



(21)申請案號：109138974

(22)申請日：中華民國 109 (2020) 年 11 月 09 日

(51)Int. Cl. : **C08L83/07 (2006.01)** **C08L83/05 (2006.01)**
 C08K3/22 (2006.01) **C08K9/06 (2006.01)**
 C09K5/14 (2006.01) **C08J3/20 (2006.01)**

(30)優先權：2019/11/15 日本 2019-207067
 2020/04/06 日本 2020-068492

(71)申請人：日商信越化學工業股份有限公司 (日本) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD. (JP)
 日本

(72)發明人：岩田充弘 IWATA, MITSUHIRO (JP)；多畑勇志 TABATA, YUJI (JP)；高橋瞳子
 TAKAHASHI, TOKO (JP)；石田凜緒 ISHIDA, RIO (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

JP 2011-122084A JP 2019131734A
 US 20050048296A1

審查人員：陳俊志

申請專利範圍項數：13 項 圖式數：0 共 87 頁

(54)名稱

熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法

(57)摘要

一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有：

加熱混合物，其係在一分子中具有至少 2 個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷、在一分子中具有至少 3 個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷、與以 60°C×24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 50ppm 以下的氧化鋁粒子之加熱混合物，其為該氧化鋁粒子經上述有機氫聚矽氧烷所表面處理而成之混合物；

在一分子中具有 2 個或其以上鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷；與
 鉑族金屬觸媒。

其可塗佈於包含電氣・電子零件及搭載有此等的電路基板之模組內，且硬化後，可發揮優異的應力緩和特性與熱傳導性。



I869484

【發明摘要】

【中文發明名稱】

熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法

【中文】

一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有：

加熱混合物，其係在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷、在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷、與以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁粒子之加熱混合物，其為該氧化鋁粒子經上述有機氫聚矽氧烷所表面處理而成之混合物；

在一分子中具有2個或其以上鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷；與

鉑族金屬觸媒。

其可塗佈於包含電氣・電子零件及搭載有此等的電路基板之模組內，且硬化後，可發揮優異的應力緩和特性與熱傳導性。

【指定代表圖】無

【代表圖之符號簡單說明】無

【特徵化學式】無

【發明說明書】

【中文發明名稱】

熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法

【技術領域】

【0001】本發明關於熱傳導性優異的加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法，尤其關於作為電子零件用散熱構件使用時，不損傷功率裝置、電晶體、閘流體、CPU(中央處理裝置)等之發熱性電子零件，可組入電子機器中，賦予應力緩和與絕緣性優異之熱傳導性聚矽氧硬化物之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法。

【先前技術】

【0002】近年來，隨著電子零件電路之高積體化、高電壓化，從IC、電路所產生的熱量增大，以緩和熱應力為目的，使用熱傳導性聚矽氧組成物。

以熱應力之緩和為目的，已知只要使用熱傳導性良好的填充劑即可，作為如此填充劑，已知二氧化矽粉末、氧化鋁粉末、碳化矽粉末、氮化矽粉末、氮化鋁粉末、氧化鎂粉末、鑽石粉末、鐵、不銹鋼、銅等之金屬粉末以及碳粉末等。

【0003】然而，於上述填充劑之中，金屬粉末、碳粉末具有電導性，無法使用於以電絕緣為目的之熱傳導性聚矽氧組成物。碳化矽粉末、鑽石粉末皆為硬度高的材料，

經由此等粉末所填充的基板內之配線或元件有磨耗、切斷之虞。氮化矽粉末、氮化鋁粉末、氧化鎂粉末等係從電絕緣性之觀點來看可使用，但皆顯示水解性，缺乏長期的安定性，再者二液型的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之保存性確保亦困難。

【0004】從如上述之觀點來看，作為實際可使用的填充劑，可舉出二氧化矽粉末、氧化鋁粉末，二氧化矽粉末係熱傳導性不充分，若欲賦予高的熱傳導性，則聚矽氧組成物之黏度等作業性大幅降低。又，使用氧化鋁粉末時，已知由於氧化鋁表面上殘存的Al-OH基之影響，而與鍵結於矽原子的氫原子反應，引起脫氫反應，於設定在低交聯密度的低硬度材料中，脫氫反應之影響係無法忽視。作為其對策，有提案使用經矽烷基乙烯酮縮醛等所處理之氧化鋁(日本發明專利第2741436號公報：專利文獻1)，或規定氧化鋁之pH的聚矽氧凝膠組成物(日本發明專利第3676544號公報：專利文獻2)。

【0005】然而，於前述矽烷基乙烯酮縮醛之表面處理氧化鋁中，擔心熱歷時的硬度變化，於以應力緩和為主要目的的環境中之使用為困難。又，於前述規定pH的氧化鋁中使用無機酸的處理劑，因殘存的無機酸而隨著時間經過發生脫氫反應，難以抑制隨著時間經過的硬度變化。

【0006】因此，有提供流動性與長期保存性優異，硬化後優異的應力緩和特性，同時隨著時間經過的硬度變化少之熱傳導性聚矽氧凝膠組成物，但沒有關於具體的熱傳

導率或二液型的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之記載，且由於所規定的氧化鋁之煮沸萃取後的 Na^+ 離子量過多，熱傳導率為 $2.0\text{W/m}\cdot\text{K}$ 以上之情況係不充分(日本發明專利第5821160號公報：專利文獻3)。

[先前技術文獻]

[專利文獻]

【0007】

[專利文獻1]日本發明專利第2741436號公報

[專利文獻2]日本發明專利第3676544號公報

[專利文獻3]日本發明專利第5821160號公報

【發明內容】

[發明所欲解決的課題]

【0008】本發明係鑒於上述事情而完成者，目的在於提供可塗佈於包含電氣・電子零件及搭載有此等的電路基板之模組內，且硬化後，可發揮優異的應力緩和特性與熱傳導性之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法。

[解決課題的手段]

【0009】本發明者們為了達成上述目的而專心致力的檢討，結果發現：一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有：加熱混合物，其係在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷、在一分子中具有至

少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷、與以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁粒子之加熱混合物，其為該氧化鋁粒子經上述有機氫聚矽氧烷所表面處理而成之混合物；在一分子中具有2個或其以上鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷；與，鉑族金屬觸媒。作為較佳的熱傳導性填充劑，將以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末、以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁、含有烯基的有機聚矽氧烷與有機氫聚矽氧烷，同時地在70°C以上之溫度進行加熱處理混合後，於該混合物中，藉由添加有機氫聚矽氧烷與硬化觸媒而得之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，或作為作為熱傳導性填充劑，將以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁與含有烯基的有機聚矽氧烷，在70°C以上之溫度進行加熱處理混合後，於該混合物中添加硬化觸媒之第1液，與作為熱傳導性填充劑，將以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁、含有烯基的有機聚矽氧烷與特定構造的有機氫聚矽氧烷，同時地在70°C以上之溫度進行加熱處理混合後，於該混合物中添加特定構造的有機氫聚矽氧烷之第2液，藉由使用由第1液與第2液之二液型所成的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，而保存性提升，抑制隨著時間經過的硬度變化，終於

完成本發明。

【0010】因此，本發明提供下述所示之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其製造方法。

[1]一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有：

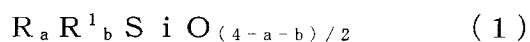
加熱混合物，其係在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷、在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷、與以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁粒子之加熱混合物，其為該氧化鋁粒子經上述有機氫聚矽氧烷所表面處理而成之混合物；

在一分子中具有2個或其以上鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷；與

鉑族金屬觸媒。

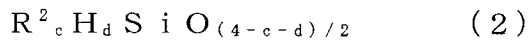
[2]如[1]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有(A)～(C)之溫度70°C以上的加熱處理混合物與(D)及(E)；

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷：100質量份，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001～0.2，b為1.7～2.2，且a+b為滿足1.9～2.4之正數)；

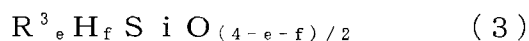
(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， c 為0.7~2.2， d 為0.001~0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁：1,000~7,000質量份，

(D)下述平均組成式(3)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(D)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



(式中， R^3 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， e 為0.7~2.2， f 為0.001~0.5，且 $e+f$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

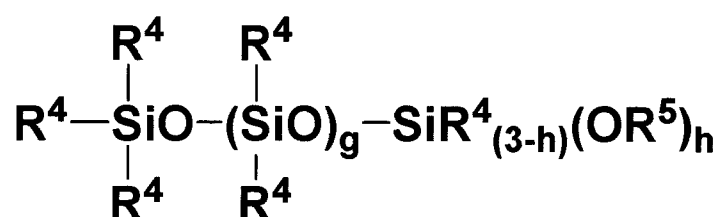
組成物之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，組成物在25°C下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度

6(1/sec))，為 30 ~ 800Pa · s。

[3]如[2]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其中(B)成分與(D)成分中的SiH基之合計量係相對於(A)成分中的烯基1個，為0.11~5個之比例。

[4]如[2]或[3]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物加熱處理混合物，其中加熱處理混合物係(A)~(C)成分與矽烷偶合劑(F)及/或下述通式(5)所示之在25°C下的黏度為0.01~30Pa · s之有機聚矽氧烷(G)之溫度70°C以上的加熱處理混合物；

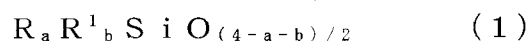
【化1】



(式中，R⁴獨立為未取代或取代的1價烴基，R⁵獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g為5~100之整數，h為1~3之整數)。

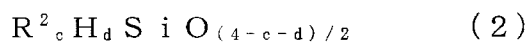
[5]一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其係藉由將(A)~(C)在70°C以上之溫度下進行加熱處理，於經冷卻的加熱處理混合物中添加混合(D)及(E)而得到組成物；

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷：100質量份，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

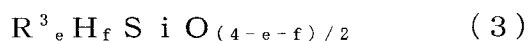
(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



(式中，R²獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，c為0.7~2.2，d為0.001~0.5，且c+d為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁：1,000~7,000質量份，

(D)下述平均組成式(3)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(D)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



(式中，R³獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，e為0.7~2.2，f為0.001~0.5，且e+f為滿足0.8~2.5之正數)；

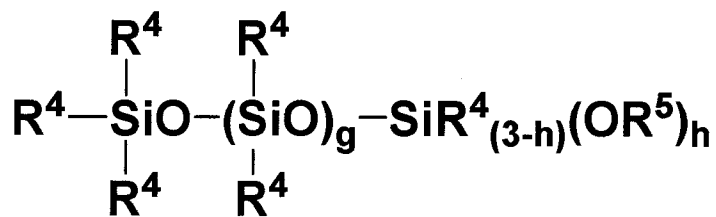
(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分，以鉑族金屬質量計1~200ppm，

所得之組成物之熱傳導率係於依據 ISO 22007-2 的熱盤法中，為 2.0~7.0 W/m·K，所得之組成物在 25°C 下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子 A，於旋轉數 10rpm 測定時(剪切速度 6(1/sec))，為 30~800 Pa·s。

[6]如[5]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其中(B)成分與(D)成分中的 SiH 基之合計量係相對於(A)成分中的烯基 1 個，為 0.11~5 個之比例。

[7]如[5]或[6]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其中於(A)~(C)成分中，進一步混合矽烷偶合劑(F)及/或下述通式(5)所示之在 25°C 下的黏度為 0.01~30 Pa·s 之有機聚矽氧烷(G)，進行加熱處理；

【化 2】



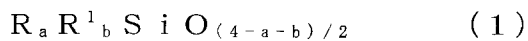
(5)

(式中，R⁴獨立為未取代或取代的 1 價烴基，R⁵獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g 為 5~100 之整數，h 為 1~3 之整數)。

[8]如[1]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其包含第 1 液與第 2 液之二液型；

該第 1 液含有：

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少 2 個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；及

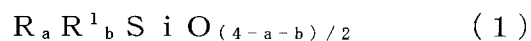
(C)以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁

之溫度70°C以上的加熱處理混合物，與

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分之合計質量，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

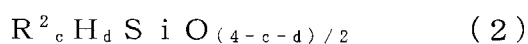
該第2液含有：

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



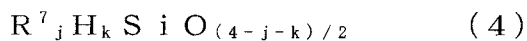
(式中，R²獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，c為0.7~2.2，d為0.001~0.5，且c+d為滿

足 0.8~2.5 之正數)；及

(C)以 60°C ×24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 50ppm 以下的氧化鋁

之溫度 70°C 以上的加熱處理混合物，與

(H)下述平均組成式(4)所示之在一分子中具有 2 個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基 1 個，(H)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為 0.01~3 個之量，



(式中，R^j獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的 1 價烴基，j 為 0.7~2.2，k 為 0.001~0.5，且 j+k 為滿足 0.8~2.5 之正數)；

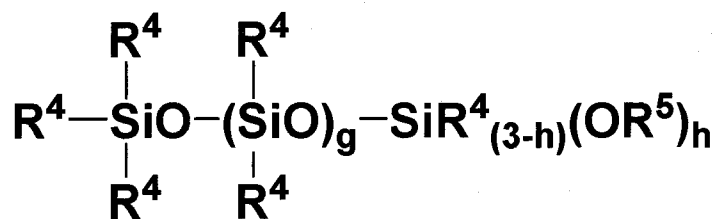
惟，第 1 液不含上述(B)、(H)成分，第 2 液不含上述(E)成分，組成物中的(A)成分之合計為 100 質量份，(C)成分之合計為 1,000~7,000 質量份，第 1 液及第 2 液各自之熱傳導率係於依據 ISO 22007-2 的熱盤法中，為 2.0~7.0W/m·K，第 1 液及第 2 液各自在 25°C 下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子 A，於旋轉數 10rpm 測定時(剪切速度 6(1/sec))，為 30~800Pa·s。

