

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94123761

※申請日期：94.7.13

※IPC 分類：C08G 77/04, C08F 8/32,

一、發明名稱：(中文/英文)

C09K5/14 (2006.01)

經醯胺基取代之聚矽氧及其製備方法及用途

AMIDE-SUBSTITUTED SILICONES AND METHODS FOR THEIR  
PREPARATION AND USE

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商道康寧公司

DOW CORNING CORPORATION

代表人：(中文/英文)

羅傑 哥布洛吉

GOBROGGE, ROGER

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國密西根州密蘭市西薩爾茲堡路2200號

2200 W. SALZBURG ROAD, MIDLAND, MICHIGAN 48686-0994, U.S.A.

國籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

三、發明人：(共 2 人)

姓名：(中文/英文)

1. 林宙權

LIN, ZUCHEN

2. 章伯席

ZHONG, BIANXIAO

國籍：(中文/英文)

1.-2.均美國 U.S.A.

#### 四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項  第一款或  第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 美國；2004年12月16日；60/636,837

2. 美國；2005年05月09日；60/679,142

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

## 九、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於經醯胺取代之聚矽氧及其製備方法及用途。本發明進一步係關於包括該經醯胺取代之聚矽氧及熱傳導填料之組合物。該組合物可為油脂或相變材料，且該組合物可用作導熱界面材料("TIM")。

### 【先前技術】

諸如半導體、電晶體、積體電路(IC)、分離設備及其他此項技術中已知之電子元件係設計為在正常運作溫度下或在正常運作溫度範圍內運作。然而，電子元件之運作產生熱。若足夠的熱未經移除，電子元件將運作於顯著高於其正常運作溫度之溫度。過高溫度可不利地影響電子元件及其相關設備之運作之效能並消極地影響平均無故障時間。

為避免此等問題，可藉由熱傳導將熱自電子元件散至散熱片來移除。接著可藉由諸如對流或輻射技術之任何方便的方式冷卻該散熱片。在熱傳導期間，可藉由電子元件與散熱片間之表面接觸或藉由電子元件與具有TIM的散熱片間之接觸自電子元件將熱轉移至該散熱片。介質熱阻抗越低，自電子元件至散熱片之熱流越大。

該電子元件與該散熱片之表面通常不是完全光滑的；因此難於達成表面間之充分接觸。為不良熱導體之空隙出現於表面之間並增加阻抗。此等空間可藉由在表面之間插入TIM來填充。因此，對適合的TIM存在持續的需要。

### 【發明內容】

本發明係關於經醯胺取代之聚矽氧及其製備方法及用途。本發明進一步係關於一包括經醯胺取代之聚矽氧及熱傳導填料之組合物。本發明進一步係關於其中可使用該組合物之方法及設備。

### 【實施方式】

除非特別說明，所有量、比率及百分比均以重量計。如下為本文所使用之一系列定義。

#### 術語之定義及用法

"一"及"一個"意謂一或多個。

"經醯胺取代之聚矽氧"意謂具有由平均每分子至少具有一鍵結至一矽原子之醯胺-官能取代基之矽及氧原子構成的主鏈之聚合物。

"組合"意謂由任何方法使兩或多項成為整體。

"軟化溫度"意謂表現自固體、晶體或玻璃相轉變為半固體相之溫度或溫度範圍，其特徵可為展示分子間之鏈旋轉。

"經取代"意謂一或多個鍵結至一碳原子之氫原子被另外的取代基置換。取代基例如，但不限於，諸如氯、氟、溴及碘之鹵素原子；諸如烷基、烷氧基、醯胺-官能基、胺-官能基、羰基及氫-官能基之有機官能基。

"經表面處理"意謂填料微粒上所有或一部分之反應性基團的已藉由任何方便的化學的或非反應性的方式呈現非反應性。

#### 組合物

本發明之組合物可為油脂或相變材料。該組合物包含經醯胺取代之聚矽氧及熱傳導填料。

### 經醯胺取代之聚矽氧

成份(A)係經醯胺取代之聚矽氧，其每分子平均含有至少一矽-鍵結之醯胺-官能基。或者，聚有機醯氧烷每分子平均含有至少兩個矽-鍵結之醯胺-官能基。或者，聚有機醯氧烷每分子平均含有至少三個矽-鍵結之醯胺-官能基。或者，聚有機矽氧烷每分子平均含有一至六個矽-鍵結之醯胺-官能基。或者，聚有機矽氧烷每分子平均含有一至三個矽-鍵結之醯胺-官能基。

成份(A)可包含單個經醯胺取代之聚矽氧。或者，成份(A)可包含一組合，其包含兩或多個經醯胺取代之聚矽氧，其中在該組合中經醯胺取代之聚矽氧在以下性質至少之一不同：結構、黏度、平均分子量、矽氧烷單位及序列。成份(A)於25°C可為液體或於25°C可為固體。成份(A)可具有單位式：

$$(R^2_a R^1_{3-a} SiO_{1/2})_u (R^2_b R^1_{2-b} SiO_{2/2})_v (R^2_c R^1_{1-c} SiO_{3/2})_w$$

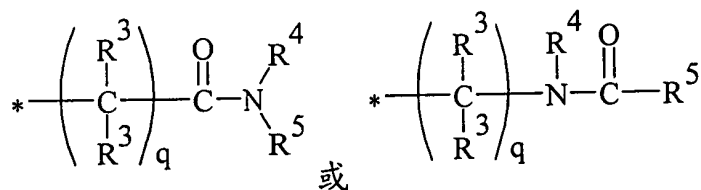
$$(R^1_3 SiO_{1/2})_x (R^1_2 SiO_{2/2})_y (R^1 SiO_{3/2})_z (SiO_{4/2})_{1-u-v-w-x-y-z}$$

在此式中，a可具有0至1範圍內之值，b可具有0至1範圍內之值，c可具有0至1範圍內之值，(u+x)可具有0至0.4範圍內之值，(v+y)可具有0.6至1範圍內之值，且(w+z)可具有0至0.1範圍內之值。或者(u+x)可具有0.02至0.15範圍內之值且(v+y)可具有0.85至0.98範圍內之值。

各R<sup>1</sup>獨立地為一單價的烴基。對於R<sup>1</sup>而言單價烴基可為

直鏈的、支鏈的、環狀的或芳族的。對於 $R^1$ 而言單價烴基可為經取代的或未經取代的。適合的烴基包括(但不限於)脂族不飽和烴基及無脂族不飽和度之烴基。脂族不飽和烴基例如諸如乙烯基、烯丙基、丁烯基、戊烯基及己烯基之烴基。無脂族不飽和度之烴基例如諸如甲基、乙基、丙基及丁基、戊基及己基之烷基；及諸如環戊基及環己基之環烷基；及諸如苯基之芳基。或者，各 $R^1$ 獨立地為烷基或烯基。或者，各 $R^1$ 獨立地為烷基。或者，各 $R^1$ 獨立地為1至4個碳原子之烷基。

各 $R^2$ 獨立地為具有5至30個碳原子之烷基或式

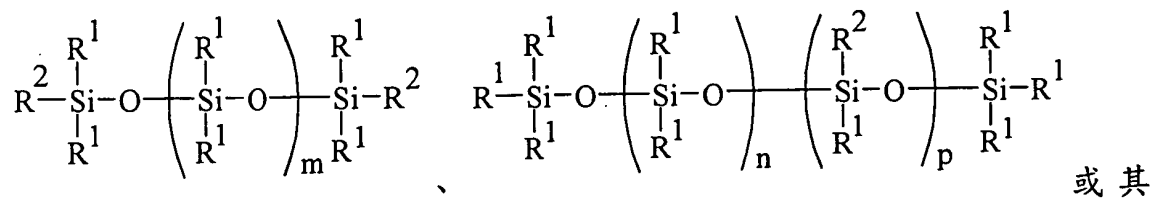


之醯胺-官能基。在上

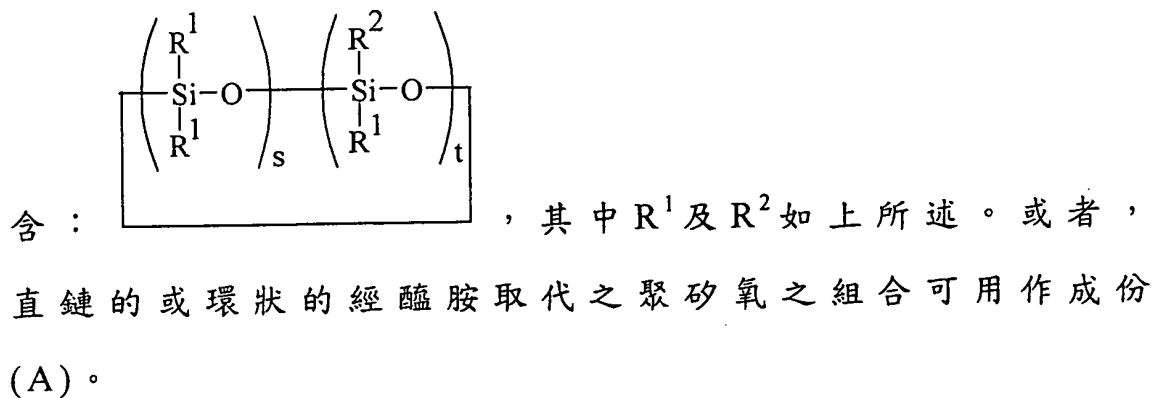
式中，0至70莫耳%之 $R^2$ 可為烷基且30至100莫耳%之 $R^2$ 可為醯胺-官能基。各 $R^3$ 獨立地為氫原子、鹵素原子或單價有機基。單價有機基例如烷氧基(例如，甲氧基、乙氧基、丙氧基或丁氧基)及烷基(例如甲基、乙基、丙基或丁基)鹵素原子例如氯、氟、溴及碘。或者，各 $R^3$ 可為氫原子。或者，各 $R^3$ 可獨立地為氫原子、甲氧基或甲基。各 $R^4$ 可獨立地為氫原子或具有1至12碳原子之單價烴基。各 $R^5$ 獨立地為具有1至12碳原子之單價烴基或式 $-(CR^3)_r R^1$ 之基，其中 $r$ 具有在自5至29範圍內之值。 $R^4$ 及 $R^5$ 之實例可為以上 $R^1$ 所例舉之單價烴基。 $R^4$ 及 $R^5$ 可為直鏈的、支鏈的、環狀的或芳族的。 $R^4$ 及 $R^5$ 可為經取代的或未經取代的。在

