

	(19) 대한민국특허청(KR) (12) 공개특허공보(A)	(11) 공개번호 10-2017-0085437 (43) 공개일자 2017년07월24일
(51) 국제특허분류(Int. Cl.) C08G 77/04 (2006.01) C08G 77/08 (2006.01) C08K 3/22 (2006.01) C09J 7/02 (2006.01)		(71) 출원인 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 일본 도쿄도 지요다꾸 오테마치 2쥬메 6방 1고
(52) CPC특허분류 C08G 77/04 (2013.01) C08G 77/08 (2013.01)		(72) 발명자 이시하라 야스히사 일본 군마켄 안나카시 마츠이다마치 히토미 1-10 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리콘 전자 재료기술연구소내
(21) 출원번호	10-2017-0002407	엔도 아키히로 일본 군마켄 안나카시 마츠이다마치 히토미 1-10 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리콘 전자 재료기술연구소내
(22) 출원일자	2017년01월06일	(74) 대리인 김명신, 김민철, 박지하, 박장규
심사청구일자	없음	
(30) 우선권주장	JP-P-2016-005502 2016년01월14일 일본(JP)	

전체 청구항 수 : 총 7 항

(54) 발명의 명칭 **경화성 실리콘 조성물, 열전도성 경화물을 얻는 방법, 및 그 경화물을 갖는 점착 테이프 및 점착 시트**

(57) 요약

본 발명은 원하는 열전도성을 갖고, 또한 높은 탭(tack)력을 갖는 열전도성 경화물, 및 그 경화물을 구비하는 점착 테이프 및 점착 필름을 제공하는 것을 목적으로 한다.

본 발명은 하기 (a) 내지 (g) 성분을 포함하는 경화성 실리콘 조성물을 제공한다.

(a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산 100질량부,

(b) 열전도성 충전제 4000 내지 13000질량부,

(c) 오르가노하이드로젠폴리실록산 (a) 성분 중의 알케닐기의 개수에 대한 (c) 성분 중의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 개수의 비가 0.5 내지 3이 되는 양,

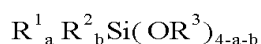
(d) 부가 반응 촉매 촉매량

(e) 반응 제어제 필요량

(f) 실리콘 레진 280 내지 600질량부

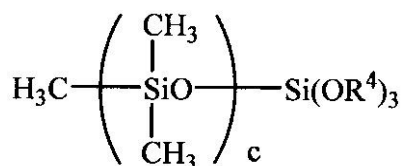
(g) 하기 화학식 1 또는 화학식 2로 표시되는 1 내지 3의 알콕시기를 갖는 화합물 80 내지 300질량부

(화학식 1)



(화학식 1 중, R¹은 서로 독립적으로 탄소 원자수 6 내지 15의 알킬기이고, R²는 서로 독립적으로 비치환 또는 치환의 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기이고, R³는 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6의 알킬기이고, a는 1 내지 3의 정수, b는 0 내지 2의 정수이며, 단 a+b는 1 내지 3의 정수임),

(화학식 2)



(화학식 2 중, R⁴는 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6의 알킬기이고, c는 5 내지 100의 정수임).

(52) CPC특허분류

C08K 3/22 (2013.01)

C09J 7/0296 (2013.01)

C08K 2003/2227 (2013.01)

C08K 2201/005 (2013.01)

C09J 2479/08 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

하기 (a) 내지 (g) 성분을 포함하는 경화성 실리콘 조성물:

(a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산 100질량부,

(b) 열전도성 충전제 4000 내지 13000질량부,

(c) 오르가노하이드로젠폴리실록산 (a) 성분 중의 알케닐기의 개수에 대한 (c) 성분 중의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 개수의 비가 0.5 내지 3이 되는 양,

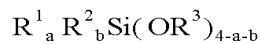
(d) 부가 반응 촉매 촉매량

(e) 반응 제어제 필요량

(f) 실리콘 레진 280 내지 600질량부

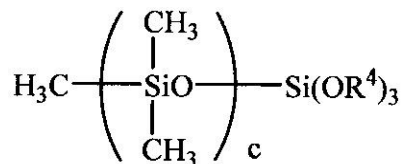
(g) 하기 화학식 1 또는 화학식 2로 표시되는 1 내지 3의 알콕시기를 갖는 화합물 80 내지 300질량부

(화학식 1)



(상기 화학식 1 중, R^1 은 서로 독립적으로 탄소 원자수 6 내지 15의 알킬기이고, R^2 는 서로 독립적으로 비치환 또는 치환의 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기이며, R^3 은 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6의 알킬기이고, a는 1 내지 3의 정수, b는 0 내지 2의 정수이며, 단 a+b는 1 내지 3의 정수임),

(화학식 2)



(상기 화학식 2 중, R^4 는 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6의 알킬기이고, c는 5 내지 100의 정수임).

청구항 2

제 1 항에 있어서,

열전도성 충전제가 알루미늄이고, 평균입자직경 $20\mu m$ 미만을 갖고, 입자직경 $45\mu m$ 이상을 갖는 입자의 함유량이 0.5wt% 이하이고, 또한 입자직경 $75\mu m$ 이상을 갖는 입자의 함유량이 0.1wt% 이하인, 경화성 실리콘 조성물.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 기재된 경화성 실리콘 조성물을 가열 경화시켜 열전도성 경화물을 얻는 방법에 있어서, 상기 경화물이 $2.5W/mK$ 이상의 열전도율을 갖는 방법.

청구항 4

제 3 항에 있어서,

$100\mu m$ 두께의 경화물과 알루미늄 플레이트 사이의 점착력이 0.1MPa 이상인 점착력을 갖는 열전도성 경화물을 얻는 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 5

시트 형상 기재와, 상기 기재의 적어도 1면에 적층되어 있는 제 1 항 또는 제 2 항에 기재된 경화성 실리콘 조성물의 경화물의 층을 갖는, 점착 테이프 또는 필름.

청구항 6

제 5 항에 기재된 점착 테이프 또는 필름이 상기 경화물층을 개재하여 보강층의 한쪽 면에 적층되거나, 또는 제 5 항에 기재된 점착 테이프 또는 필름의 2개가 각각 보강층의 양면에 상기 경화물층을 개재하여 적층되어 있는 제 5 항의 점착 테이프 또는 필름.

청구항 7

제 6 항에 있어서,

보강층이 폴리이미드 필름인, 점착 테이프 또는 필름.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 전자 부품의 냉각을 위해서 발열성 전자 부품의 열 경계면과 히트 싱크 또는 회로 기판 등의 발열 부재와의 계면에 개재할 수 있는 열 전달 재료에 관한 것이다. 상세하게는 열전도성 및 점착성을 갖는 열전도성 경화물, 및 그 경화물을 갖는 점착 테이프 및 점착 필름에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 컨버터, 전원 등의 전자 기기에 사용되는 트랜지스터 및 다이오드, 및 조명이나 디스플레이의 광원이 되는 LED 소자 등의 발열 소자는 고성능화·고속화·소형화·고집적화에 수반하여 그 자신이 대량의 열을 발생하게 되어 있다. 발열 소자가 발생하는 열에 의해 기기의 온도가 상승하여 동작 불량 또는 파괴를 일으킨다는 문제가 있다. 그 때문에 동작 중인 발열 소자의 온도 상승을 억제하기 위한 많은 열 방산 방법 및 열 방산 부재가 개발되고 있다.