[9]如[8]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其中(B)成分與(H)成分中的 SiH 基之合計量係相對於(A)成分之合計中的烯基 1 個，為 0.11~5 個之比例。

[10]如[8]或[9]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組

成物，其進一步含有矽烷偶合劑(F)及/或下述通式(5)所示之在25℃下的黏度為0.01~30Pa·s之有機聚矽氧烷(G)，作為與第1液中(A)、(C)成分之溫度70℃以上的加熱處理混合物，作為與第2液中(A)、(B)、(C)成分之溫度70℃以上的加熱處理混合物，

【化3】

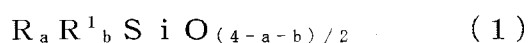


(5)

(式中，R⁴獨立為未取代或取代的1價烴基，R⁵獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g為5~100之整數，h為1~3之整數)。

[11]一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其具有藉由將(A)及(C)在70℃以上之溫度下混合，進行加熱處理，於經冷卻的加熱處理混合物中添加混合(E)，而調製第1液之步驟，

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



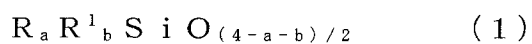
(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁，

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分之合計質量，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

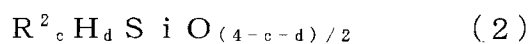
與藉由將(A)~(C)在70°C以上之溫度下混合，進行加熱處理，於經冷卻的加熱處理混合物中混合(H)，而調製第2液之步驟，

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，

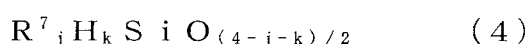


(式中，R²獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，c為0.7~2.2，d為0.001~0.5，且c+d為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧

化鋁，

(H)下述平均組成式(4)所示之在一分子中具有2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基1個，(H)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



(式中， R^j 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， j 為0.7~2.2， k 為0.001~0.5，且 $j+k$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

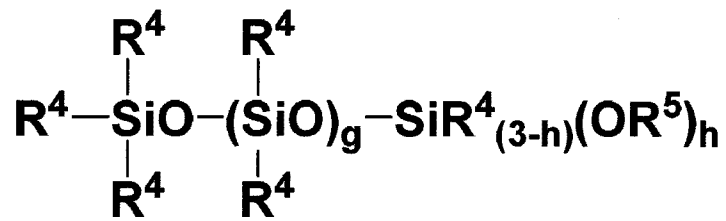
惟，第1液不含(B)、(H)成分，第2液不含(E)成分，組成物中的(A)成分之合計為100質量份，(C)成分之合計為1,000~7,000質量份，所得之第1液及第2液各自之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，所得之第1液及第2液各自在25°C下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度6(1/sec))，為30~800Pa·s。

[12]如[11]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其中(B)成分與(H)成分中的SiH基之合計量係相對於(A)成分之合計中的烯基1個，為0.11~5個之比例。

[13]如[11]或[12]記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其進一步將矽烷偶合劑(F)及/或下述通式(5)所示之在25°C下的黏度為0.01~30Pa·s之有機聚矽氧烷(G)混合於第1液之(A)、(C)成分與第2液之(A)、

(B)、(C)成分中，進行加熱處理，

【化4】



(5)

(式中， R^4 獨立為未取代或取代的1價烴基， R^5 獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基， g 為5~100之整數， h 為1~3之整數)。

[發明的效果]

【0011】根據本發明，得到保存性提升，且抑制隨著時間經過的硬度變化之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，該組成物之硬化物的熱傳導性聚矽氧由於可適用於保護電氣・電子零件及搭載有此等的電路基板，故可發揮優異的應力緩和特性與熱傳導性。

【實施方式】

[實施發明的形態]

【0012】以下，詳細說明本發明。

本發明之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物含有：

加熱混合物，其係在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷、在一分子中具有至少3個鍵

結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷、與以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁粒子之加熱混合物，其為該氧化鋁粒子經上述有機氫聚矽氧烷所表面處理而成之混合物；

在一分子中具有2個或其以上鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷；與

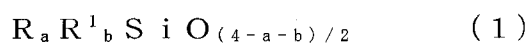
鉑族金屬觸媒。

【0013】

[第一實施形態]

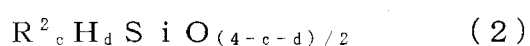
作為本發明之第一實施形態的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，含有(A)~(C)之溫度70°C以上的加熱處理混合物與(D)及(E)；

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷：100質量份，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

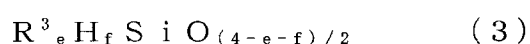
(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， c 為0.7~2.2， d 為0.001~0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁：1,000~7,000質量份，

(D)下述平均組成式(3)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(D)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



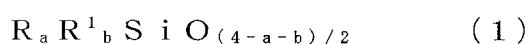
(式中， R^3 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， e 為0.7~2.2， f 為0.001~0.5，且 $e+f$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

組成物之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，組成物在25°C下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度6(1/sec))，為30~800Pa·s。

【0014】本發明之組成物的(A)成分係成為組成物之主劑(基底聚合物)的成分。(A)成分為下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基(以下稱為「矽原子鍵結烯基」)之有機聚矽氧烷。前述矽原子

鏈結烯基係在一分子中具有至少2個，較佳具有2~50個，更佳具有2~20個。此等矽原子鏈結烯基係可鏈結於分子鏈末端的矽原子，也可鏈結於分子鏈非末端(亦即分子鏈末端以外)的矽原子，或者可為彼等之組合。



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)。

【0015】上述式(1)中，R獨立地通常為碳原子數2~6、較佳2~4的烯基。作為其具體例，可舉出乙烯基、烯丙基、丙烯基、異丙烯基、丁烯基、異丁烯基等之低級烯基，特佳為乙烯基。

【0016】上述式(1)中，R¹獨立地通常碳原子數為1~10、較佳為1~6的不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基。作為其具體例，可舉出甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、己基、環己基、辛基、癸基等之烷基；苯基、甲苯基等之芳基；苜基、苜基乙基等之芳烷基；此等之基的氫原子之一部分或全部經氟、氯、溴等之鹵素原子所取代之氯甲基、3,3,3-三氟丙基等，但從合成的容易性等之觀點來看，較佳為甲基、苯基、3,3,3-三氟丙基。

【0017】上述式(1)中，a為0.0001~0.2之正數，較佳為0.0005~0.1之正數，b為1.7~2.2之正數，較佳為1.9~2.0之正數，a+b為滿足1.9~2.4之正數，較佳為滿足1.95

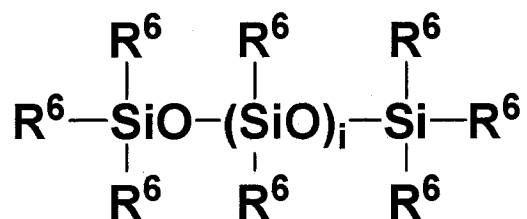
~ 2.05之正數。

【0018】(A)成分之有機聚矽氧烷的分子構造係沒有特別的限定，可為直鏈狀；在分子鏈之一部分包含 $\text{RSiO}_{3/2}$ 單元、 $\text{R}^1\text{SiO}_{3/2}$ 單元、 SiO_2 單元(式中， R 及 R^1 所示的基係如上述定義)等之分支鏈狀；環狀；三次元網狀(樹脂狀)，及此等之組合的任一者，但特佳為主鏈基本上由二有機矽氧烷單元之重複所構成，分子鏈兩末端經三有機矽氧基所封鎖之直鏈狀二有機聚矽氧烷。

【0019】(A)成分之有機聚矽氧烷之黏度較佳為 $50 \sim 100,000 \text{mPa} \cdot \text{s}$ ，更佳為 $100 \sim 10,000 \text{mPa} \cdot \text{s}$ 。此黏度為 $50 \sim 100,000 \text{mPa} \cdot \text{s}$ 時，所得之硬化物係強度、流動性、作業性更優異。尚且，黏度係藉由旋轉黏度計所測定之在 25°C 的值(以下相同)。

【0020】作為滿足以上要件之(A)成分之有機聚矽氧烷，例如可舉出下述通式(1A)所示者：

【化5】



(1A)

(式中， R^6 獨立地為未取代或取代的1價烴基，惟 R^6 之至少2個為烯基， i 為 $20 \sim 2,000$ 之整數)。

【0021】此式(1A)中， R^6 所示之未取代或取代的1價

烴基係與前述 R(烯基)及 R¹(不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的 1 價烴基)所定義者相同，其碳原子數、具體例等亦相同。惟，R⁶之至少 2 個、較佳 2~50 個、更佳 2~20 個為烯基。又，i 較佳為 40~1,200，更佳為 50~600 之整數。

【0022】作為上述式(1A)所示的有機聚矽氧烷之具體例，可舉出分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基乙炔基矽氧烷共聚物、分子鏈單末端三甲基矽氧基·單末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基乙炔基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基乙炔基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物等。

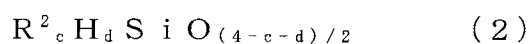
【0023】(A)成分之有機聚矽氧烷係可單獨 1 種使用，也可併用 2 種以上。

上述具有烯基的有機聚矽氧烷係其本身眾所周知者，可藉由習知的方法製造。

【0024】本發明之組成物的(B)成分係在一分子中具有至少 3 個鍵結於矽原子的氫原子者，作為(C)成分之氧化鋁的表面處理劑兼交聯劑作用。亦即，以高溫進行熱處理時，(B)成分係因與(C)成分中的表面上殘存的 Al-OH 基或無機酸之表面處理劑殘渣進行脫氫反應而一部分被消耗，由於殘存的鍵結於矽原子的氫原子係與(A)成分中的烯基

進行加成反應，故為本發明中必要之成分。

【0025】該(B)成分係下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子(以下亦稱為「矽原子鍵結氫原子」)之有機氫聚矽氧烷。此有機氫聚矽氧烷在一分子中具有矽原子鍵結氫原子，較佳為3~100個，更佳為3~50個，特佳為3~20個。



(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基， c 為0.7~2.2， d 為0.001~0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數)。

【0026】上述式(2)中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴，其碳原子數通常為1~10，較佳為1~6。作為其具體例，可舉出甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、新戊基、己基、環己基、辛基、壬基、癸基等之烷基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基等之芳基；苄基、苯基乙基、苯基丙基等之芳烷基；此等之基的氫原子之一部分或全部經氟、氯、溴等之鹵素原子所取代的3,3,3-三氟丙基等。其中，較佳為烷基、芳基、3,3,3-三氟丙基，更佳為甲基、苯基、3,3,3-三氟丙基。

【0027】上述式(2)中， c 為0.7~2.2之正數，較佳為1.0~2.1之正數。 d 為0.001~0.5之正數，較佳為0.005~0.1之正數。 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數，較佳為滿足1.0~2.5之正數，更佳為滿足1.5~2.2之正數。

【0028】(B)成分之有機氫聚矽氧烷之一分子中的矽原子之數(亦即聚合度)，通常為10~1,000個，但從組成物的處理作業性及所得之硬化物的特性變良好之點來看，較佳為20~500個，更佳為20~100個。

【0029】又，(B)成分之有機氫聚矽氧烷的分子構造只要滿足上述要件，則沒有特別的限定。

【0030】(B)成分之有機氫聚矽氧烷之黏度通常為1~10,000mPa·s，較佳為3~2,000mPa·s，更佳為10~1,000mPa·s，在室溫(25℃)下宜為液狀。

【0031】作為上述式(2)所示之有機氫聚矽氧烷，例如可舉出甲基氫矽氧烷·二甲基矽氧烷環狀共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二甲基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二甲基矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基氫矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷·二甲基矽氧烷共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{C}_6\text{H}_5)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元

與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物等。

【0032】(B)成分之有機氫聚矽氧烷係可單獨1種使用，也可併用2種以上。

又，此有機氫聚矽氧烷係藉由習知之方法合成。

【0033】(B)成分之有機氫聚矽氧烷的摻合量係相對於(A)成分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，較佳成為0.2~2個之量，更佳成為0.5~2個之量。若摻合量過少，則有保存安定性提升效果變不充分，若摻合量過多，則所得之熱傳導性聚矽氧硬化物的物性會變不安定。

【0034】本發明之組成物的(C)成分係以 $60^\circ\text{C} \times 24$ 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁。

【0035】以 60°C \times 24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下，較佳為30ppm以下。若 Na^+ 離子量超過50ppm，則有隨著時間經過而(E)成分失去活性之情況。

此處，為了使本發明的氧化鋁之 Na^+ 離子量成為上述範圍，藉由使市售的氧化鋁粉末分散於水中，在常溫($1\sim 25^{\circ}\text{C}$)下，或為了縮短步驟時間，例如加溫至 60°C 及攪拌，進行水洗，可調整 Na^+ 離子量。

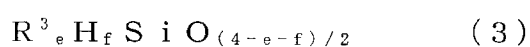
【0036】該氧化鋁粉末係藉由雷射繞射法測定的平均粒徑較佳為 $1\sim 100\mu\text{m}$ ，更佳為 $5\sim 50\mu\text{m}$ ，再者作為粒子之形狀，較佳為破碎狀粒子、帶圓狀的粒子或球狀粒子，較佳為破碎狀粒子與球狀粒子。於不損害本發明之範圍內，可單獨1種，也可併用平均粒徑不同的2種類以上之複數種。平均粒徑未達 $1\mu\text{m}$ 時，粒子彼此的接觸變少，由於粒子間接觸熱阻之增大而有熱傳導率變差之傾向。又，若平均粒徑超過 $100\mu\text{m}$ ，則薄片表面的凹凸變大，界面熱阻增大，有熱傳導率變差之傾向。

