



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0153987
(43) 공개일자 2024년10월24일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 83/04 (2006.01) C08G 77/12 (2006.01)
C08G 77/20 (2006.01) C08K 3/013 (2018.01)
C08K 3/08 (2006.01) C08K 3/22 (2006.01)
C08K 5/5419 (2006.01) C08L 83/06 (2006.01)
- (52) CPC특허분류
C08L 83/04 (2013.01)
C08G 77/12 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2024-7027586
- (22) 출원일자(국제) 2023년02월03일
심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2024년08월16일
- (86) 국제출원번호 PCT/JP2023/003586
- (87) 국제공개번호 WO 2023/162636
국제공개일자 2023년08월31일
- (30) 우선권주장
JP-P-2022-029345 2022년02월28일 일본(JP)

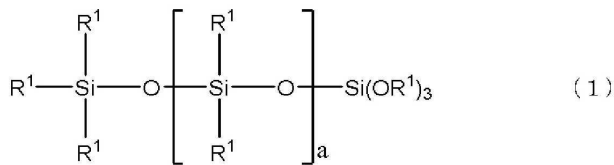
- (71) 출원인
신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤
일본 도쿄도 치요다쿠 마루노우치 1초메 4반 1코
- (72) 발명자
쿠보노, 토코
일본, 군마 3790224, 안나카-시, 마즈이다-마치, 히토미, 1-10, 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤, 실리콘 전자 재료 연구센터내
- (74) 대리인
특허법인씨엔에스

전체 청구항 수 : 총 11 항

(54) 발명의 명칭 열전도성 실리콘 조성물

(57) 요약

본 발명은, (A)1분자 중에 적어도 2개의 알케닐기를 갖는 오가노폴리실록산: 100질량부, (B)1분자 중에 적어도 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산: (B)성분의 (Si-H기의 개수)/(A)성분의 (알케닐기의 개수)가 0.5~3.0이 되는 양, (C)열전도성 분말을 1종류 이상 포함하는 충전제: 800~20,000질량부, (D)식(1)의 가수분해성 오가노폴리실록산: 20~400질량부, (E)식(2)R_b²Si(OR³)_{4-b}로 표시되는 오가노실란: 0.01~100질량부, (F)백금 또는 백금 화합물: 백금원자가 (A)성분의 0.1~500ppm, (G)반응제어제: 0.01~1질량부를 포함하는 열전도성 실리콘 조성물이다. 이에 따라, 고온 고습하에서도 열저항값이 악화되지 않고, 고온하에서도 고탄성률화되지 않으며, 보이드가 발생하지 않는 높은 열전도율의 열전도성 실리콘 조성물이 제공된다.



(52) CPC특허분류

C08G 77/20 (2013.01)

C08K 3/013 (2018.01)

C08K 3/08 (2013.01)

C08K 3/22 (2013.01)

C08K 5/5419 (2013.01)

C08L 83/06 (2013.01)

C08K 2003/0812 (2013.01)

C08K 2003/2296 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

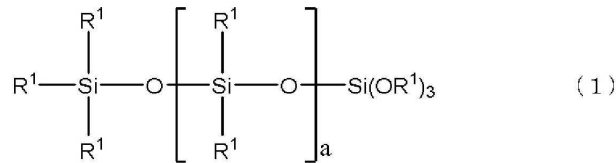
(A) 1분자 중에 적어도 2개의 알케닐기를 갖는 오가노폴리실록산: 100질량부

(B) 1분자 중에 적어도 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산: 상기 (B)성분의 Si-H기의 개수와, 상기 (A)성분의 알케닐기의 개수비(Si-H기의 개수)/(알케닐기의 개수)가 0.5~3.0이 되는 양

(C) 열전도성 분말을 1종류 이상 포함하는 충전제: 800~20,000질량부

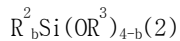
(D) 하기 일반식(1)로 표시되는 가수분해성 오가노폴리실록산: 20~400질량부

[화학식 1]



(식 중의 R¹은 치환기를 갖고 있을 수도 있는 탄소수 1~10의 1가 탄화수소기를 나타내고, 각각의 R¹은 동일할 수도 상이할 수도 있다. 또한, a는 5~100이다.)

(E) 하기 일반식(2)로 표시되는 오가노실란: 0.01~100질량부



(식 중, R²는 탄소수 14~20의, 치환기를 갖고 있을 수도 있는 포화 또는 불포화의 1가 탄화수소기, 에폭시기, (메트)아크릴기 중에서 선택되는 1종류 이상의 기이고, R³은 탄소수 1~6의 알킬기이다. b는 1~3의 정수이다.)

(F) 백금 또는 백금 화합물의 촉매: 백금원자로서 상기 (A)성분의 0.1~500ppm이 되는 양

(G) 반응제어제: 0.01~1질량부

를 포함하는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서,

상기 (A)성분의 점도는 25°C에서 10~100,000mm²/s인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서,

상기 (C)성분은 알루미늄 분말과 산화아연 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (E)성분의 상기 R²는 탄소수 14~20의 알킬기인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (E)성분의 상기 R²는 탄소수 16~20의 알킬기인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 (G)성분은 아세틸렌 화합물, 질소 화합물, 유기 인 화합물, 옥심 화합물, 및 유기 클로로 화합물 중 어느 하나 이상을 포함하는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 열전도성 실리콘 조성물은, 25℃에 있어서의 점도가 50~1,000Pa·s의 범위인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 열전도성 실리콘 조성물의 경화물은, 고속가속수명 시험(130℃, 습도 85%, 96h) 후에도, 열저항값이, 고속가속수명 시험 전과 비교하여 1.5mm²·K/W 이상 높아지지 않는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 열전도성 실리콘 조성물을 유리판 2매에 끼우고, 150℃, 60분으로 경화시킨 경화물은, 260℃에서 5분간 가열하는 공정을 5회 반복한 후에 보이드가 관측되지 않는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 열전도성 실리콘 조성물의 경화물은, 25℃에 있어서 AskerC로 10 이상의 경도인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 열전도성 실리콘 조성물의 경화물은, 260℃의 챔버에 5분간 넣은 후에 취출하는 공정을 3회 반복하는 가열 시험을 실시해도, 상기 가열시험 실시 전으로부터 인장탄성률이 20MPa 이상 상승하지 않는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 조성물.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은, 열전도성 실리콘 조성물(열전도성 부가경화형 실리콘 조성물)에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 프린트 배선기판 상에 실장되는 전자부품인 CPU 등의 IC 패키지는, 사용시의 발열로 인한 온도상승에 의해 성능이 저하되거나 파손되거나 하는 경우가 있기 때문에, 종래, IC 패키지와 방열핀 등의 사이에 열전도성이 좋은 방열 시트나 방열 그리스가 이용되고 있다(특허문헌 1~특허문헌 6).