[0003] 전자 기기 등에 있어서 동작 중인 발열 소자의 온도 상승을 억제하기 위해서, 종래 알루미늄이나 구리 등, 열전도율이 높은 금속판을 이용한 히트 싱크나 케이스 등의 냉각 부재와 발열 소자의 사이에 열전도성 재료를 개재시키고, 발열 소자로부터 발생하는 열을 냉각 부재에 전달하여 분위기와의 온도차에 의해 외부로 방열시키고 있었다. 열전도성 재료로서는 절연성을 갖는 열전도성 시트가 널리 이용되고 있다. 냉각 부재와 발열 소자를 고정하기 위해서는 나사나 클립 등이 이용되고 있고, 열전도성 시트도 나사나 클립에 의한 억압으로 고정되고 있다. 그러나 나사나 클립으로 고정하는 방법은 나사나 클립을 준비하고, 케이스, 발열 소자 및 기판 등에 나사 고정을 위한 구멍을 뚫어 고정하는 공정을 거쳐야만 하므로 부품 수 및 공정 모두 증가한다. 그 때문에 제조 효율을 고려한 경우 매우 불리하다. 또한, 나사나 클립과 같은 부품 탓으로 전자 기기 자체의 소형화나 박형화가 저해되어 제품 설계 상에서도 매우 불리하다.

[0004] 그래서 냉각 부재와 발열 소자 사이에 개재시키는 열전도성 시트에 점착성을 부여하여 케이스와 발열 소자를 고정하는 방법이 고려되고 있다. 예를 들어 특허 문헌 1에는 열전도성 시트의 양면에 점착제를 도포한 점착제 부착 열전도성 시트가 기재되어 있다. 그러나 점착제 자체에 열전도성이 없기 때문에, 점착제를 갖는 열전도성 시트는 열의 전달이 현저하게 나빠진다. 그래서 점착제에 열전도성 충전제를 배합한 열전도성 조성물이 개발되어 있고, 얻어지는 경화물의 내열성, 내한성 및 내구성의 점으로부터 실리콘을 폴리머로서 이용한 열전도성 조성물이 개발되어 있다. 예를 들어 특허 문헌 2에는 자기 점착성을 갖는 실리콘 방열 시트가 기재되어 있다. 특허 문헌 3에는 점착제에 열전도성 충전제를 고충전한 방열 부재용 점착성 실리콘 조성물이 기재되어 있다. 또한, 특허 문헌 4에는 열전도성 및 점착성을 갖는 실리콘 경화물이 기재되어 있다. 또한, 점착제에 열전도성 충전제를 충전한 열전도성 점착 테이프가 알려져 있다(특허 문헌 5, 6, 7). 특히 그 내열성, 내한성, 내구성으로부터 실리콘을 폴리머로서 이용한 열전도성 실리콘 점착 테이프가 알려져 있다(특허 문헌 8). 그러나 열전도율은 1W/mK도 채우지 못하여 고열전도성이 필요한 부분에 적용할 수 없다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0005] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 2005-60594호 공보
 (특허문헌 0002) 일본 특허 공개 2008-112894호 공보
 (특허문헌 0003) 일본 특허 공개 2004-99842호 공보
 (특허문헌 0004) 일본 특허 공개 2008-260798호 공보
 (특허문헌 0005) 일본 특허 공개 2014-34652호 공보
 (특허문헌 0006) 일본 특허 공개 2014-62220호 공보
 (특허문헌 0007) 일본 특허 공개 2002-121529호 공보
 (특허문헌 0008) 일본 특허 공개 2008-260798호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

- [0006] 그러나 열전도성과 점착력은 배반 관계에 있어 점착제에 열전도성 충전제를 배합하면 그 점착성이 손상된다. 그 때문에 상기 특허 문헌에 기재되는 바와 같은 열전도성 점착 테이프를 이용하여 발열 소자 예를 들어 반도체 소자를 고정하기 위해서는 높은 압력을 어느 일정 시간 부여할 필요가 있다. 그러나 발열 소자는 정밀 부품이기 때문에 고정될 때에 소자에 압력이 가해지면 파손될 가능성이 있어 높은 압력을 가하는 것은 피하고자 한다. 또한, 상기와 같이 발열 소자를 고정시키기 위한 시간이 필요로 되기 때문에 제조 효율의 관점으로부터 불리해진다. 그 때문에 저압력으로 또한 단시간에 발열 소자를 고정할 수 있는 열전도성 점착 테이프가 요망되고 있다. 즉, 높은 점착력을 갖는 열전도성 점착 테이프의 개발이 요망되고 있다. 또한, 전자 기기의 소형화, 경량화에 수반하여 열전도성 실리콘 점착 테이프의 수요는 높아져서 발열이 높은 부품에의 적용이 가능한, 고열전도성을 갖는 열전도성 실리콘 점착 테이프가 요망되고 있다.
- [0007] 본 발명은 높은 열전도성을 갖고, 또한 높은 점착력을 갖는 열전도성 경화물을 부여하는 경화성 실리콘 조성물을 제공하는 것, 및 그 경화성 실리콘 조성물을 경화시켜 얻어진 경화물을 시트 형상 기재의 면 상에 구비하는 점착 테이프(점착 필름을 포함함)를 제공하는 것을 목적으로 한다.

과제의 해결 수단

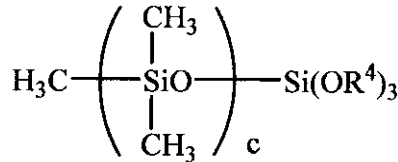
- [0008] 본 발명자들은 상기 사정을 감안하여 예의 검토한 결과, 매우 다량의 열전도성 충전제를 포함할 수 있는 경화성 실리콘 조성물을 발견하고, 그것이 상기 목적을 달성하는 것을 발견했다.
- [0009] 즉, 본 발명은 하기 (a) 내지 (g) 성분을 포함하는 경화성 실리콘 조성물을 제공한다.
- [0010] (a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산 100질량부,
- [0011] (b) 열전도성 충전제 4000~13000질량부,
- [0012] (c) 오르가노하이드로젠폴리실록산 (a) 성분 중의 알케닐기의 개수에 대한 (c) 성분 중의 규소 원자에 결합한 수소 원자의 개수의 비가 0.5 내지 3이 되는 양,
- [0013] (d) 부가 반응 촉매 촉매량
- [0014] (e) 반응 제어제 필요량
- [0015] (f) 실리콘 레진 280~600질량부
- [0016] (g) 하기 화학식 1 또는 화학식 2로 표시되는 1~3의 알콕시기를 갖는 화합물 80 내지 300질량부

화학식 1

- [0017]
$$R^1_a R^2_b Si(OR^3)_{4-a-b}$$

[0018] (화학식 1 중, R^1 은 서로 독립적으로 탄소 원자수 6 내지 15의 알킬기이고, R^2 는 서로 독립적으로 비치환 또는 치환의 탄소 원자수 1 내지 10의 알킬기이고, R^3 은 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6의 알킬기이고, a 는 1 내지 3의 정수, b 는 0 내지 2의 정수이며, 단 $a+b$ 는 1 내지 3의 정수임),

화학식 2



[0019]

[0020] (화학식 2 중, R^4 는 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6의 알킬기이고, c 는 5 내지 100의 정수임).

