



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2014-0017602
(43) 공개일자 2014년02월11일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)

F21V 29/00 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2013-7026925

(22) 출원일자(국제) 2012년02월20일

심사청구일자 없음

(85) 번역문제출일자 2013년10월11일

(86) 국제출원번호 PCT/US2012/025781

(87) 국제공개번호 WO 2012/128875

국제공개일자 2012년09월27일

(30) 우선권주장

61/466,231 2011년03월22일 미국(US)

(71) 출원인

다우 코닝 코포레이션

미국 미시간주 48686 미드랜드 웨스트 살츠버그
로드 2200

(72) 발명자

베커 그레고리

미국 미시간주 48657 샌포드 더글라스 드라이브
3347

백웨이저 도랍 에들

미국 미시간주 48603 새기노 차칠 레인 2850

(뒷면에 계속)

(74) 대리인

장훈

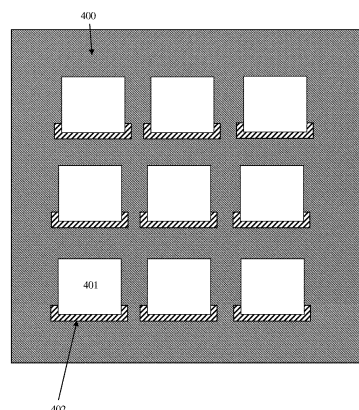
전체 청구항 수 : 총 12 항

(54) 발명의 명칭 LED 조립체 내의 열 관리

(57) 요약

본 발명은, LED 장착 회로 기판과 히트 싱크 사이에 열 관리 조성물을 적용하는 방법으로서, (a) 적어도 하나의 개구(401)를 갖는 침착 도구를 통해, 상기 LED 장착 회로 기판의 제2 표면 상에 또는 히트 싱크의 표면 상에 열 관리 조성물의 침착물을 적용하는 단계로서, 상기 적어도 하나의 개구는 측벽들에 의해 둘러싸인 주변부를 갖고, 상기 측벽들은 높이들을 가지며, 상기 높이들은 상기 침착 도구의 평균 높이와 비교해 상기 침착 도구 상의 상기 개구들의 상기 주변부의 적어도 일부분(402) 주위에서 감소되는, 상기 적용 단계, 및 (b) 상기 LED 장착 회로 기판과 상기 히트 싱크를 고정하는 단계를 포함하는 방법에 관한 것이다.

대표도 - 도4a



(72) 발명자

러벌 앤드류

미국 미시간주 48640 미들랜드 파트리지 레인 4205

스트롱 마이클

미국 미시간주 48640 미들랜드 우드론 4305

특허청구의 범위

청구항 1

LED 장착 회로 기판과 히트 싱크(heat sink) 사이에 열 관리 조성물을 적용하는 방법으로서, 상기 LED 장착 회로 기판은 적어도 하나의 LED가 장착되어 있는 제1 표면 및 상기 제1 표면 반대쪽의 제2 표면을 갖는 기판을 포함하고, 상기 방법은,

(a) 적어도 하나의 개구를 갖는 침착 도구(deposition tool)를 통해, 상기 LED 장착 회로 기판의 상기 제2 표면에 또는 상기 히트 싱크의 표면 상에 열 관리 조성물의 침착물을 적용하는 단계로서, 상기 적어도 하나의 개구는 측벽들에 의해 둘러싸인 주변부(perimeter)를 갖고, 상기 측벽들은 높이들을 가지며, 상기 높이들은 상기 침착 도구의 평균 높이와 비교해 상기 침착 도구 상의 상기 개구들의 상기 주변부의 적어도 일부분 주위에서 감소되는, 상기 적용 단계, 및

(b) 상기 LED 장착 회로 기판과 상기 히트 싱크를 고정하는 단계로서, 상기 열 관리 조성물은 상기 LED 장착 회로 기판의 상기 제2 표면과 상기 히트 싱크의 상기 표면 사이에 존재하는, 상기 고정 단계를 포함하는, 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 침착 도구는 다운 스텝 스텐실(down step stencil)이며, 단계 (a)는 스텐실 인쇄에 의해 수행되는, 방법.

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 침착 도구는 복수의 개구들을 갖는 스크린(screen)이며, 각각의 개구는 높이들을 갖는 측벽들에 의해 둘러싸이고, 상기 측벽들의 상기 높이들은 상기 스크린의 평균 두께와 비교해 상기 스크린 상의 각각의 개구의 주변부의 적어도 일부분 주위에서 감소되고, 단계 (a)는 스크린 인쇄에 의해 수행되는, 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 열 관리 조성물은 실리콘 조성물로서,

(A) 분자당 평균 2개 이상의 지방족 불포화 유기 기들을 갖는 폴리오르가노실록산 베이스 중합체,

선택적으로 (B) 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 수소 원자들을 갖는 가교결합제,

(C) 하이드로실릴화 반응 촉매 및 퍼옥사이드 경화 촉매들로부터 선택되는 촉매,

(D) 열 전도성 충전제, 및

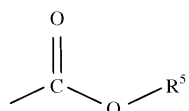
(E) 상기 조성물의 경화를 방해하지 않으며 성분 (A)에 용해성인 유기 가소제를 포함하되, 단, 상기 촉매가 하이드로실릴화 반응 촉매인 경우에는 성분 (B)가 존재하는, 상기 실리콘 조성물인, 방법.

청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 성분 (D)는 질화알루미늄, 산화알루미늄, 알루미늄 삼수화물, 티탄 산바륨, 산화베릴륨, 질화붕소, 탄소 섬유들, 다이아몬드, 흑연, 수산화마그네슘, 산화마그네슘, 금속 미립자, 오닉스(onyx), 탄화규소, 탄화텅스텐, 산화아연, 및 이들의 조합을 포함하는, 방법.

청구항 6

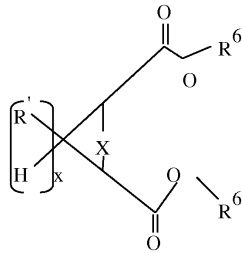
제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 성분 (E)는 분자당 평균 1개 이상의, 하기 화학식의 기를 갖는, 방법:



(여기서, R⁵는 수소 원자 또는 1가 유기 기를 나타냄).

청구항 7

제1항 내지 제6항 중 어느 한 항에 있어서, 성분 (E)는 하기 화학식을 갖는, 방법:



(여기서, X는 환형 탄화수소 기를 나타내고, 하첨자 x는 3 내지 15의 범위의 값을 가지고, 각각의 R⁶은 독립적으로 분지형 또는 선형 1가 탄화수소 기이고, 각각의 R는 독립적으로 분지형 또는 선형 탄화수소 원자 또는 1가 유기 기임).

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 성분 (E)는 비스(2-에틸헥실) 테레프탈레이트; 비스(2-에틸헥실)-1,4-벤젠다이카르복실레이트; 2-에틸헥실 메틸-1,4-벤젠다이카르복실레이트; 1,2 사이클로헥산다이카르복실산, 다이노닐 에스테르, 분지형 및 선형; 비스(2-프로필헥틸) 프탈레이트 또는 다이-(2-프로필 헥틸) 프탈레이트; 다이아이소노닐 아디페이트; 트라이옥틸 트라이멜리테이트; 트라이에틸렌 글리콜 비스(2-에틸헥사노에이트); 다이에틸렌 글리콜 다이벤조에이트; 1,1,3-트리스(2-메틸-4-하이드록시-5-tert-부틸페닐)부탄; 다이(2-에틸헥실) 프탈레이트; 비스(2-에틸헥실) 아디페이트; 다이메틸 프탈레이트; 다이에틸 프탈레이트; 다이부틸 프탈레이트; 다이-2-에틸헥실아디페이트; 1,2, 4-벤젠트라이카르복실산, 트리스(2-에틸헥실) 에스테르; 트라이옥틸 트라이멜리테이트; 트라이에틸렌 글리콜 비스(2-에틸헥사노에이트); 비스(2-에틸헥실) 테레프탈레이트; 다이에틸렌 글리콜 다이벤조에이트; 1,1,3-트리스(2-메틸-4-하이드록시-5-tert-부틸페닐)부탄; 1,2,3-트라이아세톡시프로판; 지방산 에스테르; 및 이들의 조합으로부터 선택되는, 방법.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, (F) 스페이서 (spacer), (G) 보강 또는 증량 충전제, (H) 충전제용 처리제, (I) 접착 촉진제, (J) 비히클(vehicle), (K) 계면활성제, (L) 플럭스제(flux agent), (M) 산 수용체, (N) 안정제, 및 이들의 조합으로부터 선택되는 추가 성분을 추가로 포함하는, 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 열 관리 조성물은 경화되는, 방법.

청구항 11

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 열 관리 조성물은 단계 (b) 전에 경화되는, 방법.

청구항 12

제1항 내지 제10항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 열 관리 조성물은 단계 (b) 후에 경화되는, 방법.

명세서

기술분야

관련 출원의 상호 참조

본 출원은 35 U.S.C. § 119(e) 하에, 2011년 3월 22일자로 출원된 미국 가특허 출원 제61/466231호의 이득을 주장한다. 미국 가특허 출원 제61/466231호는 본 명세서에 참고로 포함된다.

[0003] 본 발명은 발광 다이오드(LED) 기반 조명 시스템의 열 관리에 관한 것이다.

배경 기술

[0004] 더 고출력의 LED 응용에 있어서, 열 관리가 중요한 이슈가 되고 있다. 적절한 열 관리가 없다면, LED 패키지의 온도가 상당히 증가할 수 있다. 이러한 온도 증가는 광의 출력 파장의 변화, 렌즈의 황화, 와이어 접합의 파괴, 탈층, 및 내부 납땜 이음 탈착을 야기할 수 있다. 최종적인 결과는 LED 소자의 파괴 고장(catastrophic failure)일 수 있다.

[0005] LED로부터 열 에너지를 소산시키기 위한 3가지 메커니즘: 전도, 복사, 및 대류가 있다. 전도는 LED 칩, LED의 기계적 구조물, LED 장착 구조물(예를 들어, 인쇄 회로 기판), 및 조명 기구 하우징이 서로 물리적으로 접촉하여 배치되는 경우에 일어난다. LED와의 물리적 접촉은 일반적으로 전력 및 기계적 지지를 제공하도록 최적화된다. LED와 조명 기구 사이에 전기적 및 기계적 접촉을 제공하는 전통적인 수단은 LED와 외부 조명 기구 표면(예를 들어, 다이 캐스트 하우징) 사이의 전도의 불량한 수단을 제공한다. 조명 기구 외피 내에 열 전도성 구조물을 사용하는 것의 한 가지 단점은, 일반적으로 밀봉되는 인클로저(enclosure) 내로 열이 소산되게 할 수 있다는 점이다. 이는 LED를 둘러싼 공기의 주위 온도를 효과적으로 상승시키므로, 열 관련 고장을 악화시킨다.