上式中 q 可具有 2 至 29、或者 2 至 24、或者 2 至 16 範圍內之值。

對於成份 (A) 而言適合的經醯胺取代之聚矽氧可包含直鏈的、支鏈的、環狀的或樹脂的結構或其組合。適合作為成份 (A) 之直鏈的經醯胺取代之聚矽氧可包含：



組合。對於成份 (A) 而言環狀經醯胺取代之聚矽氧可包



在上式中 m 可具有 4 至 100 範圍內之值。在上式中 n 可具有 0 至 100 範圍內之值。在上式中 p 可具有 1 至 30，或者 1 至 20 範圍內之值。在上式中 s 可具有 0 至 7 範圍內之值。在上式中 t 可具有 1 至 8 範圍內之值。量 (s+t) 可具有 3 至 8 範圍內之值。

#### 製備經醯胺取代之聚矽氧之方法

製備具有例如以上結構的經醯胺取代之聚矽氧之方法包括一種方法，其包括：1) 在惰性氣氛中於 140°C 至 260°C、或者至少 160°C、及或者 160°C 至 260°C、及或者 200°C 至

260°C 範圍內之溫度加熱胺及末端脂族不飽和酸、酸酐或醯基氯化物以形成醯胺；且2)在鉑族金屬催化劑的存在下以步驟1)之醯胺及視情況之具有5至30個碳原子的末端烯烴使具有至少一矽鍵結的氮原子之聚有機氮矽氧烷經受矽氫化。步驟2)可藉由於在25°C至260°C範圍內之溫度下加

熱進行。例如，在步驟1)中可將式  $\begin{array}{c} R^4 \\ | \\ H-N \\ | \\ R^5 \end{array}$  之胺與式  $R-\left(\begin{array}{c} R^3 \\ | \\ C \\ | \\ R^3 \end{array}\right)_q-C(=O)-O-H$  之酸組合以形成式  $R-\left(\begin{array}{c} R^3 \\ | \\ C \\ | \\ R^3 \end{array}\right)_q-C(=O)-N\begin{array}{c} R^4 \\ | \\ R^5 \end{array}$  之醯

胺，其中  $R^1$ 、 $R^4$ 、 $R^5$  及  $q$  如上所述。吾人不願受限於理論，認為在至少 160°C、或者 160°C 至 260°C 之溫度下加熱，可增加反應產量。

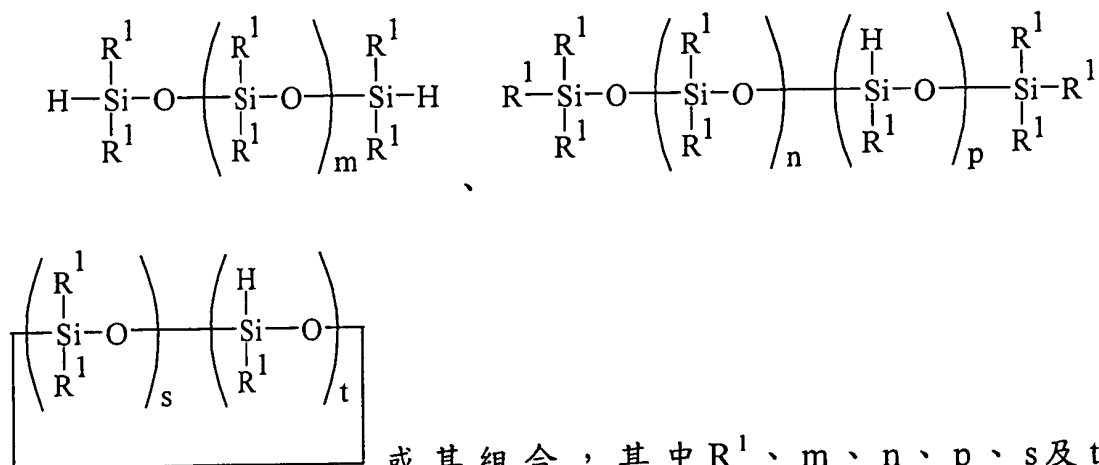
步驟1)所使用之胺例如(但不限於)2-乙基己基胺、苯乙基胺、2,3-二甲基環己基胺、二戊基胺、二己基胺、辛基胺、二辛基胺、十二基胺、二(十二基胺)、十六基胺、十八基胺及其組合。步驟1)中所使用之酸、酸酐或醯基氯化物例如(但不限於)十一碳烯酸或10-十一碳烯醯氯。

視情況，步驟1)之產物可在步驟2)前藉由例如真空蒸餾純化。視情況，步驟2)之產物可例如藉由在高溫下真空汽提來純化。若步驟1)中之任何反應物的沸點低於另一反應物，其都不能過量。在步驟2)中一反應物對另一反應物之比率可在0.9至1.1之範圍內。步驟2)中之任何反應物都不能過量，然而步驟2)中反應物之莫耳當量可用於使產物中

未反應的反應物最小化。

在步驟2)中，在步驟1)中形成之醯胺及視情況之具有5至30個碳原子的末端烯烴可與每分子至少含有一矽-鍵結的氫原子之聚有機氫矽氧烷反應。該聚有機氫矽氧烷可具有單位式： $(H_aR^{1}_{3-a}SiO_{1/2})_u(H_bR^{1}_{2-b}SiO_{2/2})_v(H_cR^{1}_{1-c}SiO_{3/2})_w(R^{1}_3SiO_{1/2})_x(R^{1}_2SiO_{2/2})_y(R^1SiO_{3/2})_z(SiO_{4/2})_{1-u-v-w-x-y-z}$ ，其中 $R^1$ 、 $a$ 、 $b$ 、 $c$ 、 $u$ 、 $v$ 、 $w$ 、 $x$ 、 $y$ 及 $z$ 係如上所述。

或者，聚有機氫矽氧烷可具有選自以下之式：



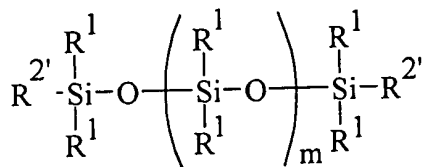
或其組合，其中 $R^1$ 、 $m$ 、 $n$ 、 $p$ 、 $s$ 及 $t$ 係如上所述。可用於步驟2)之末端烯烴之實例包括1-己烯、1-辛烯、1-癸烯、1-十二烯、1-十六烯、1-十八烯、1-二十烯、1-二十四烯、1-二十八烯、1-三十烯及其組合。

適合用於步驟2)之矽氫化催化劑係在此項技術中已知且為市售的。在矽氫化中添加以基於步驟2)中反應物的重量之0.1至1000 ppm之鉑族金屬，或者10至100 ppm之鉑之量。矽氫化催化劑可包括選自鉑、銻、釩、鈮、鐵或鈷金屬或其有機金屬化合物或其組合。矽氫化催化劑例如諸如氫氣鉑酸、六水合氫氣鉑酸、二氯化鉑之化合物及該等化

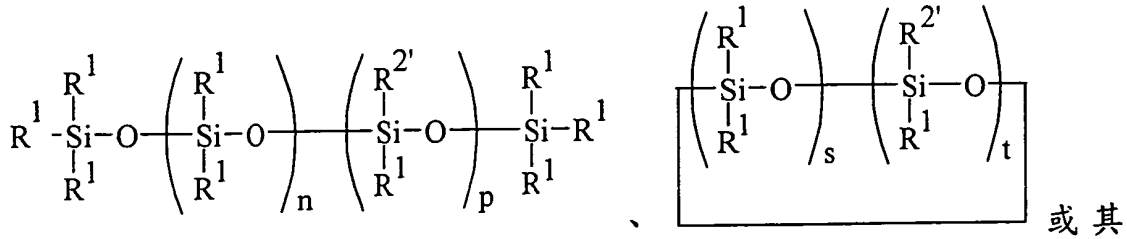
合物與低分子量的有機聚矽氧烷之錯合物或在基質或核殼型結構中微膠囊化之鉑化合物。鉑與低分子量之有機聚矽氧烷之錯合物包含具鉑之1,3-二乙烯基-1,1,3,3-四甲基二矽氧烷錯合物。此等錯合物可在樹脂基質中微膠囊化。