[0003] 특히 방열 그리스는 CPU나 방열핀 등의 부재 표면의 요철에 영향을 받는 일 없이, 그들 피착면에 추수, 밀착할 수 있기 때문에 높은 성능을 발휘할 수 있다. 최근에는, 높은 방열성능이 필요해지기 때문에, 다량의 열전도성 필러를 충전한 방열 그리스가 사용되는 경향이 있는데, 다량의 필러를 충전하고 있기 때문에, 고온 고습하에 노출되면, 방열 그리스의 열화가 진행되고, 피복면에 대한 추중이나 밀착이 불충분해져, 열저항값이 악화되거나,

보이드가 발생하는 문제가 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0004] (특허문헌 0001) 일본특허공개 2002-003718호 공보
- (특허문헌 0002) 일본특허공개 2002-327116호 공보
- (특허문헌 0003) 일본특허공개 2008-031336호 공보
- (특허문헌 0004) 일본특허공개 2013-091726호 공보
- (특허문헌 0005) 일본특허공개 2015-078296호 공보
- (특허문헌 0006) 일본특허공개 2015-183184호 공보

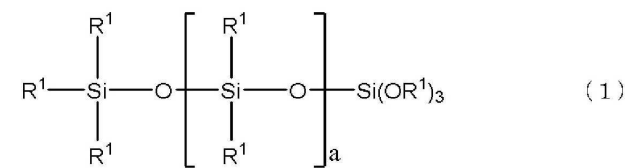
발명의 내용

해결하려는 과제

- [0005] 본 발명은, 상기 사정을 개선한 것으로, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값이 악화되지 않고, 고온하에 노출되어도 고탄성률화되지 않으며, 보이드가 발생하지 않는 높은 열전도율을 갖는 열전도성 실리콘 조성물을 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

- [0006] 상기 과제를 해결하기 위해, 본 발명에서는,
- [0007] (A)1분자 중에 적어도 2개의 알케닐기를 갖는 오가노폴리실록산: 100질량부
- [0008] (B)1분자 중에 적어도 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는 오가노하이드로젠폴리실록산: 상기 (B)성분의 Si-H기의 개수와, 상기 (A)성분의 알케닐기의 개수비(Si-H기의 개수)/(알케닐기의 개수)가 0.5~3.0이 되는 양
- [0009] (C)열전도성 분말을 1종류 이상 포함하는 충전제: 800~20,000질량부
- [0010] (D)하기 일반식(1)로 표시되는 가수분해성 오가노폴리실록산: 20~400질량부
- [0011] [화학식 1]



- [0012]
- [0013] (식 중의 R¹은 치환기를 갖고 있을 수도 있는 탄소수 1~10의 1가 탄화수소기를 나타내고, 각각의 R¹은 동일할 수도 상이할 수도 있다. 또한, a는 5~100이다.)
- [0014] (E)하기 일반식(2)로 표시되는 오가노실란: 0.01~100질량부
- [0015] R²_bSi(OR³)_{4-b}(2)
- [0016] (식 중, R²는 탄소수 14~20의, 치환기를 갖고 있을 수도 있는 포화 또는 불포화의 1가 탄화수소기, 에폭시기, (메트)아크릴기 중에서 선택되는 1종류 이상의 기이고, R³은 탄소수 1~6의 알킬기이다. b는 1~3의 정수이다.)
- [0017] (F)백금 또는 백금 화합물의 촉매: 백금원자로서 상기 (A)성분의 0.1~500ppm이 되는 양

- [0018] (G)반응제어제: 0.01~1질량부
- [0019] 를 포함하는 열전도성 실리콘 조성물을 제공한다.
- [0020] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값이 높아져 악화되지 않고, 고온하에 노출되어도 고탄성률화되지 않으며, 보이드가 발생하지 않는 높은 열전도율을 갖는 열전도성 실리콘 조성물을 제공할 수 있다.
- [0021] 또한, 상기 (A)성분의 점도는 25℃에서 10~100,000mm²/s인 것이 바람직하다.
- [0022] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 보존안정성이 좋고, 신전성(伸展性)도 양호하다.
- [0023] 또한, 상기 (C)성분은 알루미늄 분말과 산화아연 분말을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0024] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 안정성이 좋아, 오일분리가 일어나지 않는다.
- [0025] 또한, 상기 (E)성분의 상기 R²는 탄소수 14~20의 알킬기인 것이 바람직하다.
- [0026] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 휘발하기 어려워 고온하에서 보이드가 발생하지 않고, 취급하기 쉬우며 저온특성이 저하되지 않는다.
- [0027] 또한, 상기 (E)성분의 상기 R²는 탄소수 16~20의 알킬기인 것이 바람직하다.
- [0028] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 더욱 휘발하기 어려워 고온하에서 보이드가 발생하지 않고, 취급하기 쉬우며 저온특성이 저하되지 않는다.
- [0029] 또한, 상기 (G)성분은 아세틸렌 화합물, 질소 화합물, 유기 인 화합물, 옥심 화합물, 및 유기 클로로 화합물 중 어느 하나 이상을 포함하는 것이 바람직하다.
- [0030] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 실온에서의 하이드로실릴화 반응의 진행을 억제하여, 션프 라이프, 포트 라이프를 연장시킬 수 있다.
- [0031] 또한, 상기 열전도성 실리콘 조성물은, 25℃에 있어서의 점도가 50~1,000Pa·s의 범위인 것이 바람직하다.
- [0032] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 보존시에 열전도성 충전제가 침강하지 않기 때문에 불균일해지지 않고, 신전성이 있어 작업효율이 떨어지지 않는다.
- [0033] 또한, 상기 열전도성 실리콘 조성물은, 그의 경화물이, 고속가속수명 시험(130℃, 습도 85%, 96h) 후에도, 열저항값이, 고속가속수명 시험 전과 비교하여 1.5mm²·K/W 이상 높아지지 않는 것이 바람직하다.
- [0034] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 장기적으로 열저항성능을 지속할 수 있다.
- [0035] 또한, 상기 열전도성 실리콘 조성물은, 상기 열전도성 실리콘 조성물을 유리관 2매에 끼우고, 150℃, 60분으로 경화시킨 경화물이, 260℃에서 5분간 가열하는 공정을 5회 반복한 후에 보이드가 관측되지 않는 것이 바람직하다.
- [0036] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 고온하에서도 보이드의 발생을 억제할 수 있다.
- [0037] 또한, 상기 열전도성 실리콘 조성물은, 그의 경화물이, 25℃에 있어서 AskerC로 10 이상의 경도인 것이 바람직하다.
- [0038] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 가열 후의 경화물이 물러지지 않아 파손되지 않는다.
- [0039] 또한, 상기 열전도성 실리콘 조성물의 경화물이, 260℃의 챔버에 5분간 넣은 후에 취출하는 공정을 3회 반복하는 가열시험을 실시해도, 상기 가열시험 실시 전으로부터 인장탄성률이 20MPa 이상 상승하지 않는 것이 바람직하다.
- [0040] 이러한 열전도성 실리콘 조성물이면, 고온하에 노출되어도 인장탄성률이 높아지는 것을 억제할 수 있다.

