



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2012년03월30일
 (11) 등록번호 10-1127285
 (24) 등록일자 2012년03월08일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08L 83/04 (2006.01) *H01L 23/373* (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2005-0005903
 (22) 출원일자 2005년01월21일
 심사청구일자 2009년08월13일
 (65) 공개번호 10-2005-0076763
 (43) 공개일자 2005년07월27일
 (30) 우선권주장
 JP-P-2004-00016155 2004년01월23일 일본(JP)
- (56) 선행기술조사문헌
 JP2002327116 A*
 JP2002363412 A
 KR1020030047839 A
 JP2001214063 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤
 일본 도쿄도 지요다구 오페마치 2초메 6방 1고
 (72) 발명자
 아사이네, 마사야
 일본 군마현 우스이군 마쓰이다마찌 오아자히또미
 1반지 10 신에쓰가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리
 콘 텐시 자이료 기쥬즈 쟁큐쇼 내
- (74) 대리인
 구영창, 김영, 장수길

전체 청구항 수 : 총 4 항

심사관 : 김란

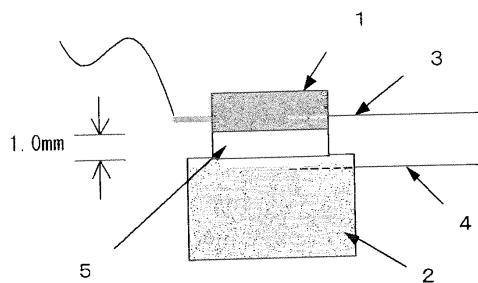
(54) 발명의 명칭 열전도성 실리콘 방열용 조성물 및 방열 구조의 제조 방법

(57) 요약

- 본 발명은 (a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산,
 (b) 열전도성 충전재,
 (c) Si-H기를 분자 중에 평균적으로 2개 이상 갖는 오르가노하이드로젠폴리실록산: (c) 성분 중의 Si-H기/(a) 성
 분 중의 알케닐기가 몰비로 0.6을 초과하고 10.0 미만이 되는 양,
 (d) 백금족 금속계 부가 반응 촉매,
 (e) 지방족 불포화기를 함유하는 휘발성 반응 제어제: (c) 성분 중의 Si-H기/[(a) 성분 중의 알케닐기+(e) 성분
 중의 불포화기]가 몰비로 0.05 내지 0.5가 되는 양

을 함유하고, 경화시에 상기 (e) 성분이 표면에서 휘발됨으로써 표면 부분이 경화되며, 중심부는 미경화의 상태
 가 되는 열전도성 실리콘 방열용 조성물, 및 이 조성물의 사용 방법을 제공한다.

본 발명의 조성물은 이것을 피방열물과 열방산 부재의 사이에 있는 변위성의 간극에 장착한 후, 가열하여 표면
 경화했을 경우, 훌러내리지 않고, 간극의 변위에 대해서도 피방열물로부터 박리되거나, 피방열물에 대해 과잉 응
 력이 걸리는 일없이 양호한 방열 특성을 나타낸다.

대표도 - 도1

특허청구의 범위

청구항 1

발열성 전자 부품과 열방산 부재와의 간극에 장착되어, 발열성 전자 부품의 열을 열방산 부재에 방열하는 방열 재용의 열전도성 실리콘 방열용 조성물로서,

- (a) 1분자 중에 2개 이상의 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산: 100 질량부,
- (b) 열전도성 충전제: 300 내지 5,000 질량부,
- (c) 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자를 분자 중에 평균적으로 2개 이상 갖는 오르가노하이드로젠폴리실록산:
- (c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/(a) 성분 중의 알케닐기가 몰비로 0.6을 초과하고 10.0 미만이 되는 양,
- (d) 백금족 금속계 부가 반응 촉매: (a) 성분에 대한 백금족 금속 원소의 질량 환산으로 0.1 내지 1,000 ppm,
- (e) 지방족 불포화기를 갖는 질소 화합물, 지방족 불포화기를 갖는 황 화합물, 지방족 불포화기를 갖는 인 화합물, 및 아세틸렌 알코올 화합물로부터 선택되고, 60 °C 이상의 비점을 가지며, 150 °C에서의 증기압이 1 hPa 이상이고, (a) 성분 중의 알케닐기와 (c) 성분 중의 Si-H기의 부가 반응을 억제하는 휘발성 반응 제어제: (c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/[(a) 성분 중의 알케닐기+(e) 성분 중의 불포화기]가 몰비로 0.1 내지 0.5가 되는 양

을 함유하는 것을 특징으로 하는, 60 내지 150 °C 분위기에 1 분 내지 12 시간 방치함으로써 상기 (e) 성분이 표면에서 휘발되어 표면 부분이 (a) 성분과 (c) 성분의 부가 반응에 의해 경화된 상태가 되며, 중심부는 미경화의 상태가 되는 열전도성 실리콘 방열용 조성물.