【0037】(C)成分之熱傳導性填充劑係相對於(A)成分100質量份，為1,000 \sim 7,000質量份，較佳為1,000 \sim 6,900質量份，更佳為1,000 \sim 6,700質量份。若摻合量為上述範圍內，則可成為賦予本發明之黏度、熱傳導率、保存性、隨著時間經過的硬度變化能抑制之熱傳導性聚矽氧硬化物的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物。

【0038】本發明係將此等(A) \sim (C)成分在 70°C 以上，

較佳在 100~200℃，更佳在 100~170℃，尤佳在 100~160℃，特佳在 100~150℃ 之加熱下，較佳混合 60 分鐘以上，而形成 (A)~(C) 成分之加熱處理混合物。熱處理時間之上限係沒有特別的限制，但較佳為 60~240 分鐘，更佳為 60~180 分鐘，特佳為 60~120 分鐘熱處理。熱處理溫度未達 70℃ 時，(B) 成分中之鍵結於矽原子的氫原子與 (C) 成分中的 Al-OH 基或殘存無機酸等之能使保存安定性降低的反應性基或反應性物質之反應的進行變慢，熱處理溫度超過 200℃ 之高溫時，有發生 (A) 成分或 (B) 成分之聚合物本身的劣化之虞。又，若熱處理時間過短，則 (B) 成分中之鍵結於矽原子的氫原子與 (C) 成分中的 Al-OH 基等反應性基或殘存無機酸等之使保存安定性降低的反應性基或反應性物質之反應係不充分地進行，有保存安定性提升效果變不充分之情況。

【0039】本發明之組成物的 (D) 成分係下述平均組成式 (3)：



(式中， R^3 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的 1 價烴基， e 為 0.7~2.2， f 為 0.001~0.5，且 $e+f$ 為滿足 0.8~2.5 之正數)

所示之在一分子中具有至少 2 個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷。此有機氫聚矽氧烷在一分子中具有矽原子鍵結氫原子，較佳為 2~100 個，更佳為 2~50 個，特佳為 2~20 個。

【0040】上述式(3)中， R^3 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，其碳原子數通常為1~10，較佳為1~6。作為其具體例，可舉出甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、新戊基、己基、環己基、辛基、壬基、癸基等之烷基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基等之芳基；苄基、苯基乙基、苯基丙基等之芳烷基；此等之基的氫原子之一部分或全部經氟、氯、溴等之鹵素原子所取代的3,3,3-三氟丙基等。其中，較佳為烷基、芳基、3,3,3-三氟丙基，更佳為甲基、苯基、3,3,3-三氟丙基。

【0041】上述式(3)中， e 為0.7~2.2之正數，較佳為1.0~2.1之正數。 f 為0.001~0.5之正數，較佳為0.005~0.1之正數。 $e+f$ 為滿足0.8~2.5之正數，較佳為滿足1.0~2.5之正數，更佳為滿足1.5~2.2之正數。

【0042】(D)成分之有機氫聚矽氧烷之一分子中的矽原子之數(亦即聚合度)，通常為10~1,000個，但從組成物的處理作業性及所得之硬化物的特性變良好之點來看，較佳為15~500個，更佳為18~100個。

【0043】又，(D)成分之有機氫聚矽氧烷分子構造只要滿足上述要件，則沒有特別的限定。

【0044】(D)成分之有機氫聚矽氧烷之黏度通常為1~10,000mPa·s，較佳為3~2,000mPa·s，更佳為10~1,000mPa·s，在室溫(25℃)下宜為液狀。

【0045】作為上述式(3)所示之有機氫聚矽氧烷，例

如可舉出甲基氫矽氧烷·二甲基矽氧烷環狀共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二甲基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二甲基矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基氫矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷·二甲基矽氧烷共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{C}_6\text{H}_5)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元

與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物等。

【0046】(D)成分之有機氫聚矽氧烷係可單獨1種使用，也可併用2種以上。

又，此有機氫聚矽氧烷係藉由習知之方法合成。

【0047】(D)成分雖然以上述式(3)表示者，但亦有例示與(B)成分相同者之情況。亦即，可使用與(B)成分完全相同者，也可使用構造或聚合度不同者。相對於(B)成分係作為(C)成分之表面處理劑使用者，(D)成分係與(A)成分中的烯基反應，作為得到硬化物用的交聯劑使用。

【0048】因此，(D)成分之使用量係相對於(A)成分中的烯基1個，(D)成分中的SiH基成為0.01~3個、較佳成為0.05~2個、更佳成為0.2~1.5個之量。(D)成分中的SiH基若相對於(A)成分中的烯基1個，未達0.01個，則會變過軟而得不到安定的聚矽氧硬化物，(D)成分中的SiH基若相對於(A)成分中的烯基1個，超過3個，則有聚矽氧硬化物變過硬而變脆之情況。

【0049】於本發明中，較佳為上述(B)成分與(D)成分中的SiH基之合計量係相對於(A)成分中的烯基1個，以成為0.11~5個，尤其成為0.25~4個之比例的方式使用。(B)成分與(D)成分中的SiH基之合計量若相對於(A)成分中的烯基1個，未達0.11個，則會變過軟而得不到安定的聚矽氧硬化物，(B)成分與(D)成分中的SiH基之合計量若相對於(A)成分中的烯基1個，超過5個，則有聚矽氧硬化物變

過硬而變脆之情況。

【0050】本發明之組成物的(E)成分為鉑族金屬觸媒，為促進(A)成分中的烯基與(B)成分及(D)成分中之鍵結於矽原子的氫原子之加成反應的觸媒。例如，可使用氯鉑酸、醇改質氯鉑酸、氯鉑酸與烯烴類、醛類、乙烷基矽氧烷類、或與炔屬化合物之配位化合物、四(三苯基膦)鉑、氯參(三苯基膦)銻等，較佳為鉑觸媒，最佳為使用氯鉑酸與乙烷基矽氧烷之配位化合物。

【0051】(E)成分之摻含量可為催化量，但通常相對於(A)成分，以鉑族金屬之質量換算為1~200ppm，較佳為2~100ppm。將(E)成分之摻含量設為此範圍內者，從得到適當的硬化性來看較宜。

【0052】於本發明之組成物中，視需要可使用(F)矽烷偶合劑。作為該(F)矽烷偶合劑，可舉出乙烷基系矽烷偶合劑、環氧系矽烷偶合劑、丙烯酸系矽烷偶合劑以及長鏈烷基系矽烷偶合劑等，可單獨1種或適宜組合2種以上而使用。其中，較佳為長鏈烷基系矽烷偶合劑，更佳為癸基三甲氧基矽烷。

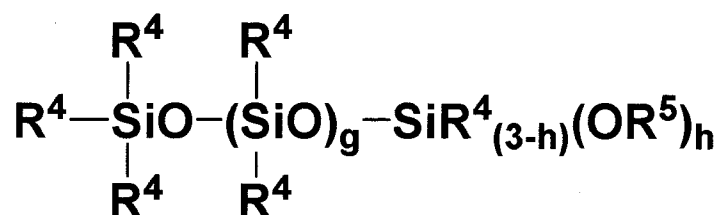
【0053】於本發明中，使用(F)成分時，較佳為與上述(A)~(C)成分一起，在70°C以上之溫度成為加熱處理混合物，但亦可事先以(F)成分處理(C)成分。此時，作為(F)成分對於(C)成分之表面處理方法，可採用使用流體噴嘴之噴霧方式、具有剪切力的攪拌方式、球磨機、混合機等之乾式法、水系或有機溶劑系等之濕式法。攪拌係以不引

起球狀氧化鋁粉末的破壞之程度進行。乾式法的系內溫度或處理後的乾燥溫度係按照表面處理劑之種類，在表面處理劑不揮發或分解的範圍內適宜決定，但為80~180℃。

【0054】使用(F)成分時的使用量，係相對於(C)成分100質量份，較佳為0.1~5質量份，更佳為1~5質量份。若少於0.1質量份，則低黏度化的效果小，即使多於5質量份，也在使用量不展現效果。

【0055】於本發明之組成物中，視需要可使用(G)下述通式(5)所示之在一分子中含有至少1個水解性矽烷基，且在25℃下的黏度為0.01~30Pa·s之有機聚矽氧烷。

【化6】



(5)

(式中，R⁴獨立為非取代或取代的1價烴基，R⁵獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g為5~100之整數，h為1~3之整數)。

【0056】上述式(5)中，R⁴獨立為未取代或取代，較佳為碳原子數1~10，更佳為1~6，尤佳為1~3的1價烴基，作為其例，可舉出直鏈狀烷基、分支鏈狀烷基、環狀烷基、烯基、芳基、芳烷基、鹵化烷基。作為直鏈狀烷基，例如可舉出甲基、乙基、丙基、己基、辛基、癸基

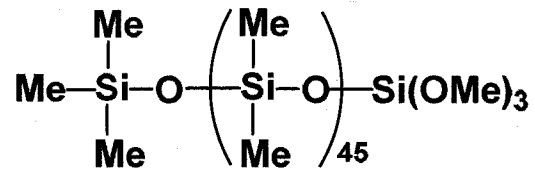
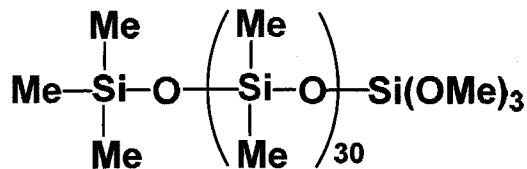
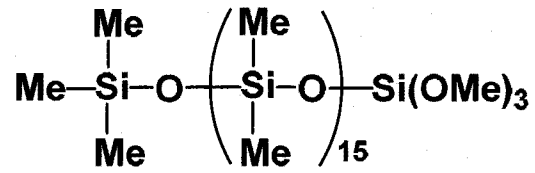
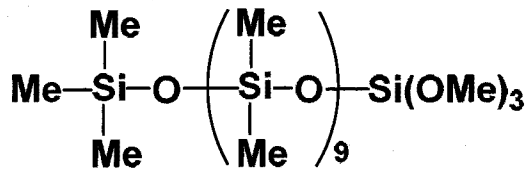
等。作為分支鏈狀烷基，例如可舉出異丙基、異丁基、第三丁基、2-乙基己基等。作為環狀烷基，例如可舉出環戊基、環己基等。作為烯基，例如可舉出乙烯基、烯丙基等。作為芳基，例如可舉出苯基、甲苯基等。作為芳烷基，例如可舉出2-苯基乙基、2-甲基-2-苯基乙基等。作為鹵化烷基，例如可舉出3,3,3-三氟丙基、2-(九氟丁基)乙基、2-(十七氟辛基)乙基等。作為 R^4 ，較佳為甲基、苯基。

【0057】上述式(5)中， R^5 獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基。作為烷基，例如可舉出與 R^4 中例示者同樣之直鏈狀烷基、分支鏈狀烷基、環狀烷基。作為烷氧基烷基，例如可舉出甲氧基乙基、甲氧基丙基等，較佳為碳原子數2~10者。作為烯基，例如可舉出與前述R中例示者同樣，較佳為碳原子數1~8者。作為醯基，例如可舉出乙醯基、辛醯基等，較佳為碳原子數2~10者。 R^5 較佳為烷基，特佳為甲基、乙基。

【0058】上述式(5)中， g 為5~100之整數，較佳為8~50之整數， h 為1~3之整數，較佳為3。

【0059】作為(G)成分之有機聚矽氧烷之合適具體例，可舉出下述者。

【化7】



(式中，Me為甲基；以下相同)。

【0060】(G)成分之有機聚矽氧烷在25°C下的黏度通常為0.01~30Pa·s，較佳為0.01~10Pa·s。若黏度低於0.01Pa·s，則有從聚矽氧組成物容易發生(G)成分的滲油之虞。若黏度高於30Pa·s，則所得之聚矽氧組成物顯著缺乏流動性，有塗佈作業性變差之虞。

【0061】使用(G)成分時的摻合量係相對於(A)成分100質量份，較佳為5~900質量份，更佳為10~900質量份，尤佳為15~700質量份。若(G)成分之摻合量少於5質量份，則低黏度化的效果小，多於900質量份時，有從聚矽氧組成物容易發生(G)成分的滲油之虞。

【0062】尚且，摻合(G)成分時，(G)成分較佳為與(A)~(C)成分一起摻合，在70°C以上之溫度進行加熱處理，冷卻而成為加熱處理混合物後，摻合(D)、(E)成分。

【0063】於本發明之組成物中，作為其他的摻合劑，除了上述(A)~(G)成分以外，在不損害本發明目的之範圍

內，還可摻合其本身眾所周知之各種添加劑。

例如，可摻合用於調節硬化速度或保存安定性之反應控制劑，具體而言，三烯丙基異氰酸酯烷基馬酸酸酯、乙炔基環己醇等之乙炔醇及此等之矽烷類、矽氧烷改質物；氫過氧化物、四甲基乙二胺、苯并三唑等、作為著色劑的氧化亞鐵、氧化鐵等之單獨或組合、作為搖變賦予劑的煙薰二氧化矽等。此等之摻合量各自在本組成物中，以質量換算較佳為0.01~100,000ppm。