발명의 효과

- [0041] 이상과 같이, 본 발명의 열전도성 실리콘 조성물이면, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값이 악화되지 않고, 고온하에 노출되어도 고탄성률화되지 않으며, 보이드가 발생하지 않는 높은 열전도율을 갖는 열전도성 실리콘 조

성물을 제공할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0042] 상기 서술한 바와 같이, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값이 상승하여 악화되지 않고, 고온하에 노출되어도 고탄성물화되지 않으며, 보이드가 발생하지 않는 높은 열전도율을 갖는 열전도성 실리콘 조성물과 그의 경화물의 개발이 요구되고 있었다.

[0043] 본 발명자들은, 상기 과제에 대하여 예의 검토를 거듭한 결과, 상기 목적을 달성하기 위해, (A)1분자 중에 적어도 2개의 알케닐기를 갖는 오가노폴리실록산과, (B)1분자 중에 적어도 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는 오가노하이드로겐폴리실록산을 포함하는 부가반응 경화형의 실리콘 조성물에 있어서, 열전도성 분말을 1종류 이상 포함하는 충전제를 배합하고, 또한 일반식(2)로 표시되는 장쇄 알킬기를 갖는 오가노실란을 배합함으로써, 충전제의 충전량을 증가시킬 수 있고, 그 결과 충분한 열전도율이 얻어짐과 함께, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값이 악화되지 않고, 고온하에 노출되어도 보이드가 발생하지 않는 열전도성 실리콘 조성물이 얻어지는 것을 발견하여, 본 발명을 완성시켰다.

[0044] 즉, 본 발명은,

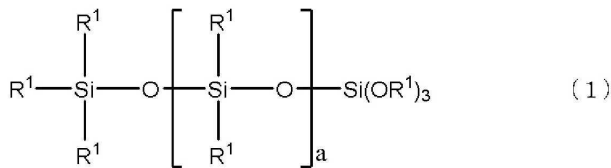
[0045] (A)1분자 중에 적어도 2개의 알케닐기를 갖는 오가노폴리실록산: 100질량부

[0046] (B)1분자 중에 적어도 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는 오가노하이드로겐폴리실록산: 상기 (B)성분의 Si-H기의 개수와, 상기 (A)성분의 알케닐기의 개수비(Si-H기의 개수)/(알케닐기의 개수)가 0.5~3.0이 되는 양

[0047] (C)열전도성 분말을 1종류 이상 포함하는 충전제: 800~20,000질량부

[0048] (D)하기 일반식(1)로 표시되는 가수분해성 오가노폴리실록산: 20~400질량부

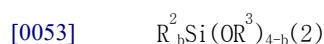
[0049] [화학식 2]



[0050]

[0051] (식 중의 R¹은 치환기를 갖고 있을 수도 있는 탄소수 1~10의 1가 탄화수소기를 나타내고, 각각의 R¹은 동일할 수도 상이할 수도 있다. 또한, a는 5~100이다.)

[0052] (E)하기 일반식(2)로 표시되는 오가노실란: 0.01~100질량부



[0054] (식 중, R²는 탄소수 14~20의, 치환기를 갖고 있을 수도 있는 포화 또는 불포화의 1가 탄화수소기, 에폭시기, (메트)아크릴기 중에서 선택되는 1종류 이상의 기이고, R³은 탄소수 1~6의 알킬기이다. b는 1~3의 정수이다.)

[0055] (F)백금 또는 백금 화합물의 촉매: 백금원자로서 상기 (A)성분의 0.1~500ppm이 되는 양

[0056] (G)반응제어제: 0.01~1질량부

[0057] 를 포함하는 열전도성 실리콘 조성물이다.

[0058] 이하, 본 발명에 대하여 상세히 설명하는데, 본 발명은 이들로 한정되는 것은 아니다.

[0059] [열전도성 실리콘 조성물]

[0060] ((A)성분)

[0061] 본 발명의 열전도성 실리콘 조성물을 구성하는 (A)성분인 오가노폴리실록산은, 규소원자에 직결된 알케닐기를 1분자 중에 적어도 2개 갖는 것이며, 직쇄상이어도 분지상이어도 되고, 또한 2종 이상의 상이한 점도의 혼합물이어도 된다.