청구항 2

제1항에 있어서, 휘발성 반응 제어제 (e)가 아세틸렌 알코올 화합물인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 열전도성 충전제 (b)가 금속, 금속 산화물, 금속 질화물, 금속 탄화물 및 인공 다이아몬드로부터 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물.

청구항 4

제1항 또는 제2항에 기재된 열전도성 실리콘 방열용 조성물을 발열성 전자 부품과 열방산 부재와의 간극에 장착한 후, 방열용 조성물을 60 내지 150 °C에서 1 분 내지 12 시간 가열하여, 이 방열용 조성물 중의 (e) 성분을 방열용 조성물 표면에서 휘발시켜 (a) 성분과 (c) 성분을 부가 반응시킴으로써, 그 표면을 경화시키며, 중심부를 미경화의 상태로 한, 발열성 전자 부품의 열을 열방산 부재에 방열하는 방열재를 형성하는 것을 특징으로 하는 방열 구조의 제조 방법.

명세서

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

[0008] 본 발명은 열전도성 충전제를 혼합한 실리콘 방열용 조성물에 관한 것이고, 특히 발열성 전자 부품의 방열을 위해, 발열성 전자 부품의 열경계면과 방열판(heat sink) 또는 회로 기판 등의 열방산 부재와의 사이에 개재 장착하는 열전달 재료로서 유효한 열전도성 실리콘 방열용 조성물 및 그의 사용 방법에 관한 것이다.

[0009] 전자 기기에 사용되는 CPU, 드라이버 IC나 메모리 등의 전자 부품은 고성능화?고속화?소형화?고집적화에 따라, 그 자체가 대량의 열을 발생하도록 되어 있고, 그 열에 의한 칩의 온도 상승은 칩의 동작 불량, 파괴를 야기한

다. 따라서, 동작 중의 전자 부품의 온도 상승을 억제하기 위한 많은 방열 방법 및 그것에 사용하는 방열 부재가 제안되어 있다.

[0010] 종래, 전자 기기 등에 있어서는, 동작 중의 전자 부품의 온도 상승을 억제하기 위해, 알루미늄이나 구리 등의 열전도율이 높은 금속판을 사용한 방열판 등의 열방산 부재가 사용되고 있다.

[0011] 여기서, 전자 부품으로부터 발생하는 열을 열방산 부재에 효율적으로 전달하기 위해, 유연성을 갖는 시트나, 그리스를 발열성 전자 부품과 열방산 부재의 사이에 개재 장착시키고, 이 시트 또는 그리스를 통해 발열성 전자 부품으로부터 방열판 등의 열방산 부재에의 열전도를 실현하고 있다.

[0012] 이들 시트 및 그리스는 열방산 부재가 전자 부품 및 그 근방에 고정되고, 압박되어 있는 상태로 사용되는 경우에는 매우 유효하지만, 발열성 전자 부품과 열방산 부재의 사이에 넓은 간극이 존재하는 경우에는 문제가 있었다.

[0013] 이러한 전자 부품과 열방산 부재의 사이에 넓은 간극이 존재하는 경우, 그리스로서는 이 간극을 매립하는 만큼의 양을 도포하는 것이 곤란하고, 도포할 수 있다고 해도 형상을 유지하지 못하고 흘러나온다는 문제가 있었다.

[0014] 또한, 고무 시트를 사용함으로써 상기 간극은 쉽게 매립할 수 있지만, 환경 온도나 진동에 의해 전자 부품과 방열 부재와의 간극이 좁아지는 경우, 발열성 전자 부품에 걸리는 응력이 지나치게 커서 발열성 전자 부품을 파손할 우려가 있었다.

[0015] 또한, 본 발명과 관련되는 공지 문헌으로서는 일본 특허 공개 제2002-33427호 공보, 일본 특허 공개 제2002-261206호 공보가 있다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

[0016] 본 발명은 상기 문제를 감안하여 이루어진 것으로, 발열성 전자 부품 등의 피방열물과 열방산 부재의 사이에 있는 변위성의 간극을 매립할 수 있고, 양호한 방열 특성을 갖는 열전도성 실리콘 방열용 조성물을 및 그의 사용 방법을 제공하는 것을 목적으로 한다.