[0006] 복사는 전자기 전파를 통한 한 지점으로부터 다른 지점으로의 에너지의 이동이다. 대부분의 복사 에너지는 투명한 광학 요소(발광 구역, 렌즈 등), 및 응용에서의 필요에 따라 조명 기구 밖으로 복사 에너지(특히 가시광)의 방향을 바꾸도록 설계된 반사기를 통해 조명 기구를 빠져나온다. 렌즈를 통해 빠져나오지 못한 복사 에너지는 조명 기구 내의 다양한 재료에 의해 흡수되고 열로 변환된다.

[0007] 대류는 공기에 노출된 임의의 표면에서 일어나지만, 발광 표면 근처의 공기 이동량, 소산을 위해 이용가능한 표면적, 및 발광 표면과 주변 공기 사이의 온도차에 의해 제한될 수 있다. 많은 경우에, 조명 기구는 밀폐되어 LED 주위의 기류를 추가로 제한한다. 밀폐된 조명 기구의 경우에, LED에 의해 발생된 열은 대류에 의해 인클로저 내의 공기로 전달되지만, 인클로저의 경계를 빠져나오지는 못한다. 그 결과, 인클로저 내의 공기는 열의 축적을 경험하며, 이는 램프 및 조명 기구 온도를 상승시키고 열 관련 고장으로 이어질 수 있다.

[0008] LED 기판과 히트 싱크(heat sink) 사이의 열 전달은 제작된 열 계면 패드를 통해 이루어진다. 종래의 히트 싱크는 흔히, 형상들의 어레이로, 구리 및 알루미늄을 포함한 금속으로부터 스탬핑되거나 형성된다. 보통은, 히트 싱크는 편평한 표면, 또는 LED 기판이 부착되는 오목한 공동을 갖는다. 히트 싱크를 부착하기 전에, 다이 컷 제작된 열 패드가 히트 싱크와 LED 기판 사이에 배치된다.

[0009] 본 발명은 LED 패키지의 신규한 열 관리 방법에 관한 것이다. 제작된 열 패드를 사용하는 대신에, 경화성 열 관리 조성물의 얇은 층이 LED 기판 또는 히트 싱크 상에 직접 인쇄되거나 분배된다. 열 관리 조성물은, (1) LED 기판 및 히트 싱크를 부착하기 전에, 실온 또는 저온 경화에 의해 LED 기판 또는 히트 싱크 상에서 예비 경화되거나, 또는 (2) LED 기판 또는 히트 싱크 중 어느 하나에 부착된 후에, LED 기판 및 히트 싱크의 부착이 뒤따르고, 시간이 지남에 따라 LED 기판과 히트 싱크 사이에서 경화된다.

발명의 내용

[0010] 본 발명은, LED 장착 회로 기판과 히트 싱크 사이에 열 관리 조성물을 적용하는 방법으로서, 상기 LED 장착 회로 기판은 적어도 하나의 LED가 장착되어 있는 제1 표면 및 상기 제1 표면 반대쪽의 제2 표면을 갖는 기판을 포함하고, 상기 방법은,

[0011] (a) 적어도 하나의 개구를 갖는 침착 도구(deposition tool)를 통해, 상기 LED 장착 회로 기판의 상기 제2 표면에 또는 상기 히트 싱크의 표면 상에 열 관리 조성물의 침착물을 적용하는 단계로서, 상기 적어도 하나의 개구는 측벽들에 의해 둘러싸인 주변부(perimeter)를 갖고, 상기 측벽들은 높이들을 가지며, 상기 높이들은 상기 침착 도구의 평균 높이와 비교해 상기 침착 도구 상의 상기 개구들의 상기 주변부의 적어도 일부분 주위에서 감소되는, 상기 적용 단계, 및

[0012] (b) 상기 LED 장착 회로 기판과 상기 히트 싱크를 고정하는 단계로서, 상기 열 관리 조성물은 상기 LED 장착 회로 기판의 상기 제2 표면과 상기 히트 싱크의 상기 표면 사이에 존재하는, 상기 고정 단계를 포함하는, 방법에 관한 것이다.

[0013] 일 실시 형태에서, 상기 열 관리 조성물은 단계 (b) 후에 경화되며, 다른 실시 형태에서, 상기 열 관리 조성물은 단계 (b) 전에 경화된다.

도면의 간단한 설명

- [0014] 도 1은 본 발명에 따른, 조립 전의 LED 장착 회로 기판, 열 관리 조성물, 및 히트 싱크의 개략도.
 도 2는 LED 장착 회로 기판의 도.
 도 3은 히트 싱크의 도.
 도 4a는 본 발명의 방법에 유용한 다운-스텝 스텐실(down-step stencil)의 평면도.
 도 4b는 도 4a의 스텐실의 일부의 평면도.
 도 4c는 도 4b의 스텐실의 일부의, 선 A에 따라 취한 측단면도.
 도 4d는 도 4b의 스텐실의 일부의, 선 B에 따라 취한 측단면도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0015] 도 1을 참조하면, 필름 또는 층 형태의 열 관리 조성물(30)이 LED 장착 회로 기판(20)과 히트 싱크(40), 예를 들어, 열 전달 재료의 블록 사이에 열 계면을 제공하여, LED 장착 회로 기판(20)으로부터 히트 싱크(40)로의 열 전달을 촉진한다. LED 장착 회로 기판은 그의 작동 시에 과도한 열을 발생시키며, 이러한 열은, 제거되지 않는다면, LED 장착 회로 기판의 작동을 손상시키거나 저해할 수 있음이 인식될 것이다.
- [0016] 필름(30)은 두께가 약 0.1 내지 1 밀리미터 또는 약 0.15 내지 0.3 밀리미터이다. 원한다면, 전자 장치 또는 전원 공급 장치 냉각 응용에서의 더 큰 스페이싱 특성과 같은, 소정 응용의 요건을 고려하여 필름 두께를 추가로 증가시킬 수 있다.
- [0017] 도 2에 나타난 바와 같이, 20 내에는, 복수의 LED(206)를 포함하는 LED 어레이(203)가, 하부 표면(210)을 갖는 얇은 기판(215)의 상부 표면(209) 상에 존재한다. 기판(215)은 평면이거나, 또는 비평면 표면을 갖는다. LED(206)는 랜덤 배치로서, 매트릭스로서, 또는 글자, 상징, 또는 그림을 한정하는 명확히 한정된 패턴으로서 존재할 수 있다. LED 어레이(203)와 상관없이, 조립된 때, 각각의 LED(206)가 기판(215)의 상부 표면(209)에 부착되며 단자와 전기적으로 접속된다. 단자는 LED(206)와 전기적으로 접속하여 LED 장착 회로 기판(20)에 전류를 공급하는 데 사용된다.
- [0018] 기판(215)은 금속 코어 인쇄 회로 기판 (MCPCB)이다. MCPCB를 형성하기 위해서, 알루미늄 (Al)으로 제조된 평면-형상 금속 플레이트가 사용된다. 대안적으로, 금속 플레이트는 더 높은 열 전도도를 갖는 다른 재료, 예를 들어, 구리 (Cu) 또는 그의 합금으로 제조될 수 있다. 그 후에 절연층이 금속 플레이트의 외측 표면 상에 형성된다. 이어서, 절연층은 스퍼터링, 고온-프레스, 무전해 구리 침착 또는 전착을 통해 구리 포일 층으로 코팅된다. 마지막으로, 포토레지스트 코팅, 노광 및 구리 포일 층의 에칭에 의해 일련의 전기 회로가 형성된다. 기판(215)은 다른 종류의 인쇄 회로 기판, 예를 들어, 금속 베이스 인쇄 기판, 세라믹 기판 인쇄 기판 등일 수 있음이 이해되어야 한다.
- [0019] 도 3에 도시된 히트 싱크(40)는 열 관리 조성물(30) 아래에 배열된다. 이러한 실시 형태에 나타난 바와 같이 히트 싱크(40)는 압출된 알루미늄 원형(fin-type) 히트 싱크이다. 대안적으로, 히트 싱크(40)는, 사용되는 상변화 메커니즘으로 인해 상대적으로 높은 열 전달 용량을 갖는 플레이트형 히트 파이프 또는 증기 챔버일 수 있다. 또한 히트 싱크(40)는 작동 유체의 통과를 위해 유동 채널이 한정되어 있는 냉각 플레이트일 수 있다. 또한 히트 싱크(40)는 구리 또는 그의 합금과 같은 고도의 열 전도성 재료로 제조될 수 있다. 히트 싱크(40)는 새시(41) 및 새시(41)로부터 하향으로 연장하는 복수의 핀 흰(pin fin; 42)을 포함한다. 흰(42)은 히트 싱크(40)의 열 소산 영역을 증가시키기 위해 사용된다. 대안적으로, 흰(42)은 편평한 형상일 수 있다. 흰(42) 및 새시(41)는 개별적으로 형성된 후에 납땜에 의해 함께 연결될 수 있다. 히트 싱크(40)의 새시(41)는 열 관리 조성물(30)에 부착되게 되는 상부 표면을 갖는다. 대안적으로, 히트 싱크(40)는, 사용되는 상변화 메커니즘으로 인해 상대적으로 높은 열 전달 용량을 갖는 플레이트형 히트 파이프 또는 증기 챔버일 수 있다. 또한 히트 싱크(40)는 작동 유체의 통과를 위해 유동 채널이 한정되어 있는 냉각 플레이트일 수 있다. 또한 히트 싱크(40)는 구리 또는 그의 합금과 같은 고도의 열 전도성 재료로 제조될 수 있다.
- [0020] 열 관리 조성물은, 측벽들에 의해 둘러싸인 적어도 하나의 개구를 갖는 침착 도구를 통해 조성물을 가압함으로써, LED 장착 회로 기판의 하부 표면(210)에 또는 히트 싱크의 상부 표면(412) 상에 적용될 수 있다. 측벽들의 높이들은 침착 도구의 평균 높이와 비교해 침착 도구 상의 개구들의 주변부의 적어도 일부분 주위에서

감소된다. 예를 들어, 열 관리 조성물은, 인쇄와 같은 공정에 의해, LED 장착 회로 기판의 하부 표면 상에 또는 히트 싱크의 표면 상에 적용될 수 있다. 적합한 인쇄 공정의 예에는 다운-스텝 스텐실에 의해 예시되는 침착 도구를 사용하는 스텐실 인쇄, 및 복수의 개구 - 각각의 개구는 측벽들에 의해 둘러싸임 - 을 갖는 스크린(screen)에 의해 예시되는 침착 도구를 사용하는 스크린 인쇄가 포함된다. 측벽들의 높이들은 스크린의 평균 두께와 비교해 스크린 상의 각각의 개구의 주변부의 적어도 일부분 주위에서 감소된다. 적합한 다운-스텝 스텐실의 예가 도 4a, 도 4b, 도 4c, 및 도 4d에 도시되어 있다. 도 4a는 복수의 정사각형 개구(401)를 포함하는 다운-스텝 스텐실(400)의 평면도를 나타낸다. 각각의 개구(401)는 후방 에지 주위에 에칭된 영역(402)을 갖는다. 에칭된 영역(402)은 높이(402z)가 나머지 스텐실(400)의 높이(400z)보다 작다. 당업자는, 선택되는 정확한 스텐실 구성이, 플랫-탑(flat-top) 침착물을 형성하는 데 선택된 조성물 및 요구되는 플랫-탑 침착물의 크기 및 형상을 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우됨을 알 것이다. 스텐실은 도 4a에 도시된 바와 같이 정사각형 모서리를 갖는 개구 또는 둥근 모서리를 갖는 개구를 가질 수 있다. 스텐실은 대안적으로 각각의 개구의 전체 주변부를 둘러싸는 에칭된 영역을 가질 수 있다. 스텐실은 선택적으로 전해연마될(electropolished) 수 있다.