- [0062] 알케닐기로는, 비닐기, 알릴기, 프로페닐기, 이소프로페닐기, 1-부테닐기, 1-헥세닐기, 시클로헥세닐기, 옥테닐기 등을 들 수 있다. 이들 기의 수소원자의 일부 또는 전부를 불소, 브롬, 염소 등의 할로겐원자, 시아노기 등으로 치환한 것, 예를 들어 클로로메틸기, 클로로프로필기, 브로모에틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 시아노에틸기 등도 예시된다. 합성의 용이함, 비용 면에서 특히 바람직하게는 비닐기이다.
- [0063] 규소원자에 결합하는 잔여의 관능기로는, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 네오펜틸기, 헥실기, 시클로헥실기, 옥틸기, 노닐기, 데실기, 도데실기 등의 알킬기, 페닐기, 톨릴기, 자일릴기, 나프틸기 등의 아릴기, 벤질기, 페닐에틸기, 2-페닐프로필기 등의 아랄킬기가 예시된다. 이들 중, 합성의 용이함, 비용 면에서 메틸기가 특히 바람직하다.
- [0064] 이 경우, 적어도 2개는 알케닐기(특히 탄소수 2~8인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 2~6이다)인 것이 필요하다. 알케닐기의 개수의 상한은, 특별히 한정되지 않는데, (A)성분인 오가노폴리실록산의 분자의 조성에 따라 결정되는 것이고, 전형적으로는 9개이다. 이 알케닐기는, 분자쇄 말단의 규소원자에 결합해 있어도, 분자쇄 도중의 규소원자에 결합해 있어도, 양자에 결합해 있어도 되는데, 조성물의 경화속도, 경화물의 물성 등의 점에서, 본 발명에서 이용하는 오가노폴리실록산은, 적어도 분자쇄 말단의 규소원자에 결합한 알케닐기를 포함한 것이 바람직하다.
- [0065] 상기 (A)성분인 오가노폴리실록산의 25℃에 있어서의 점도는, 특별히 한정되지 않는데, 10mm²/s 이상이면 조성물의 보존안정성이 좋고, 100,000mm²/s 이하이면 얻어지는 조성물의 신전성이 양호하기 때문에, 10~100,000mm²/s의 범위가 바람직하고, 보다 바람직하게는 100~80,000mm²/s의 범위이다.
- [0066] 본 발명에 있어서, 동점도는, 우베로데형 오스트발트 점도계에 의해 측정된 25℃에 있어서의 값이다(이하, 동일).
- [0067] ((B)성분)
- [0068] (B)성분은, 하기 평균조성식(3)으로 표시되고, 1분자 중에 적어도 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는 오가노하이드로겐폴리실록산이다. 이 오가노하이드로겐폴리실록산이 1분자 중에 갖는 규소원자 결합 수소원자는, 바람직하게는 3~100개, 보다 바람직하게는 3~50개, 더욱 보다 바람직하게는 3~20개이다.
- [0069] $R^4_c H_d SiO_{(4-c-d)/2} (3)$
- [0070] (식 중, R⁴는 지방족 불포화결합을 갖지 않는 비치환 또는 치환된 1가 탄화수소기이고, 또한, c는 0.7~2.2, d는 0.001~0.5이고, 또한 c+d가 0.8~2.5를 만족시키는 양수이다.)
- [0071] 상기 식(3) 중, R⁴는 독립적으로 지방족 불포화결합을 포함하지 않는 비치환 또는 치환된 1가 탄화수소기이고, 그 탄소원자수는, 특별히 한정되지 않는데, 바람직하게는 통상 1~10, 보다 바람직하게는 1~6이다. 그 구체예로는, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 네오펜틸기, 헥실기, 시클로헥실기, 옥틸기, 노닐기, 데실기 등의 알킬기; 페닐기, 톨릴기, 자일릴기, 나프틸기 등의 아릴기; 벤질기, 페닐에틸기, 페닐프로필기 등의 아랄킬기; 이들 기의 수소원자의 일부 또는 전부를, 염소, 브롬, 불소 등의 할로겐원자로 치환한 3,3,3-트리플루오로프로필기 등을 들 수 있다. 그 중에서도 바람직하게는 알킬기, 아릴기, 3,3,3-트리플루오로프로필기이고, 보다 바람직하게는 메틸기, 페닐기, 3,3,3-트리플루오로프로필기이다.
- [0072] 또한, c는 0.7~2.2의 양수인 것이 바람직하고, 1.0~2.1의 양수인 것이 보다 바람직하다. d는 0.001~0.5의 양수인 것이 바람직하고, 0.005~0.1의 양수인 것이 보다 바람직하다. c+d는 0.8~2.5의 범위인 것이 바람직하고, 1.0~2.5의 범위를 만족시키는 것이 보다 바람직하고, 1.5~2.2의 범위를 만족시키는 것이 더욱 보다 바람직하다.
- [0073] (B)성분인 오가노하이드로겐폴리실록산의 1분자 중의 규소원자의 수(즉, 중합도)는, 특별히 한정되지 않는데, 통상 10~1,000개가 바람직하고, 조성물의 취급작업성 및 얻어지는 경화물의 특성이 양호해지는 점에서, 보다 바람직하게는 20~500개, 더욱 보다 바람직하게는 20~100개이다.
- [0074] (B)성분인 오가노하이드로겐폴리실록산의 분자구조는, 상기 요건을 만족시키는 것이면 특별히 한정되지 않고, (B)성분인 오가노하이드로겐폴리실록산의 점도도 특별히 한정되지 않는데, 통상, 1~10,000mPa·s가 바람직하고, 보다 바람직하게는 3~2,000mPa·s, 더욱 보다 바람직하게는 10~1,000mPa·s이고, 실온(25℃)에서 액상인 것이

바람직하다.

[0075] 상기 식(3)으로 표시되는 오가노하이드로겐폴리실록산으로는, 예를 들어, 메틸하이드로겐실록산·디메틸실록산 환상 공중합체, 양 말단 디메틸하이드로겐실록시기 봉쇄 메틸하이드로겐폴리실록산, 양 말단 디메틸하이드로겐 실록시기 봉쇄 메틸하이드로겐·디메틸실록산 공중합체, 양 말단 디메틸하이드로겐실록시기 봉쇄 메틸하이드로 겐·디페닐실록산 공중합체, 양 말단 디메틸하이드로겐실록시기 봉쇄 메틸하이드로겐·디메틸실록산·디페닐실록 산 공중합체, 양 말단 트리메틸실록시기 봉쇄 메틸하이드로겐폴리실록산, 양 말단 트리메틸실록시기 봉쇄 디메 틸실록산·메틸하이드로겐실록산 공중합체, 양 말단 트리메틸실록시기 봉쇄 메틸하이드로겐실록산·디페닐실록산 공중합체, 양 말단 트리메틸실록시기 봉쇄 메틸하이드로겐실록산·디페닐실록산·디메틸실록산 공중합체, $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위와 $(CH_3)_2HSiO$ 단위와 $CH_3SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체, $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위와 $(C_6H_5)_2SiO$ 단위와 $(CH_3)_2SiO$ 단위와 $CH_3SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체, $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위와 $(CH_3)_2SiO$ 단위와 $C_6H_5SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체, $(CH_3)(CF_3C_2H_4)HSiO_{1/2}$ 단위와 $(CH_3)(CF_3C_2H_4)SiO$ 단위와 $CH_3SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체, $(CH_3)(CF_3C_2H_4)HSiO_{1/2}$ 단위와 $(CH_3)(CF_3C_2H_4)SiO$ 단위와 $(CH_3)_2SiO$ 단위와 $CH_3SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체, $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위와 $(CH_3)(CF_3C_2H_4)SiO$ 단위와 $(CH_3)_2SiO$ 단위와 $CH_3SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체, $(CH_3)_2HSiO_{1/2}$ 단위와 $(CH_3)(CF_3C_2H_4)SiO$ 단위와 $(CH_3)_2SiO$ 단위와 $(CF_3C_2H_4)SiO_{3/2}$ 단위로 이루어지는 공중합체 등을 들 수 있다.

[0076] (B)성분인 오가노하이드로겐폴리실록산은, 1종 단독으로 이용해도 2종 이상을 병용해도 된다. 또한, 이 오가노 하이드로겐폴리실록산은, 종래 공지의 방법으로 합성된다.

[0077] (B)성분의 배합량은, (A)성분 중의 알케닐기의 수에 대한 (B)성분 중의 Si-H기의 수의 비, 즉 {Si-H기의 개 수}/{(A)성분의 알케닐기의 개수}가 0.5보다 작으면 충분한 망상 구조를 취할 수 없어 경화 후에 필요한 경도가 얻어지지 않기 때문에, 보이드가 발생할 우려가 있고, 3.0보다 크면 미반응의 Si-H기가 수분 등에 의해 잉여의 가교반응을 일으켜 딱딱해지고, 조성물의 유연성이 상실되는 것에 더하여, 고속가속수명 시험 후의 열저항값의 악화가 현저하므로, 0.5~3.0의 범위일 필요가 있고, 바람직하게는 0.6~2.0의 범위이다.