[0021] 또한, 본 발명은 상기 경화성 실리콘 조성물을 경화시켜 얻어진 경화물을 시트 형상 기재의 면 상에 구비하는 점착 테이프(점착 필름을 포함함)를 제공한다.

발명의 효과

[0022] 본 발명의 경화성 실리콘 조성물을 경화시켜 얻어진 열전도성 경화물은 높은 열전도율을 갖고, 또한 높은 점착력을 갖는다. 그 때문에 저압력 및 단시간에 발열 소자를 고정할 수 있어 신뢰성이 높은 발열 소자 장치를 제공할 수 있다. 또한 제조 효율을 높일 수도 있다. 따라서, 본 발명의 열전도성 경화물은 냉각 부재와 발열 소자의 사이에 개재시키는 열전도성 부재로서 적합하게 사용할 수 있다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] 이하, 본 발명의 실리콘 조성물에 대하여 상세하게 설명한다.

[0024] (a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산

[0025] 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산은 부가 반응 경화형 실리콘 조성물에 사용되는 것이면 좋으며 특별히 제한되지 않는다. 상세하게는 규소 원자에 결합된 알케닐기를 1분자 중에 2개 이상 갖는 것이다. 상기 오르가노폴리실록산은 주쇄 부분이 디오르가노실록산 단위의 반복으로 이루어지는 직쇄상 구조, 상기 분자 구조의 일부에 분지쇄를 포함한 구조, 또는 환상체 구조이어도 좋다. 그 중에서도 경화물의 기계적 강도 등, 물성의 측면에서 직쇄상의 오르가노폴리실록산이 바람직하다.

[0026] 상기 알케닐기는 탄소 원자수 2 내지 10, 바람직하게는 2 내지 8인 것이 좋다. 예를 들어 비닐기, 알릴기, 프로페닐기, 이소프로페닐기, 부테닐기, 헥세닐기 및 시클로헥세닐기 등을 들 수 있다. 그 중에서도 비닐기, 알릴기 등의 저급 알케닐기가 바람직하고, 특히 비닐기가 바람직하다.

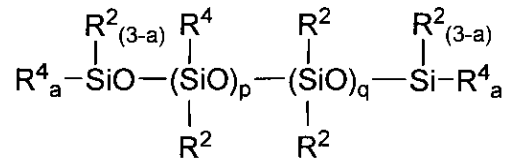
[0027] 상기 알케닐기 이외의 규소 원자에 결합되는 기는 비치환 또는 치환의 지방족 불포화 결합을 갖지 않는 1가 탄화수소기이면 좋다. 상기 1가 탄화수소기는 탄소 원자수 1 내지 12, 바람직하게는 1 내지 10, 나아가서는 1 내지 6을 갖는 것이 좋다. 예를 들어 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 네오펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 데실기, 도데실기 등의 알킬기; 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로헵틸기 등의 시클로알킬기; 페닐기, 톨릴기, 자일릴기, 나프틸기, 비페닐릴기 등의 아릴기; 벤질기, 페닐에틸기, 페닐프로필기, 메틸벤질기 등의 아랄킬기; 및 이들 기의 탄소 원자에 결합하고 있는 수소 원자의 일부 또는 전부가 불소, 염소 및 브롬 등의 할로겐 원자 또는 시아노기 등으로 치환된 기, 예를 들어 클로로메틸기, 2-브로모에틸기, 3-클로로프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 클로로페닐기, 플루오로페닐기, 시아노에틸기 및 3,3,4,4,5,5,6,6,6-노나플루오로헥실기 등을 들 수 있다. 그 중에서도 비치환 또는 치환의 탄소 원자수 1 내지 3의 알킬기, 비치환 또는 치환의 페닐기가 바람직하고, 메틸기, 에틸기, 프로필기, 클로로메틸기, 브로모에틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 시아노에틸기, 페닐기, 클로로페닐기 및 플루오로페닐기 등이 적합하게 사용된다. 또한, 규소 원자에 결합된 알케닐기 이외의 기는 모두가 동일해도 좋고, 2 이상의 기의 조합이어도 좋다.

[0028] 상기 오르가노폴리실록산은 25℃에서 10 내지 100,000mm²/s, 특히 500 내지 50,000mm²/s의 범위에 있는 동점도(動

粘度)를 갖는 것이 바람직하다. 동점도가 상기 하한치 미만에서는 경화성 실리콘 조성물의 보존 안정성이 나빠진다. 또한, 동점도가 상기 상한치 초과에서는 경화성 실리콘 조성물의 신전성(伸展性)이 나빠질 우려가 있다. 상기 동점도는 캐논 펜스케 점도계에 의해 측정할 수 있다.

[0029] 알케닐기 함유 오르가노폴리실록산은 예를 들어 하기 화학식 3으로 표시된다.

화학식 3



[0030]

[0031] 화학식 3 중, R^2 는 서로 독립적으로 비치환 또는 치환의 지방족 불포화 결합을 갖지 않는 1가 탄화수소기이고, R^4 는 서로 독립적으로 알케닐기이다. R^2 및 R^4 의 상수는 상기한 바와 같다. a는 0 내지 3의 정수이고, 바람직하게는 1이고, 특히 양 말단에 있어서 a=1인 것이 좋다. p는 0 이상의 정수이며, 단 a와 p는 동시에 0이 되지 않는다. q는 1 이상의 정수이고, p+q는 상기 오르가노폴리실록산의 25℃에서의 동점도가 10 내지 100000mm²/s, 특히는 500 내지 50000mm²/s가 되는 값이다. q는 바람직하게는 10 내지 100000의 정수이고, 나아가서는 50 내지 2000의 정수이고, 특히 100 내지 1000의 정수이다. p는 $0 \leq p/(p+q) \leq 0.5$ 를 만족시키는 것이 좋고, 나아가서는 $0 \leq p/(p+q) \leq 0.1$ 을 만족시키는 것이 좋다.

[0032] 상기 오르가노폴리실록산은 1종 단독이어도 점도나 구조가 다른 2종 이상을 조합하여 이용해도 좋다.

(b) 열전도성 충전제

[0034] 열전도성 충전제는 열전도성 조성물에 배합되는 종래 공지의 열전도성 충전제를 사용할 수 있다. 예를 들어 비자성의 구리나 알루미늄 등의 금속, 알루미늄, 실리카, 마그네시아, 벵갈라, 베릴리아, 티타니아, 지르코니아, 산화아연 등의 금속 산화물, 질화알루미늄, 질화규소, 질화붕소 등의 금속 질화물, 수산화마그네슘 등의 금속 수산화물, 인공 다이아몬드 및 탄화규소 등을 들 수 있다. 이들은 1종 단독으로 사용해도 2종 이상을 병용해도 된다. 절연성을 필요로 하는 점착 테이프를 제조하는 경우에는 금속 산화물, 질화알루미늄 및 질화붕소가 바람직하다. 보다 바람직하게는 알루미늄이다.

