

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3676544号

(P3676544)

(45) 発行日 平成17年7月27日(2005.7.27)

(24) 登録日 平成17年5月13日(2005.5.13)

(51) Int.Cl.⁷

F I

C O 8 L 83/07

C O 8 L 83/07

C O 8 K 3/22

C O 8 K 3/22

C O 8 L 83/05

C O 8 L 83/05

請求項の数 4 (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願平9-210421	(73) 特許権者	000221111
(22) 出願日	平成9年8月5日(1997.8.5)		ジーイー東芝シリコン株式会社
(65) 公開番号	特開平11-49959		東京都港区六本木6丁目2番31号
(43) 公開日	平成11年2月23日(1999.2.23)	(74) 代理人	100087642
審査請求日	平成15年2月5日(2003.2.5)		弁理士 古谷 聡
		(74) 代理人	100063897
			弁理士 古谷 馨
		(74) 代理人	100076680
			弁理士 溝部 孝彦
		(74) 代理人	100091845
			弁理士 持田 信二
		(72) 発明者	西脇 信行
			東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝
			シリコン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 難燃性放熱性シート用シリコーンゲル組成物および難燃性放熱性シリコーンシート

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 一分子中に少なくとも1個のアルケニル基を含有するポリオルガノシロキサン 100重量部

(B) 一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン、(A) 成分中のアルケニル基1モルに対して(B) 成分中のケイ素原子結合水素原子が 0.1～5モルとなる量

(C) 白金系触媒、(A) 成分に対して白金量で1～100ppm

(D) pHが9以下である酸化アルミニウム20～600 重量部

を含有するシリコーンゲル組成物であって、上記組成物を硬化させることにより硬化物が 10
、ASTM D 1403 の試験方法にて測定される針入度(1/4 コーン、1/10mm)として1～50を示すことを特徴とする難燃性放熱性シート用シリコーンゲル組成物。

【請求項2】

(D) 成分の酸化アルミニウムが、平均粒子径 5.0 μm以上の酸化アルミニウムである請求項1記載の難燃性放熱性シート用シリコーンゲル組成物。

【請求項3】

(D) 成分の酸化アルミニウムが、平均粒子径が 5.0 μm以上の非球状の酸化アルミニウムである請求項2記載の難燃性放熱性シート用シリコーンゲル組成物。

【請求項4】

請求項1～3の何れか1項記載のシリコーンゲル組成物を硬化させてなる難燃性放熱性 20

シリコンシート。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】

本発明は電気・電子部品およびこれらを搭載した回路基板を使用環境から熱的保護するための難燃性放熱性シリコンシート及び該難燃性放熱性シリコンシートに用いられるシリコンゲル組成物に関する。

本発明の大きな特徴は、放熱性の無機充填材をゲル組成物に充填することにより、得られた放熱材がゲル状であるため、電子部品などへの物理的なストレスを軽減することが可能であり、更に難燃性であるために安全性が高いことにある。このため、本発明の難燃性放熱性シリコンシートは、熱の蓄積されやすい小型部品や加熱にて熱膨張および収縮にて基板にストレスの掛かりやすい大型部品に特に好適に用いられる。

10

【0002】

【発明の技術的背景とその問題点】

電気・電子部品およびこれらを搭載した回路基板を熱衝撃や高温高湿の使用環境から保護するため、従来より様々な放熱性材料が提案されている。

例えば、特開昭55-22891号公報では、オルガノポリシロキサンに酸化ベリリウムや酸化アルミニウムを充填する方法が提案されているが、この組成物は非流動性のため、扱いづらくシート加工などには適当ではない。また、特開昭63-251466号公報では、放熱性充填材として酸化アルミニウムの粒径と形状を規定した組成物を提案している。この組成物は、比重の高い酸化アルミニウムを配合するため、その経時的な沈降を防ぐため、粒径の異なる2種類の酸化アルミニウムを配合する特徴がある。しかし、この方法では、チキン性が強くポッティング用途としては充分とは言えない。そのため、大型電子部品保護のためには、非常に作業性に乏しい。また、この組成物は、実質的に高硬度のゴム状物に限定しており、応力緩和に注目していない。更に、特開平2-41362号公報で提案されている硬化性液状ポリオルガノシロキサン組成物においても、酸化アルミニウムの沈降性と組成物の粘度に注目されているのみである。