【0064】本發明之組成物可藉由將上述(A)~(C)成分及視需要的(F)、(G)成分，在70℃以上加熱混合而成為加熱處理混合物，將其較佳冷卻至0~50℃，更佳至室溫(1~25℃)，添加上述(D)、(E)成分及視需要的其它摻合劑，均勻地混合而得。

【0065】本發明之組成物的熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，較佳為2.2~7.0W/m·K。若熱傳導率過低，則有發熱性電子零件的散熱性能變不充分之情況。尚且，於本發明中，為了使熱傳導率成為上述範圍，可藉由尤其將(C)成分之摻合量設為上述規定的範圍內而達成。

【0066】本發明之組成物在25℃下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度6(1/sec))，為30~800Pa·s，較佳為30~700Pa·s。若黏度過低，則有本組成物之形狀維持性變不充分之情況，若過高則有作業性變困難之情況。尚且，於本發明中，為了

使黏度成為上述範圍，可藉由尤其將(C)成分之摻合量設為上述規定的範圍內而達成。

【0067】上述所得之本發明組成物的硬化條件，可與通常進行的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之硬化條件同樣地加熱，也可在室溫下使其硬化。加熱而使其硬化時，雖然亦取決於所欲的硬化時間，但通常80℃以上為充分。

【0068】所得之本發明組成物的硬化物係於ASTM D 2240-05所規定的Shore(蕭氏)OO硬度計中，較佳在5~95，特佳在10~90之範圍。

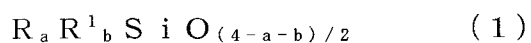
【0069】

[第二實施形態]

作為本發明之第二實施形態的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，包含第1液與第2液之二液型；

該第1液含有：

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；及

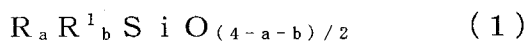
(C)以60℃×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁

之溫度70°C以上的加熱處理混合物，與

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分之合計質量，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

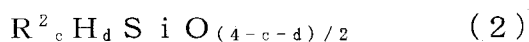
該第2液含有：

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



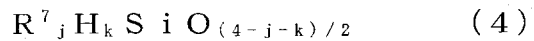
(式中，R²獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基，c為0.7~2.2，d為0.001~0.5，且c+d為滿足0.8~2.5之正數)；及

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁

之溫度70°C以上的加熱處理混合物，與

(H)下述平均組成式(4)所示之在一分子中具有2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之

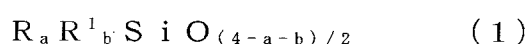
合計中的烯基1個，(H)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



(式中， R^7 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基， j 為0.7~2.2， k 為0.001~0.5，且 $j+k$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

惟，第1液不含上述(B)、(H)成分，第2液不含上述(E)成分，組成物中的(A)成分之合計為100質量份，(C)成分之合計為1,000~7,000質量份，第1液及第2液各自之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，第1液及第2液各自在25℃下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度6(1/sec))，為30~800Pa·s。

【0070】本發明之組成物的(A)成分係成為組成物之主劑(基底聚合物)的成分。(A)成分為下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基(以下稱為「矽原子鍵結烯基」)之有機聚矽氧烷。前述矽原子鍵結烯基係在一分子中具有至少2個，較佳具有2~50個，更佳具有2~20個。此等矽原子鍵結烯基係可鍵結於分子鏈末端的矽原子，也可鍵結於分子鏈非末端(亦即分子鏈末端以外)的矽原子，或者可為彼等之組合。



(式中， R 獨立為烯基， R^1 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基， a 為0.0001~0.2， b 為1.7~

2.2，且 $a+b$ 為滿足 $1.9 \sim 2.4$ 之正數)

【0071】上述式(1)中，R獨立地通常為碳原子數2~6、較佳2~4的烯基。作為其具體例，可舉出乙烯基、烯丙基、丙烯基、異丙烯基、丁烯基、異丁烯基等之低級烯基，特佳為乙烯基。

【0072】上述式(1)中， R^1 獨立地通常為碳原子數1~10、較佳1~6的不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基。作為其具體例，可舉出甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、己基、環己基、辛基、癸基等之烷基；苯基、甲苯基等之芳基；苄基、苯基乙基等之芳烷基；此等之基的氫原子之一部分或全部經氟、氯、溴等之鹵素原子所取代之氯甲基、3,3,3-三氟丙基等，但從合成的容易性等之觀點來看，較佳為甲基、苯基、3,3,3-三氟丙基。

【0073】上述式(1)中， a 為 $0.0001 \sim 0.2$ 之正數，較佳為 $0.0005 \sim 0.1$ 之正數， b 為 $1.7 \sim 2.2$ 之正數，較佳為 $1.9 \sim 2.0$ 之正數， $a+b$ 為滿足 $1.9 \sim 2.4$ 之正數，較佳為滿足 $1.95 \sim 2.05$ 之正數。

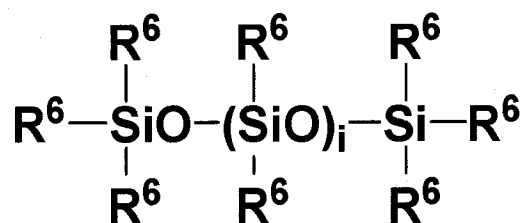
【0074】(A)成分之有機聚矽氧烷的分子構造係沒有特別的限定，可為直鏈狀；在分子鏈之一部分包含 $RSiO_{3/2}$ 單元、 $R^1SiO_{3/2}$ 單元、 SiO_2 單元(式中，R及 R^1 所示的基係如上述定義)等之分支鏈狀；環狀；三次元網狀(樹脂狀)，及此等之組合的任一者，但特佳為主鏈基本上由二有機矽氧烷單元之重複所構成，分子鏈兩末端經三有機矽氧基所

封鎖之直鏈狀二有機聚矽氧烷。

【0075】(A)成分之有機聚矽氧烷之黏度較佳為50~100,000mPa·s，更佳為100~10,000mPa·s。此黏度為50~100,000mPa·s時，所得之硬化物係強度、流動性、作業性更優異。尚且，黏度係藉由旋轉黏度計所測定之在25℃的值(以下相同)。

【0076】作為滿足以上要件之(A)成分的有機聚矽氧烷，例如可舉出下述通式(1A)所示者：

【化8】



(1A)

(式中，R⁶獨立地為未取代或取代的1價烴基，惟R⁶之至少2個為烯基，i為20~2,000之整數)。

【0077】此式(1A)中，R⁶所示之未取代或取代的1價烴基係與前述R(烯基)及R¹(不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基)所定義者相同，其碳原子數、具體例等亦相同。惟，R⁶之至少2個、較佳2~50個、更佳2~20個為烯基。又，i較佳為40~1,200，更佳為50~600之整數。

【0078】作為上述式(1A)所示的有機聚矽氧烷之具體例，可舉出分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基

聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷
· 甲基乙炔基矽氧烷共聚物、分子鏈單末端三甲基矽氧基
· 單末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷· 甲基乙
炔基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封
鎖二甲基矽氧烷· 甲基乙炔基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末
端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷· 二苯基矽氧烷
共聚物等。

【0079】(A)成分之有機聚矽氧烷係可單獨1種使用，
也可併用2種以上。

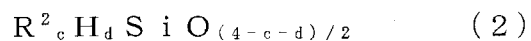
上述具有烯基的有機聚矽氧烷係其本身眾所周知者，
可藉由習知的方法製造。

【0080】尚且，(A)成分係用於第1液、第2液之兩
者，第1液與第2液所使用的(A)成分之比例，只要以第1液
與第2液之混合比例成為大致同等之質量比的方式使用，
則沒有特別的限定。

【0081】本發明之組成物的(B)成分係在一分子中具
有至少3個鍵結於矽原子的氫原子者，作為第2液之(C)成
分的氧化鋁之表面處理劑兼交聯劑作用。亦即，於高溫熱
處理時，(B)成分係因與第2液之(C)成分中的表面上殘存
的Al-OH基或無機酸之表面處理劑殘渣進行脫氫反應而一
部分被消耗，由於殘存的鍵結於矽原子的氫原子係與第1
液及第2液所含有的全部(A)成分中的烯基進行加成反應，
故為本發明中必要之成分。

【0082】該(B)成分係下述平均組成式(2)所示之在一

分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子(以下亦稱為「矽原子鍵結氫原子」)之有機氫聚矽氧烷。此有機氫聚矽氧烷在一分子中具有矽原子鍵結氫原子，較佳為3~100個，更佳為3~50個，特佳為3~20個。此鍵結於矽原子的氫原子可在分子鏈末端，也可在分子鏈之途中，亦可在其兩者。



(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基， c 為0.7~2.2， d 為0.001~0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數)。

【0083】上述式(2)中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴，其碳原子數通常為1~10，較佳為1~6。作為其具體例，可舉出甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、新戊基、己基、環己基、辛基、壬基、癸基等之烷基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基等之芳基；苄基、苯基乙基、苯基丙基等之芳烷基；此等之基的氫原子之一部分或全部經氟、氯、溴等之鹵素原子所取代的3,3,3-三氟丙基等。其中，較佳為烷基、芳基、3,3,3-三氟丙基，更佳為甲基、苯基、3,3,3-三氟丙基。

【0084】上述式(2)中， c 為0.7~2.2之正數，較佳為1.0~2.1之正數。 d 為0.001~0.5之正數，較佳為0.005~0.1之正數。 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數，較佳為滿足1.0~2.5之正數，更佳為滿足1.5~2.2之正數。

【0085】(B)成分之有機氫聚矽氧烷之一分子中的矽原子之數(亦即聚合度)，通常為10~1,000個，但從組成物的處理作業性及所得之硬化物的特性變良好之點來看，較佳為20~500個，更佳為20~100個。

【0086】又，(B)成分之有機氫聚矽氧烷的分子構造只要滿足上述要件，則沒有特別的限定。

【0087】(B)成分之有機氫聚矽氧烷之黏度通常為1~10,000mPa·s，較佳為3~2,000mPa·s，更佳為10~1,000mPa·s，在室溫(25℃)下宜為液狀。

【0088】作為上述式(2)所示之有機氫聚矽氧烷，例如可舉出甲基氫矽氧烷·二甲基矽氧烷環狀共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二甲基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖甲基氫·二甲基矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基氫矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷·二甲基矽氧烷共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{C}_6\text{H}_5)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元

與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物等。

【0089】(B)成分之有機氫聚矽氧烷係可單獨1種使用，也可併用2種以上。

又，此有機氫聚矽氧烷係藉由習知之方法合成。

【0090】(B)成分之有機氫聚矽氧烷的摻含量係相對於第1液及第2液所含有的全部(A)成分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，較佳成為0.1~1.8個之量，更佳成為0.1~1.5個之量。若摻含量過少，則有保存安定性提升效果變不充分，若摻含量過多，則所得之熱傳導性聚矽氧硬化物的物性會變不安定。

【0091】本發明之組成物的(C)成分係以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層

時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁。

【0092】以 60°C ×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下，較佳為30ppm以下。若 Na^+ 離子量超過50ppm，則有隨著時間經過而(E)成分失去活性之情況。

此處，為了使本發明的氧化鋁之 Na^+ 離子量成為上述範圍，藉由使市售的氧化鋁粉末分散於水中，在常溫($1\sim 25^\circ\text{C}$)下，或為了縮短步驟時間，例如加溫至 60°C 及攪拌，進行水洗，可調整 Na^+ 離子量。

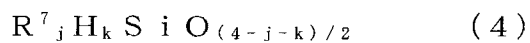
【0093】該氧化鋁粉末係藉由雷射繞射法測定的平均粒徑較佳為 $1\sim 100\mu\text{m}$ ，更佳 $1\sim 80\mu\text{m}$ ，再者作為粒子之形狀，較佳為破碎狀粒子、帶圓狀的粒子或球狀粒子，較佳為破碎狀粒子與球狀粒子。於不損害本發明之範圍內，可單獨1種，也可併用平均粒徑不同的2種類以上之複數種。平均粒徑未達 $1\mu\text{m}$ 時，粒子彼此的接觸變少，由於粒子間接觸熱阻之增大而有熱傳導率變差之傾向。又，若平均粒徑超過 $100\mu\text{m}$ ，則薄片表面的凹凸變大，界面熱阻增大，有熱傳導率變差之傾向。

【0094】(C)成分之熱傳導性填充劑((C)成分之合計)之摻合量係相對於(A)成分之合計100質量份，為1,000~7,000質量份，較佳為1,000~6,900質量份，更佳為1,000~6,700質量份。若摻合量為上述範圍內，則可成為賦予本發明之黏度、熱傳導率、保存性、隨著時間經過的硬度變化能抑制之熱傳導性聚矽氧硬化物的熱傳導性加成硬化

型聚矽氧組成物。

【0095】尚且，(C)成分係用於第1液、第2液之兩者，第1液與第2液所使用的(C)成分之比例只要以第1液與第2液之混合比例成為大致同等之質量比的方式使用，則沒有特別的限定。

【0096】本發明之組成物的(H)成分係下述平均組成式(4)所示之在一分子中具有2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：



(式中， R^j 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之非取代或取代的1價烴基， j 為0.7~2.2， k 為0.001~0.5，且 $j+k$ 為滿足0.8~2.5之正數)。