발명의 구성 및 작용

[0017] 본 발명자는 상기 목적을 달성하기 위해 예의 검토한 결과, (a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산, (b) 열전도성 충전재, (c) 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자를 분자 중에 평균적으로 2개 이상 갖는 오르가노하이드로젠플리실록산: (c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/(a) 성분 중의 알케닐기가 몰비로 0.6을 초과하고 10.0 미만이 되는 양, (d) 백금족계 부가 반응 촉매, 및 (e) 지방족 불포화기를 함유하는 휘발성 반응 제어제: (c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/[(a) 성분 중의 알케닐기+(e) 성분 중의 불포화기]가 몰비로 0.05 내지 0.5가 되는 양을 함유하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물을 발열성 전자 부품 등의 피방열물과 열방산 부재와의 간극에 장착한 후, 방열용 조성을 가열했을 경우, (e) 성분이 상기 방열용 조성물의 표면으로부터 휘발됨으로써 그 표면이 경화되어 형상을 유지하고, 중심부는 미경화의 상태이기 때문에, 피방열물과 열방산 부재와의 간극이 변위하더라도 그 변위에 따르도록 변형되며, 과잉 응력이 걸리지 않고, 이에 따라 양호한 방열 특성을 얻을 수 있다는 것을 발견하고, 본 발명을 완성하기에 이르렀다.

[0018] 따라서, 본 발명은 하기에 나타내는 열전도성 실리콘 방열용 조성물 및 그의 사용 방법을 제공한다.

[0019] [1] (a) 알케닐기를 갖는 오르가노폴리실록산,

[0020] (b) 열전도성 충전재,

[0021] (c) 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자를 분자 중에 평균적으로 2개 이상 갖는 오르가노하이드로젠플리실록산:

(c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/(a) 성분 중의 알케닐기가 몰비로 0.6을 초과하고 10.0 미만이 되는 양,

[0022] (d) 백금족 금속계 부가 반응 촉매,

[0023] (e) 지방족 불포화기를 함유하는 휘발성 반응 제어제: (c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/[(a) 성분 중의 알케닐기+(e) 성분 중의 불포화기]가 몰비로 0.05 내지 0.5가 되는 양

[0024] 을 함유하여 이루어지고, 경화시에 상기 (e) 성분이 표면에서 휘발됨으로써 표면 부분이 경화된 상태가 되며,

중심부는 미경화의 상태가 되는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물.

[0025] [2] 상기 [1]에 있어서, 휘발성 반응 제어제 (e)가 아세틸렌 알코올 화합물인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물.

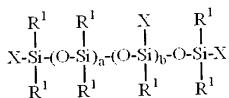
[0026] [3] 상기 [1] 또는 [2]에 있어서, 열전도성 충전제 (b)가 금속, 산화물, 질화물, 탄화물 및 인공 다이아몬드로부터 선택되는 1종 이상인 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물.

[0027] [4] 상기 열전도성 실리콘 방열용 조성물을 발열성 전자 부품과 열방산 부재와의 간극에 장착한 후, 방열용 조성물을 가열하고, 이 방열용 조성물 중의 (e) 성분을 방열용 조성물 표면으로부터 휘발시킴으로써 그 표면을 경화시키며, 중심부를 미경화의 상태로 하는 것을 특징으로 하는 열전도성 실리콘 방열용 조성물의 사용 방법.

[0028] 또한, 본 발명에서 변위란 피방열물과 열방산 부재와의 간극이 환경 온도나 진동에 의해 넓어지거나, 좁아지는 것을 의미한다.

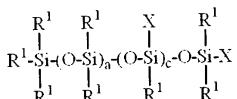
[0029] 본 발명에서 사용되는 (a) 성분의 오르가노폴리실록산은 1분자 중에 바람직하게는 2개 이상의 알케닐기를 갖는 것이고, 통상적으로는 주체 부분이 기본적으로 디오르가노실록산 단위의 반복을 포함하는 것이 바람직하다. (a) 성분의 구체예로서는 하기 화학식 1 내지 3으로 표시되는 것을 들 수 있다.

화학식 1



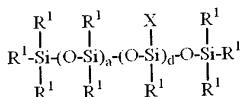
[0030]

화학식 2



[0031]

화학식 3



[0032] [0033] 식 중, R^1 은 독립적으로 지방족 불포화 결합을 함유하지 않는 비치환 또는 치환의 1가 탄화수소기이고, X는 알케닐기이며, a, b는 0 또는 0을 초과하는 양수, c, d는 양수이다.

[0034] 상기 화학식 중, R^1 의 지방족 불포화 결합을 함유하지 않는 비치환 또는 치환의 1가 탄화수소기로서는, 예를 들면 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, 크릴릴기, 나프릴기, 비페닐릴기 등의 아릴기, 벤질기, 페닐에틸기, 페닐프로필기, 메틸벤질기 등의 아랄킬기, 및 이들 기의 탄소 원자에 결합하고 있는 수소 원자의 일부 또는 전부가 불소, 염소, 브롬 등의 할로겐 원자, 시아노기 등으로 치환된 기, 예를 들면 클로로메틸기, 2-브로모에틸기, 3-클로로프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 클로로페닐기, 플루오로페닐기, 시아노에틸기, 3,3,4,4,5,5,6,6-노나플루오로헥실기 등의 탄소 원자수가 1 내지 10, 특히 탄소 원자수가 1 내지 6인 것을 들 수 있고, 이들 중에서도 바람직하게는 메틸기, 에틸기, 프로필기, 클로로메틸기, 브로모에틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 시아노에틸기 등의 탄소 원자수 1 내지 3의 비치환 또는 치환의 알킬기, 및 페닐기, 클로로페닐기, 플루오로페닐기 등의 비치환 또는 치환의 페닐기이다. 또한, R^1 은 모두 동일할 수도, 상이할 수도 있다.