20

【0003】

【発明の目的】

そのため、ポッティングが容易にでき、硬化した組成物は、放熱特性および応力緩和を兼ね備え、更に難燃性を維持した放熱性シリコンゲルの登場が待ち望まれていた。

30

即ち、本発明の目的は、電気・電子部品およびこれらを搭載した回路基板上に放熱性を有するシリコン層を容易に成形でき、また、硬化して得られたシートは、電気・電子部品に対して優れた放熱性を有すると同時に、物理的ストレスを最小限に抑えることができる難燃性放熱性シリコンゲル組成物および難燃性放熱性シリコンシートを提供することにある。

【0004】

【発明の構成】

本発明者らは、上記目的を達成するために鋭意検討した結果、シリコン化合物に特定の無機充填材を併用し、さらに硬化後の針入度を所定範囲にすると、従来問題とされていた放熱性シリコン組成物の流動性、放熱性、難燃性、応力緩和、硬化後表面べたつきの低減化および内部までの十分な硬化性を容易に達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

40

即ち、本発明は、

(A) 一分子中に少なくとも1個のアルケニル基を含有するポリオルガノシロキサン 100重量部

(B) 一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサン、(A)成分中のアルケニル基1モルに対して(B)成分中のケイ素原子結合水素原子が0.1~5モルとなる量

(C) 白金系触媒、(A)成分に対して白金量で1~100ppm

50

(D) pHが9以下である酸化アルミニウム20～600重量部

を含有するシリコーンゲル組成物であって、上記組成物を硬化させることにより硬化物が、ASTM D 1403 の試験方法にて測定される針入度（1/4 コーン、1/10mm）として1～50を示すことを特徴とする難燃性放熱性シート用シリコーンゲル組成物、並びに上記シリコーンゲル組成物を硬化させてなる難燃性放熱性シリコーンシートである。

【0005】

【発明の実施の形態】

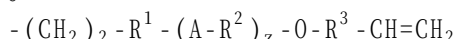
以下、本発明について詳細に説明する。

本発明の(A)成分は、一分子中に少なくとも1個のアルケニル基を含有するポリオルガノシロキサンであって、本組成物の主剤となる成分である。

10

【0006】

(A)成分中のアルケニル基として具体的には、ビニル基、アリル基、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ウンデセニル基、デカジエニル基が例示される。また、アルケニル基はアルケニルオキシ基であってもよく、アルケニルオキシ基としては、下記式で示される構造の官能基が挙げられる。



[式中、Aは、 $-\text{O}-$ 、 $-\text{S}-$ 、 $-\text{CO}_2-$ を表し、 R^1 、 R^3 は基1個あたり1～7個の炭素原子を有する線状あるいは枝分かれアルキレン基を表す。また、 R^2 は基1個当たり2～4個の炭素原子を有し、ヒドロキシ基、メトキシ基、エトキシ基またはトリメチルシロキシ基によって置換されていても良い線状あるいは枝分かれアルキレン基を表す。また、Zは、0、1または2を表す。

20

アルキレン基 R^1 の例としては、 $-\text{CH}_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-\text{CH}(\text{CH}_3)-$ 、および $-(\text{CH}_2)_3-$ が挙げられる。

シクロアルキレン基 R^1 の例としては、シクロヘキシレン基およびメチルシクロヘキシレン基が挙げられる。

基 R^1 としては、式 $-\text{CH}_2-$ で示されるものが望ましく、Aは酸素であることが望ましい。

基 R^2 の例としては、 $-(\text{CH}_2)_2-$ 、 $-(\text{CH}_2)_3-$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OCH}_3)-$ 、 $\text{CH}_2\text{CH}(\text{OC}_2\text{H}_5)\text{CH}_2-$ 、 $-\text{CH}_2\text{CH}(\text{OSi}(\text{CH}_3)_3\text{CH}_2-$ が挙げられる。