【0097】上述式(4)中， R^j 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，其碳原子數通常為1~10，較佳為1~6。作為其具體例，可舉出甲基、乙基、丙基、異丙基、丁基、異丁基、第三丁基、戊基、新戊基、己基、環己基、辛基、壬基、癸基等之烷基；苯基、甲苯基、二甲苯基、萘基等之芳基；苄基、苯基乙基、苯基丙基等之芳烷基；此等之基的氫原子之一部分或全部經氟、氯、溴等之鹵素原子所取代之3,3,3-三氟丙基等。其中，較佳為烷基、芳基、3,3,3-三氟丙基，更佳為甲基、苯基、3,3,3-三氟丙基。

【0098】上述式(4)中， j 為0.7~2.2之正數，較佳為1.0~2.1之正數。 k 為0.001~0.5之正數，較佳為0.005~

0.1之正數。j+k為滿足0.8~2.5之正數，較佳為滿足1.0~2.5之正數，更佳為滿足1.5~2.2之正數。

【0099】(H)成分之有機氫聚矽氧烷係在一分子中具有2個鍵結於矽原子的烯基者，此可在分子鏈末端，也可在分子鏈之途中，亦可在兩者各自有1個，但較佳為分子鏈末端。

(H)成分之有機氫聚矽氧烷之一分子中的矽原子之數(亦即聚合度)，通常為10~1,000個，但從組成物的處理作業性及所得之硬化物的特性變良好之點來看，較佳為15~500個，更佳為18~100個。

【0100】又，(H)成分之有機氫聚矽氧烷的分子構造只要滿足上述要件，則沒有特別的限定。

【0101】(H)成分之有機氫聚矽氧烷之黏度通常為1~10,000mPa·s，較佳為3~2,000mPa·s，更佳為10~1,000mPa·s，在室溫(25℃)下宜為液狀。

【0102】作為上述式(4)所示之有機氫聚矽氧烷，例如可舉出甲基氫矽氧烷·二甲基矽氧烷環狀共聚物、分子鏈兩末端二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫聚矽氧烷、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖二甲基矽氧烷·甲基氫矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷共聚物、分子鏈兩末端三甲基矽氧基封鎖甲基氫矽氧烷·二苯基矽氧烷·二甲基矽氧烷共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成

之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{C}_6\text{H}_5)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{C}_6\text{H}_5\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物、由 $(\text{CH}_3)_2\text{HSiO}_{1/2}$ 單元與 $(\text{CH}_3)(\text{CF}_3\text{C}_2\text{H}_4)\text{SiO}$ 單元與 $(\text{CH}_3)_2\text{SiO}$ 單元與 $\text{CH}_3\text{SiO}_{3/2}$ 單元所成之共聚物等。

【0103】(H)成分之有機氫聚矽氧烷係可單獨1種使用，也可併用2種以上。

又，此有機氫聚矽氧烷係藉由習知之方法合成。

【0104】此處，(H)成分為在一分子中具有2個鍵結於矽原子的氫原子(SiH基)者，與在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子(B)成分係在此點不同。又，相對於(B)成分亦作為第2液的(C)成分之表面處理劑使用者，(H)成分係與第1液及第2液所含有的全部(A)成分中的烯基反應，作為得到硬化物用的交聯劑使用。亦即，(H)成分由於SiH基為2個，若1個失去活性則不形成三次元交聯。因

此，於本發明中，為了摻合於第2液的(H)成分不隨著時間經過而劣化，以上述(B)成分來表面處理第2液之(C)成分。

【0105】因此，(H)成分之使用量係相對於第1液及第2液所含有之全部(A)成分中的烯基1個，(H)成分中的SiH基成為0.01~3個、較佳成為0.05~2個、更佳成為0.2~1.5個之量。(H)成分中的SiH基若相對於(A)成分中的烯基1個，未達0.01個，則會變過軟而得不到安定的聚矽氧硬化物，(H)成分中的SiH基若相對於(A)成分中的烯基1個，超過3個，則有聚矽氧硬化物變過硬而變脆之情況。

【0106】於本發明中，較佳為上述(B)成分與(H)成分中的SiH基之合計量係相對於第1液及第2液所含有之全部(A)成分中的烯基1個，以成為0.11~5個，尤其成為0.25~4個之比例使用。(B)成分與(H)成分中的SiH基之合計量若相對於(A)成分中的烯基1個，未達0.11個，則會變過軟而得不到安定的聚矽氧硬化物，(B)成分與(H)成分中的SiH基之合計量若相對於(A)成分中的烯基1個，超過5個，則有聚矽氧硬化物變過硬而變脆之情況。

【0107】本發明之組成物的(E)成分為鉑族金屬觸媒，為促進(A)成分(第1液及第2液所含有之全部(A)成分)中的烯基與(B)成分及(H)成分中之鍵結於矽原子的氫原子之加成反應的觸媒。例如，可使用氯鉑酸、醇改質氯鉑酸、氯鉑酸與烯烴類、醛類、乙烯基矽氧烷類、或與炔屬化合物之配位化合物、四(三苯基膦)鈦、氯參(三苯基膦)

銻等，較佳為鉑觸媒，最佳為使用氯鉑酸與乙炔基矽氧烷之配位化合物。

【0108】(E)成分之摻含量可為催化量，但通常相對於(A)成分之合計質量，以鉑族金屬之質量換算為1~200ppm，較佳為2~100ppm。將(E)成分之摻含量設為此範圍內者，從得到適當的硬化性來看較宜。

【0109】於本發明之組成物中，視需要可使用(F)矽烷偶合劑。藉由摻合(F)成分，得到使第1液與第2液低黏度化之效果。作為該(F)矽烷偶合劑，可舉出乙炔基系矽烷偶合劑、環氧系矽烷偶合劑、丙烯酸系矽烷偶合劑以及長鏈烷基系矽烷偶合劑等，可單獨1種或適宜組合2種以上而使用。其中，較佳為長鏈烷基系矽烷偶合劑，更佳為癸基三甲氧基矽烷。

【0110】於本發明中，使用(F)成分時，較佳為與上述第1液之(A)、(C)成分或第2液之(A)~(C)成分一起，在70℃以上之溫度成為加熱處理混合物，但亦可事先以(F)成分處理(C)成分。此時，作為(F)成分對於(C)成分之表面處理方法，可採用使用流體噴嘴之噴霧方式、具有剪切力的攪拌方式、球磨機、混合機等之乾式法、水系或有機溶劑系等之濕式法。攪拌係以不引起球狀氧化鋁粉末的破壞之程度進行。乾式法的系內溫度或處理後的乾燥溫度係按照表面處理劑之種類，在表面處理劑不揮發或分解的範圍內適宜決定，但為80~180℃。

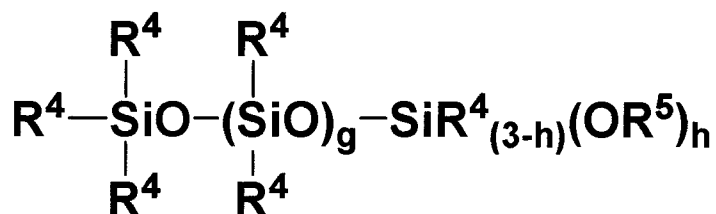
【0111】用(F)成分時的使用量，係相對於(C)成分100

質量份，較佳為0.1~5質量份，更佳為1~5質量份。若少於0.1質量份，則低黏度化的效果小，即使多於5質量份，也在使用量不展現效果。

【0112】尚且，使用(F)成分時，用於第1液、第2液之兩者，第1液與第2液所使用的(F)成分之比例係沒有特別的限定，例如可等量摻合於第1液與第2液。

【0113】於本發明之組成物中，視需要可使用(G)下述通式(5)所示之在一分子中含有至少1個水解性矽烷基，且在25℃下的黏度為0.01~30Pa·s之有機聚矽氧烷。藉由摻合(G)成分，而得到使第1液與第2液低黏度化之效果。

【化9】



(5)

(式中，R⁴獨立為非取代或取代的1價烴基，R⁵獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g為5~100之整數，h為1~3之整數)。

【0114】上述式(5)中，R⁴獨立為未取代或取代，較佳為碳原子數1~10，更佳為1~6，尤佳為1~3的1價烴基，作為其例，可舉出直鏈狀烷基、分支鏈狀烷基、環狀烷基、烯基、芳基、芳烷基、鹵化烷基。作為直鏈狀烷

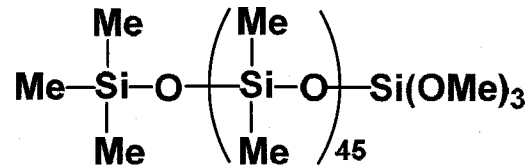
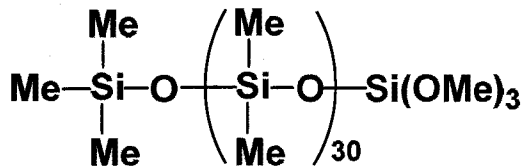
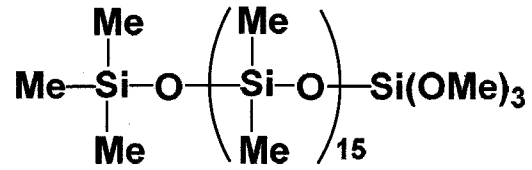
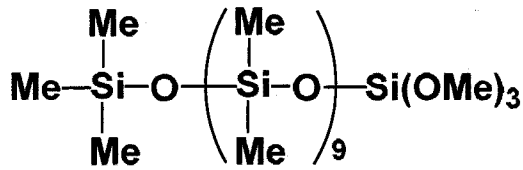
基，例如可舉出甲基、乙基、丙基、己基、辛基、癸基等。作為分支鏈狀烷基，例如可舉出異丙基、異丁基、第三丁基、2-乙基己基等。作為環狀烷基，例如可舉出環戊基、環己基等。作為烯基，例如可舉出乙烯基、烯丙基等。作為芳基，例如可舉出苯基、甲苯基等。作為芳烷基，例如可舉出2-苯基乙基、2-甲基-2-苯基乙基等。作為鹵化烷基，例如可舉出3,3,3-三氟丙基、2-(九氟丁基)乙基、2-(十七氟辛基)乙基等。作為 R^4 ，較佳為甲基、苯基。

【0115】上述式(5)中， R^5 獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基。作為烷基，例如可舉出與 R^4 中例示者同樣之直鏈狀烷基、分支鏈狀烷基、環狀烷基。作為烷氧基烷基，例如可舉出甲氧基乙基、甲氧基丙基等，較佳為碳原子數2~10者。作為烯基，例如可舉出與前述 R 中例示者同樣，較佳為碳原子數1~8者。作為醯基，例如可舉出乙醯基、辛醯基等，較佳為碳原子數2~10者。 R^5 較佳為烷基，特佳為甲基、乙基。

【0116】上述式(5)中， g 為5~100之整數，較佳為8~50之整數， h 為1~3之整數，較佳為3。

【0117】作為(G)成分之有機聚矽氧烷之合適具體例，可舉出下述者。

【化10】



(式中，Me為甲基；以下相同)。

【0118】(G)成分之有機聚矽氧烷在25℃下的黏度通常為0.01~30Pa·s，較佳為0.01~10Pa·s。若黏度低於0.01Pa·s，則有從聚矽氧組成物容易發生(G)成分的滲油之虞。若黏度高於30Pa·s，則所得之聚矽氧組成物顯著缺乏流動性，有塗佈作業性變差之虞。

【0119】使用(G)成分時的摻合量係相對於(A)成分之合計100質量份，較佳為5~900質量份，更佳為10~900質量份，尤佳為15~700質量份。若(G)成分之摻合量少於5質量份，則低黏度化的效果小，多於900質量份時，有從聚矽氧組成物容易發生(G)成分的滲油之虞。

【0120】尚且，使用(G)成分時，用於第1液、第2液之兩者，第1液與第2液所使用的(G)成分之比例係沒有特別的限定，例如可等量摻合於第1液與第2液。

【0121】尚且，摻合(G)成分時，(G)成分較佳為與上述第1液之(A)、(C)成分或第2液之(A)~(C)成分一起，在

70°C 以上之溫度進行加熱處理，冷卻而成為加熱處理混合物後，摻合(E)成分或(H)成分。

【0122】於本發明之組成物中，作為其他摻合劑，除了上述(A)~(C)成分及(E)~(H)成分以外，在不損害本發明目的之範圍內，還可摻合其本身眾所周知之各種添加劑。

【0123】例如，可摻合用於調節硬化速度或保存安定性之反應控制劑，具體而言，三烯丙基異氰酸酯烷基馬酸酯、乙炔基環己醇等之乙炔醇及此等之矽烷類、矽氧烷改質物；氫過氧化物、四甲基乙二胺、苯并三唑等、作為著色劑的氧化亞鐵、氧化鐵等之單獨或組合、作為搖變賦予劑的煙薰二氧化矽等。此等之摻合量各自在本組成物中，以質量換算較佳為0.01~100,000ppm。

【0124】本發明之組成物係含有上述(A)~(C)、(E)、(H)成分及視需要的上述(F)、(G)成分或其他成分之由第1液與第2液的二液型所成之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物。

此處，第1液係含有(A)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分之溫度70°C以上的加熱處理混合物與(E)成分，且不含(B)、(H)成分者，第2液係含有(A)、(B)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分之溫度70°C以上的加熱處理混合物與(H)成分與視需要的其他添加劑，且不含(E)成分者。

【0125】

[第1液]

第1液係含有上述(A)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分之溫度70℃以上的加熱處理混合物與上述(E)成分，具不含上述(B)、(H)成分者。