[0035] X의 알케닐기로서는, 예를 들면 비닐기, 알릴기, 프로페닐기, 이소프로페닐기, 부테닐기, 헥세닐기, 시클로헥세닐기 등의 통상 탄소 원자수 2 내지 8 정도의 것을 들 수 있고, 그 중에서도 비닐기, 알릴기 등의 저급 알케닐기가 바람직하며, 비닐기가 특히 바람직하다.

[0036] 상기 화학식 1 내지 3 중, a는 0 또는 0을 초과하는 양수이지만, $10 \leq a \leq 10,000$ 을 충족시키는 양수인 것이 바람

직하고, $50 \leq a \leq 2,000$ 을 충족시키는 양수인 것이 보다 바람직하며, $100 \leq a \leq 1,000$ 을 충족시키는 양수인 것이 더욱 바람직하다. b는 0 또는 0을 초과하는 양수이지만, 바람직하게는 $0 \leq b/(a+b) \leq 0.5$ 인 것이고, 더욱 바람직하게는 $0 \leq b/(a+b) \leq 0.1$ 인 것이다. c는 양수이지만, 바람직하게는 $0 < c/(a+c) \leq 0.5$ 인 것이고, 더욱 바람직하게는 $0 < c/(a+c) \leq 0.1$ 인 것이다. d는 양수이지만, 바람직하게는 $0 < d/(a+d) \leq 0.5$ 인 것이고, 더욱 바람직하게는 $0 < d/(a+d) \leq 0.1$ 인 것이다.

[0037] 상기 오르가노폴리실록산은 1종 단독으로 사용하여도, 복수종의 다른 것을 병용하더라도 상관없다. 또한, 상기 오르가노폴리실록산은 JIS Z 8803에 의해 측정한 25 °C에서의 점도가 0.5 내지 10,000 mPa/s인 것이 바람직하고, 1.0 내지 1,000 mPa/s인 것이 보다 바람직하다.

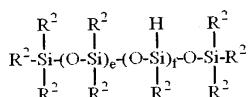
[0038] 본 발명에서 사용되는 (b) 성분의 열전도성 충전재는 비자성의 구리, 알루미늄 등의 금속, 알루미나, 실리카, 마그네시아, 산화철(벵가라), 베릴리아, 티타니아, 지르코니아 등의 금속 산화물, 질화알루미늄, 질화규소, 질화붕소 등의 금속 질화물, 인공 다이아몬드 또는 탄화규소 등, 일반적으로 열전도성 충전재가 되는 물질을 사용할 수 있다.

[0039] 이들 열전도성 충전재는 평균 입경이 0.1 내지 100 μm, 바람직하게는 0.5 내지 50 μm, 더욱 바람직하게는 0.5 내지 30 μm인 것을 사용할 수 있다. 0.1 μm 미만이면 조성물의 점도가 지나치게 높아져서 취급성이 떨어지는 경우가 있고, 100 μm를 초과하면 조성물의 점성이 없어져서 다소의 변위로 붕괴되는 경우가 있다. 이들 충전재는 1종 단독으로 사용할 수도 있고, 복수종을 혼합하여 사용할 수도 있다. 또한, 평균 입경이 다른 입자를 2종 이상 사용할 수도 있다. 또한, 본 발명에서 평균 입경은, 예를 들면 레이저광 회절법 등에 의한 중량 평균값(또는 메디안 직경) 등으로서 구할 수 있다.

[0040] 열전도성 충전재의 배합량은 (a) 성분 100 질량부에 대하여 300 내지 5,000 질량부인 것이 바람직하고, 500 내지 3,000 질량부인 것이 보다 바람직하다. 열전도성 충전재의 배합량이 5,000 질량부를 초과하면, 간극에 변위가 일어났을 때에 피방열체에의 응력이 지나치게 커질 우려가 있고, 300 질량부 미만이면 목적하는 열전도성을 얻을 수 없는 경우가 있다.

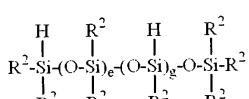
[0041] 본 발명에서 사용되는 (c) 성분의 오르가노하이드로젠플리실록산은 문자 중에 평균 2개 이상의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자(Si-H기)를 갖는 것이고, 이러한 오르가노하이드로젠플리실록산으로서는 하기 화학식 4 내지 6으로 표시되는 단일물 또는 혼합물을 사용할 수 있다.