アルキレン基 R^1 の例は、完全にアルキレン基 R^3 についてもあてはまる。]

30

(A)成分中のアルケニル基の結合位置は特に限定されず、例えば、分子鎖末端および／または分子鎖側鎖が挙げられる。

また、アルケニル基含有ポリオルガノシロキサンとしては、分子中にフェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基から選ばれる芳香族系の官能基を含有しても問題なく、その含有量も特に限定されない。また、芳香族基の結合位置は特に限定されず、例えば、分子鎖末端および／または分子鎖側鎖が挙げられる。

(A)成分中のアルケニル基以外の有機基として具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基等のアルキル基；クロロメチル基、3-クロロプロピル基、3,3,3-トリフロロプロピル基等のハロ置換アルキル基が例示され、好ましくはメチル基である。

40

【0007】

このような(A)成分のオルガノポリシロキサンとして具体的には、分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルシロキサン・メチルフェニルシロキサン、メチルビニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルシロキサン・メチルビニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端がビニルジメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサン、メチルフェニルシロキサン共重合体、分子鎖両末端がビニルジメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサン、片末端がトリメチルシロキシ基で封鎖され、もう一方がビニルジメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサン、メチルフェニルシロキサン共重合体、片末端がトリメチルシロキシ基で

50

封鎖され、もう一方がビニルジメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサン、片末端がトリメチルシロキシ基で封鎖され、もう一方がビニルジメチルシロキシ基で封鎖されたジメチルポリシロキサン、ジフェニルシロキサン共重合体、 $R^4R^5R^6SiO_{1/2}$ で示されるシロキサン単位と $SiO_{4/2}$ で示されるシロキサン単位からなるオルガノポリシロキサン、式： $R^4R^5SiO_{2/2}$ で示されるシロキサン単位と式： $R^4SiO_{3/2}$ で示されるシロキサン単位または $R^6SiO_{3/2}$ で示されるシロキサン単位からなるオルガノポリシロキサンおよびこれらのオルガノポリシロキサンの二種以上の混合物が例示される。式中、 R^4 は、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基などの芳香族基、 R^5 はビニル基、アリル、ブテニル基、ペンテニル基、ヘキセニル基、ヘプテニル基等のアルケニル基、 R^6 は、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基等のアルキル基；クロロメチル基、3-クロロプロピル基、3,3,3-トリフロロプロピル基等のハロ置換アルキル基が例示される。

10

(A) 成分の粘度は、得られた組成物に流動性を与えるため、25℃における粘度が20～10000センチポイズの範囲内である。これは、(A)成分の25℃における粘度が20センチポイズ未満であると、得られる硬化被膜の物理的性質、特に柔軟性と伸びが低下するためであり、またこれが10000センチポイズを超えると、得られる組成物の粘度が高くなり、その取扱作業性が悪化するためである。

【0008】

(B) 成分のオルガノポリシロキサンは本組成物の架橋剤であり、一分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノポリシロキサンである。(B)成分中のケイ素原子結合水素原子の結合位置は特に限定されず、例えば、分子鎖末端および／または分子鎖側鎖が挙げられる。