[0078] ((C)성분)

[0079] 본 발명의 (C)성분인 충전제는, 본 발명의 조성물에 열전도성을 부여하기 위한 것이며, 열전도성 분말을 1종류 이상 포함한다. (C)성분의 열전도율은 $10W/m \cdot ^\circ C$ 이상이면, 조성물의 열전도성을 충분히 확보할 수 있기 때문 에, $10W/m \cdot ^\circ C$ 이상의 열전도율을 갖는 열전도성 분말을 포함하는 것이 바람직하다.

[0080] 본 발명의 (C)성분인 충전제에 사용되는 분말의 종류로서 알루미늄 분말과 산화아연 분말을 이용하는 것이 바람 직하다. 알루미늄 분말의 평균입경이 $0.1\mu m$ 이상이면, 얻어지는 조성물의 점도가 지나치게 높아지지 않아, 신 전성을 확보할 수 있고, $100\mu m$ 이하이면, 얻어지는 조성물이 불균일해지지 않기 때문에, 특별히 한정되지 않는 데, 바람직하게는 $0.1\sim 100\mu m$ 의 범위, 보다 바람직하게는 $1\sim 50\mu m$ 의 범위이다.

[0081] 또한, 상기 산화아연 분말의 평균입경은, $0.1\mu m$ 이상이면, 얻어지는 조성물의 점도가 지나치게 높아지지 않아, 신전성을 확보할 수 있고, $5\mu m$ 이하이면, 얻어지는 조성물이 불균일해지지 않기 때문에, 특별히 한정되지 않는 데, 바람직하게는 $0.1\sim 5\mu m$ 의 범위, 보다 바람직하게는 $1\sim 4\mu m$ 의 범위이다. 또한, 알루미늄 분말, 산화아연 분 말의 형상은, 구상, 부정형상 어느 것이어도 된다.

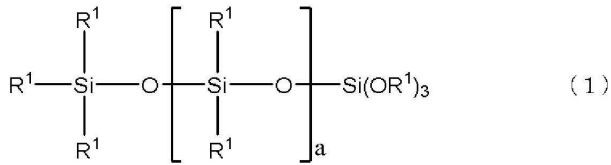
[0082] 상기 열전도성 분말로서 알루미늄 분말, 산화아연 분말의 열전도율은, 각각 약 $237W/m \cdot K$, 약 $20W/m \cdot K$ 인 점에 서, 높은 열전도율을 얻을 수 있기 때문에, 이들 광물을 충전제에 이용하는 것이 바람직하다. 본 발명의 (C)성 분인 충전제로서, 알루미늄 분말 단독으로 이용해도 되지만, 산화아연 분말과 혼합함으로써, 오일분리를 억제할 수 있고, 얻어지는 조성물의 안정성을 유지할 수 있다. 그 비율은, 특별히 한정되지 않는데, 중량비로 알루미 늄 분말:산화아연 분말이 1:1~10:1의 범위가 바람직하고, 2:1~8:1의 범위가 보다 바람직하다. 알루미늄 분말의 비율이 1:1 이상이면, 얻어지는 조성물의 열전도율이 낮아지지 않고, 10:1 이하이면, 경시(經時)에서의 오일분 리를 보다 억제할 수 있다.

[0083] 이들 충전제의 배합량은, (A)성분 100질량부에 대하여 $800\sim 20,000$ 질량부이고, 바람직하게는 $850\sim 7,000$ 질량부이 다. 800 질량부보다 적으면, 얻어지는 조성물의 열전도율이 부족한 것이 되고, $20,000$ 질량부보다 많으면 페이스 트상으로 하는 것이 어렵다.

[0084] ((D)성분)

[0085] 본 발명의 (D)성분은, 하기 일반식(1)로 표시되는 가수분해성 오가노폴리실록산이다.

[0086] [화학식 3]



[0087]

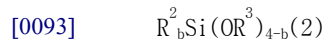
[0088] (식 중의 R¹은 치환기를 갖고 있을 수도 있는 탄소수 1~10의 1가 탄화수소를 나타내고, 각각의 R¹은 동일할 수도 상이할 수도 있다. 또한, a는 5~100이다.)

[0089] 이것은, 웨터로서 이용되는 것이며, 상기 (A)성분은 충전제와의 습윤성이 나빠서, 웨터를 첨가하여 혼합하지 않으면 충분한 충전량이 얻어지지 않는다. 이에 검토한 결과, 상기 일반식(1)의 오가노폴리실록산을 첨가함으로써, 현저하게 충전제의 충전량을 높일 수 있는 것을 발견한 것이다. 일반식(1) 중, R¹은, 탄소수 1~10, 바람직하게는 1~6의 알킬기이다. 구체적으로는, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, sec-부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 헥실기 등을 들 수 있다.

[0090] 조성식(1)의 a는 5~100이고, 바람직하게는 10~60이다. a가 5보다 작으면 조성물의 오일 블리드가 심하여, 보이드가 발생할 우려가 있다. a가 100보다 크면, 조성물의 점도가 높아져, 작업성이 나빠질 우려가 있다. 첨가량은 조성물의 전체량에 대하여 20~400질량부이고, 바람직하게는 40~200질량부이다. 첨가량이 전체량에 대하여 20질량부보다 적으면, 조성물의 습윤성이 불충분해질 우려가 있고, 첨가량이 전체량에 대하여 400질량부보다 많으면, 조성물의 오일 블리드가 심하여, 보이드가 발생할 우려가 있다.

[0091] ((E)성분)

[0092] 본 발명의 (E)성분은, 하기 일반식(2)로 표시되는 오가노실란이다.

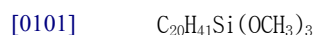
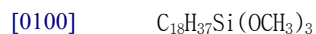
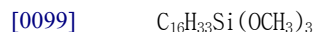
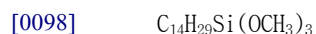


[0094] (식 중, R²는 탄소수 14~20의, 치환기를 갖고 있을 수도 있는 포화 또는 불포화의 1가 탄화수소기, 에폭시기, (메트)아크릴기 중에서 선택되는 1종류 이상의 기이고, R³은 탄소수 1~6의 알킬기이다. b는 1~3의 정수이다.)

[0095] 이것은 (D)성분과 마찬가지로, 충전제의 충전량을 현저하게 높이는 웨터로서의 효과가 있는 것에 더하여, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값의 악화를 현저하게 억제하는 효과가 있는 것을 발견한 것이다.

[0096] 여기서, 상기 식(2)에 있어서, R²는 탄소수 14~20의, 치환기를 갖고 있을 수도 있는 포화 또는 불포화의 1가 탄화수소기, 에폭시기, (메트)아크릴기 중에서 선택되는 1종류 이상의 기이고, 바람직하게는, 탄소수 14~20의 알킬기이고, 더욱 바람직하게는 탄소수 16~20, 보다 바람직하게는 16~18의 알킬기이다. 예를 들어 헥사데실기, 옥타데실기 등을 들 수 있다. 탄소수가 14보다 적으면 휘발되기 쉬워, 고온하에서 보이드를 발생시킬 우려가 있고, 20보다 많으면 오가노실란이 상온에서 고화되기 때문에 취급이 불편한 데다가, 얻어진 조성물의 저온특성이 저하된다. 또한, b는 1~3의 정수인데, 특히 1인 것이 바람직하다. 상기 식(2) 중의 R³은 탄소수 1~6의 알킬기이고, 특히, 메틸기, 에틸기가 바람직하다.