適合的矽氫化催化劑描述於例如，美國專利3,159,601、3,220,972、3,296,291、3,419,593、3,516,946、3,814,730、3,989,668、4,784,879、5,036,117及5,175,325及EP 0 347 895 B。經微膠囊化的矽氫化催化劑及其製備方法係此項技術中已知的，例如在美國專利第4,766,176號及彼文所引用之參考及美國專利第5,017,654號。

製備具有以上所例舉的結構之經醯胺取代之聚矽氧之替代方法包含在140°C至260°C，或者至少160°C及或者160°C至260°C下加熱胺官能聚矽氧與羧酸。該經胺取代之聚矽氧可具有單位式： $(R^{2'}_a R^{1}_{3-a} SiO_{1/2})_u (R^{2'}_b R^{1}_{2-b} SiO_{2/2})_v (R^{2'}_c R^{1}_{1-c} SiO_{3/2})_w (R^1_3 SiO_{1/2})_x (R^1_2 SiO_{2/2})_y (R^1 SiO_{3/2})_z (SiO_{4/2})_{1-u-v-w-x-y-z}$ ，其中a、b、c、u、v、w、x、y、z及R<sup>1</sup>係如上所述，且各R<sup>2'</sup>獨立地為胺基或具有5至30個碳原子之烷基，其限制條件為1莫耳%至100莫耳%之R<sup>2'</sup>為胺官能基。或者，經胺取代之聚矽氧可具有

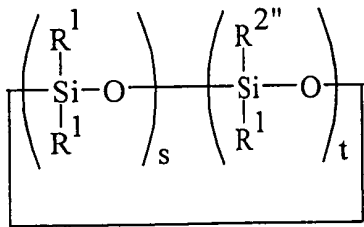
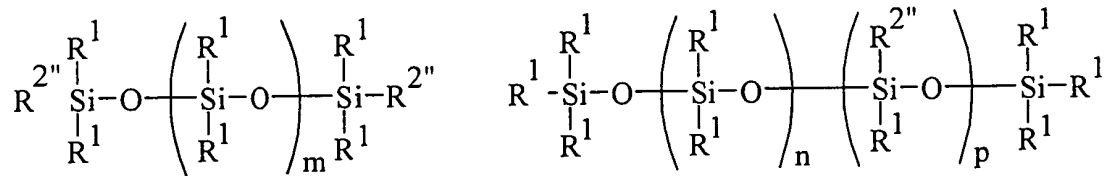


選自



組合之式，其中m、n、p、s、t、R<sup>1</sup>及R<sup>2'</sup>係如上所述。

製備具有以上所例舉的結構之經醯胺取代之聚矽氧之另一替代方法包含在140°C至260°C，或者至少160°C及或者160°C至260°C下加熱羧酸-官能聚矽氧與胺。該羧酸-官能聚矽氧可具有單位式： $(R^{2''}{}_a R^1_{3-a} \text{SiO}_{1/2})_u (R^{2''}{}_b R^1_{2-b} \text{SiO}_{2/2})_v (R^{2''}{}_c R^1_{1-c} \text{SiO}_{3/2})_w (R^1_3 \text{SiO}_{1/2})_x (R^1_2 \text{SiO}_{2/2})_y (R^1 \text{SiO}_{3/2})_z (\text{SiO}_{4/2})_{1-u-v-w-x-y-z}$ ，其中其中a、b、c、u、v、w、x、y、z及R<sup>1</sup>係如上所述，且各R<sup>2''</sup>獨立地為羧酸基或具有5至30個碳原子之烷基，其限制條件為1莫耳%至100莫耳%之R<sup>2''</sup>為羧酸-官能基。或者，經酸-取代之聚矽氧可具有選自：



或其組合之式。適合的胺的實例包括

(但不限於)，2-乙基己基胺、苯乙基胺、2,3-二甲基環己基胺、二戊基胺、二己基胺、辛基胺、二辛基胺、十二基胺、二(十二基胺)、十六基胺、十八基胺及其組合。

在組合物中成份(A)之量視包括選作成份(A)之經醯胺取

代之聚矽氧、選作成份(B)之熱傳導填料及任何可添加之額外成份的各種因素而定。然而，成份(A)之量可在基於該組合物重量之自1%至65%、或者5%至10%、或者3%至30%或者4%至8%範圍內。

#### 熱傳導填料

成份(B)為熱傳導填料。在組合物中成份(B)之量視包括選作成份(A)之聚有機矽氧烷、選作成份(B)之熱傳導填料的各種因素而定。然而，成份(B)之量可在基於該組合物重量之35%至98%、或者70%至96%、或者90%至95%、或者92%至95.5%範圍內。

成份(B)可同時為熱傳導及電傳導的。或者，成份(B)可為熱傳導及電絕緣的。成份(B)可包含金屬填料、無機填料、可熔填料或其組合。金屬填料包括金屬微粒及在微粒表面具有層之金屬微粒。此等層可為，例如在該等微粒表面上之金屬氮化物層或金屬氧化物層。適合的金屬填料例如為選自由鋁、銅、金、鎳、銀及其組合組成之群及或者為鋁之金屬顆粒。適合的金屬填料另外例如為如上所列出的金屬微粒，在其表面上具有選自由氮化鋁、氧化鋁、氧化銅、氧化鎳、氧化銀及其組合所組成之群之層。例如，該金屬填料可包含在其表面上具有氧化鋁層之鋁微粒。無機填料例如為氧化鋁、氧化鈹、氮化硼、氧化鎂、碳化矽、碳化鎢、氧化鋅及其組合。或者，無機填料例如為氧化鋁、氧化鋅及其組合。可熔填料可包含Ga、In、Sn或其合金。可熔填料可視情況進一步包含Ag、Bi、Cd、Cu、

Pb、Zn或其組合。適合的可熔填料之實例包括Ga、In-Bi-Sn合金、Sn-In-Zn合金、Sn-In-Ag合金、Sn-Ag-Bi合金、Sn-Bi-Cu-Ag合金、Sn-Ag-Cu-Pb合金、Sn-Ag-Cu合金、Sn-Ag合金、Sn-Ag-Cu-Zn合金及其組合。可熔填料可具有高達250°C或者高達225°C之熔點。可熔填料可具有至少50°C、或者至少150°C之熔點。可熔填料可為共晶合金、非共晶合金或純金屬。可熔填料係市售的。

鋁填料為可自例如美國伊利諾州內帕維之Toyal美國有限公司及美國加利福尼亞州斯托克頓之Valimet有限公司購得。銀填料為可自例如美國麻薩諸塞州Attleboro之Metalor Technologies美國公司購得。

熱傳導填料為此項技術中已知且為市售的，見例如美國專利6,169,142(第4欄第7-33行)。例如CB-A20S及Al-43-Me為自Showa-Denko可購得之不同粒度的氧化鋁填料，且AA-04、AA-2及AA18為自Sumitomo化學公司可購得之氧化鋁填料。鋅氧化物類，例如具有KADOX®及XX®商標之鋅氧化物類係自美國賓夕發尼亞州Monaca之美國Zinc公司可購得的。

熱傳導填料微粒之形狀未經特定限制的，然而，圓形或球形微粒可在該組合物中熱傳導填料高負載時防止黏度增加至一不需要的程度。

成份(B)可為單個熱傳導填料或兩或多個熱傳導填料之組合，該等兩或多個熱傳導填料在例如微粒形狀、平均粒度、粒度分佈及填料類型之性質之至少一處不同。例如，

可需要使用諸如具有較大平均粒度之第一氧化鋁與具有較小平均粒度之第二氧化鋁之無機填料之組合。或者，可需要例如，使用具有較大平均粒度之氧化鋁與具有較小平均粒度之氧化鋅之組合。或者，可需要使用諸如具有較大平均粒度之第一鋁與具有較小平均粒度之第二鋁之金屬填料之組合。或者，可需要使用金屬與無機填料之組合，例如鋁與氧化鋁填料之組合、鋁與氧化鋅填料之組合或鋁或氧化鋁及氧化鋅填料之組合。使用具有較大平均粒度之第一填料及具有較第一填料小的平均粒度之第二填料可改良包裝效率，可減小黏度並可提高熱轉移。

熱傳導填料之平均粒度將視包括選作成份(B)之熱傳導填料之類型及添加至該混合物之精確量的各種因素而定，然而，該熱傳導填料可具有0.1至80微米、或者0.1至50微米及或者0.1至10微米之平均粒度。

#### 額外成份

該組合物可視情況進一步包括一或多個額外成份。適合的額外成份之實例包含(C)填料之處理劑、(D)抗氧化劑、(E)顏料、(F)間隔劑、(G)媒劑、(H)濕潤劑、(I)消泡劑、(J)阻燃劑、(K)防銹劑、(L)如上所述且形成於本方法的步驟1)中用於構成適合作為成份(A)的經醯胺取代之聚矽氧之醯胺、(M)補強填料、(N)催化劑抑制劑、(O)基質材料及其組合。