[0035] 열전도성 충전제는 평균입자직경 20μm 미만을 갖는 것이 바람직하고, 보다 바람직하게는 10μm 미만을 갖는 것이 좋다. 본 발명에 있어서의 평균입자직경은 레이저 회절·산란식 입자직경 분포 측정 장치인 마이크로트랙 MT3300EX(닛키소)를 이용하여 측정되는 체적 기준의 값이다.

[0036] 또한, 상기 열전도성 충전제에서 바람직하게는 45μm 이상의 입자직경을 갖는 입자의 함유량이 0.5wt% 이하이고, 더욱 바람직하게는 0.3wt% 이하이고, 더욱 바람직하게는 0.2wt% 이하이다. 또한, 75μm 이상의 입자직경을 갖는 입자의 함유량이 바람직하게는 0.1wt% 이하, 보다 바람직하게는 0%이다. 45μm 이상의 입자직경을 갖는 입자(소위, 조립)의 함유량이 상기 값보다 많으면, 얻어지는 열전도성 경화물의 표면조도가 악화될 우려가 있다. 특히 두께 50μm 이하의 경화물을 갖는 테이프를 제조하는 경우에 있어서 입자직경이 경화물의 두께보다 큰 입자를 포함하면, 상기 입자가 경화물 표면에 돌출하여 표면 정밀도를 악화시킨다. 표면 정밀도가 나빠지면 피착체와의 접촉 면적이 작아지기 때문에 충분한 탭(tack)력이 얻어지지 않고, 또한 열전도성도 손상되므로 바람직하지 않다.

[0037] 본 발명의 실리콘 조성물에 배합되는 열전도성 충전제의 양은 상기 (a) 성분 100질량부에 대하여 4000 내지 13000질량부, 보다 바람직하게는 4000질량부 내지 9000질량부이다. 열전도성 충전제의 양이 상기 하한치 미만이면 경화물에 충분한 열전도성을 부여할 수 없다. 또한, 열전도성 충전제의 양이 상기 상한치 초과이면 경화물의 점착력이 저하되므로 바람직하지 않다.

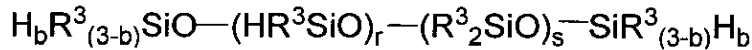
(c) 오르가노하이드로젠폴리실록산

[0039] 상기 오르가노하이드로젠폴리실록산은 가교제이고, 규소 원자에 결합한 수소 원자를 1분자 중에 적어도 2개, 바람직하게는 3개 이상 갖는다. 상기 오르가노하이드로젠폴리실록산은 직쇄상, 분기상 또는 환상이어도 좋다. 오

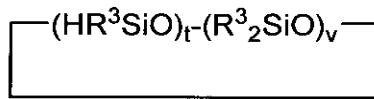
르가노하이드로젠폴리실록산은 25℃에서의 점도 1 내지 5,000mPa·s를 갖는 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 5 내지 500mPa·s가 좋다. 상기 점도는 BM형 회전 점도계를 이용하여 측정할 수 있다. 상기 오르가노하이드로젠폴리실록산은 종래 공지된 것을 사용할 수 있다.

[0040] 상기 오르가노하이드로젠폴리실록산으로서는 예를 들어 하기 화학식 4 및 5로 표시하는 직쇄상 실록산 및 환상 실록산을 들 수 있다.

화학식 4



화학식 5



[0042]

[0043] 화학식 4 및 5 중, R^3 은 탄소수 1 내지 10의 1가 탄화수소기이고, b는 0 또는 1이고, r 및 s는 0 이상의 정수이며, 단 상기 오르가노하이드로젠폴리실록산의 25℃에서의 점도가 1 내지 5,000mPa·s, 바람직하게는 5 내지 500mPa·s가 되는 값이다. 또한, b+r은 규소 원자에 결합한 수소 원자를 1분자 중에 적어도 2개, 바람직하게는 3개 이상 갖는 값이다. t는 2 이상의 정수이고, v는 0 이상의 정수이고, 또한 $t+v \geq 3$ 이고, 바람직하게는 $8 \geq t+v \geq 3$ 이다. 오르가노하이드로젠폴리실록산은 2종 이상의 혼합물이어도 좋다.

[0044] R^3 은 탄소수 1 내지 10, 바람직하게는 탄소수 1 내지 7의 1가 탄화수소기이다. 예를 들어 메틸기, 에틸기, 프로필기 및 부틸기 등의 알킬기; 시클로헥실기 등의 시클로알킬기; 페닐기 및 톨릴기 등의 아릴기 및 비닐기 및 알릴기 등의 알케닐기를 들 수 있다. 특히 메틸기 또는 페닐기가 바람직하다.

[0045] 상기 오르가노하이드로젠폴리실록산으로서는 분자쇄 양 말단이 트리메틸실록시기로 봉쇄된 메틸하이드로젠폴리실록산, 분자쇄 양 말단이 트리메틸실록시기로 봉쇄된 디메틸실록산·메틸하이드로젠실록산 공폴리머, 분자쇄 양 말단이 트리메틸실록시기로 봉쇄된 디메틸실록산·메틸하이드로젠실록산·메틸페닐실록산 공폴리머, 분자쇄 양단이 디메틸하이드로젠실록시기로 봉쇄된 디메틸폴리실록산, 분자쇄 양 말단이 디메틸하이드로젠실록시기로 봉쇄된 디메틸실록산·메틸하이드로젠실록산 공폴리머, 분자쇄 양 말단이 디메틸하이드로젠실록시기로 봉쇄된 디메틸실록산·메틸페닐실록산 공폴리머, 분자쇄 양 말단이 디메틸하이드로젠실록시기로 봉쇄된 메틸페닐폴리실록산 등을 들 수 있다. 오르가노하이드로젠폴리실록산은 1종 단독이어도 2종 이상의 병용이어도 좋다.

[0046] 본 발명의 실리콘 조성물에 있어서의 (c) 성분의 배합량은 (a) 성분 중의 알케닐기의 개수에 대한 (c) 성분 중의 SiH기의 개수의 비가 0.5 내지 3이 되는 양이고, 바람직하게는 0.8 내지 2.5가 되는 양이다. (c) 성분 중의 SiH기의 양이 상기 하한치 미만에서는 열전도성 조성물이 충분히 경화되지 않아, 경화물의 강도가 불충분한, 성형체 또는 복합체로서 취급할 수 없는 등의 문제가 발생한다. 상기 상한치를 넘으면 경화물 표면의 점착성이 불충분해지기 때문에 바람직하지 않다.