[0097] 상기 일반식(2)로 표시되는 상기 (E)성분인 오가노실란의 구체예로는, 하기의 것을 들 수 있다.



- [0102] $C_{16}H_{33}Si(OC_2H_5)_3$
- [0103] $C_{18}H_{37}Si(OC_2H_5)_3$
- [0104] 상기 (E)성분인 오가노실란의 배합량은, (A)성분 100질량부에 대하여, 0.01질량부보다 적으면 습윤성이 부족하여, 장기간의 고온 고습하에서 유연성을 유지할 수 없고, 100질량부보다 많이 배합해도 효과가 증대되는 일이 없어 경제적이지 않으며, 고온하에서의 보이드가 발생하는 경우가 있기 때문에, 0.01~100질량부의 범위이고, 바람직하게는 10~70질량부의 범위이다.
- [0105] ((F)성분)
- [0106] (F)성분인 백금 및 백금 화합물로부터 선택되는 촉매는, (A)성분의 알케닐기와 (B)성분의 Si-H기 사이의 부가반응의 촉진성분이다. 이 (F)성분은, 예를 들어 백금의 단체, 염화백금산, 백금-올레핀 착체, 백금-알코올 착체, 백금 배위 화합물 등을 들 수 있다. (F)성분의 배합량은, (A)성분 100질량부에 대하여, 백금원자로서 0.1ppm보다 적으면 촉매로서의 효과가 없고, 500ppm보다 많이 배합해도, 특별히 경화속도의 향상은 기대할 수 없기 때문에 0.1~500ppm의 범위이고, 보다 바람직하게는, 1~200ppm의 범위이다.
- [0107] ((G)성분)
- [0108] (G)성분인 반응제어제는, 실온에서의 하이드로실릴화 반응의 진행을 억제하여, 셀프 라이프, 포트 라이프를 연장시키는 것이다. (G)성분인 반응제어제로는 공지의 것을 사용할 수 있고, 아세틸렌 화합물, 각종 질소 화합물, 유기 인 화합물, 옥심 화합물, 유기 클로로 화합물 등을 이용할 수 있다. (G)성분의 배합량은 (A)성분 100질량부에 대하여, 0.01질량부보다 적으면 충분한 셀프 라이프, 포트 라이프가 얻어지지 않고, 1질량부보다 많으면 경화성이 저하되기 때문에, 0.01~1질량부의 범위이고, 바람직하게는 0.1~0.8질량부의 범위이다.
- [0109] 또한, 본 발명의 열전도성 실리콘 조성물에는 상기한 (A)~(G)성분 이외에, 필요에 따라, CPU 등의 IC 패키지와 히트싱크 등의 방열체를 화학적으로 접착, 고정하기 위해 접착조제 등을 첨가해도 되고, 열화를 방지하기 위해 산화방지제 등을 첨가해도 된다.
- [0110] 본 발명의 열전도성 실리콘 조성물은, 상기 (A)~(G)성분, 그 외의 임의성분을 혼합하고, 1액 부가 타입으로 하여 장기 저온보존할 수 있다.
- [0111] [열전도성 실리콘 조성물의 제조방법]
- [0112] 본 발명의 열전도성 실리콘 조성물은, 상기 성분을 혼합하여 제작할 수 있다. 각 성분의 첨가순서는 특별히 한정되지 않는데, (A)~(G)성분 및 필요에 따라 기타 성분을 혼합하여 조제할 수 있고, 예를 들어, (A)성분, (C)성분, (D)성분을 포함하는 파트와, (B)성분을 포함하는 파트를 개별로 조제한 후, 그들 2파트를 혼합하여 사용할 수도 있다.
- [0113] 본 발명의 실리콘 조성물의 각 성분은, 상온에서 혼합해도, 가열하여 혼합해도 되고, 혼합할 때의 온도는 25~200℃가 바람직하고, 보다 바람직하게는 50~180℃이다. 나아가 가열 또는 25℃에서의 혼합시에 탈기를 행해도 된다.
- [0114] [열전도성 실리콘 조성물의 물성]
- [0115] 본 발명의 실리콘 조성물의 점도는, 말콤 회전점도계(회전수 10rpm)로 25℃에서 측정하는 경우, 50~1000Pa·S가 바람직하고, 보다 바람직하게는 100~700Pa·S, 더욱 보다 바람직하게는 150~400Pa·S이다. 50Pa·S 이상이면, 보존시에 열전도성 충전제가 침강하지 않아 불균일해지지 않고, 1000Pa·S 이하이면, 신전성을 확보할 수 있어, 작업효율이 떨어지지 않는다.
- [0116] 본 발명의 실리콘 조성물의 경화물은, 고속가속수명 시험(130℃, 습도 85%, 96h) 후에도, 열저항값이 시험 전과 비교하여 $1.5mm^2 \cdot K/W$ 이상 상승하여 악화되지 않기 때문에, 장기적으로 열저항성능을 지속할 수 있다. 한편, 이 열저항값은, 낮으면 낮을수록 열성능이 우수하기 때문에, 시험 전으로부터 시험 후에 아무리 저하되어도 문제는 없다.
- [0117] 본 발명의 실리콘 조성물은, 고온하에서도 보이드의 발생을 억제할 수 있으며, 유리관 2매에 조성물을 끼우고, 150℃, 60분으로 조성물을 경화시킨 후, 260℃, 5분의 가열을 5회 반복해도 보이드가 관측되지 않는다.
- [0118] 본 발명의 실리콘 조성물의 경화물은, 고온하에 노출되어도 고인장탄성률화를 억제할 수 있고, 260℃의 챔버에

5분간 넣은 후에 취출공정을 3회 반복하는 가열시험을 실시해도, 상기 가열시험 전으로부터 인장탄성률이 20MPa 이상 상승하지 않는다. 한편, 이 인장탄성률은, 상기 가열시험 전과 비교하여, 변화하지 않으면 좋을수록, 일정한 열성능이 유지되기 때문에, 변화가 아무리 작아도 문제는 없다.

[0119] 본 발명의 실리콘 조성물의 경화물의 경도를 AskerC로 25℃에서 측정을 한 경우, 10 이상이 바람직하고, 보다 바람직하게는 20~90이고, 더욱 보다 바람직하게는 30~85이다. 상기 경도가 10 이상이면, 가열시험 후에 경화물이 물러지지 않아, 파손될 우려가 없다.

[0120] 실시예

[0121] 이하, 실시예 및 비교예를 이용하여 본 발명을 구체적으로 설명하는데, 본 발명은 이들로 한정되는 것은 아니다.