選作成份(B)之熱傳導填料可視情況經表面處理。額外成份(C)為處理劑。可以基於該組合物重量之0至5%，或者

0.1%至5%，或者0.05%至4%範圍內之量將成份(C)添加至該組合物。處理劑及處理方法係在此項技術中已知的，見例如美國專利6,169,142(第4欄第42行至第5欄第2行)及美國專利6,136,758。

處理劑可包含具有式 $R^6_xSi(OR^7)_{(4-x)}$ 之烷氧基矽烷，其中x可具有在1至3範圍內之值，或者x為3。各 $R^6$ 獨立地為1至50碳原子，或者8至30碳原子，或者8至18碳原子之經取代或未取代的單價烴基。 $R^6$ 係例如諸如己基、辛基、十二基、十四基、十六基及十八基之烷基；及諸如苜基及苯乙基之芳基。 $R^6$ 可為飽和的或不飽和的、支鏈的或未分枝的及未經取代的。 $R^6$ 可為飽和的、未分枝的及未經取代的。

各 $R^7$ 獨立地為1至4個碳原子，或者1至2個碳原子之未經取代的飽和烴基。組份(C)係例如己基三甲氧基矽烷、辛基三乙氧基矽烷、癸基三甲氧基矽烷、十二基三甲氧基矽烷、十四基三甲氧基矽烷、苯乙基三甲氧基矽烷、十八基三甲氧基矽烷、十八基三乙氧基矽烷基其組合。

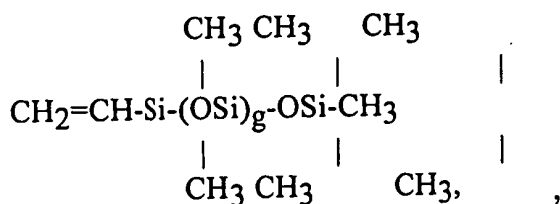
烷氧基-官能寡聚矽氧烷亦可用作處理劑。烷氧基-官能寡聚矽氧烷基其製備方法係此項技術中已知的。見例如EP 1 101 167 A2。例如適合的烷氧基-官能寡聚矽氧烷包括式 $(R^8O)_dSi(OSiR^9_2R^{10})_{4-d}$ 之彼等。在此式中，d為1、2或3，或者d為3。各 $R^8$ 可為烷基。各 $R^9$ 可為獨立地選自1至10碳原子之不飽和單價烴基。各 $R^{10}$ 可為具有至少10個碳原子之不飽和單價烴基。

可以例如十八基硫醇之烷基硫醇、諸如油酸及硬脂酸之

脂肪酸及其組合處理金屬填料。

氧化鋁之處理劑包含烷氧基矽烷基官能的烷基甲基聚矽氧烷(例如,  $R^{11}_e R^{12}_f Si(OR^{13})_{(4-e-f)}$ 之部分水解縮合物或共水解縮合物或混合物), 其中可水解基可為矽氧烷、醯氧基或肟之類似材料。在所有此等中, 鍵系至Si之基, 例如在上式中之 $R^{11}$ , 為一長鏈不飽和單價烴基或單價芳族-官能烴基。 $R^{12}$ 為一單價烴基且 $R^{13}$ 為一1至4碳原子之單價烴基。在上式中 $e$ 可具有1至3範圍內之值。在上式中 $f$ 可具有0至2範圍內之值。在上式中量 $(e+f)$ 為1、2或3。熟習此項技術者不用過多的實驗就可將特定處理劑最優化成為該填料之分散助劑。

其他填料處理劑包含烯基官能聚有機矽氧烷。適合的烯基官能聚有機矽氧烷包含(但不限於):



其中 $g$ 具有高達1,500之值。

額外成份(D)為抗氧化劑。當存在時, 成份(D)可以在基於該組合物重量之0.001%至1%範圍內之量添加至該組合物。適合的抗氧化劑係此項技術中已知且為市售的。適合的抗氧化劑包含酚系抗氧化劑及酚系抗氧化劑與穩定劑之組合。酚系抗氧化劑包括充分位阻的酚及部分受阻的酚。穩定劑包括諸如三價有機磷化合物、亞磷酸酯類、磷酸酯類及其組合之有機磷的衍生物; 諸如包括硫化物的有機硫

化合物、二硫代胺基甲酸二烷酯、二硫代二丙酸酯類及其組合之硫增效劑；及例如四甲基-哌啶衍生物類之位阻胺類。適合的抗氧化劑及穩定劑係揭示於1996年的American Chemical Society，第25卷，第375-396頁中 Polymer Durability Ciba-Geigy AG, Additives Division, CH-4002, Basel, Switzerland 之 Zweifel、Hans 之 "Effect of Stabilization of Polypropylene During Processing and Its Influence on Long-Term Behavior under Thermal Stress"。

適合的酚系抗氧化劑係此項技術中已知且包括維生素E及來自美國Ciba Specialty Chemicals之IRGANOX® 1010。IRGANOX®1010包含季戊四醇肆(3-(3,5-二-第三丁基-4-羥苯基)丙酸酯)。

額外成份(E)為顏料。適合顏料之實例包括 Stan-Tone 50SP01綠(其可自PolyOne購得)及例如Shawinigan乙炔黑之碳黑，其可自Chevron Phillips化學公司LP購得。

額外成份(F)為間隔劑。間隔劑可包含有機微粒、無機微粒或其組合。間隔劑可為熱傳導的、電傳導的或兩者皆是。間隔劑可具有25微米至250微米之粒度。間隔劑可包含單分散珠。成份(F)之量視包括微粒的分佈、在置放期間待施加之壓力及在置放期間之溫度的各種因素而定。該組合物可包含0至15%，或者0至5%之成份(F)，除成份(B)之外或替代部分成份(B)可添加成份(F)。該間隔劑可以組份(C)處理。

額外成份(G)為諸如溶劑或稀釋劑之媒劑。成份(G)可在

該組合物的製備期間添加，例如以輔助混合及傳遞。在該組合物製備後可另外移除全部或部分之成份(G)。成份(G)可包含有機溶劑、與成份(A)不同之聚有機矽氧烷流體或其組合。

額外成份(H)為濕潤劑。適合的濕潤劑包括此項技術中已知的起濕潤劑作用的陰離子、陽離子及非離子界面活性劑。陰離子濕潤劑例如 TERGITOL®No.7，陽離子濕潤劑例如 TRITON®X-100，且非離子濕潤劑例如 TERGITOL®NR27。

額外成份(M)為補強填料，其可補充或替代一部分成份(B)。成份(M)可為二氧化矽或例如短切 KEVLAR®之短切纖維。吾人不願受限於理論，認為短切 KEVLAR®改良強度及熱膨脹係數(CTE)。亦可以成份(C)處理成份(M)。

額外成份(N)為催化劑抑制劑。成份(N)可為加成反應催化劑抑制劑。加成反應催化劑抑制劑為此項技術中已知且為市售的，見例如美國專利 5,929,164(第一欄第 65 行至第 3 欄第 65 行)。吾人不願受限於理論，認為例如，當成份(A)自其製備方法中含有殘餘矽氫化催化劑時，催化劑抑制劑防止成份(A)交聯。

額外成份(O)為基質材料，其可補充或替代一部分成份(A)。成份(A)可包含諸如有機醯胺基蠟、Fischer-Tropsch 蠟、與成份(A)相容的聚合物、硬化劑及其組合之有機蠟。有機蠟係此項技術中已知的且為市售的。

可藉由在環境溫度或高溫使用任何諸如離心混合器(例

如可自 Hauschild 購得之混合器)或 Baker-Perkins 混合器之方便的混合技術混合所有成份來製得上述組合物。

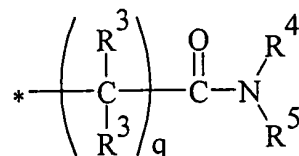
若存在成份(C)，可視情況藉由將成份(B)表面處理並隨後混合該組合物之成份製備該組合物。或者，組份(C)可與一些或所有其他成份同時混合。

若存在成份(G)，可藉由在環境溫度或高溫混合所有組份製備該組合物。在混合後可視情況移除一些或所有組份(G)。

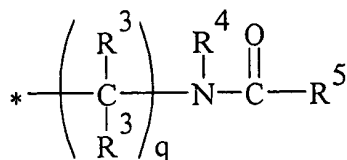
### 油脂

上述組合物可配製為油脂或為 PCC。該組合物是油脂還是 PCC 視包括成份(A)之選擇的各種因素而定。當成份(A)在 25°C 為液體時，該組合物可為油脂。該油脂可配製為具有  $0.02^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$  至  $0.5^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$  之熱阻。熱阻視包括選作成份(B)之熱傳導填料之量及類型的各種因素而定。

當該組合物為油脂時，在以上成份(A)之式中，q 可具有 2 至 16 範圍內之值，m 可具有 4 至 100 範圍內之值，n 可具有 0 至 100 範圍內之值，p 可具有 1 至 20 範圍內之值，s 可具有 0 至 7 範圍內之值，t 可具有 1 至 8 範圍內之值且 (s + t) 可具有 3 至 8 範圍內之值。當該組合物為油脂時，各  $R^2$  獨立地為具