[0021] 일단 침착된 열 관리 조성물은 임의의 편리한 수단에 의해, 예를 들어, 경화에 의해 경질화될 수 있다. 적합한 경화성 실리콘 조성물은, 하이드로실릴화 또는 퍼옥사이드 경화성 실리콘 조성물로서,

[0022] (A) 분자당 평균 2개 이상의 지방족 불포화 유기 기들을 갖는 폴리오르가노실록산 베이스 중합체,

[0023] 선택적으로 (B) 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 수소 원자들을 갖는 가교결합체,

[0024] (C) 하이드로실릴화 반응 촉매 및 퍼옥사이드 경화 촉매들로부터 선택되는 촉매,

[0025] (D) 열 전도성 충전제, 및 선택적으로

[0026] (E) 조성물의 경화를 방해하지 않으며 성분 (A)에 용해성인 유기 가소제를 포함하는, 하이드로실릴화 또는 퍼옥사이드 경화성 실리콘 조성물이다.

[0027] 열 관리 조성물은, 예를 들어, 하이드로실릴화 또는 퍼옥사이드 경화에 의해 경화가능할 수 있다. 하이드로실릴화 경화성 조성물에서는, 성분 (B)가 존재한다. 퍼옥사이드 경화성 조성물에서는, 성분 (B)가 선택적이다.

[0028] 하이드로실릴화 경화성 조성물

[0029] 하이드로실릴화 경화성 조성물은 100 중량부의 (A') 분자당 평균 2개 이상의 지방족 불포화 유기 기들을 갖는 폴리오르가노실록산 베이스 중합체; (B') 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 수소 원자들을 갖는 가교결합체, 예를 들어, 실란 또는 실록산; 및 조성물의 경화를 개시하기에 충분한 양의 (C') 백금족 금속 촉매를 포함할 수 있으며, 여기서, 성분 및 양은 조성물을 경화하여 제조되는 경화된 실리콘이 실리콘 고무가 되도록 선택될 수 있다.

[0030] 성분 (A') 베이스 중합체

[0031] 하이드로실릴화 경화성 조성물의 성분 (A')는 분자당 평균 2개 이상의 지방족 불포화 유기 기들을 갖는 폴리오르가노실록산을 포함할 수 있다. 성분 (A')는 선형 또는 분지형 구조를 가질 수 있다. 성분 (A')는 단일중합체 또는 공중합체일 수 있다. 지방족 불포화 유기 기는, 비닐, 알릴, 부테닐, 및 헥세닐에 의해 예시되지만 이로 한정되지 않는 알케닐일 수 있다. 불포화 유기 기는 에티닐, 프로피닐, 및 부티닐에 의해 예시되지만 이로 한정되지 않는 알키닐 기일 수 있다. 성분 (A') 중의 지방족 불포화 유기 기는 말단 위치, 펜던트 위치 또는 말단 위치와 펜던트 위치 둘 모두에 위치할 수 있다.

[0032] 성분 (A') 중의 나머지 규소 결합된 유기 기는 지방족 불포화성이 없는 1가 유기 기일 수 있다. 이들 1가 유기 기는 1 내지 20개의 탄소 원자, 대안적으로 1 내지 10개의 탄소 원자를 가질 수 있으며, 알킬 기, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸, 운데실, 및 옥타데실; 사이클로알킬 기, 예를 들어, 사이클로펜틸 및 사이클로헥실; 및 방향족 기, 예를 들어, 페닐, 톨릴, 자일릴, 벤질, 및 2-페닐에틸에 의해 예시되지만 이로 한정되지 않는다.

[0033] 성분 (A')는

[0034] [화학적 구조식 I]

[0035]
$$R_1R_2SiO(R_1R_2SiO)_d(RR_1R_2SiO)_eSiR_1R_2,$$

- [0036] [화학식 II]:
- [0037] $R^1_3SiO(R^1_2SiO)_f(R^1R^2SiO)_gSiR^1_3$, 또는 이들의 조합의 폴리오르가노실록산을 포함할 수 있다.
- [0038] 화학식 I 및 화학식 II에서, 각각의 R^1 은 독립적으로 지방족 불포화성이 없는 1가 유기 기이고, 각각의 R^2 는 독립적으로 지방족 불포화 유기 기이다. 하첨자 d는 2 이상의 평균값을 가지며, 대안적으로 하첨자 d는 2 내지 2000 범위의 값을 가질 수 있다. 하첨자 e는 0 또는 양수일 수 있다. 대안적으로, 하첨자 e는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가질 수 있다. 하첨자 f는 0 또는 양수일 수 있다. 대안적으로, 하첨자 f는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가질 수 있다. 하첨자 g는 2 이상의 평균값을 갖는다. 대안적으로 하첨자 g는 2 내지 2000 범위의 평균값을 가질 수 있다. R1을 위해 적합한 1가 유기 기에는, 알킬, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸, 운데실, 및 옥타데실; 사이클로알킬, 예를 들어, 사이클로펜틸 및 사이클로헥실; 및 아릴, 예를 들어, 페닐, 톨릴, 자일릴, 벤질, 및 2-페닐에틸이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 각각의 R^2 는 독립적으로 지방족 불포화 1가 유기 기이다. R^2 는 알케닐 기, 예를 들어, 비닐, 알릴, 및 부테닐, 및 알키닐 기, 예를 들어, 에티닐 및 프로피닐에 의해 예시된다.
- [0039] 성분 (A')는 폴리다이오르가노실록산, 예를 들어, i) 다이메틸비닐실록시-중결된 폴리다이메틸실록산, ii) 다이메틸비닐실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸비닐실록산), iii) 다이메틸비닐실록시-중결된 폴리메틸비닐실록산, iv) 트라이메틸실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸비닐실록산), v) 트라이메틸실록시-중결된 폴리메틸비닐실록산, vi) 다이메틸비닐실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸페닐실록산), vii) 다이메틸비닐실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/다이페닐실록산), viii) 페닐, 메틸, 비닐-실록시-중결된 폴리다이메틸실록산, ix) 다이메틸헥세닐실록시-중결된 폴리다이메틸실록산, x) 다이메틸헥세닐실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸헥세닐실록산), xi) 다이메틸헥세닐실록시-중결된 폴리메틸헥세닐실록산, xii) 트라이메틸실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸헥세닐실록산), xiii) 이들의 조합을 포함할 수 있다.
- [0040] 성분 (A')로서 사용하기에 적합한 폴리다이오르가노실록산 유체를 제조하는 방법, 예를 들어, 상응하는 유기할로실란의 가수분해 및 축합, 또는 환형 폴리다이오르가노실록산의 평형화가 본 기술 분야에 잘 알려져 있다.
- [0041] 상기한 폴리다이오르가노실록산에 더하여, 성분 (A')는 $R^3_3SiO_{1/2}$ 단위 및 $SiO_{4/2}$ 단위로 본질적으로 이루어지는 MQ 수지, $R^3SiO_{3/2}$ 단위 및 $R^3_2SiO_{2/2}$ 단위로 본질적으로 이루어지는 TD 수지, $R^3_3SiO_{1/2}$ 단위 및 $R^3SiO_{3/2}$ 단위로 본질적으로 이루어지는 MT 수지, $R^3_3SiO_{1/2}$ 단위, $R^3SiO_{3/2}$ 단위, 및 $R^3_2SiO_{2/2}$ 단위로 본질적으로 이루어지는 MTD 수지, 또는 이들의 조합과 같은 수지를 추가로 포함할 수 있다.
- [0042] 각각의 R^3 은 1가 유기 기이다. R^3 으로 나타내어지는 1가 유기 기는 1 내지 20개의 탄소 원자를 가질 수 있다. 1가 유기 기의 예에는, 1가 탄화수소 기 및 1가 할로젠화 탄화수소 기가 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 1가 탄화수소 기에는 알킬, 예를 들어 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸, 운데실, 및 옥타데실; 사이클로알킬, 예를 들어 사이클로헥실; 알케닐, 예를 들어 비닐, 알릴, 부테닐, 및 헥세닐; 알키닐, 예를 들어 에티닐, 프로피닐, 및 부티닐; 및 아릴, 예를 들어, 페닐, 톨릴, 자일릴, 벤질, 및 2-페닐에틸이 포함되지만 이로 한정되지 않는다.
- [0043] 수지는 평균 3 내지 30 몰%의 지방족 불포화 유기 기를 함유할 수 있다. 지방족 불포화 유기 기는 알케닐 기, 알키닐 기, 또는 이들의 조합일 수 있다. 수지 중 지방족 불포화 유기 기의 몰%는 수지 중 실록산 단위의 총 몰수에 대한 수지 중 불포화 기-함유 실록산 단위의 몰 수의 비에 100을 곱한 것이다.
- [0044] 수지의 제조 방법은 본 기술 분야에 잘 알려져 있다. 예를 들어, 다우트(Daudt) 등의 실리카 하이드로졸 캡핑 공정에 의해 생성된 수지 공중합체를 적어도 알케닐-함유 말단블로킹(endblocking) 시약으로 처리함으로써 수지를 제조할 수 있다. 다우트 등의 방법은 미국 특허 제2,676,182호에 개시되어 있다.
- [0045] 간단히 말하면, 다우트 등의 방법은 산성 조건 하에서 실리카 하이드로졸을 가수분해성 트라이유기실란, 예를 들어 트라이메틸클로로실란, 실록산, 예를 들어 헥사메틸다이실록산, 또는 이들의 혼합물과 반응시키는 단계, 및 M 및 Q 단위를 갖는 공중합체를 회수하는 단계를 포함한다. 생성된 공중합체는 일반적으로 2 내지 5 중량%의 하이드록실 기를 함유한다.