화학식 4



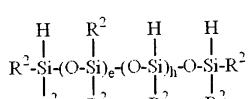
[0042]

화학식 5



[0043]

화학식 6



[0044]

[0045] 식 중, R^2 는 지방족 불포화 결합을 함유하지 않는 비치환 또는 치환의 1가 탄화수소기이고, e, f, g, h는 0 이상의 양수이다.

[0046] 화학식 4 내지 6 중, R^2 의 지방족 불포화 결합을 함유하지 않는 비치환 또는 치환의 1가 탄화수소기로서는, 예를 들면 메틸기, 에틸기, 프로필기, 이소프로필기, 부틸기, 이소부틸기, tert-부틸기, 펜틸기, 네오펜틸기, 헥실기, 헵틸기, 옥틸기, 노닐기, 테실기, 도데실기 등의 알킬기, 시클로펜틸기, 시클로헥실기, 시클로헵틸기 등

의 시클로알킬기, 페닐기, 톨릴기, 크실릴기, 나프틸기, 비페닐릴기 등의 아릴기, 벤질기, 페닐에틸기, 페닐프로필기, 메틸벤질기 등의 아릴킬기, 및 이들 기의 탄소 원자에 결합하고 있는 수소 원자의 일부 또는 전부가 불소, 염소, 브롬 등의 할로겐 원자, 시아노기 등으로 치환된 기, 예를 들면 클로로메틸기, 2-브로모에틸기, 3-클로로프로필기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 클로로페닐기, 플루오로페닐기, 시아노에틸기, 3,3,4,4,5,5,6,6-노나플루오로헥실기 등을 들 수 있고, 대표적인 것은 탄소 원자수가 1 내지 10, 특히 대표적인 것은 탄소 원자수가 1 내지 6인 것이며, 바람직하게는 메틸기, 에틸기, 프로필기, 클로로메틸기, 브로모에틸기, 3,3,3-트리플루오로프로필기, 시아노에틸기 등의 탄소 원자수 1 내지 3의 비치환 또는 치환의 알킬기, 및 페닐기, 클로로페닐기, 플루오로페닐기 등의 비치환 또는 치환의 페닐기이다. 또한, R²가 모두 동일한 것으로 한정되는 것은 아니다. 화학식 4 내지 6 중의 e는 0 이상의 양수이고, f, g, h는 0 이상의 양수, 바람직하게는 f는 2 이상의 양수이고, g는 1 이상의 양수, h는 0을 초과하는 양수이다.

[0047] (c) 성분의 배합량은 (c) 성분 중의 Si-H기/(a) 성분 중의 알케닐기가 몰비로 0.6 초과 10.0 미만이 되는 양이고, 바람직하게는 1.0 내지 5.0이 되는 양이다. 0.6 이하이면 조성물 표면의 경화가 불충분해지고, 10.0 이상이면 내부까지 경화되어 버린다.

[0048] 본 발명에서 사용되는 (d) 성분의 백금족 금속계 경화 촉매는 (a) 성분 중의 알케닐기와 (c) 성분 중의 Si-H기의 부가 반응을 촉진하기 위한 촉매이고, 히드로실릴화 반응에 사용되는 촉매로서 주지된 촉매를 들 수 있다. 그 구체예로서는, 예를 들면 백금(백금혹을 포함함), 로듐, 팔라듐 등의 백금족 금속 단체, H₂PtCl₆?nH₂O, H₂PtCl₆?nH₂O, NaHPtCl₆?nH₂O, KHPtCl₆?nH₂O, Na₂PtCl₆?nH₂O, K₂PtCl₄?nH₂O, PtCl₄?nH₂O, PtCl₂, Na₂H₂PtCl₆?nH₂O(단, 식 중 n은 0 내지 6의 정수이고, 바람직하게는 0 또는 6임) 등의 염화백금, 염화백금산 및 염화백금산염, 알코올 변성 염화백금산, 염화백금산과 올레핀과의 복합체, 백금혹, 팔라듐 등의 백금족 금속을 알루미나, 실리카, 카본 등의 담체에 담지시킨 것, 로듐-올레핀 복합체, 클로로트리스(트리페닐포스핀)로듐(윌킨슨 촉매), 염화백금, 염화백금산 또는 염화백금산염과 비닐기 함유 실록산, 특히 비닐기 함유 환상 실록산과의 복합체 등을 들 수 있다.

[0049] (d) 성분의 사용량은, 이른바 촉매량일 수 있고, 통상 성분 (a)에 대한 백금족 금속 원소의 질량 환산으로 0.1 내지 1,000 ppm, 바람직하게는 0.5 내지 500 ppm, 더욱 바람직하게는 1.0 내지 200 ppm 정도일 수 있다. 0.1 ppm 미만이면 조성물 표면이 경화되지 않는 경우가 있고, 1,000 ppm을 초과하면 비경제적이다.