加熱處理混合物之調製係將上述(A)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分，在70℃以上，較佳為100～200℃，更佳為100～170℃，尤佳為100～160℃，特佳為100～150℃之加熱下，較佳混合60分鐘以上。熱處理時間之上限係沒有特別的限制，但較佳為60～240分鐘，更佳為60～180分鐘，特佳為60～120分鐘熱處理。熱處理溫度未達70℃時，有(A)成分對於(C)成分之表面處理不充分之情況，熱處理溫度超過200℃的高溫時，有(A)、(F)、(G)成分分解之虞。又，若熱處理時間過短，則有(A)成分對於(C)成分之表面處理不充分之情況。

混合上述所得之(A)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分，在70℃以上加熱而成為加熱處理混合物，於將其較佳冷卻至0～50℃，更佳冷卻至常溫(1～25℃)者中，添加上述(E)成分，均勻地混合。此處，加熱處理混合物與(E)成分之混合條件係在常溫(1～25℃)下5～30分鐘左右，藉由上述方法，可得到第1液。

【0126】

[第2液]

第2液係含有上述(A)、(B)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分之溫度70℃以上的加熱處理混合物與上述(H)成分與視需要的其他添加劑，且不含上述(E)成分者。

加熱處理混合物之調製係將上述(A)、(B)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分，在70℃以上，較佳為100～200℃，更佳為100～170℃，尤佳為100～160℃，特佳為100～150℃之加熱下，較佳混合60分鐘以上。熱處理時間之上限係沒有特別的限制，但較佳為60～240分鐘，更佳為60～180分鐘，特佳為60～120分鐘熱處理。熱處理溫度未達70℃時，(B)成分中之鍵結於矽原子的氫原子與(C)成分中的Al-OH基或殘存無機酸等之能使保存安定性降低的反應性基或反應性物質之反應的進行變慢，熱處理溫度超過200℃之高溫時，有發生(A)成分或(B)成分之聚合物本身的劣化之虞。又，若熱處理時間過短，則(B)成分中之鍵結於矽原子的氫原子與(C)成分中的Al-OH基等反應性基或殘存無機酸等之使保存安定性降低的反應性基或反應性物質之反應係不充分地進行，有保存安定性提升效果變不充分之情況。

混合上述所得之(A)、(B)、(C)成分及視需要的(F)、(G)成分，在70℃以上加熱而成為加熱處理混合物，於將其較佳冷卻至0～50℃，更佳冷卻至常溫(1～25℃)者中，添加上述(H)成分及視需要的其他添加劑均勻地混合。此處，加熱處理混合物與(H)成分與視需要的其他添加劑之混合條件係在常溫(1～25℃)下5～30分鐘左右，藉由上述方法，可得到第2液。

【0127】尚且，調製上述第1液及第2液時的混合裝置，可使用靜態混合器、行星式混合機、槳式混合機等之

眾所周知的混合機。

【0128】於本發明之組成物中，第1液及第2液之熱傳導率係於依據 ISO 22007-2 的熱盤法中，各自為 $2.0 \sim 7.0 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ ，較佳為 $2.2 \sim 7.0 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ 。若熱傳導率過低，則有發熱性電子零件的散熱性能變不充分之情況。尚且，於本發明中，為了使熱傳導率成為上述範圍，可藉由尤其將(C)成分之摻合量設為上述規定的範圍內而達成。

【0129】於本發明之組成物中，第1液及第2液在 25°C 下的黏度，係藉由螺旋黏度計的轉子 A、旋轉數 10rpm 測定時(剪切速度 $6(1/\text{sec})$)，各自為 $30 \sim 800 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ，較佳為 $30 \sim 700 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 。若黏度過低，則有本組成物之形狀維持性變不充分之情況，若過高則有作業性變困難之情況。尚且，於本發明中，為了使黏度成為上述範圍，可藉由尤其將(C)成分之摻合量設為上述規定的範圍內而達成。

【0130】於本發明之組成物中，第1液及第2液係黏度之差小者，可藉由靜態混合器等之靜止型混合器來將該等均勻地混合。此時，於螺旋黏度計的轉子 A、旋轉數 10rpm 測定時(剪切速度 $6(1/\text{sec})$)，關於 25°C 之黏度，第1液、第2液之初期(調製時)黏度差係以第1液之黏度為基準，較佳為 $\pm 0 \sim 80\%$ ，特佳為 $\pm 0 \sim 50\%$ 。

【0131】於本發明之組成物中，上述第1液與第2液之混合比例較佳為大致同等之質量比，具體而言，宜第1液與第2液以 $1 : 0.5 \sim 1 : 2$ ，特別 $1 : 0.75 \sim 1 : 1.25$ ，進而 $1 : 0.9 \sim 1 : 1.1$ ，尤其 $1 : 0.95 \sim 1 : 1.05$ 左右之質量比進

行混合。

【0132】尚且，於本發明之組成物中，上述第1液與第2液之混合裝置係不限定於靜態混合器等之靜止型混合器，亦可為行星式混合機、槳式混合機等眾所周知之混合機。

【0133】又，本發明之組成物之硬化條件係沒有特別的限定，可與眾所周知的加成反應硬化型聚矽氧組成物之硬化條件相同，例如於常溫下亦可充分硬化，但視需要可加熱。尚且，作為加熱時的硬化條件，可在40~180℃下1~60分鐘。

【0134】所得之本發明組成物的硬化物係於ASTM D 2240-05所規定的Shore OO硬度計中，較佳為5~95，特佳在10~90之範圍。

[實施例]

【0135】以下，顯示實施例及比較例來具體地說明本發明，惟本發明不受下述實施例所限制。尚且，於下述之例中，Vi表示乙烯基，Me表示甲基。

【0136】

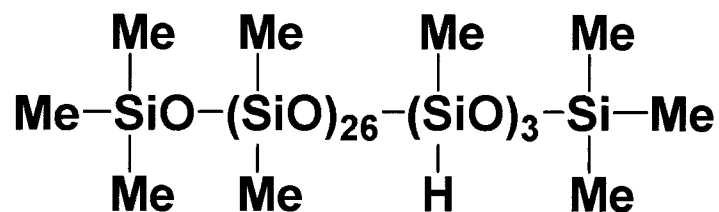
[實施例 1-1]

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為600mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷100質量份、下述通式(6)所示之在25℃下的黏度為28mPa·s的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚

矽氧烷 1.26 質量份 (式 (6) 之聚矽氧烷中的 SiH 基 / 分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基 = 0.11)、下述通式 (7) 所示之在 25°C 下的黏度為 30 mPa · s 之有機聚矽氧烷 18 質量份、以 60°C × 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺ 離子量為 22 ppm，且平均粒徑為 40 μm 的熔融球狀氧化鋁 A 600 質量份、以 60°C × 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺ 離子量為 3 ppm，且平均粒徑為 1.2 μm 的破碎狀氧化鋁 B 400 質量份，在 100°C 下加熱處理混合 1 小時。

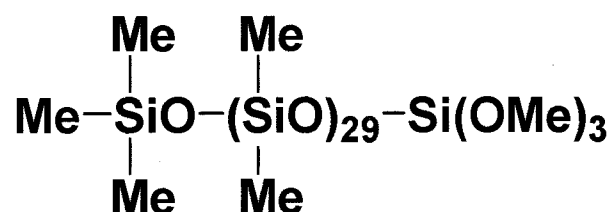
接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫後，更將下述通式 (8) 所示之在 25°C 下的黏度為 17 mPa · s 的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 9.4 質量份 (式 (8) 之聚矽氧烷中的 SiH 基 / 上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基 = 0.79，式 (6) 及 (8) 之聚矽氧烷中的合計 SiH 基 / 上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基 = 0.9)、氯鉑酸的乙炔基矽氧烷錯合物 (Pt 含量 1 質量 %) 0.18 質量份、乙炔基環己醇 0.18 質量份予以均勻地混合，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 1-1。

【化 1 1】



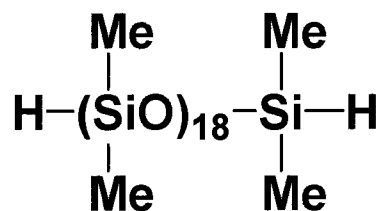
(6)

【化 1 2】



(7)

【化 1 3】



(8)

【0137】

[比較例 1-1]

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為600mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷100質量份、上述通式(7)所示之在25℃下的黏度為30mPa·s之有機聚矽氧烷18質量份、平均粒徑為

40 μm 的熔融球狀氧化鋁A 600質量份、平均粒徑為1.2 μm 的破碎狀氧化鋁B 400質量份，在150 $^{\circ}\text{C}$ 下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫後，更將上述通式(6)所示之在25 $^{\circ}\text{C}$ 下的黏度為28 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷1.26質量份、上述通式(8)所示之在25 $^{\circ}\text{C}$ 下的黏度為17 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷9.4質量份(式(6)之聚矽氧烷中的SiH基/分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的SiVi基=0.11，式(8)之聚矽氧烷中的SiH基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的SiVi基=0.79，式(6)及(8)之聚矽氧烷中的合計SiH基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的SiVi基=0.9)、氯鉑酸的乙炔基矽氧烷錯合物(Pt含量1質量%)0.18質量份、乙炔基環己醇0.18質量份予以均勻地混合，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物1-2。

【0138】

[比較例1-2]

除了使實施例1-1記載之熱處理溫度成為50 $^{\circ}\text{C}$ 以外，同樣地得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物1-3。

【0139】

[比較例1-3]

除了從實施例1-1記載之熔融球狀氧化鋁A，換成以60 $^{\circ}\text{C}$ ×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法

測定其水層時的 Na^+ 離子量為55ppm，且平均粒徑為 $42\mu\text{m}$ 的熔融球狀氧化鋁C以外，同樣地得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物1-4。

【0140】

[實施例1-2]

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為 $400\text{mPa}\cdot\text{s}$ 的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷100質量份、上述通式(6)所示之在 25°C 下的黏度為 $28\text{mPa}\cdot\text{s}$ 的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷2.33質量份(式(6)之聚矽氧烷中的 SiH 基/分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基 $=0.15$)、上述通式(7)所示之在 25°C 下的黏度為 $30\text{mPa}\cdot\text{s}$ 之有機聚矽氧烷234質量份、以 $60^\circ\text{C}\times 24$ 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為11ppm，且平均粒徑為 $58\mu\text{m}$ 的熔融球狀氧化鋁D 4,836質量份、以 $60^\circ\text{C}\times 24$ 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為3ppm，且平均粒徑為 $1.2\mu\text{m}$ 的破碎狀氧化鋁B 1,814質量份，在 100°C 下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫後，更將上述通式(8)所示之在 25°C 下的黏度為 $17\text{mPa}\cdot\text{s}$ 的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷13.0質量份(式(8)之聚矽氧烷中的 SiH 基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基 $=0.85$ ，式(6)及(8)之聚矽氧烷

中的合計 SiH基 / 上述分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi基 = 1.0)、氯鉑酸的乙烯基矽氧烷錯合物 (Pt 含量 1 質量 %) 1.00 質量份、乙炔基環己醇 1.00 質量份予以均勻地混合，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 1-5。

【0141】

[比較例 1-4]

於(股)井上製作所製 5L 行星式混合機中，添加混合黏度為 400 mPa·s 的分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 100 質量份、上述通式 (7) 所示之在 25°C 下的黏度為 30 mPa·s 之有機聚矽氧烷 234 質量份、以 60°C x 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 11 ppm，且平均粒徑為 58 μm 的熔融球狀氧化鋁 D 4,836 質量份、以 60°C x 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 3 ppm，且平均粒徑為 1.2 μm 的破碎狀氧化鋁 B 1,814 質量份，在 150°C 下加熱處理混合 1 小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫後，更將上述通式 (6) 所示之在 25°C 下的黏度為 28 mPa·s 的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷 2.33 質量份、上述通式 (8) 所示之在 25°C 下的黏度為 17 mPa·s 的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 13.0 質量份 (式 (6) 之聚矽氧烷中的 SiH 基 / 分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基 = 0.15，式 (8) 之聚矽氧烷中的 SiH 基 / 上述

分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的SiVi基=0.85，式(6)及(8)之聚矽氧烷中的合計SiH基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的SiVi基=1.0)、氯鉑酸的乙炔基矽氧烷錯合物(Pt含量1質量%)1.00質量份、乙炔基環己醇1.00質量份予以均勻地混合，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物1-6。

【0142】

[比較例1-5]

除了使實施例1-2記載之熱處理溫度成為50°C以外，同樣地得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物1-7。

【0143】上述實施例1-1、1-2、比較例1-1~1-5中記載的熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物1-1~1-7之黏度，係使用螺旋黏度計：馬肯(Malcom)黏度計(PC-10AA型，旋轉數10rpm)，在25°C環境下測定，熱傳導率係使用京都電子工業(股)製熱盤法熱物性測定裝置TPS 2500 S，測定25°C下的各聚矽氧組成物之硬化前的熱傳導率(依據ISO 22007-2之熱盤法)。

然後，充分真空脫泡後，以成為6mm硬化厚度之方式流入成形模內，120°C×60分鐘加熱硬化而得到硬化物，藉由ASTM D 2240-05所規定的Shore OO硬度計測定其硬度。又，將此等之各組成物在5°C的冰箱內放置6個月後，與上述同樣地測定黏度、熱傳導率以及硬度，表1及2中顯示與初期比較之結果。