- [0046] 전형적으로 2 중량% 미만의 규소 결합된 하이드록실 기를 함유하는 수지는 다우트 등의 생성물을, 최종 생성물 중에 3 내지 30 몰%의 불포화 유기 기를 제공하기에 충분한 양으로, 불포화 유기 기-함유 말단블로킹제 및 지방족 불포화성이 없는 말단블로킹제와 반응시킴으로써 제조될 수 있다. 말단블로킹제의 예에는, 실라잔, 실록산, 및 실란이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 적합한 말단블로킹제는 본 기술 분야에 공지되어 있으며 미국 특허 제4,584,355호; 제4,591,622호; 및 제4,585,836호에 예시되어 있다. 단일 말단블로킹제 또는 그러한 말단블로킹제들의 혼합물이 수지를 제조하는 데 사용될 수 있다.
- [0047] 성분 (A')는 1종의 단일 베이스 중합체, 또는 하기 특성들 중 적어도 하나가 상이한 2종 이상의 베이스 중합체를 포함하는 배합물일 수 있다: 구조, 점도, 평균 분자량, 실록산 단위, 및 배열(sequence).
- [0048] 성분 (B') 가교결합제
- [0049] 하이드로실릴화 경화 패키지 중 성분 (B')는 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 수소 원자들을 갖는 실란 또는 유기하이드로젠폴리실록산일 수 있다. 하이드로실릴화 경화성 조성물 중 성분 (B')의 양은 성분 (B')의 SiH 함량, 성분 (A')의 불포화 기 함량, 및 요구되는 조성물의 경화된 생성물의 특성을 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우되지만, 성분 (B')의 양은 0.3:1 내지 5:1 범위의, 성분 (B')중 SiH 기 대 성분 (A') 중 지방족 불포화 유기 기의 몰 비 (보통 SiH:Vi 비로 지칭됨)를 제공하기에 충분할 수 있다. 성분 (B')는 단일중합체 또는 공중합체일 수 있다. 성분 (B')는 선형, 분지형, 환형, 또는 수지질(resinous) 구조를 가질 수 있다. 성분 (B') 중 규소 결합된 수소 원자는 말단 위치, 펜던트 위치 또는 말단 위치와 펜던트 위치 둘 모두에 위치할 수 있다.
- [0050] 성분 (B')는 $\text{HR}^4_2\text{SiO}_{1/2}$, $\text{R}^4_3\text{SiO}_{1/2}$, $\text{HR}^4\text{SiO}_{2/2}$, $\text{R}^4_2\text{SiO}_{2/2}$, $\text{R}^4\text{SiO}_{3/2}$, 및 $\text{SiO}_{4/2}$ 단위를 포함하지만 이로 한정되지 않는 실록산을 포함할 수 있다. 전술한 화학식에서, 각각의 R^4 는 독립적으로 지방족 불포화성이 없는 1가 유기 기로부터 선택된다.
- [0051] 성분 (B')는
- [0052] [화학식 III]
- [0053] $\text{R}^4_3\text{SiO}(\text{R}^4_2\text{SiO})_h(\text{R}^4\text{HSiO})_i\text{SiR}^4_3$,
- [0054] [화학식 IV]
- [0055] $\text{R}^4_2\text{HSiO}(\text{R}^4_2\text{SiO})_j(\text{R}^4\text{HSiO})_k\text{SiR}^4_2\text{H}$, 또는
- [0056] 이들의 조합의 화합물을 포함할 수 있다.
- [0057] 상기 화학식 III 및 화학식 IV에서, 하첨자 h는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 i는 2 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 j는 0 내지 2000 범위의 평균값을 가지고, 하첨자 k는 0 내지 2000 범위의 평균값을 갖는다. 각각의 R^9 는 독립적으로 1가 유기 기이다. 적합한 1가 유기 기에는 알킬, 예를 들어, 메틸, 에틸, 프로필, 펜틸, 옥틸, 운데실, 및 옥타데실; 사이클로알킬, 예를 들어, 사이클로펜틸 및 사이클로헥실; 알케닐, 예를 들어, 비닐, 알릴, 부테닐, 및 헥세닐; 알키닐, 예를 들어, 에티닐, 프로피닐, 및 부티닐; 및 아릴, 예를 들어, 페닐, 톨릴, 자일릴, 벤질, 및 2-페닐에틸이 포함된다.
- [0058] 성분 (B')는,
- [0059] a) 다이메틸하이드로젠실록시-중결된 폴리다이메틸실록산,
- [0060] b) 다이메틸하이드로젠실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸하이드로젠실록산),
- [0061] c) 다이메틸하이드로젠실록시-중결된 폴리메틸하이드로젠실록산,
- [0062] d) 트라이메틸실록시-중결된 폴리(다이메틸실록산/메틸하이드로젠실록산),
- [0063] e) 트라이메틸실록시-중결된 폴리메틸하이드로젠실록산,
- [0064] f) $\text{H}(\text{CH}_3)_2\text{SiO}_{1/2}$ 단위 및 $\text{SiO}_{4/2}$ 단위로 본질적으로 이루어지는 수지, 및

- [0065] g) 이들의 조합에 의해 예시된다.
- [0066] 성분 (B')는 하기 특성들 중 적어도 하나가 상이한 2종 이상의 유기하이드로겐폴리실록산의 배합물일 수 있다: 구조, 평균 분자량, 점도, 실록산 단위, 및 배열. 비교적 낮은 중합도 (예를 들어, 3 내지 50의 범위의 DP)를 갖는 다이메틸하이드로겐실록시-종결된 폴리다이메틸실록산은 보통 사슬 증량제(chain extender)로서 지칭되며, 성분 (B')의 일부는 사슬 증량제일 수 있다.
- [0067] 성분 (B')로서 사용하기에 적합한 선형, 분지형, 및 환형 유기하이드로겐폴리실록산을 제조하는 방법, 예를 들어, 유기할로실란의 가수분해 및 축합이 본 기술 분야에 잘 알려져 있다. 성분 (B')로서 사용하기에 적합한 유기하이드로겐폴리실록산 수지를 제조하는 방법이 또한 미국 특허 제5,310,843호; 제4,370,358호; 및 제 4,707,531호에 예시된 바와 같이 잘 알려져 있다.
- [0068] 성분 (C') 하이드로실릴화 촉매
- [0069] 하이드로실릴화 경화성 조성물의 성분 (C')는 하이드로실릴화 촉매이다. 성분 (C')는 경화성 조성물의 중량을 기준으로 백금족 금속의 중량이 0.1 ppm 내지 1000 ppm, 대안적으로 1 내지 500 ppm, 대안적으로 2 내지 200, 대안적으로 5 내지 150 ppm의 범위일 수 있는 양으로 하이드로실릴화 경화성 조성물에 첨가된다.
- [0070] 적합한 하이드로실릴화 촉매는 본 기술 분야에 잘 알려져 있으며 구매가능하다. 성분 (C')는 백금, 로듐, 루테튬, 팔라듐, 오스뮴 또는 이리듐 금속으로부터 선택되는 백금족 금속, 또는 그의 유기금속 화합물, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 성분 (C')는 화합물, 예를 들어, 염화백금산, 염화백금산 옥수화물, 이염화백금, 및 상기 화합물들과 저분자량 유기폴리실록산의 착물, 또는 매트릭스 또는 코어셸 유형 구조 중에 마이크로캡슐화된 백금 화합물에 의해 예시된다. 백금과 저분자량 유기폴리실록산의 착물에는 백금과의 1,3-다이에테닐-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산 착물이 포함된다. 이러한 착물은 수지 매트릭스 중에 마이크로캡슐화될 수 있다. 대안적으로, 촉매는 백금과의 1,3-다이에테닐-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산 착물을 포함할 수 있다. 촉매가 저분자량 유기폴리실록산과의 백금 착물인 경우에, 촉매의 양은 경화성 실리콘 조성물의 중량을 기준으로 0.04 내지 0.4%의 범위일 수 있다.
- [0071] 성분 (C')에 적합한 하이드로실릴화 촉매는, 예를 들어, 미국 특허 제3,159,601호; 제3,220,972호; 제 3,296,291호; 제3,419,593호; 제3,516,946호; 제3,814,730호; 제3,989,668호; 제4,784,879호; 제5,036,117호; 및 제5,175,325호와 유럽 특허 제0 347 895 B호에 기재되어 있다. 마이크로캡슐화된 하이드로실릴화 촉매 및 그의 제조 방법은 미국 특허 제4,766,176호; 및 미국 특허 제5,017,654호에 예시된 바와 같이 본 기술 분야에 공지되어 있다.
- [0072] 퍼옥사이드 경화성 조성물
- [0073] 대안적으로, 퍼옥사이드 경화성 조성물은: 100 중량부의 (A") 베이스 중합체, 선택적으로, 조성물을 경화시키기 위해 충분한 양의 (B") 가교결합제, 및 조성물의 경화를 촉진하기에 충분한 양의 (C") 퍼옥사이드 촉매를 포함할 수 있으며, 여기서, 성분 및 양은 조성물의 경화된 생성물이 실리콘 고무일 수 있도록 선택된다.
- [0074] 성분 (A") 베이스 중합체
- [0075] 퍼옥사이드 경화 패키지의 성분 (A")는 분자당 평균 2개 이상의 지방족 불포화 유기 기들을 갖는 폴리다이오르가노실록산, 예를 들어, 하이드로실릴화 경화 패키지의 성분 (A')로서 상기에 기재된 폴리오르가노실록산을 포함할 수 있다.
- [0076] 선택적인 성분 (B") 가교결합제
- [0077] 성분 (B")는 이러한 조성물을 경화시켜 제조되는 경화된 실리콘의 압축 변형(compression set)을 개선하기(감소시키기) 위해 선택적으로 퍼옥사이드 경화성 조성물에 첨가될 수 있는 가교결합제이다. 퍼옥사이드 경화성 조성물 중 성분 (B")의 양은 성분 (B")의 SiH 함량, 성분 (A")의 불포화 기 함량, 및 요구되는 조성물의 경화된 생성물의 특성을 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우되지만, 성분 (B")의 양은 0.3:1 내지 5:1 범위의, 성분 (B") 중 SiH 기 대 성분 (A") 중 지방족 불포화 유기 기의 몰 비 (보통 SiH:Vi 비로 지칭됨)를 제공하기에 충분할 수 있다. 조성물 중 성분 (B")의 양은 성분 (A") 100 중량부당 0 내지 15 (중량)부의 범위일 수 있다. 성분 (B")는 분자당 평균 2개 이상의 규소 결합된 수소 원자들을 갖는 폴리다이오르가노하이드로겐실록산을 포함할 수 있다. 성분 (B")는 하이드로실릴화 경화성 조성물에서 성분 (B')로서 기재된 폴리다이오르가노하이드로겐실록산에 의해 예시된다.