[0050] (e) 성분의 지방족 불포화기를 갖는 휘발성 반응 제어제는 (d) 성분의 존재하에서 진행하는 (a) 성분 중의 알케닐기와 (c) 성분 중의 Si-H기의 부가 반응을 억제하기 위한 것이지만, 목적하는 표면 경화성을 실현하기 위해서는 설치 공정 중에서의 가열이나 발열성 전자 부품의 동작에 의해 휘발할 필요가 있다. 필요한 휘발성은 150 °C에서의 증기압이 1 hPa 이상이다. 증기압의 상한은 특별히 제한은 없지만, 배합시 실온에서 액체 및 결정인 것이 필요하기 때문에, 60 °C 이상의 비점을 갖는 것이 바람직하다. 증기압이 150 °C에서 1 hPa 미만인 경우에는 목적하는 표면 경화성이 얻어지지 않을 우려가 있고, 60 °C에서 1024 hPa을 초과하면 배합시에 휘발되어 소정의 배합을 할 수 없게 될 우려가 있다.

[0051] (e) 성분의 구체예로서는 지방족 불포화기를 갖는 질소 화합물, 지방족 불포화기를 갖는 황 화합물, 지방족 불포화기를 갖는 인 화합물, 아세틸렌 알코올 화합물 등을 들 수 있지만, 그 중에서도 금속에의 부식성이 없는 아세틸렌 알코올이 바람직하다.

[0052] (e) 성분의 사용량은 (c) 성분 중의 Si-H기/[(a) 성분 중의 알케닐기+(e) 성분 중의 불포화기]가 몰비로 0.05 내지 0.5, 바람직하게는 0.1 내지 0.5가 되는 양이다. (c) 성분 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자/[(a) 성분 중의 알케닐기+(e) 성분 중의 불포화기]가 0.5를 초과하면, 조성물을 피방열 부위에 설치한 후 내부까지 경화되어 버린다. 또한, 0.05 미만인 경우에는 조성물을 피방열 부위에 설치한 후, 설치 공정 중에서의 가열이나 발열성 전자 부품의 동작에 의해 발포되거나, 잉여 (e) 성분이 휘발됨으로써 조성물의 수축을 일으켜 조성물에 균열 등이 발생한다.

[0053] 본 발명의 열전도성 실리콘 방열용 조성물에는 그 밖에 열전도성 충전재의 표면 처리제, 착색을 위한 안료?염료, 난연성 부여제, 내부 첨가 이형제 등, 기능을 향상시키기 위한 여러가지 첨가제를 본 발명의 목적을 손상하지 않는 범위에서 첨가할 수 있다.

[0054] (a) 내지 (e) 성분을 혼련함으로써, 목적하는 실리콘 방열용 조성물을 얻을 수 있다. 혼련에는 유성형 믹서, 시나가와식 만능 교반기, 믹스마라, 혼련기, 2본롤, 3본롤 등, 분체와 액체를 혼련시킬 때 사용되는 믹서를 이

용할 수 있다.

[0055] 이와 같이 하여 얻어지는 본 발명의 열전도성 실리콘 방열용 조성물은 방열성 전자 부품과 방열판 등의 열방산 부재의 간극에 장착되고, 그 후에 가열함으로써, 반응 제어제가 휘발된 표면 부분만이 경화되어 형상을 유지하고, 피방열물과 열방산 부재와의 간극이 변위하더라도, 그 변위에 따르도록 변형되기 때문에, 방열성 전자 부품 등에 응력이 걸리는 일없이 양호한 방열 특성을 나타낸다.

[0056] 또한, 가열 조건은 일반적인 실리콘 RTV 고무의 경화 조건과 마찬가지의 조건으로 할 수 있지만, 피방열 소자의 동작시에 발생하는 열로도 표면 경화가 가능하다. 적극적으로 가열하는 경우, 60 내지 150 °C 분위기에 1 분 내지 12 시간 방치하는 것이 바람직하다.

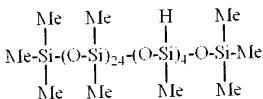
[0057] <실시예>

[0058] 이하, 실시예 및 비교예를 나타내어 본 발명을 구체적으로 설명하지만, 본 발명이 하기 실시예로 제한되는 것은 아니다. 또한, 하기의 예에 있어서, 점도는 JIS Z 8803에 의해 측정한 25 °C에서의 값을 나타내고, 평균 입경은 레이저광 회절법에 의해 측정한 값을 나타낸다.