【0144】

【表 1】

物性確認項目	實施例 1-1	比較例 1-1	比較例 1-2	比較例 1-3
黏度 (Pa·s) :初期	111	108	116	107
熱傳導率 (W/m·K) :初期	2.3	2.3	2.3	2.3
硬度(Shore OO) :初期	62	64	63	65
黏度 (Pa·s) :5°C保存下6個月後	114	111	120	113
熱傳導率 (W/m·K) :5°C保存下6個月後	2.3	2.3	2.3	2.3
硬度 (Shore OO) :5°C保存下6個月後	61	39	46	49

【 0145】

【表 2】

物性確認項目	實施例 1-2	比較例 1-4	比較例 1-5
黏度 (Pa·s) :初期	301	295	309
熱傳導率 (W/m·K) :初期	6.6	6.6	6.6
硬度(Shore OO) :初期	63	64	62
黏度 (Pa·s) :5°C保存下6個月後	309	307	314
熱傳導率 (W/m·K) :5°C保存下6個月後	6.6	6.6	6.6
硬度 (Shore OO) :5°C保存下6個月後	63	31	40

【0146】如由上述結果可明知，長期間保存時，雖然沒有看到因能處理熱傳導性填充劑之表面的處理劑：(B)成分之有無而在黏度或熱傳導率上顯著的變化，但是硬度係在從初期起隨著時間經過，看見10點(point)以上的大變化。又，亦可知(C)成分所規定的Na⁺離子量較佳為50ppm以下。再者，亦可知在混合(A)成分、(B)成分、(C)成分

後，熱處理溫度較佳設為70°C以上。因此，根據本發明，得到具有長期間的保存安定性之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其硬化物。

【0147】

[實施例2-1]

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為600mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷55.2質量份、下述通式(7)所示之在25°C下的黏度為30mPa·s之有機聚矽氧烷9質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為22ppm，且平均粒徑為40μm的熔融球狀氧化鋁A 300質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為3ppm，且平均粒徑為1.2μm的破碎狀氧化鋁B 200質量份，在100°C下加熱處理混合1小時。

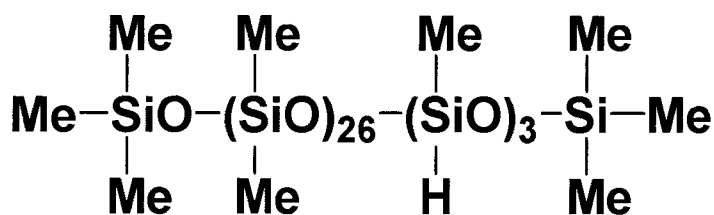
接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將氯鉑酸的乙炔基矽氧烷錯合物(Pt含量1質量%)0.18質量份在室溫(25°C)下均勻地混合20分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物2-1(第1液)。

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為600mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷44.8質量份、下述通式(6)所示之在25°C下的黏度為28mPa·s的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷1.26質量份(式(6)之聚矽氧烷中的SiH基/分子鏈兩

末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計 SiVi基 =0.11)、下述通式(7)所示之在 25℃ 下的黏度為 30mPa·s 之有機聚矽氧烷 9 質量份、以 60℃ x24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 22ppm，且平均粒徑為 40μm 的熔融球狀氧化鋁 A 300 質量份、以 60℃ x24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 3ppm，且平均粒徑為 1.2μm 的破碎狀氧化鋁 B 200 質量份，在 100℃ 下加熱處理混合 1 小時。

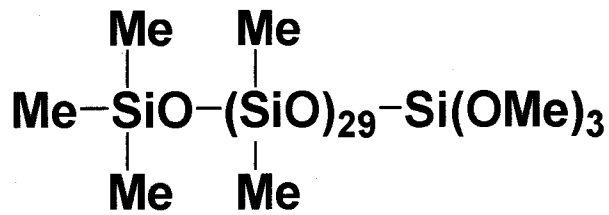
接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫 (25℃) 後，將乙炔基環己醇 0.02 質量份、進而下述通式(8)所示之在 25℃ 下的黏度為 17mPa·s 的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 9.4 質量份(式(8)之聚矽氧烷中的 SiH 基/上述分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計 SiVi基 =0.79，式(6)及(8)之聚矽氧烷中的合計 SiH 基/上述分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi基 =0.9)在室溫 (25℃) 下均勻地混合 20 分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 2-1(第 2 液)。

【化 1 4】



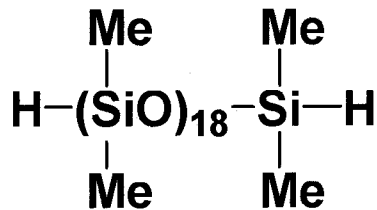
(6)

【化 1 5】



(7)

【化 1 6】



(8)

【0148】

[比較例 2-1]

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為600mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷55.2質量份、上述通式(7)所示之在25°C下的黏度為30mPa·s之有機聚矽氧烷9質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為22ppm，且平均粒徑為40μm的熔融球狀氧化鋁A 300質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為3ppm，且平均粒徑為1.2μm的破碎狀氧化鋁B 200質量份，在100°C下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將氯鉑酸的乙炔基矽氧烷錯合物(Pt含量1質量%)0.18

質量份在室溫(25°C)下均勻地混合20分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物2-2(第1液)。

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為600mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷44.8質量份、上述通式(7)所示之在25°C下的黏度為30mPa·s之有機聚矽氧烷9質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為22ppm，且平均粒徑為40μm的熔融球狀氧化鋁A 300質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為3ppm，且平均粒徑為1.2μm的破碎狀氧化鋁B 200質量份，在100°C下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將乙炔基環己醇0.02質量份、上述通式(6)所示之在25°C下的黏度為28mPa·s的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷1.26質量份(式(6)之聚矽氧烷中的SiH基/分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計SiVi基=0.11)、進而上述通式(8)所示之在25°C下的黏度為17mPa·s的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷9.4質量份(式(8)之聚矽氧烷中的SiH基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計SiVi基=0.79，式(6)及(8)之聚矽氧烷中的合計SiH基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的SiVi基=0.9)在室溫(25°C)下均勻地混合20分鐘，得到熱傳導性

加成硬化型聚矽氧組成物 2-2(第 2 液)。

【 0149 】

[比較例 2-2]

除了使實施例 2-1 記載之熱處理溫度成為 50°C 以外，同樣地得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 2-3(第 1 液 / 第 2 液)。

【 0150 】

[比較例 2-3]

除了從實施例 2-1 記載之熔融球狀氧化鋁 A，換成以 60°C × 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 55 ppm，且平均粒徑為 42 μm 的熔融球狀氧化鋁 C 以外，同樣地得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 2-4(第 1 液 / 第 2 液)。

【 0151 】

[實施例 2-2]

於(股)井上製作所製 5L 行星式混合機中，添加混合黏度為 400 mPa · s 的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 57.2 質量份、上述通式 (7) 所示之在 25°C 下的黏度為 30 mPa · s 之有機聚矽氧烷 117 質量份、以 60°C × 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 22 ppm，且平均粒徑為 56 μm 的熔融球狀氧化鋁 D 2,418 質量份、以 60°C × 24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 3 ppm，且平均粒徑為 1.2 μm 的破碎狀氧化鋁 B 907 質量

份，在100°C下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將氯鉑酸的乙烯基矽氧烷錯合物(Pt含量1質量%)1.00質量份在室溫(25°C)下均勻地混合20分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物2-5(第1液)。

於(股)井上製作所製5L行星式混合機中，添加混合黏度為400mPa·s的分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷42.8質量份、上述通式(6)所示之在25°C下的黏度為28mPa·s的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷2.33質量份(式(6)之聚矽氧烷中的SiH基/分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計SiVi基=0.15)、上述通式(7)所示之在25°C下的黏度為30mPa·s之有機聚矽氧烷117質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為22ppm，且平均粒徑為56μm的熔融球狀氧化鋁D 2,418質量份、以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為3ppm，且平均粒徑為1.2μm的破碎狀氧化鋁B 907質量份，在100°C下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將乙炔基環己醇0.11質量份、進而上述通式(8)所示之在25°C下的黏度為17mPa·s的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷13.0質量份(式(8)之聚矽氧烷中的SiH基/上述分子鏈兩末端二甲基乙烯基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的

合計 SiVi基 =0.85，式(6)及(8)之聚矽氧烷中的合計 SiH基 / 上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi基 =1.0)在室溫(25°C)下均勻地混合 20分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 2-5(第 2液)。

【0152】

[比較例 2-4]

於(股)井上製作所製 5L行星式混合機中，添加混合黏度為 400mPa·s 的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 57.2質量份、上述通式(7)所示之在 25°C 下的黏度為 30mPa·s 之有機聚矽氧烷 117質量份、以 60°C ×24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 22ppm，且平均粒徑為 56μm 的熔融球狀氧化鋁 D 2,418質量份、以 60°C ×24 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na⁺離子量為 3ppm，且平均粒徑為 1.2μm 的破碎狀氧化鋁 B 907質量份，在 100°C 下加熱處理混合 1 小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將氯鉑酸的乙炔基矽氧烷錯合物(Pt 含量 1質量%)1.00 質量份在室溫(25°C)下均勻地混合 20分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 2-6(第 1液)。

於(股)井上製作所製 5L行星式混合機中，添加混合黏度為 400mPa·s 的分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷 42.8質量份、上述通式(7)所示之在 25°C 下的黏度為 30mPa·s 之有機聚矽氧烷 117質量份、以 60°C ×24

小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為22ppm，且平均粒徑為 $56\mu\text{m}$ 的熔融球狀氧化鋁D 2,418質量份、以 $60^\circ\text{C} \times 24$ 小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為3ppm，平均粒徑為 $1.2\mu\text{m}$ 的破碎狀氧化鋁B 907質量份，在 100°C 下加熱處理混合1小時。

接著，將此加熱處理混合物充分冷卻到室溫(25°C)後，將乙炔基環己醇0.11質量份、上述通式(6)所示之在 25°C 下的黏度為 $28\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的三甲基矽氧基封鎖甲基氫·二甲基聚矽氧烷2.33質量份(式(6)之聚矽氧烷中的 SiH 基/分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計 SiVi 基=0.15)、進而上述通式(8)所示之在 25°C 下的黏度為 $17\text{mPa} \cdot \text{s}$ 的二甲基氫矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷13.0質量份(式(8)之聚矽氧烷中的 SiH 基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的合計 SiVi 基=0.85，式(6)及(8)之聚矽氧烷中的合計 SiH 基/上述分子鏈兩末端二甲基乙炔基矽氧基封鎖二甲基聚矽氧烷中的 SiVi 基=1.0)在室溫(25°C)下均勻地混合20分鐘，得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物2-6(第2液)。

【0153】

[比較例2-5]

除了使實施例2-2記載之熱處理溫度成為 50°C 以外，同樣地得到熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物2-7(第1液/第2液)。

【0154】上述實施例 2-1、2-2、比較例 2-1～2-5 記載之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物 2-1(第 1 液/第 2 液)～2-7(第 1 液/第 2 液)之黏度，係使用螺旋黏度計：馬肯黏度計(PC-10AA 型，旋轉數 10rpm)，在 25℃ 環境下測定，熱傳導率係使用京都電子工業(股)製熱盤法熱物性測定裝置 TPS 2500 S，測定 25℃ 下的各聚矽氧組成物之硬化前的熱傳導率(依據 ISO 22007-2 之熱盤法)。

【0155】然後，使用(股)NORITAKE 股份有限公司製的靜態混合器(MXA6.3-21)，將各組成物之第 1 液與第 2 液以 1：1 之質量比成為均勻之方式，在常溫(25℃)下混合吐出後，充分真空脫泡後，以成為 6mm 硬化厚度之方式流入成形模內。在 25℃×24 小時硬化而得到硬化物，藉由 ASTM D 2240-05 所規定的 Shore OO 硬度計測定其硬度。又，將此等各組成物之第 1 液與第 2 液在 25℃ 的恆溫槽中放置 6 個月後，與上述同樣地測定黏度、熱傳導率以及硬度，表 3 及 4 中顯示與初期比較之結果。

【0156】

【表 3】

物性確認項目	實施例 2-1	比較例 2-1	比較例 2-2	比較例 2-3
第1液/第2液之黏度 (Pa·s) :初期	132/92	128/87	136/97	123/87
第1液/第2液之熱傳導率 (W/m·K) :初期	2.3/2.3	2.3/2.3	2.3/2.3	2.3/2.3
硬度(Shore OO) :初期	60	62	61	63
第1液/第2液之黏度 (Pa·s) :25°C保存下6個月後	130/90	128/89	138/101	129/88
第1液/第2液之熱傳導率 (W/m·K) :25°C保存下6個月後	2.3/2.3	2.3/2.3	2.3/2.3	2.3/2.3
硬度(Shore OO) :25°C保存下6個月後	59	37	44	46

【 0157】

【表 4】

物性確認項目	實施例 2-2	比較例 2-4	比較例 2-5
第1液/第2液之黏度 (Pa·s) :初期	306/300	300/297	314/308
第1液/第2液之熱傳導率 (W/m·K) :初期	6.6/6.6	6.6/6.6	6.6/6.6
硬度(Shore OO) :初期	60	61	59
第1液/第2液之黏度 (Pa·s) :25°C保存下6個月後	304/308	311/298	312/315
第1液/第2液之熱傳導率 (W/m·K) :25°C保存下6個月後	6.6/6.6	6.6/6.6	6.6/6.6
硬度(Shore OO) :25°C保存下6個月後	60	28	37