[0047] (d) 부가 반응 촉매

[0048] 부가 반응 촉매는 상기 (a) 성분 중의 알케닐기와 (c) 성분 중의 SiH기를 부가 반응시키고, 본 발명의 조성물을 삼차원 그물 구조의 가교 경화물로 변환하기 위해서 배합되는 성분이고, 종래 공지된 부가 반응 촉매이어도 좋고, 백금족 금속계 촉매를 사용하는 것이 바람직하다. 상기 백금족 금속계 촉매로서는 예를 들어 백금(백금족을 포함함), 로듐, 팔라듐 등의 백금족 금속 단체, $\text{H}_2\text{PtCl}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{NaHPtCl}_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{KHPtCl}_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{Na}_2\text{PtCl}_6 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{K}_2\text{PtCl}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{PtCl}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, PtCl_2 , $\text{Na}_2\text{HPtCl}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ (단, 식 중의 n은 0 내지 6의 정수이고, 바람직하게는 0 또는 6임) 등의 염화백금, 염화백금산 및 염화백금산염, 알코올 변성 염화백금산, 염화백금산과 올레핀의 콤플렉스, 백금 또는 팔라듐 등의 백금족 금속을 알루미늄, 실리카, 카본 등의 담체에 담지시킨 것, 로듐-올레핀 콤플렉스, 클로로트리스(트리페닐포스핀)로듐(윌킨슨 촉매), 염화백금, 염화백금산 또는 염화백금

산염과 비닐기 함유 실록산의 콤플렉스 등을 들 수 있다. 이들 촉매는 단독으로 사용해도 2종 이상을 조합하여 사용해도 좋다.

[0049] 촉매의 첨가량은 촉매량이면 좋다. 촉매량이란 상기 (a) 성분과 (c) 성분의 부가 반응을 진행시키기 위한 유효량이다. 통상은 (a) 성분의 질량에 대하여 백금족 금속 원소의 질량 환산으로 0.1 내지 1,000ppm, 바람직하게는 0.5 내지 500ppm이다.

[0050] (e) 반응 제어제

[0051] 반응 제어제는 상기 부가 반응의 속도를 조정하기 위한 것이다. 반응 제어제는 실리콘 조성물을 조합하여 기재에 도공할 때에, 가열 경화하기 전에 조성물이 증점하거나 겔화하지 않도록 하기 위해서 기능하는 것으로 종래 공지의 반응 제어제를 사용할 수 있다. 예를 들어 1-에티닐-1-시클로헥산올, 에티닐메틸리덴카르비놀, 3-부틴-1-올 등의 아세틸렌 화합물, 질소 화합물, 유기 인 화합물, 황 화합물, 옥심 화합물, 유기 클로로 화합물 등을 들 수 있다. 이들 부가 반응 억제제는 단독으로 사용할 수도 있고 2종 이상을 조합하여 사용할 수도 있다.

[0052] 본 발명의 실리콘 조성물에서의 (e) 성분의 배합량은 (d) 성분의 사용량에 따라 상기 부가 반응의 진행을 원하는 반응 속도로 하도록 적당히 조정되면 좋다. 통상 (a) 성분의 질량에 대하여 10 내지 50,000ppm 정도, 바람직하게는 200 내지 30,000ppm, 보다 바람직하게는 1,000 내지 20,000ppm으로 하는 것이 좋다. (e) 성분의 배합량이 너무 적으면 본 발명의 조성물의 보존 안정성이 불충분해지고, 충분한 사용 가능 시간을 확보할 수 없을 우려가 있다. 너무 많으면 본 발명의 조성물의 경화성이 저하되기 때문에 바람직하지 않다.

[0053] (f) 실리콘 레진

[0054] 실리콘 레진은 본 발명의 경화물 표면에 점착성을 부여하기 위해서 기능한다. 상기 실리콘 레진은 특히는 $R_3SiO_{1/2}$ 단위(M 단위) 및 $SiO_{4/2}$ 단위(Q단위)의 폴리머이다. 상기 구조를 갖는 것이면 종래 공지의 실리콘 레진이어도 좋다. 바람직하게는 M 단위와 Q 단위의 비(몰비)가 $M/Q=0.5$ 내지 1.5인 것이 좋고, 나아가서는 0.6 내지 1.4인 것이 바람직하고, 특히 0.7 내지 1.3인 것이 바람직하다. M 단위와 Q 단위의 몰비가 상기 범위 내에 있음으로써 경화물에 원하는 점착력을 부여할 수 있다.

[0055] 상기 식 중의 R은 서로 독립적으로 지방족 불포화 결합을 함유하지 않는, 비치환 또는 치환의 1가 탄화수소기이다. 바람직하게는 탄소 원자수 1 내지 12, 나아가서는 탄소 원자수 1 내지 10, 특히 탄소 원자수 1 내지 6인 것이 좋다. R로 표시되는 기로서는, 예를 들어 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 네오펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 데실기 및 도데실기 등의 알킬기; 시클로펜틸기, 시클로헥실기 및 시클로헵틸기 등의 시클로알킬기; 페닐기, 톨릴기, 자일릴기, 나프틸기 및 비페닐릴기 등의 아릴기, 벤질기, 페닐에틸기, 페닐프로필기 및 메틸벤질기 등의 아랄킬기, 및 이들 기의 탄소 원자에 결합되어 있는 수소 원자의 일부 또는 전부가 불소, 염소 및 브롬 등의 할로젠 원자 또는 시아노기 등으로 치환된 기, 예를 들어 클로로메틸기, 2-브로모에틸기, 3-클로로프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 클로로페닐기, 플루오로페닐기 및 시아노에틸기, 3,3,4,4,5,5,6,6-노나플루오로헥실기 등을 들 수 있다. 상기 중에서도 탄소 원자수 1 내지 3의 비치환 또는 치환의 알킬기, 및 비치환 또는 치환의 페닐기가 바람직하다. 예를 들어 메틸기, 에틸기, 프로필기, 클로로메틸기, 브로모에틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 시아노에틸기, 페닐기, 클로로페닐기 및 플루오로페닐기 등을 적절하게 사용할 수 있다. 특히 내용제성 등의 특수한 특성이 요구되지 않는 한, 비용, 그 입수의 용이성, 화학적 안정성, 환경 부하 등의 관점으로부터 모든 R이 메틸기인 것이 바람직하다.

[0056] 상기 오르가노폴리실록산은 2종 이상의 병용이어도 좋다. 또한, 본 발명의 특성을 손상시키지 않는 범위에서 $RSiO_{1.5}$ 단위 및/또는 R_2SiO 단위를 갖고 있어도 된다. R은 상기한 바와 같다.

[0057] (f) 실리콘 레진의 양은 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여 280 내지 600질량부, 바람직하게는 340 내지 500질량부이다. 이 양이 하한 미만이면 열전도성 실리콘 점착 테이프의 강도가 불충분하고, 또한 충분한 점착력이 얻어지지 않는다. 이 양이 상한을 넘으면 열전도성 충전재를 균일하게 혼합하기가 곤란하고, 열전도성 실리콘 조성물의 조제가 어려워진다.

[0058] 또한, 상기 실리콘 레진은 통상 실온에서 고체 또는 점조한 액체이다. 본 발명에서는 실리콘 레진을 용제에 용해한 상태로 사용하는 것도 가능하다. 이 경우, 조성물 중에 포함되는 용제분을 제외한 실리콘 레진의 양이 상기 범위를 만족시키도록 배합되면 좋다. 상기 용제로서는 후술하는 유기 용제를 사용할 수 있다.

[0059] (g) 알콕시기 함유 오르가노폴리실록산

[0060] 성분 (g)는 하기 화학식 6 또는 화학식 7로 표시되는 1 내지 3의 알콕시기를 갖는 화합물이다.