20

(B)成分中の有機基として具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基等のアルキル基；フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等のアリール基；ベンジル基、フェネチル基等のアラルキル基；クロロメチル基、3-クロロプロピル基、3,3,3-トリフロロプロピル基等のハロ置換アルキル基が例示され、好ましくはメチル基、フェニル基である。また、(B)成分の分子構造は特に限定されず、例えば、直鎖状、分岐状、環状、網状、一部分岐を有する直鎖状が挙げられ、好ましくは直鎖状である。また、本組成物において、(B)成分として、分子鎖両末端にのみケイ素結合水素原子を有するオルガノポリシロキサンと分子鎖両末端がトリオルガノシロキシ基で封鎖され、分子側鎖にケイ素原子結合水素原子を少なくとも2個有するオルガノポリシロキサンとの混合物を用いたり、あるいは、水素基の結合したケイ素原子が、50モル%以下のオルガノポリシロキサンを用いると、得られた組成物の針入度が全く同一であってもより柔軟性のあるゲル状物が得られる。

30

(B)成分の粘度は特に限定されず、好ましくは25℃における粘度が5～10000センチポイズの範囲内であり、さらに好ましくは10～1000センチポイズの範囲内である。これは、(B)成分の25℃における粘度が5センチポイズ未満であると、得られる硬化被膜の物理的性質、特に柔軟性と伸びが低下するためであり、またこれが10000センチポイズを超えると、得られる組成物の粘度が高くなり、その取扱作業性が悪化するためである。

(B)成分の配合量は、(A)成分のアルケニル基1モルに対して、(B)成分中のケイ素原子結合水素原子が0.1～5モルの範囲内となる量であることが必要であり、好ましくはこれが0.5～3モルの範囲内となる量である。これは、(B)成分の配合量が、(A)成分中のアルケニル基1モルに対して、(B)成分中のケイ素原子結合水素原子が0.1モル未満であると、残存する(A)成分中のアルケニル基が耐熱性悪化の原因となり得るためである。またこれが5モルを超えると、得られる硬化被膜の硬度が経時的に変化しやすくなり、また熱衝撃を受けた場合や高温下で該硬化被膜にクラックや膨れを生じてしまい、電気・電子部品およびこれを搭載した回路基板の信頼性を著しく低下するためである。

40

【0009】

(C)成分の白金系触媒は本組成物の硬化を促進するための触媒であり、具体的には、白金微粉末、白金黒、塩化白金酸、四塩化白金、塩化白金酸とオレフィンとの錯体、塩化白金

50

酸のアルコール溶液、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサン等のアルケニルシロキサンとの錯体、およびこれらの白金系触媒を、ポリスチレン樹脂、ポリカーボネート樹脂、アクリル樹脂、メタクリル樹脂、シリコン樹脂等の熱可塑性有機樹脂中に分散もしくは包含した有機樹脂粉体が例示される。

(C) 成分の配合量は触媒量であり特に限定されず、具体的には、(A) 成分 100重量部に対して、(C) 成分中の白金金属元素として1～100ppmの範囲内となる量であることが好ましく、さらにこれが2～50ppmの範囲内であることが好ましい。これは、(C) 成分の配合量が、(A) 成分 100重量部に対して、(C) 成分中の白金金属として1 ppm 未満となる量である場合には、得られる組成物の硬化速度が遅くなり、硬化阻害物の影響を受けやすくなる。

10

また、これが100ppmを超えると不経済であると同時に白金触媒の配位子の絶対量が多くなり、硬化物の針入度変化も大きくなる。

【0010】

(D) 成分は、組成物に放熱性を与える成分である。(D) 成分の放熱性を有する無機充填材としては、pHが9以下の酸化アルミニウムが選択的に使用される。

酸化アルミニウムについても、組成物の流動性を維持するため、平均粒子径が5.0μm以上の酸化アルミニウムが良く、難燃性を維持するために、用いる酸化アルミニウムのpHが9以下（測定法はJIS Z8802 に準拠）であることが必要である。また、球状でない酸化アルミニウムが好ましい。この酸化アルミニウムも、一般的に市販されており、容易に入手する事が可能である。尚、pHが9以下の酸化アルミニウムは市販品として入手する事が可能であり、またpHが9を越えるものであっても水洗等により容易にpHを9以下とすることが可能であり、このように調製したものを用いても良い。pHが9を越える酸化アルミニウムを充填したものは、シリコンのクラッキングに起因すると考えられる難燃性の著しい低下が観察されることがある。尚、上記無機充填材の粒径の上限は特に制限されないが、一般的には50μm以下が好ましい。50μmを越えると、無機充填材が沈降しやすくなったり、硬化させたシリコンゲル中で異物となり、応力を加えた時にそこから裂けたりすることがある。これら2種類の無機充填材は、それぞれ単独あるいは、併用でも構わない。これらの2種類を併用した場合、無機充填材の含有量を大幅に変化させることなく、容易に熱伝導率を変えることが可能である。つまり、放熱性の無機充填材の減量にて大幅に粘度の低下した組成物では、無機充填材が容易に沈降してしまうが、このよう