[0078] 성분 (C") 촉매

[0079] 퍼옥사이드 경화성 조성물 중 성분 (C")는 퍼옥사이드 화합물을 포함한다. 조성물에 첨가되는 성분 (C")의 양은 성분 (C")를 위해 선택되는 특정 퍼옥사이드 화합물에 따라 좌우되지만, 그 양은 성분 (A") 100 중량부당 0.2 내지 5 (중량)부의 범위일 수 있다. 성분 (C")를 위해 적합한 퍼옥사이드 화합물의 예에는 2,4-다이클로로벤조일 퍼옥사이드, 다이쿠밀 퍼옥사이드, 및 이들의 조합뿐만 아니라; 그러한 퍼옥사이드와 벤조에이트 화합물, 예를 들어, 3차-부틸 퍼벤조에이트의 배합물이 포함되지만 이로 한정되지 않는다. 적합한 퍼옥사이드 경화성 조성물이 본 기술 분야에 공지되어 있으며, 예를 들어, 미국 특허 제4,774,281호에 개시되어 있다.

[0080] 성분 (D) 열 전도성 충전제

[0081] 성분 (D)는 열 전도성 충전제이다. 성분 (D)는 열 전도성 및 전기 전도성 둘 모두일 수 있다. 대안적으로, 성분 (D)는 열 전도성이고 전기 절연성일 수 있다. 성분 (D)는 질화알루미늄, 산화알루미늄, 알루미늄 삼수화물, 티탄산바륨, 산화베릴륨, 질화붕소, 탄소 섬유들, 다이아몬드, 흑연, 수산화마그네슘, 산화마그네슘, 금속 미립자, 옹크스(onyx), 탄화규소, 탄화텅스텐, 산화아연, 및 이들의 조합으로부터 선택될 수 있다. 성분 (D)는 금속성 충전제, 무기 충전제, 용융성 충전제, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 금속성 충전제는 금속 입자, 및 입자의 표면 상에 층을 갖는 금속 입자를 포함한다. 이러한 층은, 예를 들어, 입자의 표면 상의 금속 질화물 층 또는 금속 산화물 층일 수 있다. 적합한 금속성 충전제는 알루미늄, 구리, 금, 니켈, 은, 및 이들의 조합으로부터 선택되는 금속의 입자, 및 대안적으로 알루미늄의 입자에 의해 예시된다. 적합한 금속성 충전제는, 질화알루미늄, 산화알루미늄, 산화구리, 산화니켈, 산화은, 및 이들의 조합으로부터 선택되는 층을 표면 상에 갖는 상기에 열거된 금속의 입자에 의해 추가로 예시된다. 예를 들어, 금속성 충전제는 산화알루미늄 층을 표면 상에 갖는 알루미늄 입자를 포함할 수 있다.

[0082] 무기 충전제는 옹크스; 알루미늄 삼수화물, 금속 산화물, 예를 들어, 산화알루미늄, 산화베릴륨, 산화마그네슘, 및 산화아연; 질화물, 예를 들어, 질화알루미늄 및 질화붕소; 탄화물, 예를 들어, 탄화규소 및 탄화텅스텐; 및 이들의 조합에 의해 예시된다. 대안적으로, 무기 충전제는 산화알루미늄, 산화아연, 및 이들의 조합에 의해 예시된다. 용융성 충전제는 Bi, Ga, In, Sn, 또는 이들의 합금을 포함할 수 있다. 용융성 충전제는 선택적으로 Ag, Au, Cd, Cu, Pb, Sb, Zn, 또는 이들의 조합을 추가로 포함할 수 있다. 적합한 용융성 충전제의 예에는 Ga, In-Bi-Sn 합금, Sn-In-Zn 합금, Sn-In-Ag 합금, Sn-Ag-Bi 합금, Sn-Bi-Cu-Ag 합금, Sn-Ag-Cu-Sb 합금, Sn-Ag-Cu 합금, Sn-Ag 합금, Sn-Ag-Cu-Zn 합금, 및 이들의 조합이 포함된다. 용융성 충전제는 용점이 50℃ 내지 250℃, 대안적으로 150℃ 내지 225℃의 범위일 수 있다. 용융성 충전제는 공정 합금(eutectic alloy), 비공정 합금, 또는 순수 금속일 수 있다. 용융성 충전제는 구매가능하다.

[0083] 예를 들어, 용융성 충전제는 미국 뉴욕주 우티카 소재의 인듐 코퍼레이션 오브 아메리카(Indium Corporation of America); 미국 로드아일랜드주 프로비던스 소재의 아르코늄(Arconium); 및 미국 로드아일랜드주 크랜스톤 소재의 에이아이엠 솔더(AIM Solder)로부터 입수할 수 있다. 알루미늄 충전제는, 예를 들어, 미국 일리노이주 네이퍼빌 소재의 토알 아메리카(Toyal America) 및 미국 캘리포니아주 스톡턴 소재의 발리메트 인크(Valimet Inc.)로부터 구매가능하다. 은 충전제는 미국 매사추세츠주 애틀보로 소재의 메탈러 테크놀로지스 유에스에이 코퍼레이션(Metalor Technologies U.S.A. Corp.)으로부터 구매가능하다.

[0084] 열 전도성 충전제는 본 기술 분야에 공지되어 있고 구매가능하며, 예를 들어, 미국 특허 제6,169,142호 (4 컬럼, 7 내지 33행)를 참조한다. 예를 들어, CB-A20S 및 A1-43-Me는 쇼와-덴코(Showa-Denko)로부터 구매가능한, 상이한 입자 크기의 산화알루미늄 충전제이며, AA-04, AA-2, 및 AA-18은 스미토모 케미칼 컴퍼니(Sumitomo Chemical Company)로부터 구매가능한 산화알루미늄 충전제이다. 산화아연, 예를 들어, 상표명 KADOX(등록상표) 및 XX(등록상표)를 갖는 산화 아연이 미국 펜실베이니아주 모나카 소재의 호스헤드 코퍼레이션(Horsehead Corporation)으로부터 구매가능하다.

[0085] 열 전도성 충전제 입자의 형상은 특별히 제한되지 않으나, 원형 또는 구형 입자는, 조성물 중 열 전도성 충전제의 하중이 클 때 바람직하지 않은 수준으로 점도가 증가하는 것을 방지할 수 있다.

[0086] 성분 (D)는 단일의 열 전도성 충전제, 또는 입자 형상, 평균 입자 크기, 입자 크기 분포, 및 충전제의 유형과 같은 특성들 중 적어도 하나가 상이한 2종 이상의 열 전도성 충전제의 배합물일 수 있다. 예를 들어, 더 큰 평균 입자 크기를 갖는 제1 산화알루미늄과 더 작은 평균 입자 크기를 갖는 제2 산화알루미늄과 같이, 무기 충전제들의 배합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다. 대안적으로, 예를 들어, 더 큰 평균 입자 크기를 갖는 산화알루미늄과 더 작은 평균 입자 크기를 갖는 산화아연의 배합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다.

대안적으로, 더 큰 평균 입자 크기를 갖는 제1 알루미늄 및 더 작은 평균 입자 크기를 갖는 제2 알루미늄과 같이, 금속성 충전제들의 배합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다. 대안적으로, 금속성 충전제와 무기 충전제의 배합물, 예를 들어, 알루미늄 충전제와 산화알루미늄 충전제의 배합물; 알루미늄 충전제와 산화아연 충전제의 배합물; 또는 알루미늄 충전제, 산화알루미늄 충전제, 및 산화아연 충전제의 배합물을 사용하는 것이 바람직할 수 있다. 더 큰 평균 입자 크기를 갖는 제1 충전제, 및 제1 충전제보다 더 작은 평균 입자 크기를 갖는 제2 충전제의 사용은 패킹 효율(packing efficiency)을 개선할 수 있으며, 점도를 감소시킬 수 있고, 열전달을 향상시킬 수 있다.

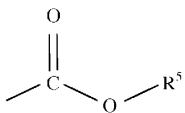
[0087] 열 전도성 충전제의 평균 입자 크기는 성분 (D)를 위해 선택되는 열 전도성 충전제의 유형 및 경화성 조성물에 첨가되는 정확한 양뿐만 아니라 조성물의 경화된 생성물이 TIM으로서 사용되는 경우 경화된 생성물이 사용될 장치의 접합층(bondline) 두께를 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우될 것이다. 그러나, 열 전도성 충전제는 평균 입자 크기가 0.1 마이크로미터 내지 80 마이크로미터, 대안적으로 0.1 마이크로미터 내지 50 마이크로미터, 및 대안적으로 0.1 마이크로미터 내지 10 마이크로미터의 범위일 수 있다.

[0088] 조성물 중 성분 (D)의 양은, 조성물을 위해 선택되는 실리콘 경화 메커니즘 및 성분 (D)를 위해 선택되는 열 전도성 충전제를 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우된다. 그러나, 성분 (D)의 양은 조성물의 부피를 기준으로 30% 내지 80%, 대안적으로 50% 내지 75%의 범위일 수 있다. 이론에 의해 구해되고자 함이 없이, 충전제의 양이 80% 초과인 경우에는, 조성물이 가교결합하여, 몇몇 응용에 불충분한 치수 완전성(dimensional integrity)을 갖는 경화된 실리콘을 형성할 수 있고, 충전제의 양이 30% 미만인 경우에는, 조성물로부터 제조되는 경화된 실리콘이 TIM 응용에 불충분한 열 전도도를 가질 수 있는 것으로 생각된다.