[0122] 우선, 이하의 성분을 준비하였다.

[0123] (A)성분

[0124] A-1: 양 말단이 디메틸비닐실릴기로 봉쇄되고, 25℃에 있어서의 점도가 600mm²/s인 디메틸폴리실록산

[0125] A-2: 양 말단이 디메틸비닐실릴기로 봉쇄되고, 25℃에 있어서의 점도가 30,000mm²/s인 디메틸폴리실록산

[0126] A-3: 양 말단이 트리비닐실릴기로 봉쇄되고, 25℃에 있어서의 점도가 1,500mm²/s인 디메틸폴리실록산

[0127] (B)성분

[0128] B-1: 측쇄에 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는, 점도가 30mm²/s인 오가노하이드로젠폴리실록산

[0129] B-2: 양 말단에 규소원자 결합 수소원자를 갖고, 측쇄에 2개의 규소원자 결합 수소원자를 갖는, 점도가 40mm²/s인 오가노하이드로젠폴리실록산

[0130] (C)성분

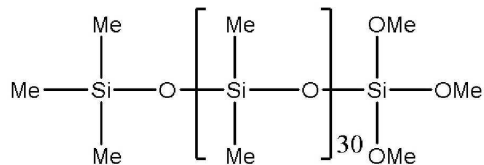
[0131] C-1: 평균입경 10 μm의 알루미늄 분말

[0132] C-2: 평균입경 0.25 μm의 산화아연 분말

[0133] (D)성분

[0134] D-1: 하기 식으로 표시되는 오가노하이드로젠폴리실록산

[0135] [화학식 4]



[0136]

[0137] (E)성분

[0138] E-1: C₁₀H₂₁Si(OCH₃)₃ (비교예용)

[0139] E-2: C₁₂H₂₅Si(OCH₃)₃ (비교예용)

[0140] E-3: C₁₆H₃₃Si(OCH₃)₃

[0141] E-4: C₁₈H₃₇Si(OCH₃)₃

[0142] (F)성분

[0143] F-1: 백금 농도가 1질량%인 백금-디비닐테트라메틸디실록산 착체

- [0144] (G)성분
- [0145] G-1: 1-에틸닐-1-시클로헥산올
- [0146] 상기 (A)~(G)성분을 이하와 같이 혼합하여, 실시예 1~7 및 비교예 1~8의 열전도성 실리콘 조성물을 얻었다. 즉, 5리터 플래너리믹서(이노우에제작소(주)제)에 (A), (C), (D), (E)성분을 첨가하고, 170℃에서 90분간 혼합하였다. 상온이 될 때까지 냉각하고, 이어서 (B), (F), (G)성분을 각각 첨가하여 15분간씩 혼합하였다.
- [0147] 얻어진 조성물에 대하여, 하기 방법으로 그 특성을 평가하였다. 결과를 표 1, 2에 나타낸다.
- [0148] (1)점도: 말콤 회전점도계(회전수 10rpm)로 25℃에 있어서의 점도를 측정하였다.
- [0149] (2)열전도율: 교토전자공업(주)제 열물성 측정장치 TPS-2500S를 이용하여 25℃에 있어서의 조성물의 경화 전의 열전도율을 측정하였다.
- [0150] (3)열저항값: 15mm×15mm×1mm의 Si 칩과 15mm×15mm×1mm의 Ni 플레이트의 사이에, 조성물을 끼워 넣고, 150℃, 60분으로 조성물을 경화시켜, 열저항 측정용의 시험편을 제작하고, 열저항값을 측정하였다. 나아가 그 후, 시험편을 130℃, 습도 85%의 챔버에 96시간 넣고, 고속가속수명 시험을 실시하였다. 고속가속수명 시험 후에 열저항값을 측정하고, 고속가속수명 시험 전과 후의 열저항값을 비교하였다. 한편, 이 열저항 측정은 나노플래시(네퀴사제, LFA447)에 의해 행하였다.
- [0151] (4)보이드 시험: 유리판 2매에 조성물을 끼우고, 양 단을 각각 클립으로 끼우고, 150℃, 60분으로 조성물을 경화시켰다. 나아가 그 후 260℃, 5분의 가열을 5회 반복하여, 유리판에 끼워져 있는 조성물의 모습을 육안으로 확인하였다.
- [0152] 조성물에 보이드 없음: ○
- [0153] 조성물에 보이드 있음: ×
- [0154] (5)인장탄성률: 실리콘 조성물을 150℃, 60분으로 2mm 두께의 시트상으로 경화시키고, TA인스트루먼트(주)제 ARES-G2를 이용하여 25℃에 있어서의 인장탄성률을 측정하였다. 그 후, 실리콘 조성물의 경화물을 260℃의 고온챔버(에스펙(주)제 고온소형챔버 STH-120)에 5분간 넣은 후, 고온챔버로부터 취출하여, 경화물을 실온으로 되돌리는 공정을 3회 반복하는 가열시험을 실시하고, 상기와 동일한 장치로 25℃에 있어서의 인장탄성률을 측정하였다.
- [0155] (6)경도: 실리콘 조성물을 150℃, 60분으로 경화시킨 후, AskerC로 25℃에 있어서의 경도를 측정하였다.

[0156]

[표 1]

[표 1]

| 성분(질량부) | 실시예 1 | 실시예 2 | 실시예 3 | 실시예 4 | 실시예 5 | 실시예 6 | 실시예 7 |
|---|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| A-1 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 |
| A-2 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| A-3 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| B-1 | 2.9 | 4.8 | 4.8 | 4.8 | | 4.8 | 4.8 |
| B-2 | 7.1 | 11.8 | 11.8 | 11.8 | 20.1 | 11.8 | 11.8 |
| (B)성분의 Si-H의 개수/ (A)성분의 Si-Vi의 개수 | 0.9 | 1.5 | 1.5 | 1.5 | 2.0 | 1.5 | 1.5 |
| C-1 | 4573 | 4573 | 4573 | 4573 | 4573 | 5600 | 4573 |
| C-2 | 999 | 999 | 999 | 999 | 999 | 1260 | 999 |
| D-1 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 400 | 320 |
| E-3 | | | | | | | 26※ |
| E-4 | 22 | 22 | 29※ | 100 | 29※ | 29※ | |
| F-1 (A성분에 대한 백금원자의 양(ppm)) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) |
| G-1 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 |
| 점도 (Pa·S) | 200 | 190 | 195 | 150 | 205 | 340 | 219 |
| 열전도율 (W/m·K) | 6.3 | 6.2 | 6.2 | 6.0 | 6.0 | 6.8 | 6.3 |
| 고속가속수명 시험 전의 열저항값 (mm ² ·K/W) | 5.5 | 5.1 | 5.6 | 5.5 | 6.6 | 6.5 | 5.9 |
| 고속가속수명 시험 후의 열저항값 (mm ² ·K/W) | 4.9 | 4.7 | 5.4 | 5.2 | 6.8 | 6.7 | 5.7 |
| 보이드 시험 | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ | ○ |
| 가열시험 전의 인장탄성 률 (MPa) | 7 | 30 | 27 | 33 | 50 | 56 | 32 |
| 가열시험 후의 인장탄성 률 (MPa) | 10 | 38 | 29 | 30 | 52 | 60 | 42 |
| 경도 (AskerC) | 14 | 48 | 46 | 53 | 67 | 66 | 46 |