有 5 至 16 個碳原子之烷基或式：



之醯胺-官能基。各  $R^4$  可獨立地為氫原子

或具有1至12個碳原子之單價烴基。各R<sup>5</sup>獨立地為具有1至12個碳原子之單價烴基。

在該油脂中成份(A)之量視包括選作成份(A)之經醯胺取代之聚矽氧、選作成份(B)之熱傳導填料及任何可添加至該油脂之額外成份的各種因素而定。然而，成份(A)之量可為基於該油脂重量之1%至65%，或者5%至10%。

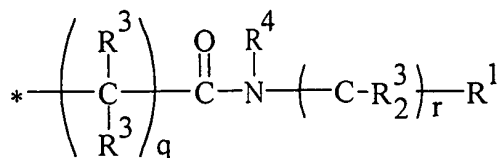
在該油脂中成份(B)之量視包括選作成份(A)之聚有機矽氧烷及選作成份(B)之熱傳導填料的各種因素而定。然而，成份(B)之量可為基於該油脂重量之35%至98%，或者90%至95%。

可以基於該油脂重量之0%至5%，或者0.1%至5%之量將成份(C)添加至該油脂中。

可以基於該油脂重量之0%至1%，或者0.001%至1%，或者0.01%至0.5%之量將成份(D)添加至該油脂中。該油脂可包含0至15%，或者0至5%之成份(F)，其可補充或替代一部分成份(B)。

### PCC

當該組合物為PCC時，成份(A)可具有在30至100°C範圍內之軟化溫度。在上式中之醯胺-官能基可具有式：



，其中R<sup>1</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>及r係如上所述。或者，各R<sup>1</sup>可獨立地為諸如甲基、乙基、丙基或丁基之烷基。或者，R<sup>3</sup>可為氫原子。或者，R<sup>4</sup>可為氫原子。在

以上成份(A)之式中，m可具有4至100範圍內之值，n可具有0至100範圍內之值，p可具有1至30範圍內之值，s可具有0至7範圍內之值，t可具有1至8範圍內之值，(s+t)可具有3至8範圍內之值，q可具有2至29範圍內之值，r可具有5至29範圍內之值，其限制條件為(q+r)可具有19至39範圍內之值。此經醯胺取代之聚矽氧可藉由包含組合物之矽氫化反應之方法製備，該組合物包括：

a)選自以下各物之有機氫矽氧烷：

- i)  $\text{HSi}(\text{R}^1)_2\text{O}[\text{Si}(\text{R}^1)_2\text{O}]_m\text{Si}(\text{R}^1)_2\text{H}$ ，
- ii)  $\text{R}^1_3\text{SiO}[\text{Si}(\text{R}^1)_2\text{O}]_n[\text{Si}(\text{R}^1)(\text{H})\text{O}]_p\text{SiR}^1_3$ ，
- iii)  $[\text{Si}(\text{R}^1)_2\text{O}]_s[\text{Si}(\text{R}^1)(\text{H})\text{O}]_t$ ，

或其組合物；

b)式  $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CR}^3_2)_{q-2}\text{C}(\text{O})\text{NH}(\text{CR}^3_2)_r$ ， $\text{R}^1$ 之醯胺；及

c)鉑族金屬催化劑，其中 $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、m、n、p、s、t、q及r係如上所述。

添加至PCC之成份(A)的量可在基於PCC重量之3%至30%，或者4%至8%之範圍內。

成份(B)的量可在基於PCC重量之70%至96%，或者92%至95.5%之範圍內。若組份(B)之量過低，該PCC可具有對於一些應用而言不足的導熱率。

成份(C)的量可在基於PCC重量之0%至4%，或者0.05%至4%之範圍內。

成份(D)的量可在基於PCC重量之0至1%，或者0.001%至1%，或者0.01%至0.5%之範圍內。

該 PCC 可含有 0 至 15%，或者 0 至 5% 之成份 (F)，其可補充或替代一部分成份 (B)。

#### 該組合物之使用方法

上述組合物可用作例如導熱界面材料 (TIM) 之界面材料。該界面材料可具有任何方便的組態，且熟習此項技術者將能藉由適當選擇成份 (A) 與 (B) 及任何額外成份控制該組態。當該組合物為 PCC 時，可將該 PCC 配製為在環境條件下之穩定形式。可將該 PCC 配製為在環境條件下之自行支撐。PCC 可視情況提供為諸如襯墊、錠劑、薄片或帶子之扁平構件。或者，PCC 可提供為半球狀瘤、凸面構件、棱錐或錐形。該 PCC 可配製為在環境條件下黏的或不黏固體。

PCC 可視情況在 PCC 的表面上具有一可移除之脫模片。當 PCC 在環境條件下為黏性時可使用一脫模片。該脫模片可為，例如一經蠟或聚矽氧塗布之具有相對低表面能的紙或塑膠薄片。PCC 可藉由任何諸如直接方法 (例如噴射塗布、刮刀塗布、輥塗布、澆注、鼓塗布、浸漬或其類似方法) 或使用脫模片的間接轉移方法之習知方式施用於面原料、襯層或其他脫模片。可在施加前將媒劑添加至該 PCC，且其後將該媒劑移除以在該脫模片上留下 PCC 之黏膜、塗料或殘餘物。

可視情況將 PCC 塗布於一基板，例如，當在加工期間 PCC 缺乏足夠的形態穩定性時。該基板可為熱傳導材料、電傳導材料或兩者皆是。該基板可為，例如一金屬箔或穿

孔金屬箔(亦即,一篩網),例如金、銀、銅或鋁箔;聚醯亞胺;聚醯胺;來自美國 Delaware Wilmington的E. I. Du Pont de Nemours and Company, Inc.的KAPTON®;或聚對苯二甲酸乙二酯聚酯(來自美國 Delaware Wilmington的E. I. Du Pont de Nemours and Company, Inc.之MYLAR®)。該PCC可塗布於該基板之一或多個表面。吾人不願受限於理論,認為向穿孔金屬箔的一側上提供包含PCC塗料之襯墊可提供如下優點:穿孔金屬箔的未經塗布的表面不黏且不需要襯層,在安裝後且在運作溫度下,該PCC可流經穿孔金屬箔中的孔並至少部分接觸待冷卻設備的表面以降低界面熱阻,在一再加工方法中,該散熱片或散佈機可選擇性地於箔-設備界面自該設備分離。可藉由在高溫將穿孔金屬箔壓至一PCC膜製造此襯墊。

或者,可將PCC塗布至基板之一或多側。脫模片可用於經塗布之基板的該(等)經塗布側上。此界面材料顯示於圖1。在圖1中,界面材料100包含基板101及形成於基板101對側之上述的PCC層102。釋放襯層103係施用於PCC 102之經曝露的表面。

可製備各種包含上述PCC之界面材料。上述PCC可藉由各種包含彼等描述於美國專利4,299,715及5,904,796之方法用於製備界面材料。

該組合物可沿熱路徑插入於一熱源與一散熱片之間。該組合物可在熱路徑內插入於一第一散熱片與一第二散熱片之間。或者,該組合物可在熱路徑內插入於一電子元件與

一第一散熱片之間。當該組合物為油脂時，該油脂可藉由任何諸如濕分配、絲網印刷、範本印刷或溶劑澆注該油脂之方便的方式進行插入。當該組合物為PCC時，PCC可藉由任何諸如施用一穩定形態PCC或包含PCC之界面材料之方便的方式插入於熱源與具有或不具有黏著劑或打底劑、分散PCC的熱熔融物或澆注PCC的溶劑之散熱片或散熱片之間。

熱源可包含諸如半導體、電晶體、積體電路或分離設備之電子元件。

散熱片可包含一熱傳導盤、一熱傳導蓋、一風扇、一循環冷卻劑系統、一散熱片或其組合。該組合物可與電子元件及散熱片(TIM1)直接接觸使用。該組合物或可施用於電子元件並且其後為散熱片，或該組合物可施用於散熱片並且其後為電子元件。或者，該組合物可與第一散熱片與第二散熱片(TIM2)直接接觸使用。該組合物或可施用於第一散熱片並且其後為第二散熱片，或該組合物可施用於第二散熱片並且其後為第一散熱片。

當該組合物為PCC時，在將PCC沿熱路徑插入期間或之後，可將PCC加熱至一等於或大於軟化溫度之溫度。可施加壓力。接著可將PCC冷卻。

本發明進一步係關於一設備，其包含：

- a)一電子元件，
- b)一導熱界面材料，及
- c)一散熱片；

其中該導熱界面材料係沿一自該電子元件之一表面延伸至散熱片之一表面之熱路徑插入於該電子元件與該散熱片之間，其中該導熱界面材料包含該上述之油脂。

此發明進一步係關於一設備，其包含：

- a) 一電子元件，
- b) 一第一導熱界面材料，
- c) 一第一散熱片，
- d) 一第二導熱界面材料，及
- e) 一第二散熱片；

其中該第一界面材料係沿一自該電子元件之一表面延伸至該第二散熱片之一表面之熱路徑插入於該電子元件與該散熱片之間，該第二導熱界面材料係沿該熱路徑插入於該第一散熱片與該第二散熱片之間，且第一導熱界面材料及第二導熱界面材料中至少一者包含上述組合物。