20

30

【0011】

本発明では、これら(A)～(D)の構成成分からなる組成物を硬化させた際、ASTM D 1403で規定される針入度(1/4コーン、1/10mm)が、1～50にする必要がある。これは、(B)成分の添加量を変化させることにて容易にコントロールできるが、これは、組成物をゲル状にすることにて適用される電気電子部品への応力緩和に必要なためである。組成物の耐熱安定性及び硬化性を考えると、好ましくは、5～45の範囲が好ましい。針入度(1/4コーン、1/10mm)が1未満の場合、硬く応力緩和に乏しく、50を超える場合、耐熱安定性および内部硬化性が著しく低下し、硬化したシリコンシートの表面のべたつき感も高くなり、放熱シートの使い勝手も悪くなるためである。

40

【0012】

本発明の難燃性放熱性シリコンゲルは、上記(A)～(D)成分を均一に混合することにより調製できる。本発明の難燃性放熱性シリコンゲルには、その流動性を調節したり、得られる硬化被膜の物理的特性を向上させるため、例えば、ヒュームドシリカ、焼成シリカ、ヒュームド酸化チタン等の補強性充填剤；ケイ藻土、アスベスト、アルミノケイ酸、酸化鉄、酸化亜鉛、炭酸カルシウム等の非補強性充填剤；これらの充填剤をオルガノハロシラン、オルガノアルコキシシラン、オルガノシラザン、オルガノポリシロキサン等の有機ケイ素化合物で処理してなる充填剤を配合することができる。

更に、難燃性の効果をより向上させるために、リン酸エステル、亜リン酸エステル、カーボン、炭素化合物、金属水酸化物等の難燃化剤を添加しても良い。

50

【0013】

また、本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルには、その貯蔵安定性および取扱作業性を向上するため、例えば、1-エチニル-1-シクロヘキサノール、3-メチル-1-ブチン-3-オール、3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール、フェニルブチノール等のアセチレン系化合物；3-メチル-3-ペンテン-1-イン、3,5-ジメチル-3-ヘキセン-1-イン等のエンイン化合物；1,3,5,7-テトラメチル-1,3,5,7-テトラビニルシクロテトラシロキサン、1,3,5,7-テトラメチル-1,3,5,7-テトラヘキセニルシクロテトラシロキサン、ベンゾトリアゾール等のトリアゾール類、フォスフィン類、メルカプタン類、ヒドラジン類等の硬化抑制剤を配合することができる。これらの硬化抑制剤の配合量は、本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルの使用条件により適宜選択すべきであり、例えば、(A)成分 100重量部に対して、上記硬化抑制剤が 0.001~5重量部の範囲内であることが好ましい。

10

【0014】

また、本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルには、得られる硬化被膜の電気・電子部品およびこれらを搭載した回路基板に対する密着性を向上させるため、例えば、メチルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、アリルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、3,4-エポキシシクロヘキシルエチルトリメトキシシラン、テトラメトキシシラン、テトラエトキシシラン、メチルセロソルブオルソシリケート、一分子中にエポキシ基含有有機基とケイ素原子結合アルコキシ基を有するシロキサンオリゴマー、一分子中にエポキシ基含有有機基とケイ素原子結合アルコキシ基とアルケニル基を有するシロキサンオリゴマー、一分子中にエポキシ基含有有機基とケイ素原子結合アルコキシ基とケイ素原子結合水素原子を有するシロキサンオリゴマー等の密着促進剤を配合することができ、また、上記シランカップリング剤の加水分解を促進させる、つまり、基材への接着性を促進させるアルミニウムキレート化合物やチタン化合物を必要に応じて添加しても全く問題ない。必要に応じて有機溶剤、顔料、耐熱性付与剤等を配合することができる。