[0157]

[0158] [표 2]

[표 2]

| 성분(질량부) | 비교예1 | 비교예2 | 비교예3 | 비교예4 | 비교예5 | 비교예6 | 비교예7 | 비교예8 |
|---|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| A-1 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 | 65 |
| A-2 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| A-3 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 | 15 |
| B-1 | 2.9 | 2.9 | 2.9 | 4.8 | 4.8 | 2.9 | | 2.9 |
| B-2 | 7.1 | 7.1 | 7.1 | 11.8 | 11.8 | 7.1 | 5.0 | 7.1 |
| {(B)성분의 Si-H의 개수/ (A)성분의 Si-Vi의 개수} | 0.9 | 0.9 | 0.9 | 1.5 | 1.5 | 0.9 | 0.4 | 0.9 |
| C-1 | 4573 | 4573 | 4573 | 4573 | 4573 | 18292 | 4573 | 4573 |
| C-2 | 999 | 999 | 999 | 999 | 999 | 3996 | 999 | 999 |
| D-1 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 | 320 |
| E-1 | | 20※ | | | | | | |
| E-2 | | | 22※ | 22※ | 5 | | | |
| E-4 | | | | | | 29※ | 29※ | 120 |
| F-1 (A성분에 대한 백금원자의 양(ppm)) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) | 1.08 (108) |
| G-1 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 | 0.23 |
| 점도 (Pa·S) | 260 | 265 | 234 | 207 | 210 | ※2 | 189 | 90 |
| 열전도율 (W/m·K) | 6.2 | 6.0 | 6.5 | 6.0 | 6.4 | | 6.4 | 4.6 |
| 고속가속수명 시험 전의 열저항값 (mm ² ·K/W) | 6.9 | 5.5 | 4.6 | 5.8 | 5.9 | | 5.5 | 6.2 |
| 고속가속수명 시험 후의 열저항값 (mm ² ·K/W) | 12.0 | 9.0 | 5.4 | 6.4 | 8.9 | | 5.4 | 5.1 |
| 보이드 시험 | ○ | × | × | ○ | ○ | | × | × |
| 가열시험 전의 인장탄성률 (MPa) | 5 | 5 | 6 | 27 | 25 | | 1 | ※3 |
| 가열시험 후의 인장탄성률 (MPa) | 10 | ※3 | ※3 | 60 | 67 | | ※3 | ※3 |
| 경도 (AskerC) | 16 | 12 | 8 | 48 | 50 | | 6 | 5 |

[0159]

※실시에 3, 5, 6, 7, 비교예 2, 3, 4, 6, 7은 (E)성분의 물수가 동등하다.

[0160]

※2 페이스트상이 되지 않았다.

[0161]

※3 보이드 발생에 의해 경화물이 물러져, 인장탄성률의 측정 중에 파손되었기 때문에, 측정불가능.

[0162]

표 1 및 표 2의 결과로부터, 본 발명의 요건을 만족시키는 실시예 1~7의 열전도성 실리콘 조성에서는, 열전도성이면서, 저점도를 유지하고, 고속가열수명 시험 후에도 열저항값의 열화가 적고, 가열시험 후에도 보이드의 발생이나 탄성률의 상승이 작은 조성물을 실현하는 것이 가능하였다.

[0163]

한편, 비교예 1에서는 장쇄 알킬기를 갖는 오가노실란을 배합하고 있지 않기 때문에, 고속가속수명 시험 후에 열저항값이 대폭 상승하였다.

[0164]

비교예 2에서는, C₁₀H₂₁Si(OCH₃)₃을 첨가하고 있고, 알킬쇄 길이가 짧은 오가노실란인 점에서, 고속가속수명 시험 후의 열저항값이 대폭 악화되고, 보이드 시험에서 보이드가 발생하였다.

[0165]

비교예 3에서는, C₁₂H₂₅Si(OCH₃)₃을 첨가하고 있고, 알킬쇄의 길이가 충분하지 않은 점에서, 고속가속수명 시험 후의 열저항값의 악화는 거의 없으나, 경도가 낮고, 보이드 시험 후에 보이드가 발생하였다.

[0166]

비교예 4에서는, 비교예 3과 동일한 C₁₂H₂₅Si(OCH₃)₃을 첨가하고, {(B)성분의 Si-H기의 개수}/{(A)성분의 Si-Vi기의 개수}의 비를 높게 하였으나, 가열 후의 인장탄성률이 대폭 상승하였다.

[0167]

비교예 5에서는, 비교예 3 및 4와 동일한 C₁₂H₂₅Si(OCH₃)₃의 첨가량을 줄였기 때문에, 고속가속수명 시험 후의 열저항값이 악화되고, 가열 후의 인장탄성률도 대폭 상승하였다.

[0168]

비교예 6에서는, 충전제를 다량으로 배합했기 때문에, 점도가 현저하게 상승하여, 페이스트상이 되지는 않고, 피상이 되었다.

[0169]

비교예 7에서는, {(B)성분의 Si-H기의 개수}/{(A)성분의 Si-Vi기의 개수}의 비가 0.5 미만으로 지나치게 낮았기 때문에, 재료의 강도가 충분히 취해지지 않고, 보이드 시험 후에 보이드가 발생하거나, 가열하면 경화물이 물러

[0170]

서, 인장탄성률이 측정불가가 되었다.

[0171] 비교예 8에서는, 장쇄 알킬기를 갖는 오가노실란을 다량으로 배합했기 때문에, 보이드 시험 후에 보이드가 발생하거나, 경화물이 무르기 때문에 인장탄성률이 측정불가가 되었다.

[0172] 상기 실시예의 결과로부터, 본 발명의 열전도성 실리콘 조성물이면, 고온 고습하에 노출되어도 열저항값이 악화되지 않고, 고온하에 노출되어도 고탄성률화되지 않으며, 보이드가 발생하지 않는 높은 열전도율을 갖는 열전도성 실리콘 조성물을 제공할 수 있는 것이 나타났다.

[0173] 한편, 본 발명은, 상기 실시형태로 한정되는 것은 아니다. 상기 실시형태는 예시이며, 본 발명의 특허청구범위에 기재된 기술적 사상과 실질적으로 동일한 구성을 갖고, 동일한 작용효과를 나타내는 것은, 어떠한 것이어도 본 발명의 기술적 범위에 포함된다.