圖2顯示根據本發明之設備200。設備200包含一電子元件(顯示為積體電路晶片)203，其經由晶粒附著黏著劑209安裝至基板204。基板204具有經由襯墊210與其附著的焊球205。第一界面材料(TIM1)206係插入於IC晶片203與金屬蓋207之間。金屬蓋207發揮散熱片的作用。第二界面材料(TIM2)202插入於金屬蓋207與一散熱片201之間。當該設備運作時，熱沿箭頭208所代表的熱路徑移動。

可包括上述組合物製備產物與設備。例如，上述組合物可用作或用於揭示於美國專利5,912,805、5,930,893、5,950,066、6,054,198及6,286,212之設備中之導熱界面材

料，與彼文所描述之界面材料一起使用或者替代彼文所描述之界面材料。

### 實例

此等實例意欲向彼等熟習此項技術者說明本發明並且不應理解為限制本申請專利範圍內所陳述之本發明之範疇。除非另外說明，黏度係於25°C下量測。"Me"意謂甲基。"C<sub>18</sub>Si(OMe)<sub>3</sub>"代表十八基三甲氧基矽烷。

#### 實例1.具有末端雙鍵之醯胺的製備

將具有式CH<sub>2</sub>=CH(CH<sub>2</sub>)<sub>8</sub>CO<sub>2</sub>H之十一碳烯酸及根據表1之胺裝載入一玻璃反應器。將該反應器以氮淨化10分鐘。將該反應器在200°C下加熱同時以氮流攪拌10小時，並且產生的水以一水冷卻冷凝器移除。藉由於2托(torr)下加熱至高達200°C將反應器內容物汽提以移除未反應的試劑及殘餘的水副產物。

#### 實例2.經醯胺取代之聚矽氧的製備

將實例1中製備的醯胺及根據表2之聚有機氫矽氧烷裝載入一玻璃反應器。將該反應器以氮淨化10分鐘。將該反應器在100°C下及氮下攪拌加熱。移除熱源。攪拌加入足以提供基於該反應物總重量之50 ppm之鉑之鉑催化劑。使溫度穩定且在溫度穩定後將該反應器在120°C下加熱1小時以完成該反應。在一由Rheometric Scientific製造之Advanced Rheometric Expansion System上評估產物之樣品以在25°C下於30 rad使用於30-50 rad之穩定速率掃描測試、40 mm之平行板及杯狀夾具及0.6 mm之間隙量測黏度(Eta)。結果

係顯示於表 2。

### 實例 3. 油脂之製備及特徵

根據表 3，將實例 2 中製備之經醯胺取代之聚矽氧、十八基三甲氧基矽烷及填料裝載入一 4 噸的混合器杯中。所得組合係於 Hauschild 離心混合器上於 3500 rpm 混合直至獲得均一的油脂。CB-A20S、CB-A09S 及 A1-43-ME 係獲自 Showa Denko 之氧化鋁填料，H-3 及 H5 係獲自 Valimet 之鋁填料，Kadox 911 及 XX-503R 係獲自美國 Zinc Corp. 之氧化鋅填料及 ABY-499 係獲得自 Toyal America Inc. 之鋁填料。產物樣品係運行於一由 Rheometric Scientific 製造之 Advanced Rheometric Expansion System 以使用於 0.1 至 1 rad、25 mm 平行板夾具及 0.6 mm 間隙之穩定速率掃描測試量測於 25°C 下之黏度 (Eta)。於 50°C 及 20 psi 下測試可使用注射器施用於日立熱阻系統之探針上之油脂樣品的熱阻 (TR) 及黏合劑層厚度 (BLT)。該等結果顯示於表 3。

### 實例 4. 具有末端雙鍵之醯胺的製備

將十一碳烯酸 ( $\text{CH}_2=\text{CH}(\text{CH}_2)_8\text{CO}_2\text{H}$ ) 及根據表 4 之胺裝載入一玻璃反應器，以氮淨化該反應器 10 分鐘，於 160°C 及氮下攪拌加熱該反應器 2 小時並以一水冷卻冷凝器移除所產生的水，在同樣條件下於 220°C 加熱 1 小時以移除更多的水，2 托下於 240°C 加熱 1 小時以移除任何所產生的揮發物。該等產物的樣品係置於密封盤中並使差示掃描熱量測定以 2°C/分之勻變率自 -30°C 運行至 150°C 以量測熔點。結果列於表 4。

### 實例 5. 經醯胺取代之聚矽氧(ADS)的製備

將醯胺及根據表 5 之含 SiH 聚矽氧裝載入一玻璃反應器，以氮淨化該反應器 10 分鐘，於 120°C 及氮下攪拌加熱該反應器並接著移除該熱源，攪拌添加基於該反應物總重量之 50 ppm 之 Pt 之 Pt 催化劑，在溫度穩定後於 120°C 加熱該反應器 1 小時以完成該反應。將產物之樣品運行於由 Rheometric Scientific 製造之 Advanced Rheometric Expansion System 在 30 至 90°C 之溫度範圍下、1 rad、40 mm 之平行板及杯狀夾具及 0.6 mm 間隙使用動態 T 勻變測試量測錯合物黏度 (Eta\*)。使用 Eta\* 為 10000 泊 (poise) 時之溫度確定各產物之軟化溫度。結果顯示於表 5。

### 實例 6. 熱傳導相變組合物的製備

根據表 3，將經醯胺取代之聚矽氧、十八基三甲氧基矽烷 (C<sub>18</sub>Si(OMe)<sub>3</sub>) 及填料裝載入一 4 兩的牙科混合器杯中，將其於 3500 rpm 於一 Hauschild 離心混合器混合 30 秒。CB-A20S、CB-A09S 及 Al-43-ME 係獲自 Showa Denko 之 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 填料，H-5 及 H10 係獲自 Valimet 之 Al 填料，Kadox 911 係獲自美國 Zinc Corp. 之 ZnO 填料及 ABY-499 係獲自 Toyal America Inc. 之 Al 填料。將產物樣品運行於由 Rheometric Scientific 製造的 Advanced Rheometric Expansion System 以於 40°C 及 60°C 使用一 1 rad 之頻率、25 mm 之平行板夾具及 0.6 mm 之間隙量測錯合物黏度 (Eta\*)。結果係顯示於表 6。

### 實例 7. 熱傳導相變襯墊的製造及特徵

熱傳導相變組合物 (PCC) 之樣品係置於兩個釋放襯墊之

間且於90°C在一加熱板塗布機上從其上拉出厚度為4至6密耳(mil)的膜。製作1 cm乘1 cm的無支撐襯墊並於55°C及20 psi下於日立熱阻系統測試熱阻(TR)及黏合劑層厚度(BLT)。結果概括於表7。

#### 實例8.運載於Al篩網或箔上之熱傳導襯墊的製造及特徵

將一1.5密耳的Al篩網或1密耳的Al箔置於兩個釋放襯墊之間，且將PCC樣品置於兩者上並在該篩網或箔下。於90°C在一加熱板塗布機上將厚度為5至6密耳之膜自其上拉出。將襯墊切割為1 cm乘1 cm並於55°C及20 psi下於日立熱阻系統測試熱阻(TR)及黏合劑層厚度(BLT)。結果概括於表8。

#### 工業可應用性

該組合物適用於在各種電子設備中作為TIM。

表1.醯胺的製備(十一碳烯酸之重量份係固定為1)。

樣品	胺	胺之重量份
1-1	2-乙基己基胺	0.702
1-2	苯乙基胺	0.658
1-3	2,3-二甲基環己基胺	0.690
1-4	二戊基胺	0.854
1-5	辛基胺	0.702

表 2. 經醯胺取代之聚矽氧烷的製備 (聚有機氫矽氧烷之重量份係固定為 1)。

樣品	聚有機氫矽氧烷	醯胺	醯胺 (重量份)	1-十二烯 (重量份)	25°C 狀態 之產物	於 30S-1, 25°C 之 Eta(泊)
2-1	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-1	0.394	0	流體	8.9
2-2	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-2	0.384	0	流體	6.0
2-3	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-3	0.392	0	流體	18.3
2-4	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-4	0.432	0	流體	0.78
2-5	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{100}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-1	0.076	0	流體	21.1
2-6	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-1	0.197	0.112	流體	1.95
2-7	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-4	0.216	0.112	流體	0.51
C2-8	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	1-5	0.395	0	膠體	NA

表3.熱傳導油脂組合物之製備及特徵

樣品	流體 (重量份)	C <sub>18</sub> Si(OMe) <sub>3</sub> (重量份)	填料1 (重量份)	填料2 (重量份)	填料3 (重量份)	於IS-1、25 °C之Eta(泊)	BLT (mm)
3-1	2-1	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	19736	未經測試
3-2	2-2	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	47152	未經測試
3-3	2-3	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	22642	未經測試
3-4	2-4	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	2203	0.015
C3-5	2-5	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	過硬， 不適合測試	未經測試
3-6	2-6	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	7410	0.020
3-7	2-7	4.14	60.7 CB-A09S	20.6 ABY-499	14.3 Kadox911	1958	0.014
3-8	2-1	5.55	62.8 CB-A20S	31.4 AI-43-ME		7617	0.048
3-9	2-2	5.55	62.8 CB-A20S	31.4 AI-43-ME		6653	0.048
3-10	2-3	5.55	62.8 CB-A20S	31.4 AI-43-ME		15294	0.049
3-11	2-7	6.86	62.11 H-3	30.7 Kadox 911		3675	0.025
3-12	2-7	6.44	49.03 H-5	26.14 ABY-499	18.08 Kadox911	5484	0.023
3-13	2-7	5.71	68.37 XX-503R	25.65 Kadox 911		9197	0.020
3-14	2-7	18.04	81.1 Kadox 911			3076	0.001
3-15	2-7	4.98	35.93H-3	39.22 XX-503R	19.62 Kadox 911	10217	0.015