20

【0015】

本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルは、ディスペンサー塗布、デップコーティング等により電気・電子部品およびこれらを搭載した回路基板上に塗布することができる。また、この組成物は、流動性に富むため、プレス硬化にて容易に電気・電子部品用放熱ゲルシートを調製することが可能である。本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルを加熱により硬化する温度は、特に限定されず、好ましくは40~200℃以下であり、さらに好ましくは40~150℃の範囲である。

30

【0016】

【実施例】

本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルを実施例により詳細に説明する。なお、実施例中の粘度は25℃において測定した値である。また、実施例中、難燃性放熱性シリコーンゲル剤の評価は次のようにして行った。

- 硬化前
- ・粘度 回転粘度計
 - ・流動性 ガラス板に試料を1 g乗せ、25℃で30分放置後の拡がり性を測定
 - ・性状 シリコーンゲルをレンジに入れ、内径1 mmの管から押し出し時のシリコーンゲル表面の状態（滑らかか押し出したスジがつくか）を観察した。

- 硬化後
- ・針入度 ASTM D 1403 1/4コーン、1/10mm(150℃/1h)
 - ・放熱性 昭和電工製 QUICKTHERM
 - ・内部硬化性および表面のべたつきは、指で定性評価（針入度を測定したビーカーの底部の状態観察）
 - ・150℃での針入度変化（硬化直後と150℃/1000h後の針入度差）
 - ・ALワイヤーへの応力試験

田中電子工業製のAL-SI 1%ワイヤー（50 μ φ）を長さ30mmになるように金属板に固定し、50mlのパイレックスビーカーにおき、その上から40mlの放熱性シリコーンゲルを充填した。150℃/1h 加熱硬化後、以下の条件でヒートサイクルをかけた。

−40℃/1h ~150℃/1h を1000サイクルかけ、AL-SI 1%ワイヤーの状態を確認した。

【0017】

- ・難燃性 UL94に準拠 厚さ1/8インチ

実施例1

粘度が600センチポイズである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルポリオルガノシロキサン（ビニル基含有量=0.12mmol/g）100重量部、平均粒子径5 μ m、pHが8.5の粉砕酸化アルミニウム550重量部、粘度が5センチポイズである分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体（ケイ素原子結合水素原子含有量=10mmol/g）0.4重量部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体（白金含有量=0.5重量%）0.4重量部および3,5-ジメチルー1-ヘキシン-3-オール0.2重量部を均一に混合して、本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルを調製した。この評価結果を表1に示した。

【0018】

実施例2

粘度が600センチポイズである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルポリオルガノシロキサン（ビニル基含有量=0.12mmol/g）100重量部、平均粒子径5 μ m、pHが8.5の粉砕酸化アルミニウム550重量部、粘度が5センチポイズである分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体（ケイ素原子結合水素原子含有量=10mmol/g）0.5重量部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体（白金含有量=0.5重量%）0.4重量部および3,5-ジメチルー1-ヘキシン-3-オール0.2重量部を均一に混合して、本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルを調製した。この評価結果を表1に示した。

【0019】

実施例 3

粘度が 600センチポイズである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルポリオルガノシロキサン（ビニル基含有量＝0.12mmol/g）100重量部、平均粒子径15 μ m、pHが7.7の粒状酸化アルミニウム 300重量部および平均粒子径5 μ mの粉碎シリカ 300重量部、粘度が5センチポイズである分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体（ケイ素原子結合水素原子含有量＝10mmol/g）0.7重量部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体（白金含有量＝0.5重量%）0.4重量部および3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール 0.2重量部を均一に混合して、本発明の難燃性放熱性シリコーンゲルを調製した。この評価結果を表1に示した。