【 0158】 如由上述結果可明知，本發明之實施例2-1、2-2之組成物係即使在長期保存(25°C、6個月)後，黏度或熱傳導率也無變化，且亦沒有看到所得之硬化物的硬度變化，相對於其，比較例2-1~2-5之組成物係在長期保存後，雖然在黏度或熱傳導率上看不到顯著的變化，但是所得之硬化物的硬度係從初期起變化10點以上。如此地，由

比較例 2-1、2-4 可知，作為第 2 液，較佳為將 (B) 成分與 (A)、(C) 成分加熱處理混合。又，由比較例 2-3 亦可知，(C) 成分所規定的 Na^+ 離子量較佳為 50ppm 以下。再者，由比較例 2-2、2-5 亦可知，作為第 2 液，在混合 (A) 成分、(B) 成分、(C) 成分後，熱處理溫度較佳設為 70°C 以上。因此，根據本發明，得到具有長期間的保存安定性之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物及其硬化物。

[產業上的利用可能性]

【0159】藉由將本發明所得之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物硬化而得的熱傳導性聚矽氧硬化物，係即使長期間保存後，也不受到熱傳導性填充劑之作用，可維持安定的硬度，因此在功率裝置、電晶體、閘流體、CPU(中央處理裝置)等之電子零件的散熱兼保護用途中，可期待可靠性的提升。

【發明申請專利範圍】

【請求項1】一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有：

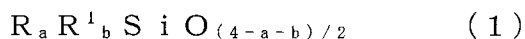
加熱混合物，其係在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷、在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷、與以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁粒子之加熱混合物，其為該氧化鋁粒子經上述有機氫聚矽氧烷所表面處理而成之混合物；

在一分子中具有2個或其以上鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷；與

鉑族金屬觸媒。

【請求項2】如請求項1之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其含有(A)~(C)之溫度70°C以上的加熱處理混合物與(D)及(E)；

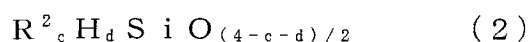
(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷：100質量份，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成

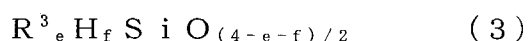
分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， c 為0.7~2.2， d 為0.001~0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁：1,000~7,000質量份，

(D)下述平均組成式(3)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(D)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



(式中， R^3 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， e 為0.7~2.2， f 為0.001~0.5，且 $e+f$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

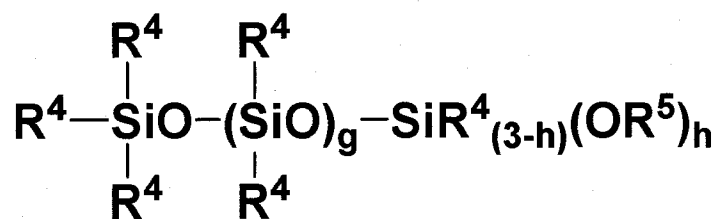
(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

組成物之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，組成物在25°C下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度6(1/sec))，為30~800Pa·s。

【請求項3】如請求項2之熱傳導性加成硬化型聚矽氧

組成物，其中(B)成分與(D)成分中的SiH基之合計量係相對於(A)成分中的烯基1個，為0.11~5個之比例。

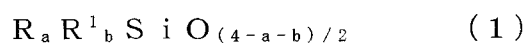
【請求項4】如請求項2或3之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其中加熱處理混合物係(A)~(C)成分與矽烷偶合劑(F)及/或下述通式(5)所示之在25°C下的黏度為0.01~30Pa·s之有機聚矽氧烷(G)之溫度70°C以上的加熱處理混合物；



(式中，R⁴獨立為未取代或取代的1價烴基，R⁵獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g為5~100之整數，h為1~3之整數)。

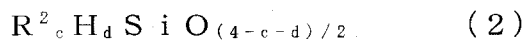
【請求項5】一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其係藉由將(A)~(C)在70°C以上之溫度下進行加熱處理，於經冷卻的加熱處理混合物中添加混合(D)及(E)而得到組成物；

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷：100質量份，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

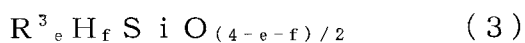
(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，



(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， c 為0.7~2.2， d 為0.001~0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁：1,000~7,000質量份，

(D)下述平均組成式(3)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分中的烯基1個，(D)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，



(式中， R^3 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， e 為0.7~2.2， f 為0.001~0.5，且 $e+f$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

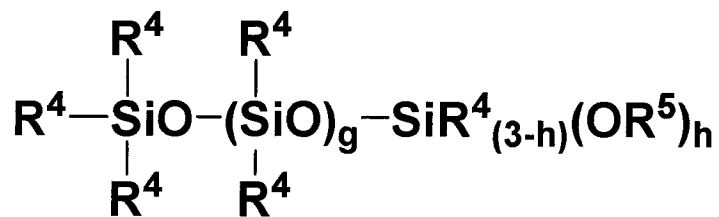
(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分，以鉑族金屬質量計1~200ppm，

所得之組成物之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，所得之組成物在25°C下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切

速度 6(1/sec))，為 30～800Pa·s。

【請求項 6】如請求項 5 之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其中 (B) 成分與 (D) 成分中的 SiH 基之合計量係相對於 (A) 成分中的烯基 1 個，為 0.11～5 個之比例。

【請求項 7】如請求項 5 或 6 之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其中於 (A)～(C) 成分中，進一步混合矽烷偶合劑 (F) 及 / 或下述通式 (5) 所示之在 25℃ 下的黏度為 0.01～30Pa·s 之有機聚矽氧烷 (G)，進行加熱處理；



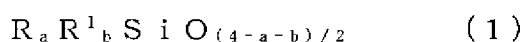
(5)

(式中，R⁴ 獨立為未取代或取代的 1 價烴基，R⁵ 獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基，g 為 5～100 之整數，h 為 1～3 之整數)。

【請求項 8】如請求項 1 之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其包含第 1 液與第 2 液之二液型；

該第 1 液含有：

(A) 下述平均組成式 (1) 所示之在一分子中具有至少 2 個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R 獨立為烯基，R¹ 獨立為不具有脂肪族不飽和

鍵之未取代或取代的1價烴基， a 為0.0001～0.2， b 為1.7～2.2，且 $a+b$ 為滿足1.9～2.4之正數)；及

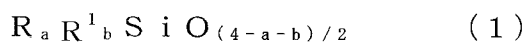
(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁

之溫度70°C以上的加熱處理混合物，與

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分之合計質量，以鉑族金屬質量計1～200ppm；

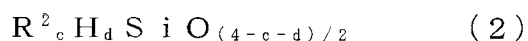
該第2液含有：

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中， R 獨立為烯基， R^1 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， a 為0.0001～0.2， b 為1.7～2.2，且 $a+b$ 為滿足1.9～2.4之正數)；

(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH 基)成為0.1～2個之量，



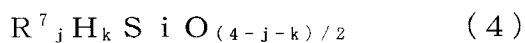
(式中， R^2 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， c 為0.7～2.2， d 為0.001～0.5，且 $c+d$ 為滿足0.8～2.5之正數)；及

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以

離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為 50ppm 以下的氧化鋁

之溫度 70°C 以上的加熱處理混合物，與

(H) 下述平均組成式 (4) 所示之在一分子中具有 2 個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於 (A) 成分之合計中的烯基 1 個，(H) 成分中的矽原子鍵結氫原子 (SiH 基) 成為 0.01 ~ 3 個之量，



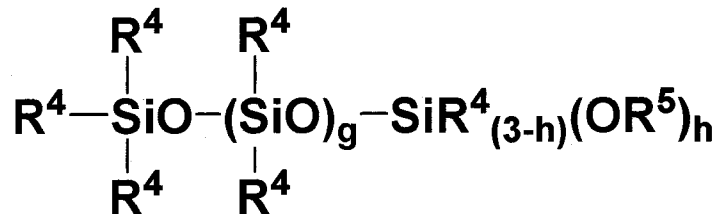
(式中， R^j 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的 1 價烴基， j 為 0.7 ~ 2.2， k 為 0.001 ~ 0.5，且 $j+k$ 為滿足 0.8 ~ 2.5 之正數)；

惟，第 1 液不含上述 (B)、(H) 成分，第 2 液不含上述 (E) 成分，組成物中的 (A) 成分之合計為 100 質量份，(C) 成分之合計為 1,000 ~ 7,000 質量份，第 1 液及第 2 液各自之熱傳導率係於依據 ISO 22007-2 的熱盤法中，為 2.0 ~ 7.0 W/m · K，第 1 液及第 2 液各自在 25°C 下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子 A，於旋轉數 10rpm 測定時 (剪切速度 6(1/sec))，為 30 ~ 800 Pa · s。

【請求項 9】如請求項 8 之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其中 (B) 成分與 (H) 成分中的 SiH 基之合計量係相對於 (A) 成分之合計中的烯基 1 個，為 0.11 ~ 5 個之比例。

【請求項 10】如請求項 8 或 9 之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物，其進一步含有矽烷偶合劑 (F) 及 / 或下述通式 (5) 所示之在 25°C 下的黏度為 0.01 ~ 30 Pa · s 之有機聚矽氧

烷(G)，作為與第1液中(A)、(C)成分之溫度70°C以上的加熱處理混合物，作為與第2液中(A)、(B)、(C)成分之溫度70°C以上的加熱處理混合物，

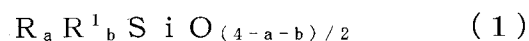


(5)

(式中， R^4 獨立為未取代或取代的1價烴基， R^5 獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基， g 為5~100之整數， h 為1~3之整數)。

【請求項11】一種熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其具有藉由將(A)及(C)在70°C以上之溫度下混合，進行加熱處理，於經冷卻的加熱處理混合物中添加混合(E)，而調製第1液之步驟，

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



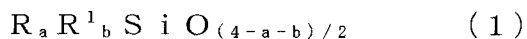
(式中， R 獨立為烯基， R^1 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， a 為0.0001~0.2， b 為1.7~2.2，且 $a+b$ 為滿足1.9~2.4之正數)；

(C)以60°C×24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的 Na^+ 離子量為50ppm以下的氧化鋁，

(E)鉑族金屬觸媒：相對於(A)成分之合計質量，以鉑族金屬質量計1~200ppm；

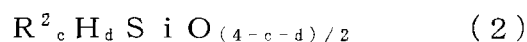
與藉由將(A)~(C)在70°C以上之溫度下混合，進行加熱處理，於經冷卻的加熱處理混合物中混合(H)，而調製第2液之步驟，

(A)下述平均組成式(1)所示之在一分子中具有至少2個鍵結於矽原子的烯基之有機聚矽氧烷，



(式中，R獨立為烯基，R¹獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，a為0.0001~0.2，b為1.7~2.2，且a+b為滿足1.9~2.4之正數)；

(B)下述平均組成式(2)所示之在一分子中具有至少3個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之合計中的烯基1個，(B)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.1~2個之量，

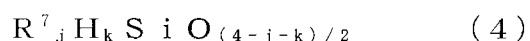


(式中，R²獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基，c為0.7~2.2，d為0.001~0.5，且c+d為滿足0.8~2.5之正數)；

(C)以60°C x24小時在純水中加熱萃取氧化鋁粉末，以離子層析法測定其水層時的Na⁺離子量為50ppm以下的氧化鋁，

(H)下述平均組成式(4)所示之在一分子中具有2個鍵結於矽原子的氫原子之有機氫聚矽氧烷：相對於(A)成分之

合計中的烯基1個，(H)成分中的矽原子鍵結氫原子(SiH基)成為0.01~3個之量，

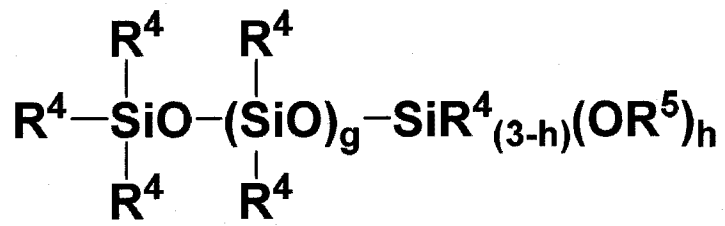


(式中， R^j 獨立為不具有脂肪族不飽和鍵之未取代或取代的1價烴基， j 為0.7~2.2， k 為0.001~0.5，且 $j+k$ 為滿足0.8~2.5之正數)；

惟，第1液不含(B)、(H)成分，第2液不含(E)成分，組成物中的(A)成分之合計為100質量份，(C)成分之合計為1,000~7,000質量份，所得之第1液及第2液各自之熱傳導率係於依據ISO 22007-2的熱盤法中，為2.0~7.0W/m·K，所得之第1液及第2液各自在25°C下的黏度係藉由螺旋黏度計的轉子A，於旋轉數10rpm測定時(剪切速度6(1/sec))，為30~800Pa·s。

【請求項12】如請求項11之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其中(B)成分與(H)成分中的SiH基之合計量係相對於(A)成分之合計中的烯基1個，為0.11~5個之比例。

【請求項13】如請求項11或12之熱傳導性加成硬化型聚矽氧組成物之製造方法，其進一步將矽烷偶合劑(F)及/或下述通式(5)所示之在25°C下的黏度為0.01~30Pa·s之有機聚矽氧烷(G)混合於第1液之(A)、(C)成分與第2液之(A)、(B)、(C)成分中，進行加熱處理，



(5)

(式中， R^4 獨立為未取代或取代的1價烴基， R^5 獨立為烷基、烷氧基烷基、烯基或醯基， g 為5~100之整數， h 為1~3之整數)。