[0089] 성분 (E) 유기 가소제

[0090] 본 조성물은 유기 가소제를 함유한다. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 유기 가소제는 조성물을 경화시켜 제조되는 경화된 실리콘의 압축 변형 특성을 개선할 수 있다. 가소제는 분자당 평균 1개 이상의, 하기 화학식 (V)의 기를 갖는다:

[0091] [화학식 V]

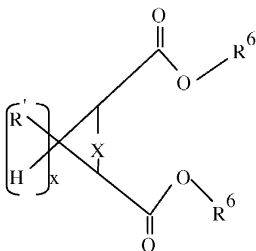


[0092]

[0093] 여기서, R^5 는 수소 원자 또는 1가 유기 기를 나타낸다. 대안적으로, R^5 는 분지형 또는 선형 1가 탄화수소 기를 나타낼 수 있다. 1가 유기 기는 분지형 또는 선형 1가 탄화수소 기, 예를 들어, 4 내지 15개의 탄소 원자, 대안적으로 9 내지 12개의 탄소 원자의 알킬 기일 수 있다. 적합한 가소제는 아디페이트, 카르복실레이트, 프탈레이트, 및 이들의 조합으로부터 선택될 수 있다.

[0094] 대안적으로, 가소제는 환형 탄화수소의 탄소 원자에 결합된, 분자당 평균 2개 이상의, 화학식 V의 기를 가질 수 있다. 가소제는 하기 일반 화학식 VI을 가질 수 있다:

[0095] [화학식 VI]



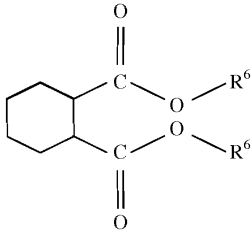
[0096]

[0097] 화학식 VI에서, 기 X는 3개 이상의 탄소 원자, 대안적으로 3 내지 15개의 탄소 원자를 갖는 환형 탄화수소기를 나타낸다. (하첨자 x는 1 내지 12 범위의 값을 가질 수 있다.) 기 X는 포화될 수 있거나 또는 방향족일 수 있다. 각각의 R는 독립적으로 수소 원자, 또는 분지형 또는 선형 1가 유기 기이다. R를 위한 1가 유기 기는 메틸, 에틸, 또는 부틸과 같은 알킬 기일 수 있다. 대안적으로, R를 위한 1가 유기 기는 에스테르 작용기일 수

있다. 각각의 R^6 은 독립적으로 분지형 또는 선형 1가 탄화수소 기, 예를 들어, 4 내지 15개의 탄소 원자의 알킬 기이다.

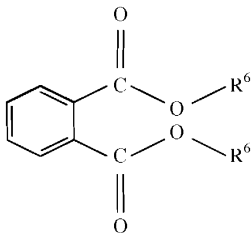
[0098] 화학식 VI의 유기 가소제의 예는 하기에 기술된 화학식 VII, 화학식 VIII, 화학식 IX, 또는 화학식 X를 가질 수 있다.

[0099] [화학식 VII]



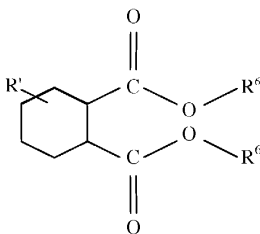
[0100]

[0101] [화학식 VIII]



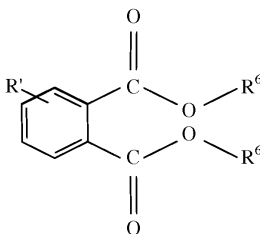
[0102]

[0103] [화학식 IX]



[0104]

[0105] [화학식 X]



[0106]

[0107] 화학식 VIII, 화학식 IX, 화학식 X, 및 화학식 XI에서, R^6 은 상기에 기재된 바와 같다. 화학식 VII 및 화학식 VIII은 화학식 VII의 사이클로알킬 기 및 화학식 VIII의 아릴 기가 불포화된 경우를 나타낸다. 화학식 IX 및 화학식 X는 화학식 IX의 사이클로알킬 기 및 화학식 X의 아릴 기가 유기 기로 치환될 수 있음을 나타내는데, 화학식 VII의 사이클로알킬 기 또는 화학식 VIII의 아릴 기 내의 구성원 원자에 결합된 하나 이상의 수소 원자가 R' 에 의해 나타내어지는 다른 1가 유기 기로 치환된 것으로 표시된다. 각각의 R' 는 메틸, 에틸, 또는 부틸과 같은 알킬 기일 수 있다. 대안적으로, R' 를 위한 1가 유기 기는 에스테르 작용기일 수 있다.

[0108] 적합한 가소제는 본 기술 분야에 공지되어 있으며 구매가능하다. 가소제는 비스(2-에틸헥실) 테레프탈레이트; 비스(2-에틸헥실)-1,4-벤젠다이카르복실레이트; 2-에틸헥실 메틸-1,4-벤젠다이카르복실레이트; 1,2-사이클로헥산다이카르복실산, 다이노닐 에스테르, 분지형 및 선형; 비스(2-프로필헥틸) 프탈레이트; 다이아이소노닐 아디

페이트; 트라이옥틸 트라이멜리테이트; 트라이에틸렌 글리콜 비스(2-에틸헥사노에이트); 다이(2-에틸헥실) 프탈레이트; 트라이아세틴; 비스(2-에틸헥실) 아디페이트; 다이메틸 프탈레이트; 다이에틸 프탈레이트; 다이부틸 프탈레이트; 다이-2-에틸헥실아디페이트; 1,2, 4-벤젠트라이카르복실산, 트리스(2-에틸헥실) 에스테르; 지방산 에스테르; 및 이들의 조합을 포함할 수 있다. 대안적으로, 가소제는 비스(2-에틸헥실) 테레프탈레이트; 비스(2-에틸헥실)-1,4-벤젠다이카르복실레이트; 2-에틸헥실 메틸-1,4-벤젠다이카르복실레이트; 1,2 사이클로헥산다이카르복실산, 다이노닐 에스테르, 분지형 및 선형; 비스(2-프로필헵틸) 프탈레이트; 다이아이소노닐 아디페이트; 및 이들의 조합으로부터 선택될 수 있다. 적합한 가소제 및 그의 상업적 공급처의 예에는 하기 표 1에 열거된 것들이 포함된다.

[0109] 조성물에 첨가되는 가소제의 양은 선택된 가소제의 유형 및 조성물의 다른 성분들을 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우된다. 가소제는 조성물에 용해성일 수 있다. 가소제는, 조성물의 경화 반응을 가소제가 방해하지 않도록 선택될 수 있다. 그러나, 가소제의 양은 하기에 기재된 베이스 중합체와 가교결합체의 배합물을 기준으로 2 중량% 내지 50 중량%, 대안적으로 3 중량% 내지 25 중량%의 범위일 수 있다. 이론에 의해 구애되고자 함이 없이, 2 중량% 미만은 조성물을 경화시켜 제조되는 경화된 실리콘의 압축 변형을 개선하기에 불충분할 수 있으며, 50 중량% 초과는 조성물에 불용성일 수 있어서, 안정성의 손실 또는 조성물을 경화시켜 제조되는 경화된 실리콘으로부터의 가소제의 블리딩(bleeding)을 야기할 수 있는 것으로 생각된다.

표 1

제품명	중량%	성분	CAS 등록 번호
이스트맨(Eastman)(TM) 425 가소제	75%	비스(2-에틸헥실) 테레프탈레이트	6422-86-2
이스트맨(TM) 168 가소제	>98%	비스(2-에틸헥실)-1,4-벤젠다이카르복실레이트	6422-86-2
	<2%	2-에틸헥실 메틸-1,4-벤젠다이카르복실레이트	63468-13-3
이스트맨(TM) 168-CA 가소제	>97%	비스(2-에틸헥실)-1,4-벤젠다이카르복실레이트	6422-86-2
	<2%	2-에틸헥실 메틸-1,4-벤젠다이카르복실레이트	63468-13-3
바스프(BASF) 헥사몰(Hexamoll) *DINCH	>99.5%	1,2 사이클로헥산다이카르복실산, 다이노닐 에스테르, 분지형 및 선형	474919-59-0
바스프 팔라티놀(Palatinol)(등록상표) DPHP	99.9%	비스(2-프로필헵틸) 프탈레이트 또는 다이- (2-프로필 헵틸) 프탈레이트	53306-54-0
바스프 팔라몰(Palamoll) 652	96.0%	PMN00-0611	208945-13-5
	4.0%	다이아이소노닐 아디페이트	33703-08-1
이스트맨 168 익스트림(Xtreme) (TM) 가소제	100%	가소제	불명
이스트맨(TM) TOTM 가소제	>99.9%	트라이옥틸 트라이멜리테이트	3319-31-1
이스트맨(TM) TEG-EH 가소제	100%	트라이에틸렌 글리콜 비스(2-에틸헥사노에이트)	94-28-0
이스트맨(TM) DOP 가소제	100%	다이(2-에틸헥실) 프탈레이트	117-81-7
이스트맨(TM) 트라이아세틴	100%	트라이아세틴	102-76-1
이스트맨(TM) DOA 가소제	100%	비스(2-에틸헥실) 아디페이트	103-23-1
이스트맨(TM) DOA 가소제, 코셔(Kosher)	100%	비스(2-에틸헥실) 아디페이트	103-23-1
이스트맨(TM) DMP 가소제	100%	다이메틸 프탈레이트	131-11-3
이스트맨(TM) DEP 가소제	100%	다이에틸 프탈레이트	84-66-2
이스트맨(TM) DBP 가소제	100%	다이부틸 프탈레이트	84-74-2
바스프 플라스토몰(Plastomoll)(등록상표) DOA	>99.5%	다이-2-에틸헥실아디페이트	103-23-1
바스프 팔라티놀(등록상표) TOTM-I	>99%	1,2, 4-벤젠트라이카르복실산, 트리스(2-에틸헥실) 에스테르	3319-31-1

[0110]

선택적 성분

[0111]

[0112] 본 조성물은 선택적으로 하나 이상의 추가 성분을 추가로 포함 수 있다. 추가 성분은 (F) 스페이서(spacer), (G) 보강 또는 중량 충전제, (H) 충전제용 처리제, (I) 접착 촉진제, (J) 비히클(vehicle), (K) 계면활성제, (L) 플럭스제(flux agent), (M) 산 수용체, (N) 안정제 (예를 들어, 하이드로실릴화 경화 안정제, 열안정제, 또는 UV 안정제), 및 이들의 조합으로부터 선택될 수 있다.