10

【0021】

比較例 1

粘度が 600センチポイズである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルポリシロキサン（ビニル基含有量＝0.12mmol/g）100重量部、平均粒子径5 μ m、pHが9.5の球状酸化アルミニウム55重量部、平均粒子径2 μ m、pHが9.2の非球状酸化アルミニウム 500重量部、粘度が5センチポイズである分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体（ケイ素原子結合水素原子含有量＝10mmol/g）0.2重量部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体（白金含有量＝0.5重量%）0.4重量部および3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール 0.2重量部を均一に混合して、比較用のシリコーンゲルを調製した。この評価結果

20

【0022】

比較例 2

粘度が 600センチポイズである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルポリシロキサン（ビニル基含有量＝0.12mmol/g）100重量部、平均粒子径10 μ m、pHが9.5の球状酸化アルミニウム55重量部、平均粒子径2 μ m、pHが9.2の非球状酸化アルミニウム 500重量部、粘度が5センチポイズである分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体（ケイ素原子結合水素原子含有量＝10mmol/g）0.8重量部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体（白金含有量＝0.5重量%）0.4重量部および3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール 0.2重量部を均一に混合して、比較用のシリコーンゲルを調製した。この評価結果

30

【0023】

比較例 3

粘度が 600センチポイズである分子鎖両末端ジメチルビニルシロキシ基封鎖のジメチルポリシロキサン（ビニル基含有量＝0.12mmol/g）100重量部、平均粒子径2 μ m、pHが9.2の非球状酸化アルミニウム 600重量部、粘度が5センチポイズである分子鎖両末端トリメチルシロキシ基封鎖ジメチルシロキサン・メチルヒドロジェンシロキサン共重合体（ケイ素原子結合水素原子含有量＝10mmol/g）6.6重量部、塩化白金酸とジビニルテトラメチルジシロキサンとの錯体（白金含有量＝0.5重量%）0.4重量部および3,5-ジメチル-1-ヘキシン-3-オール 0.2重量部を均一に混合して、比較用のシリコーンゲルを調製した。この評価結果を表1に示した。

40

【0024】

【表1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
硬化前 粘度 cP	11000	14000	20000	30000	35000	200000
流動性 mm	30	30	29	24	22	20
性状	滑らか	滑らか	滑らか	スジがつく	スジがつく	スジがつく
硬化後 針入度 初期	45	31	11	70	0	0
150°C/1000h	42	29	10	52	0	0
針入度差 (耐熱-初期)	-3	-2	-1	-18	-	-
放熱性 W/m.K	1.3	1.3	0.9	1.3	1.2	1.6
応力試験	問題なし	問題なし	問題なし	問題なし	切断	切断
内部硬化性	良好	良好	良好	内部オイル	良好	良好
表面べたつき	良好	良好	良好	粘性高い	良好	良好
難燃性 UL94	V-0	V-0	V-0	該当せず	該当せず	該当せず

フロントページの続き

(72)発明者 星野 千里
東京都港区六本木6丁目2番31号 東芝シリコン株式会社内

審査官 前田 孝泰

(56)参考文献 特開平06-016937 (JP, A)
特開平06-107947 (JP, A)
特開平04-088060 (JP, A)
特開平04-013768 (JP, A)
特開平03-252458 (JP, A)
特開平07-324165 (JP, A)
特開平08-231858 (JP, A)
特開平05-001237 (JP, A)
特開平11-045022 (JP, A)
特開平11-026968 (JP, A)
特開平09-017922 (JP, A)
特開昭62-281434 (JP, A)
特開平05-105814 (JP, A)
特開平04-359060 (JP, A)
特開平10-189838 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
C08L 83/00- 83/16
WPI/L(QUESTEL)