刘卫东,等. 基于加速性能退化的LED灯具可靠性评估[J]. *发光学报*, 2014, **35**(9):1143-1151.
- [17] DONG Li, LIU Hua, WANG Yao, *et al.* Reliability of light source modeling for distribution design on compact LED[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2014, **43**(2):0222003.
董丽,刘华,王尧,等. 紧凑型LED配光设计中光源模型可靠性研究[J]. *光子学报*, 2014, **43**(2):0222003.
- [18] MATTEO M, LORENZO T, GAUDENZIO M, *et al.* A review on the reliability of GaN-based LEDs[J]. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, 2008, **8**(2):323-331.
- [19] MENEGHINI M, LORENZO T, ZEHNDER U, *et al.* High-temperature degradation of GaN LEDs related to passivation[J]. *IEEE Transactions on Device and Materials Reliability*, 2006 **53**(12):2981-2987.
- [20] GUO Chun-sheng, ZHANG Yan-feng, WAN Ning, *et al.* The investigation of LED degradation model based on the chemical kinetics[J]. *Acta Physica Sinica*, 2013, **62**(21):218503.
郭春生,张燕峰,万宁,等. 基于反应动力学的GaN LED参数退化模型的研究[J]. *物理学报*, 2013, **62**(21):218503.
- [21] ZHENG Zhi-bin. Impact of LED epoxy casting process on its reliability[J]. *Reliability*, 2012, **37**(6):479-488.
郑智斌. LED环氧灌封工艺对其可靠性的影响[J]. *可靠性*, 2012, **37**(6):479-488.
- [22] WU Bu-long. Effect of environmental conditions and packaging process on reliability and uniformity of high power LED [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2012.
- [23] CHEN Hua, ZHOU Xing-lin, TANG Wen, *et al.* Thermal design of high power remote phosphor white LED package [J]. *Chinese Journal of Luminescence*, 2017, **38**(1): 97-102.
陈华,周兴林,汤文,等. 大功率远程荧光粉型白光LED散热封装设计[J]. *发光学报*, 2017, **38**(1): 97-102.
- [24] TAN C W, CHAN Y C, YEUNG N H. Effect of autoclave test on anisotropic conductive joints[J]. *Microelectronics Reliability*, 2003, **43**(2):279-285.

Foundation item: Science and Technology Plan Programs of Guangdong Province (Nos.2017B010114001,201704030140,2015B010127004), Special Application of Science and Technology Research and Development in Guangdong Province (No.2015B010134001), Research and Cooperation with Major Innovation Projects of Guangzhou City (Nos.201604040004, 201604016010), Sail Plan Special Innovative Entrepreneurial Teams in Guangdong Province (No.2015YT02C093), Science and Technology Plan Programs of Zhongshan (Nos.2016A1009,2017C1011)

引用格式:WEN Shang-sheng, PENG Xing, MA Bing-xu, *et al.* Effect of Alcohol on Air Tightness of LED Silicone Encapsulation[J]. *Acta Photonica Sinica*, 2018, **47**(8):0823002

文尚胜,彭星,马丙戌,等.醇类物质对LED硅胶封装气密性的影响[J].*光子学报*,2018,**47**(8):0823002