[0059] <실시예 1>

[0060] 10,000 mm²/s의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 염화 백금산의 2-에틸-헥산올 용액(백금 원소량으로 2.0 질량%) 0.2 g, 반응 제어제로서 에티닐시클로헥산올의 톨루엔 용액(50 질량%) 4.0 g, 하기 화학식 7로 표시되는 오르가노하이드로젠폴리실록산(Si-H기량: 0.00184 mol/g) 5.0 g을 첨가하고, 10 분간 혼합하는 것을 각각의 첨가물에 대해 행하고, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 a를 얻었다.

화학식 7



[0061]

[0062] <비교예 1>

[0063] 10,000 mm²/s의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 염화 백금산의 2-에틸-헥산올 용액(백금 원소량으로 2.0 질량%) 0.2 g, 반응 제어제로서 에티닐시클로헥산올의 톨루엔 용액(50 질량%) 0.1 g, 상기 화학식 7로 표시되는 오르가노하이드로젠폴리실록산 5.0 g을 첨가하고, 10 분간 혼합하는 것을 각각의 첨가물에 대해 행하고, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 b를 얻었다.

[0064] <비교예 2>

[0065] 10,000 mm²/s의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 염화 백금산의 2-에틸-헥산올 용액(백금 원소량으로 2.0 질량%) 0.2 g, 반응 제어제로서 에티닐시클로헥산올의 톨루엔 용액(50 질량%) 30 g, 상기 화학식 7로 표시되는 오르가노하이드로젠폴리실록산 5.0 g을 첨가하고, 10 분간 혼합하는 것을 각각의 첨가물에 대해 행하고, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 c를 얻었다.

[0066] <실시예 2>

[0067] 10,000 mm²/s의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 염화 백금산의 2-에틸-헥산올 용액(백금 원소량으로 2.0 질량%) 0.2 g, 반응 제어제로서 3-메틸-1-부틴-3-올 4.0 g, 상기 화학식 7로 표시되는 오르가노하이드로젠폴리실록산 5.0 g을 첨가하고, 10 분간 혼합하는 것을 각각의 첨가물에 대해 행하고, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 d를 얻었다.

[0068] <비>교예 3>

[0069] 10,000 mm^3/s 의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm 의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 염화 백금산의 2-에틸-헥산올 용액(백금 원소량으로 2.0 질량%) 0.2 g, 반응 제어제로서 3-메틸-1-부틴-3-올 0.1 g, 상기 화학식 7로 표시되는 오르가노하이드로젠폴리실록산 5.0 g을 첨가하고, 10 분간 혼합하는 것을 각각의 첨가물에 대해 행하고, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 e를 얻었다.

[0070] <비>교예 4>

[0071] 10,000 mm^3/s 의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm 의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 염화 백금산의 2-에틸-헥산올 용액(백금 원소량으로 2.0 질량%) 0.2 g, 반응 제어제로서 3-메틸-1-부틴-3-올 30 g, 상기 화학식 7로 표시되는 오르가노하이드로젠폴리실록산 5.0 g을 첨가하고, 10 분간 혼합하는 것을 각각의 첨가물에 대해 행하고, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 f를 얻었다.

[0072] <비>교예 5>

[0073] 10,000 mm^3/s 의 점도를 갖고, 양쪽 말단에 비닐기를 갖는 디메틸폴리실록산(Vi기 함유량: 0.00525 mol/100 g) 100 g, 1 μm 의 평균 입경을 갖는 알루미나 500 g을 시나가와식 만능 교반기에 넣어 60 분간 혼합시킨 후, 마지막으로 -700 mmHg의 감압 조건하에서 10 분간 혼합시켜 조성물 g을 얻었다.

[0074] 상기 실시예 1, 2 및 비교예 1 내지 5에서 얻어진 조성물 a 내지 g를 사용하고, 하기에 나타내는 방법에 의해 열저항, 공극의 유무, 흐름성, 박리성, 압축 응력을 측정하였다. 이들 결과를 하기 표 1에 나타내었다.

[0075] 《열저항》

[0076] 조성물 a 내지 g 각각을, 열전대를 삽입한 알루미늄 블럭 상에 적량 올려놓고, 2SD923형 트랜지스터를 조성물 상에 올려놓으며, 도 1에 나타낸 바와 같이 조성물이 1 mm의 두께가 되도록 고정하여 트랜지스터로부터 스며나온 부분을 제거하였다. 이것을 120 °C의 분위기하에 5 분간 방치한 후, 2SD923형 트랜지스터에 10 W의 전력을 인가하였다. 전력 인가 개시 10 분 후의 2SD923형 트랜지스터의 온도 T1(°C)과 알루미늄 블럭의 온도 T2(°C)로부터 이하의 계산식에 의해 각 조성물의 열저항을 계산하였다.