樣品3-1、3-2、3-3及比較樣品3-5未測試熱阻。樣品3-4、3-6、3-7、3-8、3-9、3-10、3-11、3-12、3-13、3-14及3-15之熱阻係經量測的。此等樣品之熱阻在0.048至0.172之範圍內。

表 4. 醯胺的製備(十一碳烯酸之重量份係固定於 1)。

樣品	胺	胺之重量份	熔點(°C)
4-1	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{NH}_2$	0.702	48.5
4-2	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{NH}_2$	0.914	55.7
4-3	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{NH}_2$	1.19	72.0

表 5. 經醯胺取代之聚矽氧的製備(聚矽氧之重量份係固定於 1)

樣品	聚矽氧	醯胺4-2 之重量份	醯胺4-3 之重量份	軟化溫 度(°C)
5-1	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	0.469	0	36
5-2	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	0	0.544	52
5-3	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{17}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	0.160	0.359	47
5-4	$\text{HSi}(\text{Me})_2\text{O}[\text{Si}(\text{Me})_2\text{O}]_{100}\text{Si}(\text{Me})_2\text{H}$	0	0.104	45

表 6. 熱傳導相變組合物的製備

樣品號	ADS	ADS (重量份)	C <sub>18</sub> Si(OMe) <sub>3</sub> (重量份)	填料1 (重量份)	填料2 (重量份)	填料3 (重量份)	於 40°C 之 Eta* (泊)	於 40°C 之 Eta* (泊)
6-1	5-2	5.55	0.25	62.8 CB-A20S	31.4 Al-43-ME		1.74×10 <sup>8</sup>	3.59×10 <sup>3</sup>
6-2	5-4	5.55	0.25	62.8 CB-A20S	31.4 Al-43-ME		2.55×10 <sup>6</sup>	1.79×10 <sup>4</sup>
6-3	5-1	6.17	0.25	62.7 CB-A09S	30.88 ABY-499		2.37×10 <sup>3</sup>	1.10×10 <sup>3</sup>
6-4	5-2	6.17	0.25	62.7 CB-A09S	30.88 ABY-499		1.95×10 <sup>8</sup>	1.60×10 <sup>5</sup>
6-5	5-2	6.42	0	62.7 CB-A09S	30.88 ABY-499		2.19×10 <sup>8</sup>	3.51×10 <sup>5</sup>
6-6	5-1+5-2	2.04+4.13	0.25	62.7 CB-A09S	30.88 ABY-499		1.01×10 <sup>8</sup>	4.42×10 <sup>4</sup>
6-7	5-3	6.17	0.25	62.7 CB-A09S	30.88 ABY-499		1.25×10 <sup>7</sup>	1.85×10 <sup>3</sup>
6-8	5-3	7.00	0.25	62.14 H-5	30.61 Kadox911		4.54×10 <sup>7</sup>	3.42×10 <sup>5</sup>
6-9	5-3	9.00	0.25	60.8 H-10	29.95 ABY-499		3.09×10 <sup>7</sup>	6.41×10 <sup>2</sup>
6-10	5-2	4.14	0.25	69.23 CB-A09S	23.08 ABY-499	7.69 Kadox911	2.76×10 <sup>8</sup>	5.87×10 <sup>5</sup>

表 7. 熱傳導襯墊之性質 (NA 為不可用)

樣品	PCC	可否製造 1 cm 乘 1 cm 襯墊	TR°C·cm <sup>2</sup> /W	BLT (mm)
7-1	6-1	是	0.186	0.050
7-2	6-2	不可	NA	NA
7-3	6-3	不可	NA	NA
7-4	6-4	是	0.097	0.020
7-5	3-5	是	0.107	0.020
7-6	6-6	是	0.099	0.020
7-7	6-7	是	0.105	0.020
7-8	6-8	是	0.140	0.053
7-9	6-9	是	0.105	0.024
7-10	6-10	是	0.100	0.040

表 8. 運載於 Al 篩網或箔上之熱傳導襯墊的性質

樣品	PCC	載體	TR°C·cm <sup>2</sup> /W	BLT(mm)
8-1	7-1	Al 篩網	0.275	0.115
8-2	7-4	Al 箔	0.180	0.072

## 【圖式簡單說明】

圖 1 係根據本發明之界面材料。

圖 2 係根據本發明之電子設備之截面。

## 【主要元件符號說明】

- 100 界面材料
- 101 基板
- 102 PCC 層
- 103 釋放襯層
- 200 設備
- 201 散熱片
- 202 第二界面材料 (TIM2)
- 203 積體電路 (IC) 晶片