성분 (F) 스페이서

[0113]

[0114] 성분 (F)는 스페이서이다. 스페이서는 유기 입자, 무기 입자, 또는 이들의 조합을 포함할 수 있다. 스페이서는 열 전도성, 전기 전도성, 또는 둘 모두일 수 있다. 스페이서는, 예를 들어, LED 장착 회로 기판과 히트 싱크 사이의 계면의 요구되는 두께에 따라, 임의의 입자 크기를 가질 수 있지만, 입자 크기는 100 마이크로미터 내지 1000 마이크로미터, 대안적으로 150 마이크로미터 내지 300 마이크로미터의 범위일 수 있다. 스페이서는 단분산 비드, 예를 들어, 유리 또는 중합체 (예를 들어, 폴리스티렌) 비드를 포함할 수 있다. 스페이서는 열 전도성 충전제, 예를 들어, 알루미늄, 질화알루미늄, 분무 금속 분말, 질화붕소, 구리, 및 은을 포함할 수 있다. 성분 (F)의 양은 입자 크기 분포, 경화성 조성물 또는 그로부터 제조되는 경화된 생성물의 배치 동안 가

해질 압력, 및 배치 동안의 온도를 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우된다. 그러나, 조성물은 0.05% 내지 2%, 대안적으로 0.1% 내지 1% 범위의 성분 (F)의 양을 함유할 수 있다. 성분 (F)는 경화성 조성물의 경화된 생성물의 접합층 두께를 제어하기 위해 첨가될 수 있다.

[0115] 성분 (G) 충전제

[0116] 성분 (G)는 보강 및/또는 증량 충전제이다. 조성물 중 성분 (G)의 양은, 성분 (A), 성분 (B), 성분 (C), 성분 (D) 및 성분 (E)를 위해 선택되는 재료, 및 조성물의 최종 용도를 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우된다. 그러나, 성분 (G)의 양은 조성물의 중량을 기준으로 0.1 중량% 내지 10 중량%의 범위일 수 있다. 적합한 보강 및 증량 충전제가 본 기술 분야에 공지되어 있으며, 침전 및 분쇄 실리카, 침전 및 분쇄 탄산칼슘, 석영, 활석, 쇼핑된(chopped) 섬유, 예를 들어, 쇼핑된 케블라(KEVLAR)(등록상표), 또는 이들의 조합에 의해 예시된다.

[0117] 성분 (H) 충전제용 처리제

[0118] 성분 (D)를 위한 열 전도성 충전제 및 성분 (G)를 위한 보강 및/또는 증량 충전제 및/또는 성분 (F)를 위한 스페이서는, 존재하는 경우, 선택적으로 성분 (H) 처리제로 표면처리될 수 있다. 처리제 및 처리 방법은 본 기술 분야에 공지되어 있으며, 예를 들어, 미국 특허 제6,169,142호(4 컬럼, 42행 내지 5 컬럼, 2행)를 참조한다.

[0119] 성분 (H)의 양은 성분 (D) 및 성분 (G)를 위해 선택되는 충전제의 유형 및 양, 그리고 성분 (H)로 충전제를 현장에서(in situ) 처리할 지 아니면 조성물의 다른 성분과 배합하기 전에 처리할 지의 여부를 포함하는 다양한 요인들에 따라 달라질 수 있다. 그러나, 조성물은 성분 (H)를 0.1% 내지 2% 범위의 양으로 포함할 수 있다.

[0120] 성분 (H)는 하기 화학식을 갖는 알콕시실란을 포함할 수 있다: $R^8_mSi(OR^9)_{(4-m)}$ (여기서, 하첨자 m은 1, 2, 또는 3 이고; 대안적으로 m은 3임). 각각의 R^8 은 독립적으로 1가 유기 기, 예를 들어, 1 내지 50개의 탄소 원자, 대안적으로 6 내지 18개의 탄소 원자의 탄화수소 기이다. R^8 은 알킬 기, 예를 들어, 헥실, 옥틸, 도데실, 테트라데실, 헥사데실, 및 옥타데실; 및 방향족 기, 예를 들어, 벤질, 페닐 및 페닐에틸에 의해 예시된다. R^8 은 포화되거나 또는 불포화되고, 분지형이거나 또는 비분지형이고, 비치환될 수 있다. R^8 은 포화되고, 비분지형이고, 비치환될 수 있다.

[0121] 각각의 R^9 는 1 내지 4개의 탄소 원자, 대안적으로 1 내지 2개의 탄소 원자의 비치환된 포화 탄화수소 기일 수 있다. 성분 (H)를 위한 알콕시실란은 헥실트라이메톡시실란, 옥틸트라이메톡시실란, 데실트라이메톡시실란, 도데실트라이메톡시실란, 테트라데실트라이메톡시실란, 페닐트라이메톡시실란, 페닐에틸트라이메톡시실란, 옥타데실트라이메톡시실란, 옥타데실트라이메톡시실란, 및 이들의 조합에 의해 예시된다.

[0122] 알콕시 작용성 올리고실록산이 또한 처리제로서 사용될 수 있다. 알콕시 작용성 올리고실록산 및 그의 제조 방법은 본 기술 분야에 공지되어 있으며, 예를 들어, 유럽 특허 공개 제1 101 167 A2호를 참조한다. 예를 들어, 적합한 알콕시 작용성 올리고실록산은 화학식 $(R^{10})_nSi(OR^{11})_2R^{12}$ 의 것을 포함한다. 이 화학식에서, 하첨자 n은 1, 2, 또는 3이고, 대안적으로 n은 3이다. 각각의 R^{10} 은 독립적으로 1 내지 10개의 탄소 원자의 포화 및 불포화 1가 탄화수소 기로부터 선택될 수 있다. 각각의 R^{11} 은 11개 이상의 탄소 원자를 갖는 포화 또는 불포화 1가 탄화수소 기일 수 있다. 각각의 R^{12} 는 알킬 기일 수 있다.

[0123] 금속 충전제는 알킬티올, 예를 들어, 옥타데실 메르캅탄 등, 및 지방산, 예를 들어, 올레산, 스테아르산, 티타네이트, 티타네이트 커플링제, 지르코네이트 커플링제, 및 이들의 조합으로 처리될 수 있다.

[0124] 알루미늄 또는 부동태화 질화알루미늄을 위한 처리제는, 가수분해성 기가 실라잔, 아실옥시 또는 옥시모를 포함할 수 있는, 알콕시실릴 작용성 알킬메틸 폴리실록산 (예를 들어, $R^{13}_oR^{14}_pSi(OR^{15})_{(4-o-p)}$)의 부분 가수분해 축합물 또는 공가수분해 축합물 또는 혼합물) 또는 유사한 재료를 포함할 수 있다 이들 전부에 있어서, Si에 테더링된(tethered) 기, 예를 들어, 상기 화학식에서 R13은 장쇄 불포화 1가 탄화수소 또는 1가 방향족-작용성 탄화수소이다. 각각의 R^{14} 는 독립적으로 1가 탄화수소 기이고, 각각의 R^{15} 는 독립적으로 1 내지 4개의 탄소 원자의 1가 탄화수소 기이다. 상기 화학식에서, 하첨자 o는 1, 2, 또는 3이고 하첨자 p는 0, 1, 또는 2이되, 단, 합계 o + p는 1, 2, 또는 3이다. 당업자는 과도한 실험 없이 충전제의 분산에 도움이 되도록 특정 처리를 최적화할 수

있다.

[0125] 성분 (I) 접착 촉진제

[0126] 성분 (I)는 접착 촉진제이다. 적합한 접착 촉진제는 화학식 $R^{16}_qSi(OR^{17})_{(4-q)}$ (여기서, 하첨자 q는 1, 2, 또는 3 이고, 대안적으로 q는 3임)의 알콕시실란을 포함할 수 있다. 각각의 R^{16} 은 독립적으로 1가 유기작용성 기이다. R^{16} 은 에폭시작용성 기, 예를 들어, 글리시독시프로필 또는 (에폭시사이클로헥실)에틸, 아미노작용성 기, 예를 들어, 아미노에틸아미노프로필 또는 아미노프로필, 메타크릴옥시프로필, 또는 불포화 유기 기일 수 있다. 각각의 R^{17} 은 독립적으로 1개 이상의 탄소 원자의 비치환된 포화 탄화수소 기이다. R^{17} 은 1 내지 4개의 탄소 원자, 대안적으로 1 내지 2개의 탄소 원자를 가질 수 있다. R^{17} 은 메틸, 에틸, n-프로필, 및 아이소프로필에 의해 예시된다.

[0127] 적합한 접착 촉진제의 예에는 글리시독시프로필트라이메톡시실란, 및 글리시독시프로필트라이메톡시실란과 알루미늄 킬레이트 또는 지르코늄 킬레이트의 배합물이 포함된다. 하이드로실릴화 경화성 조성물을 위한 접착 촉진제의 예는 미국 특허 제4,087,585호 및 미국 특허 제5,194,649호에서 찾아볼 수 있다. 경화성 조성물은, 조성물의 중량을 기준으로 2 % 내지 5 %의 접착 촉진제를 포함할 수 있다.

[0128] 성분 (J) 비히클

[0129] 성분 (J)는 용매 또는 희석제와 같은 비히클이다. 성분 (J)는, 예를 들어, 혼합 및 운송에 도움을 주기 위해, 조성물의 제조 동안 첨가될 수 있다. 조성물이 제조된 후에 선택적으로 성분 (J)의 전부 또는 일부가 제거될 수 있다.

[0130] 성분 (K) 계면활성제

[0131] 성분 (K)는 계면활성제이다. 적합한 계면활성제에는 실리콘 폴리에테르, 에틸렌 옥사이드 중합체, 프로필렌 옥사이드 중합체, 에틸렌 옥사이드와 프로필렌 옥사이드의 공중합체, 기타 비이온성 계면활성제, 및 이들의 조합이 포함된다. 조성물은, 조성물의 중량을 기준으로 0.05% 이하의 계면활성제를 포함할 수 있다.

[0132] 성분 (L) 플럭스제

[0133] 성분 (L)은 플럭스제이다. 조성물은, 조성물의 중량을 기준으로 2% 이하의 플럭스제를 포함할 수 있다. 카르복실산 및 아민과 같이 화학적으로 활성인 작용기를 함유하는 분자가 플럭스제로서 사용될 수 있다. 그러한 플럭스제는 지방족 산, 예를 들어, 석신산, 아비에트산, 올레산, 및 아디프산; 방향족 산, 예를 들어, 벤조산; 지방족 아민 및 그의 유도체, 예를 들어, 트라이에탄올아민, 아민의 하이드로클로라이드 염, 및 아민의 하이드로브로마이드 염을 포함할 수 있다. 플럭스제는 본 기술 분야에 공지되어 있으며 구매가능하다.

[0134] 성분 (M) 산 수용체

[0135] 성분 (M)은 산 수용체이다. 적합한 산 수용체에는 산화마그네슘, 산화칼슘, 및 이들의 조합이 포함된다. 조성물은, 조성물의 중량을 기준으로 2% 이하의 성분 (M)을 포함할 수 있다.