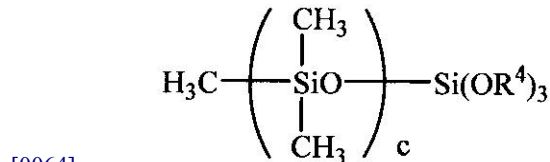
화학식 6

[0061]
$$R^1_a R^2_b Si(OR^3)_{4-a-b}$$

[0062] (화학식 6 중, R^1 은 서로 독립적으로 탄소 원자수 6 내지 15, 바람직하게는 6 내지 12의 알킬기이고, R^2 는 서로 독립적으로 비치환 또는 치환의 탄소 원자수 1 내지 10, 바람직하게는 1 내지 3의 알킬기이고, R^3 은 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6, 바람직하게는 1 내지 3의 알킬기이고, a는 1 내지 3의 정수, b는 0 내지 2의 정수이며, 단 a+b는 1 내지 3의 정수임)

[0063] 바람직하게는 R^1 이 노닐기이고, R^2 가 메틸기이고, a=1, b=0인 화합물, R^1 이 옥틸기이고, R^2 가 에틸기이고, a=1, b=0인 화합물, 또는 R^1 이 옥틸기이고, R^2 가 메틸기이고, R^3 가 메틸기이고, a=1, b=1인 화합물이 예시된다.

화학식 7



[0065] (화학식 7 중, R^4 는 서로 독립적으로 탄소 원자수 1 내지 6, 바람직하게는 1 내지 3의 알킬기이고, c는 5 내지 100, 바람직하게는 5 내지 60의 정수임)

[0066] (g) 성분의 첨가량은 상기 (A) 성분 100질량부에 대하여 80 내지 300질량부, 바람직하게는 100 내지 250질량부이다. 상기 하한보다 적으면 열전도성 실리콘 조성물의 조제가 어려워지고, 상기 상한을 넘으면 본 발명의 경화성 조성물의 경화물이 너무 부드러워 박리 코팅을 실시한 박리 필름이나 박리지에 실리콘 조성물을 도공하고, 경화를 실시한 후, 상기 기재에 상기 필름의 점착층면을 붙이기(소위 전사)가 어려워진다.

[0067] 본 발명의 실리콘 조성물은 도공시의 점도를 낮추기 위해서 유기 용제를 첨가해도 좋다. 상기 유기 용제로서는 톨루엔, 자일렌 등의 방향족계 용제, 헥산, 옥탄, 이소파라핀 등의 지방족계 용제, 메틸에틸케톤, 메틸이소부틸케톤 등의 케톤계 용제, 아세트산에틸, 아세트산이소부틸 등의 에스테르계 용제, 디이소프로필에테르, 1,4-디옥산 등의 에테르계 용제 또는 이들의 혼합 용제 등이 사용된다.

[0068] 본 발명의 실리콘 조성물에는 상기한 각 성분 이외에 추가로 임의 성분을 첨가할 수 있다. 예를 들어 폴리디메틸실록산, 폴리디메틸디페닐실록산 등의 비반응성의 폴리오르가노실록산; 페놀계, 퀴논계, 아민계, 인계, 포스파이트계, 황계, 티오에테르계 등의 산화 방지제; 트리아졸계, 벤조페논계 등의 광안정제; 인산에스테르계, 할로젠계, 인계, 안티몬계 등의 난연제; 양이온 활성화제, 음이온 활성화제, 비이온계 활성화제 등의 대전 방지제를 들 수 있다.

[0069] 본 발명의 실리콘 조성물은 상기한 각 성분을 균일하게 혼합함으로써 조제된다. 조제 방법은 종래 공지 방법에 따르면 된다. 조성물의 경화 조건은 특별히 제한되는 것이 아니다. 예를 들어 60 내지 150℃, 바람직하게는 80 내지 150℃에서 30초 내지 30분, 바람직하게는 1 내지 20분인 것이 좋다.

[0070] [열전도율]

[0071] 경화성 조성물의 경화물의 열전도율은 2.5W/mK 이상 5W/mK 이하가 바람직하다. 2.5W/mK 미만이면 열전도성으로서 불충분하고, 높을수록 좋지만 5W/mK 초과인 열전도율을 얻고자 한다면 많은 열전도성 충전제를 충전할 필요가 있어 열전도성 실리콘 조성물의 조제가 어려워진다.