- 204 基板
- 205 焊球
- 206 第一界面材料(TIM1)
- 207 金屬蓋
- 208 箭頭
- 209 晶粒附著黏著劑
- 210 襯墊

### 五、中文發明摘要：

一種組合物，其包括：(A)經醯胺取代之聚矽氧及(B)熱傳導填料。該組合物可用作自電子設備散熱用之導熱界面材料。

### 六、英文發明摘要：

十一、圖式：

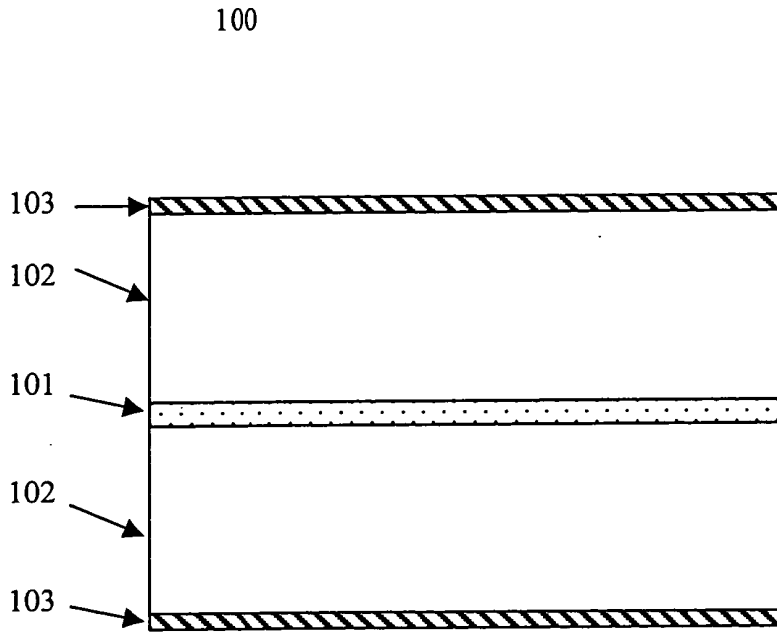


圖 1

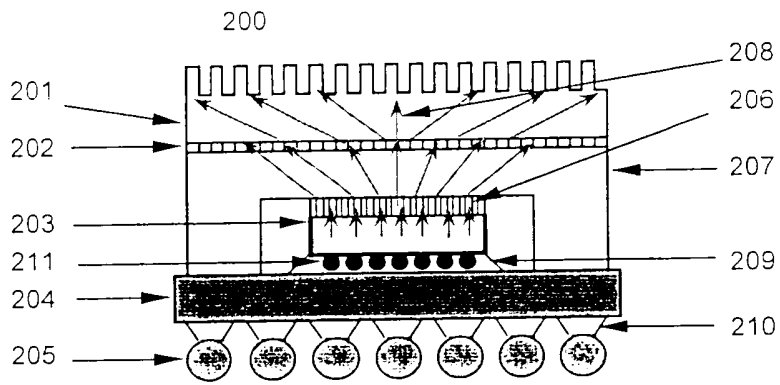


圖 2

## 七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

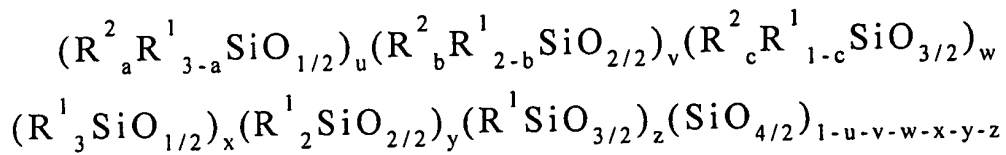
100 界面材料

101 基板

102 PCC層

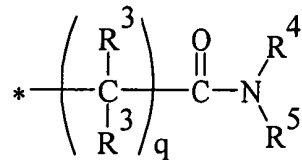
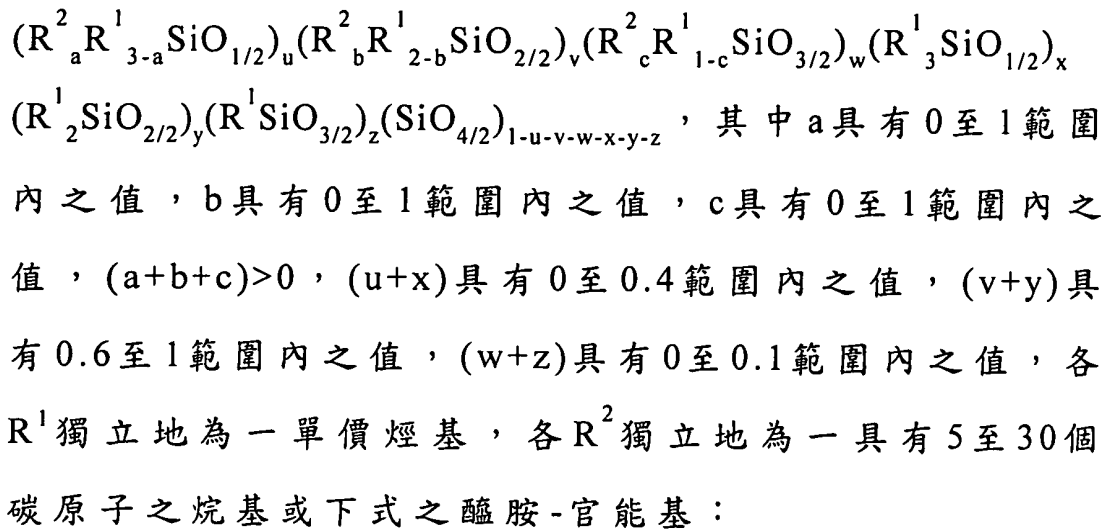
103 釋放襯層

## 八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：



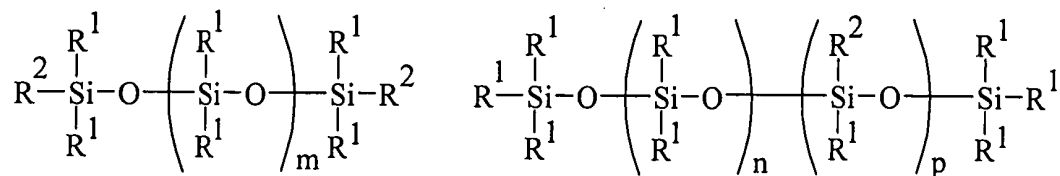
## 十、申請專利範圍：

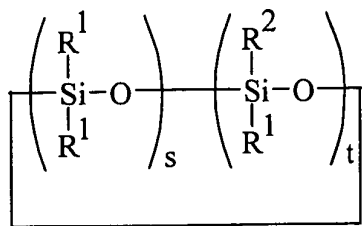
1. 一種經醯胺取代之聚矽氧，其具有如下單位式：



，其中各 R<sup>3</sup> 獨立地為一氫原子、一鹵素原子或一單價有機基，但至少一個 R<sup>3</sup> 不為氫，各 R<sup>4</sup> 獨立地為一氫原子或一具有 1 至 12 碳原子之經取代或未經取代之烴基，及各 R<sup>5</sup> 獨立地為式 -(CR<sup>3</sup>)<sub>r</sub>R<sup>1</sup> 之基，其中 r 具有 5 至 29 範圍內之值且 q 具有 10 至 29 範圍內之值，其限制條件為 1 莫耳% 至 100 莫耳% 之 R<sup>2</sup> 為醯胺-官能基。

2. 如請求項 1 之經醯胺取代之聚矽氧，其具有選自以下之式：





或其組合，其中 m 具有 4 至 100 範圍內之值，n 具有 0 至 100 範圍內之值，p 具有 1 至 30 範圍內之值，s 具有 0 至 7 範圍內之值，t 具有 1 至 8 範圍內之值及 (s + t) 具有 3 至 8 範圍內之值。

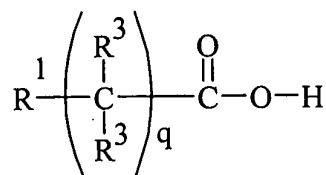
3. 一種用於製造如請求項 1 之經醯胺取代之聚矽氧之方法，該方法包含：

1) 在至少 200°C 之溫度下加熱胺及脂族不飽和酸、酸酐或醯基氯化物以形成醯胺，

2) 加入末端烯烴，及

3) 在鉑族金屬催化劑的存在下以具有至少一矽鍵結的氫原子之聚有機氫矽氧烷使該醯胺進行矽氫化。

4. 如請求項 3 之方法，其中該胺具有式  $\begin{array}{c} R^4 \\ | \\ H-N \\ | \\ R^5 \end{array}$  且該酸具有式



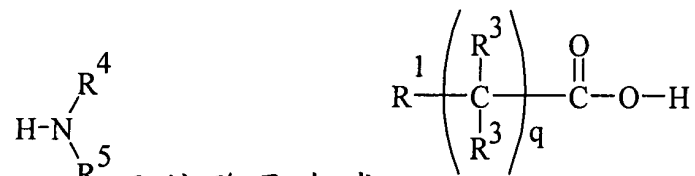
，其中各  $R^1$  獨立地為一不飽和單價烴基，其中各  $R^3$  獨立地為一氫原子、一鹵素原子或一單價有機基，但至少一個  $R^3$  不為氫，各  $R^4$  獨立地為一具有 1 至 12 個碳原子之經取代或未經取代烴基及各  $R^5$  獨立地為一氫原子、一具有 1 至 12 個碳原子之單價烴基或式  $-(CR^3)_r R^1$  之基，其中 r 具有 5 至 29 範圍內之值且 q 具有 2

至29範圍內之值。

5. 如請求項3之方法，其進一步包含在步驟2)前純化形成於步驟1)之醃胺。
6. 一種用於製造經醃胺取代之聚矽氧之方法，該方法包含：

1)在至少200°C之溫度下加熱胺及脂族不飽和酸、酸酐或醃基氯化物以形成醃胺，及

2)在鉑族金屬催化劑的存在下以具有至少一矽鍵結的氫原子之聚有機氫矽氧烷使該醃胺進行矽氫化，



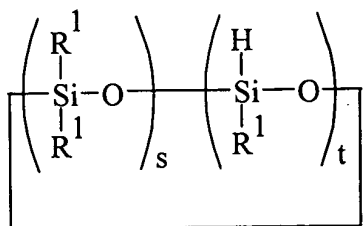
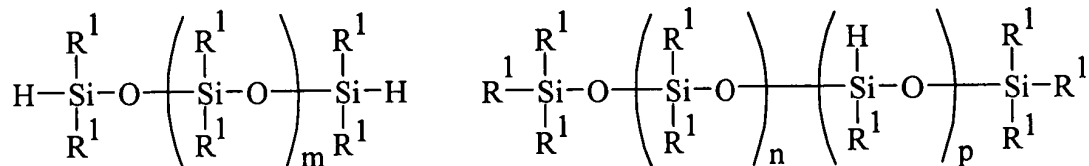
其中該胺具有式  $\text{H}-\text{N} \begin{array}{c} \text{R}^4 \\ | \\ \text{R}^5 \end{array}$  且該酸具有式  $\text{R}-\left( \begin{array}{c} \text{R}^3 \\ | \\ \text{C} \\ | \\ \text{R}^3 \end{array} \right)_q - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C}-\text{O}-\text{H}$ ，

其中各 $\text{R}^1$ 獨立地為一不飽和單價烴基，其中各 $\text{R}^3$ 獨立地為一氫原子、一鹵素原子或一單價有機基，但至少一個 $\text{R}^3$ 不為氫，各 $\text{R}^4$ 獨立地為一具有1至12個碳原子之經取代或未經取代烴基，及各 $\text{R}^5$ 獨立地為一氫原子、一具有1至12個碳原子之單價烴基或式 $-(\text{CR}^3)_r\text{R}^1$ 之基，其中 $r$ 具有5至29範圍內之值且 $q$ 具有2至29範圍內之值，且其中該聚有機氫矽氧烷具有單位式： $(\text{H}_a\text{R}^1_{3-a}\text{SiO}_{1/2})_u$

$(\text{H}_b\text{R}^1_{2-b}\text{SiO}_{2/2})_v(\text{H}_c\text{R}^1_{1-c}\text{SiO}_{3/2})_w(\text{R}^1_3\text{SiO}_{1/2})_x(\text{R}^1_2\text{SiO}_{2/2})_y$   
 $(\text{R}^1\text{SiO}_{3/2})_z(\text{SiO}_{4/2})_{1-u-v-w-x-y-z}$ ，其中 $a$ 具有0至1範圍內之值， $b$ 具有0至1範圍內之值， $c$ 具有0至1範圍內之值， $(a+b+c)>0$ ， $(u+x)$ 具有0至0.4範圍內之值， $(v+y)$ 具有0.6至1範圍內之值， $(w+z)$ 具有0至0.1範圍內之值，及各 $\text{R}^1$

獨立地為一單價烴基。

7. 如請求項6之方法，其中該聚有機氫矽氧烷含有選自以下之式：



或其組合，其中m具有4至100範圍內之值，n具有0至100範圍內之值，p具有1至30範圍內之值，s具有0至7範圍內之值，t具有1至8範圍內之值及(s+t)具有3至8範圍內之值。