[0077] 계산식: 열저항(°C/W)=[T1(°C)-T2(°C)]/10(W)

[0078] 《공극의 유무》

[0079] 조성물 a 내지 g 각각을 5 cm 변(角)의 유리판 상에 1.0 g 올려놓고, 이것을 120 °C의 분위기하에 5 분간 방치한 후, 공극 발생의 유무를 육안으로 확인하였다.

[0080] 《흐름성》

[0081] 조성물 a 내지 g 각각을 5 cm 변의 유리판 상에 1.0 g 올려놓고, 1 mm의 스페이서를 설치하여 별도의 동일한 크기의 유리판 사이에 끼워 고정하였다. 이것을 120 °C의 분위기하에 5 분간 방치한 후, 수직으로 세워 24 시간 방치하여 흐름성을 확인하였다.

[0082] 《박리성》

[0083] 조성물 a 내지 g 각각을 5 cm 변의 유리판 상에 1.0 g 올려놓고, 1 mm의 스페이서를 설치하여 별도의 동일한 크기의 유리판 사이에 끼워 고정하였다. 이것을 120 °C의 분위기하에 5 분간 방치한 후, 유리판의 간극을 1.2 mm 까지 넓혀 조성물이 유리로부터 박리하는 지의 여부를 확인하였다.

[0084] 《압축 응력》

[0085] 조성물 a 내지 g 각각을 5 cm 변의 알루미늄판 상에 1.0 g 올려놓고, 1 mm의 스페이서를 설치하여 별도의 동일한 크기의 알루미늄판 사이에 끼워 고정하였다. 이것을 120 °C의 분위기하에 5 분간 방치한 후, 스페이서를 제거하고, 시마즈 세이사꾸쇼 제조의 오토그래프 AG-1을 이용하여 0.8 mm까지 0.5 mm/분의 속도로 압축하고, 10 분 후의 응력을 측정하였다.

표 1

조성물	실시예 1	비교예 1	비교예 2	실시예 2	비교예 3	비교예 4	비교예 5
Si-H/Vi ^{*1}	1.75					-	
제어제 ^{*3}	에티닐시클로헥산올의 톨루엔 용액 (50 질량 %)			3-메틸-1-부틴-3-올			없음
제어제 첨가량 (g)	4.0	0.1	30	4.0	0.1	30	-
Si-H/ 불포화기 ^{*2}	0.43	1.63	0.07	0.17	1.43	0.03	-
측정 결과							
열저항 (°C/W)	1.97	1.96	3.54	2.05	1.98	4.54	2.21
공극의 유무	없음	없음	있음	없음	없음	있음	없음
호흡의 유무	없음	없음	없음	없음	없음	없음	있음
간극을 넓혔을 때의 박리	없음	있음	없음	없음	있음	없음	없음
압축 응력 (MPa)	0.0	1.7	0.0	0.0	1.5	0.0	0.0

[0086]

[0087] *1: 오르가노하이드로젠플리실록산 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자 몰량/비닐기 함유 디메틸플리실록산 중의 비닐기 몰량

[0088]

[0088] *2: 오르가노하이드로젠플리실록산 중의 규소 원자에 직접 결합한 수소 원자몰량/[비닐기 함유 디메틸플리실록산 중의 비닐기 몰량+반응 제어제의 불포화기 몰량]

[0089]

[0089] *3: 제어제의 비점

[0090]

[0090] 에티닐시클로헥산올: 비점 180 °C

[0091]

[0091] 3-메틸-1-부틴-3-올: 비점 102 °C-105 °C

[0092]

[0092] 본 발명의 열전도성 실리콘 방열용 조성물은 간극에 장착했을 때, 양호한 방열 특성을 나타내고, 흘러내리지 않으며, 간극의 변위에 대해서도 피방열물로부터 박리되거나, 피방열물에 대해 과잉 응력이 걸리지 않는다는 것이 확인되었다.

발명의 효과

[0093]

[0093] 본 발명의 열전도성 실리콘 방열용 조성물은 이것을 발열성 전자 부품 등의 피방열물과 열방산 부재의 사이에 있는 변위성의 간극에 장착한 후, 가열하여 표면만을 경화한 경우, 흘러내리지 않고, 간극의 변위에 대해서도 피방열물로부터 박리되거나, 피방열물에 대하여 과잉 응력이 걸리는 일없이, 양호한 방열 특성을 나타낸다.

도면의 간단한 설명

[0001]

[0001] 도 1은 본 발명의 실시예에서의 열저항 측정의 설명도이다.

[0002]

[0002] <도면의 주요 부분에 대한 부호의 간단한 설명>

[0003]

[0003] 1: 2SD923형 트랜지스터

[0004]

[0004] 2: 알루미늄 블럭

[0005]

[0005] 3: 열전대(트랜지스터: T1)

[0006]

[0006] 4: 열전대(알루미늄 블럭: T2)

[0007]

[0007] 5: 방열 조성물

도면

도면1