- [0072] 열전도율은 $100\mu\text{m}$ 두께의 경화성 조성물의 경화물을 테이프의 한쪽 면에 갖는 점착 테이프를 2장의 알루미늄 플레이트에 끼우고, 20psi의 압력으로 실온에서 1시간 압착한 후, 레이저 플래시법으로 열저항을 측정하고, 두께와 열저항의 관계로부터 열전도율을 구했다.
- [0073] [점착력]
- [0074] 본 발명의 경화성 조성물의 경화물의 점착력은 0.1MPa 이상인 것이 바람직하고, 더욱 바람직하게는 0.15MPa 이상이다. 0.1MPa 미만에서는 전자 부품을 충분히 고정할 수 없다. 점착력은 $100\mu\text{m}$ 두께의 경화성 조성물의 경화물을 테이프의 한쪽 면에 갖는 점착 테이프를 가로세로 $10\times 10\text{mm}$ 의 2매의 알루미늄 플레이트에 끼우고, 20psi의 압력을 실온에서 1시간 가한 후에 상기 점착 테이프를 박리하여 전단 응력을 구했다.
- [0075] 본 발명의 실리콘 조성물을 여러 시트 형상 기재에 도공하고, 소정의 조건으로 경화시킴으로써 열전도성 경화물층(점착제층)을 갖는 점착 테이프 또는 점착 필름을 얻을 수 있다. 실리콘 조성물을 도공하는 기재는 특별히 제한되는 것이 아니다. 예를 들어 폴리에스테르, 폴리테트라플루오로에틸렌, 폴리이미드, 폴리페닐렌설파이드, 폴리아미드, 폴리테트라에테르케톤, 폴리카보네이트, 폴리스티렌, 폴리프로필렌, 폴리에틸렌, 폴리염화비닐 등의 플라스틱 필름; 알루미늄박, 동박 등의 금속박; 화지(和紙), 합성지, 폴리에틸렌 라미네이트지 등의 종이; 천; 유리 섬유; 이들 중의 복수를 적층하여 이루어지는 복합 기재 등의 시트 형상 기재를 들 수 있다. 실리콘 점착제층과 이들 기재의 밀착성을 향상시키기 위해서 기재에 미리 프라이머 처리, 코로나 처리, 에칭 처리 또는 플라즈마 처리해도 된다. 또한, 상기 기재를 실장시에 점착제층으로부터 박리하는 경우(즉, 기재를 세퍼레이터로서 이용하는 경우)에는 상기 기재는 미리 불소계 이형제로 표면 처리되어 있어도 좋다. 예를 들어 퍼플루오로알킬기나 퍼플루오로폴리에테르기 등의 불소 치환기를 주쇄에 갖는 변성 실리콘을 들 수 있다. 시판품으로서는 신에즈가카쿠고교(주) 제조의 X-70-201, X-70-258 등을 들 수 있다.
- [0076] 점착 테이프 및 점착 필름의 제조 방법은 종래 공지의 방법에 따르면 된다. 예를 들어 상기 기재의 일면에 실리콘 조성물을 도공하고 경화하여 제조할 수 있다. 조성물을 상기 용제로 희석한 경우에는 조성물을 기재에 도공한 후, 경화 전에 용제를 휘발시키는 것이 바람직하다. 도공 방법은 특별히 제한되는 것이 아니지만, 바 코터, 나이프 코터, 콤팩트 코터, 스핀 코터 등을 이용하여 기재 상에 액상의 재료를 박막 형상으로 도포하는 방법을 들 수 있다. 또한, 박리 코팅을 행한 박리 필름이나 박리지에 실리콘 조성물을 도공하고, 경화를 행한 후, 상기 기재에 상기 필름의 점착층면을 붙임(소위 전사법)으로써 제조할 수도 있다.
- [0077] 조성물의 도공량은 얻어지는 경화물의 두께가 20 내지 $500\mu\text{m}$, 특히 30 내지 $300\mu\text{m}$, 더욱 특히는 30 내지 $200\mu\text{m}$ 가 되는 양인 것이 바람직하다. 경화물의 두께가 상기 하한치 미만에서는 취급이 나쁘고, 또한 점착성이 저하될 우려가 있다. 경화물의 두께가 상기 상한치 초과에서는 원하는 열전도성을 얻을 수 없을 우려가 있기 때문에 바람직하지 않다.
- [0078] 본 발명의 점착 테이프 및 점착 필름의 사용 형태로서는 예를 들어 상기 점착 테이프 또는 점착 필름의 경화물층면에 발열 소자를 고정하고, 그 후 기재를 박리한다. 노출된 경화물층의 다른 한쪽 면에 냉각 부재를 고정함으로써, 발열 소자와 냉각 부재의 사이에 본 발명의 경화물을 개재시킬 수 있다. 상기한 바와 같이 본 발명의 경화물은 열전도성이 좋고, 또한 높은 탭(tack)성을 갖는다. 그 때문에 저응력 및 단시간에 발열 소자나 냉각 부재를 고정할 수 있다. 따라서, 본 발명의 경화물은 열전도 부재로서 적합하게 사용된다.
- [0079] [보강층]
- [0080] 본 발명은 또한 보강층을 갖는 점착 테이프 및 점착 필름을 제공한다. 상기 형태는 상기한 점착 테이프 및 점착 필름 중 적어도 1개가 보강층의 한쪽 면에 상기 열전도성 경화물층을 개재하여 적층되어 이루어지는 구조, 또는 적어도 2개의 점착 테이프 또는 점착 필름이 보강층의 양면에 각각 상기 열전도성 경화물층을 개재하여 적층되어 이루어지는 구조를 갖는 것이다. 상기 형태에 있어서는 보강층을 갖는 점착 테이프 및 점착 필름으로부터 기재를 박리함으로써, 열전도성 경화물층과 보강층으로 이루어지는 적층체를 얻을 수 있다. 후술하는 바와 같이 상기 적층체를 열전도성 부재로서 사용함으로써, 열전도성 부재의 강도가 증가하여 보다 신뢰성이 높은 발열 장치를 제공할 수 있다.
- [0081] 보강층은 금속, 플라스틱, 글래스 클로스 및 그래파이트 클로스 등으로부터 선택할 수 있다. 열전도성 점착 테이프의 용도를 고려한 경우, 플라스틱 필름이 양호하고, 그 중에서도 절연성과 내열성이 우수한 폴리이미드 필름이 바람직하다. 폴리이미드 필름의 두께는 $5\mu\text{m}$ 이상 $100\mu\text{m}$ 이하가 바람직하다. $5\mu\text{m}$ 보다 얇으면 충분한 강도나 절연성이 얻어지지 않을 우려가 있다. 또한 $100\mu\text{m}$ 이상을 가지면 충분한 강도와 절연성은 얻어지지만, 열전도성 실리콘 점착 테이프의 열전도성이 저하된다.

[0082] 상기 보강층을 갖는 점착 테이프 및 점착 필름의 제조 방법은 특별히 제한되는 것이 아니다.

[0083] 상기 보강층을 갖는 점착 테이프 및 점착 필름의 사용 형태의 예를 기술하면, 예를 들어 보강층의 양면에 열전도성 경화물층이 적층되어 있는 구조를 갖는 점착 테이프 및 점착 필름의 경우, 먼저 한쪽 면에 있는 점착 테이프의 기재를 박리하고, 노출된 열전도성 경화물층면에 발열 소자를 고정한다. 그 후 다른 한쪽 면에 있는 점착 테이프의 기재를 박리하고, 노출된 열전도성 경화물층면에 냉각 부재를 고정한다. 이에 의해 열전도성 경화물층의 사이에 보강층을 갖는 적층체로 발열 소자와 냉각 부재를 개재할 수 있다. 보강층을 열전도성 경화물층의 사이에 갖는 적층체로 함으로써 열전도성 부재의 강도가 증가하여 보다 신뢰성이 높은 발열 장치 예를 들어 반도체 장치를 제공할 수 있다. 또한, 보강층의 한쪽 면에 열전도성 경화물층이 적층된 구조를 갖는 점착 테이프 및 점착 필름의 경우, 점착 테이프의 기재를 박리하여 노출된 열전도성 경화물층면에 발열 소자를 고정한다. 점착 테이프를 갖지 않는 보강층의 다른 한쪽 면은 냉각 부재와 접하도록 한다. 상기 형태에서는 보강층의 한쪽(보강층과 냉각 부재가 접하는 면)에 점착층이 없음으로써 리워크가 가능해진다.

[0084] [실시예]

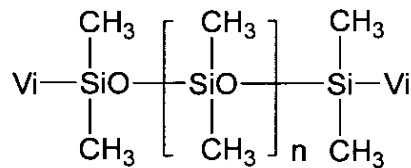
[0085] 이하, 실시예 및 비교예를 나타내어 본 발명을 보다 상세하게 설명하지만, 본 발명은 하기 실시예로 제한되는 것은 아니다.

[0086] 하기 실시예 및 비교예에서 사용한 각 성분은 이하와 같다.

[0087] (a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산

[0088] (a-1) 하기 식 (a)로 표시되고, 25℃에서의 동점도 600mm²/s를 갖는 양 말단 비닐기(Vi) 함유 오르가노폴리실록산. 비닐기의 개수는 해당 오르가노폴리실록산 100g당 0.015개이다.

화학식 8



[0089]

[0090] (a-2) 상기 식 (a)로 표시되고, 25℃에서의 동점도 30,000mm²/s를 갖는 양 말단 비닐기(Vi) 함유 오르가노폴리실록산. 비닐기의 개수는 상기 오르가노폴리실록산 100g당 0.0036개이다.

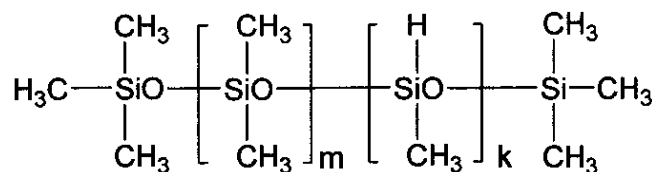
[0091] (b) 열전도성 충전제

[0092] (b-1) 성분 평균입자직경 1μm, 입자직경 45μm 이상을 갖는 입자의 함유량이 0.1wt%, 또한 입자직경 75μm 이상을 갖는 입자의 함유량이 0.0wt%인 산화 알루미늄 분말

[0093] (b-2) 성분 평균입자직경 10μm, 입자직경 45μm 이상을 갖는 입자의 함유량이 0.3wt%, 또한 입자직경 75μm 이상을 갖는 입자의 함유량이 0.0wt%인 산화 알루미늄 분말

[0094] (c) 하기 식으로 표시되는 오르가노하이드로젠실록산:

화학식 9

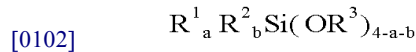


[0095]

[0096] 화학식 9 중, m은 16.8(평균 중합도)이고, k는 6.3(평균 중합도)이다.

- [0097] (d) 부가 반응 촉매: 5% 염화백금산의 2-에틸헥산을 용액
- [0098] (e) 반응 제어제: 에티닐메틸리덴카르비놀
- [0099] (f) 실리콘 레진: 실질적으로 $\text{Me}_3\text{SiO}_{0.5}$ 단위(M 단위)와 SiO_2 단위(Q 단위)만으로 이루어지는 실리콘 레진(M/Q 몰비는 1.15)의 톨루엔 용액(레진분 70%: 점도 $30\text{mm}^2/\text{s}$)
- [0100] (g) 하기 식으로 표시되는 디메틸폴리실록산
- [0101] (g-1) 하기 식으로 표시되는 디메틸폴리실록산

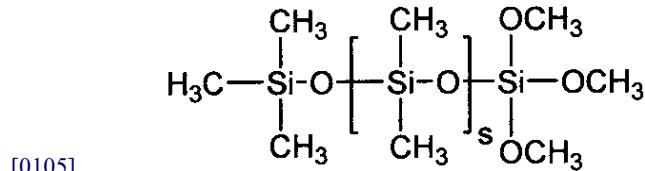
화학식 10



[0103] (R^1 =옥틸기, R^2 =메틸기, R^3 =메틸기, $a=1$, $b=1$)

[0104] (g-2) 하기 식으로 표시되는 디메틸폴리실록산

화학식 11



[0106] 식 중, s는 30(평균 중합도)이다.

[0107] [실시에 1 내지 6 및 비교예 1 내지 5]

[0108] 상기 각 성분을 표 1 및 2에 기재된 질량부로 배합하고, 균일하게 혼합하여 실리콘 조성물을 제조하였다. 혼합은 플래니터리 믹서를 이용하여 행하였다. 얻어진 실리콘 조성물에 톨루엔을 적당량 첨가하고, 불소계 이형제(신에즈가카우고교가부시키가이샤 제조: X-70-201)로 표면 처리된 PET 필름 2매 상에 도공하였다. 도공에는 콤팩트 코터를 사용하였다. 80°C 에서 톨루엔을 휘발시킨 후, 120°C 에서 5분간 경화시켜 두께 $30\mu\text{m}$ 의 열전도성 경화물층을 갖는 점착 테이프와, 두께 $50\mu\text{m}$ 의 열전도성 경화물층을 갖는 점착 테이프를 얻었다.

[0109] 각 실리콘 조성물에 대하여 이하의 방법에 따라 점착력 및 열전도율을 측정했다. 결과를 표 1 및 2에 나타낸다.

[0110] [점착력]

[0111] 상기와 동일한 방법으로 $100\mu\text{m}$ 두께의 경화성 조성물의 경화물을 테이프의 한쪽 면에 갖는 점착 테이프를 작성하였다. 상기 테이프를 가로세로 $10\times 10\text{mm}$ 의 2매의 알루미늄 플레이트에 끼우고, 20psi의 압력을 실온에서 1시간 가한 후에 상기 점착 테이프를 박리하여 전단 응력을 구하고, 점착력(MPa)으로 하였다.

[0112] [열전도율]

[0113] 상기와 동일한 방법으로 $100\mu\text{m}$ 두께의 경화성 조성물의 경화물을 테이프의 한쪽 면에 갖는 점착 테이프를 작성하였다. 상기 테이프를 2매의 알루미늄 플레이트에 끼우고, 20psi의 압력으로 실온에서 1시간 압착한 후, 레이저 플래시법으로 열저항을 측정하고, 두께와 열저항의 관계로부터 열전도율을 구했다.

표 1

[0114]

실시에		1	2	3	4	5	6
a 성분	a-1	100	-	-	-	-	100
	a-2	-	100	100	100	100	
b 성분	b-1	3200	3500	7600	9000	3200	6800
	b-2	900	1200	2800	3000	900	2500

c 성분		1.1	1.7	1.7	1.7	1.7	1.1
d 성분		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
e 성분		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
f 성분		428 (300)	500 (350)	714 (500)	800 (560)	428 (300)	642 (450)
g 성분	g-1	-	-	-	-	100	200
	g-2	100	100	250	250	-	-
열전도율(W/mK)		2.6	2.9	3.4	3.6	2.6	2.9
점착력(MPa)		0.22	0.18	0.14	0.12	0.23	0.19

[0115] ※ f 성분에 대하여 괄호 밖의 수치는 톨루엔 용액의 질량부이고, 괄호 안의 수치가 실리콘 레진의 질량부이다.

표 2

[0116]

비교예		1	2	3	4	5
a 성분	a-1	100	-	100	-	-
	a-2		100		100	100
b 성분	b-1	510	720	12000	2000	2240
	b-2	-	320	4000	670	960
c 성분		1.1	1.7	1.1	1.7	1.7
d 성분		1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
e 성분		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
f 성분		250 (175)	240 (168)	714 (500)	256 (160)	256 (160)
g 성분		14	32	200	100	116
열전도율(W/mK)		0.5	1.0	-	2.0	2.9
점착력(MPa)		0.3	0.25	-	0.06	0.04

[0118] 비교예 1, 2에 나타내는 바와 같이 열전도성 충전재의 첨가량이 불충분하면 점착력은 높은 값을 나타내지만 저 열전도율이 된다. 비교예 3에 나타내는 바와 같이 열전도성 충전재의 첨가량이 과잉이면 얻어진 열전도성 실리콘 점착 테이프를 전사할 수 없고, 열전도율, 점착력의 측정을 실시할 수 없고, 실사용을 감안하여도 제품으로서 성립하지 않는다. 비교예 4, 5와 같이 실리콘 레진의 첨가량이 너무 적으면 충분한 점착력이 얻어지지 않는다.

산업상 이용가능성

[0119]

본 발명은 2.5W/mK 이상의 고열전도율을 갖고, 또한 0.1MPa 이상의 점착력을 갖는 열전도성 실리콘 점착 테이프를 부여한다. 상기 테이프는 저압력 및 단시간에 발열 소자를 고정할 수 있어 신뢰성이 높은 발열 장치를 제공할 수 있다. 또한 제조 효율을 높일 수도 있다. 따라서, 본 발명의 열전도성 경화물은 냉각 부재와 발열 소자 사이에 개재시키는 열전도성 부재로서 적합하게 사용할 수 있다.