[0136] 성분 (N) 안정제

[0137] 성분 (N)은 안정제이다. 하이드로실릴화 경화성 조성물을 위한 안정제는 아세틸렌 알코올, 예를 들어, 메틸 부티놀, 에티닐 사이클로헥사놀, 다이메틸 헥시놀, 및 3,5-다이메틸-1-헥신-3-올, 1,1-다이메틸-2-프로피닐)옥시)트라이메틸실란, 메틸(트리스(1,1-다이메틸-2-프로피닐옥시))실란, 및 그 조합; 사이클로알케닐실록산, 예를 들어, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라비닐사이클로테트라실록산, 1,3,5,7-테트라메틸-1,3,5,7-테트라헥세닐 사이클로테트라실록산, 및 이들의 조합에 의해 예시되는 메틸비닐사이클로실록산; 엔-인(ene-yne) 화합물, 예를 들어, 3-메틸-3-펜텐-1-인, 3,5-다이메틸-3-헥센-1-인; 트리아아졸, 예를 들어, 벤조트리아아졸; 포스핀; 페르카탄; 하이드라진; 아민, 예를 들어, 테트라메틸 에틸렌다이아민, 다이알킬 푸마레이트, 다이알케닐 푸마레이트, 다이알콕시알킬 푸마레이트, 말레이이트, 예를 들어, 다이알릴 말레이이트, 및 이들의 조합에 의해 예시된다. 대안적으로, 안정제는 아세틸렌 알코올을 포함할 수 있다. 적합한 하이드로실릴화 경화 안정제는, 예를 들어, 미국 특허 제3,445,420호; 제3,989,667호; 제4,584,361호; 및 제5,036,117호에 개시되어 있다.

[0138] 조성물에 첨가되는 안정제의 양은 사용되는 특정 안정제 및 가교결합제의 조성 및 양에 따라 좌우될 것이다. 그러나, 하이드로실릴화 경화 안정제의 양은 하이드로실릴화 경화성 조성물의 중량을 기준으로 0.0025% 내지

0.025%의 범위일 수 있다.

[0139] 당업자는, 본 명세서에 기재된 소정 성분들이 하나를 초과하는 기능을 가질 수 있기 때문에, 상기한 열 관리 조성물을 위한 성분들을 선택할 때 성분들의 유형이 중복될 수 있음을 알 것이다. 예를 들어, 소정 알콕시실란은 충전제용 처리제로서 그리고 접착 촉진제로서 유용할 수 있으며, 소정 가소제, 예를 들어, 지방산 에스테르는 충전제용 처리제로서 또한 유용할 수 있다. 당업자는, 조성물의 의도된 용도 및 조성물을 1-부분 조성물로 제조할 지 또는 다중-부분 조성물로 제조할 지의 여부를 포함하는 다양한 요인들에 기초하여, 적절한 성분, 및 그 양을 구별하고 선택할 수 있을 것이다.

[0140] 조성물의 제조 방법

[0141] 열 관리 조성물은, 경화될 때 0.2 내지 7 W/mK 범위의 열 전도도를 갖도록 제형화될 수 있다. 열적 임피던스는 경화된 실리콘의 두께 및 성분 (D)를 위해 선택된 충전제의 양 및 유형을 포함하는 다양한 요인들에 따라 좌우된다.

[0142] 주위 온도 또는 승온에서 혼합하는 것과 같은 임의의 편리한 수단에 의해 모든 성분들을 배합하는 것을 포함하는 방법에 의해 열 관리 조성물이 제조될 수 있다. 열 관리 조성물이 승온에서 제조되는 경우, 제조 동안의 온도는 열 관리 조성물의 경화 온도 미만이다.

[0143] 성분 (H)가 존재하는 경우, 선택적으로, 성분 (D) (및 성분 (G), 존재하는 경우)를 성분 (H)로 표면 처리하고, 그 후에 그의 생성물을 열 관리 조성물의 다른 성분들과 혼합함으로써 열 관리 조성물이 제조될 수 있다.

[0144] 대안적으로, 예를 들어, 성분 (N)이 부재하는 경우, 또는 사용 전에 장기간 동안 열 관리 조성물이 보관될 경우, 열 관리 조성물은 다중 부분 조성물로서 제조할 수 있다. 다중 부분 조성물에서, 가교결합제 및 촉매는 개별적인 부분에 보관되며, 부분들을 조성물의 사용 직전에 배합된다. 예를 들어, 2-부분 경화성 실리콘 조성물은, 혼합과 같은 임의의 편리한 수단에 의해, 베이스 부분 중의 베이스 중합체, 촉매, 열 전도성 충전제 및 가소제를 포함하는 성분들, 및 하나 이상의 추가 성분을 배합함으로써 제조할 수 있다. 경화제 부분은, 혼합과 같은 임의의 편리한 수단에 의해, 가교결합제, 베이스 중합체, 열 전도성 충전제 및 가소제를 포함하는 성분들, 및 하나 이상의 추가 성분을 배합함으로써 제조할 수 있다. 성분들은, 선택된 경화 메커니즘에 따라 주위 온도 또는 승온에서 배합할 수 있다. 2-부분 경화성 실리콘 조성물이 사용되는 경우에, 베이스의 양 대 경화제의 양의 중량비는 1:1 내지 10:1의 범위일 수 있다. 당업자는 과도한 실험 없이 경화성 조성물을 제조할 수 있을 것이다.

[0145] 사용 방법

[0146] 열 관리 조성물을 형성하는 방법은:

[0147] 1) 열원과 히트 싱크 사이에 열 경로를 따라 상기한 열 관리 조성물을 끼워 넣는 단계, 및

[0148] 2) 열 관리 조성물을, 조성물을 경화시키기에 충분한 온도로 가열하여, 경화된 열 관리 조성물을 형성하는 단계를 포함할 수 있다. 단계 1)에서, 열 관리 조성물은 열원 (예를 들어, LED 장착 회로 기판)에 적용될 수 있거나, 또는 열 관리 조성물은 히트 싱크에 적용될 수 있다. 일단 열 관리 조성물이 LED 장착 회로 기판 상에, 또는 히트 싱크 상에 침착되면, 열 관리 조성물을 경화시키고, 이어서 LED 장착 회로 기판 및 히트 싱크를 함께 고정한다. 대안적으로, 열 관리 조성물을 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크 상에 침착할 수 있으며, LED 장착 회로 기판 및 히트 싱크를 함께 고정하고, 이어서, LED 장착 회로 기판과 히트 싱크 사이에 있는 열 관리 조성물을 경화시킨다.

[0149] 상당량의 열 관리 조성물을 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크 상에 침착하거나, 또는 LED 장착 회로 기판과 히트 싱크 상에 한 번의 스트로크로 침착하는 2가지 밀접하게 관련된 방법이 있다. 방법들은 일반적으로, 설정은 상이하더라도, 동일한 장비를 사용하며, 장비는, 실제로는 단지 스텐실 인쇄를 위해 사용되더라도, 광범위하게 "스크린 프린터"로 지칭된다.

[0150] 스크린 방법 및 스텐실 방법 둘 모두가, 열 관리 조성물을 이미지 캐리어 (스텐실 또는 스크린) 내의 개구로 불리는 한정된 개방부를 통해, 그리고 LED 장착 회로 기판, 또는 히트 싱크, 또는 LED 장착 회로 기판 및 히트 싱크 상으로 가압하는 스퀴지(squeegee)를 사용한다. 이것은 패턴을 결정하는 캐리어이며, 침착된 열 관리 조성물의 양을 또한 계량한다. 공정들 사이의 중요한 차이점은, 스텐실 인쇄에서는 이미지가 고체 포일 내의 일련의 개방 개구이고, 스크린 인쇄에서는 개구가 미세 메시에 의해 지지되며 실제로 충전된 중합체 필름 내에 있다

는 점이다.

[0151] 스크린 인쇄 및 스텐실 인쇄에서는, 자동 또는 수동 인쇄 기기를 사용하여 스크린 또는 스텐실 프레임에 제자리에 고정할 수 있다. 이어서, 용기로부터 직접적으로 열 관리 조성물로 가득찬 스페츨러에 의해, 또는 카트리지 또는 튜브로부터 공압식 분배에 의해, 열 관리 조성물을 스크린 또는 스텐실 상에 분배한다. 일단 열 관리 조성물이 스크린 또는 스텐실에 적용되면, 블레이드가 스크린 또는 스텐실 표면과 접촉하게 되고, 스크린 또는 스텐실을 가로질러 열 관리 조성물을 드로잉하며, 충분한 압력을 가하여 스크린 또는 스텐실의 개방 개구를 통해 열 관리 조성물을 밀어내어서, 열 관리 조성물을 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크 상에 스크린 또는 스텐실 프레임의 패턴으로서 침착한다. LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크는 스크린 또는 스텐실 프레임 밑에 장착된다. 자동 인쇄 시스템의 경우에, 블레이드 압력, 드로우 속도, 및 스트로크 길이 파라미터는 사용자 인터페이스 입력에 의해 제어된다. 수동 인쇄의 경우에는, 블레이드 및 열 관리 조성물을 손으로 스크린 또는 스텐실 개방 개구를 가로질러 드로잉하며, 이는 재료를 자동 인쇄와 유사한 방식으로 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크의 표면 상으로 전달한다. 수동 인쇄의 경우에는, 작업자가 블레이드/스퀴지 압력, 드로우 속도, 및 스트로크 길이와 같은 인쇄 파라미터를 제어한다. 수동 인쇄는, 노동 집약적이지만 자본 투자를 거의 필요로 하지 않는 스크린 또는 스텐실 인쇄를 위한 저비용 방법이다.

[0152] 블레이드

[0153] 스크린 및 스텐실 인쇄를 위해 사용되는 가장 일반적인 블레이드는 금속 블레이드 또는 중합체 블레이드 중 어느 하나이다. 금속 블레이드는 전형적으로 스테인리스 강으로 제조된다. 보통 스퀴지로 불리는 중합체 블레이드는 전형적으로 폴리에테르탄으로 제조된다. 스퀴지는 60 내지 90 쇼어(shore) A의 경도로 입수가 가능하다. 금속 블레이드 또는 중합체 스퀴지 블레이드는, 자동 인쇄의 경우에 특정 장착 장비에 맞도록 기계가공되거나 절단될 수 있거나, 또는 수동 인쇄의 경우에 단순한 홀더/핸들에 맞도록 절단될 수 있다. 침착되는 패턴의 인쇄 유형에 따라, 스텐실은 더욱 내구성이 있기 때문에, 스텐실에는 전형적으로 금속 블레이드가 사용되며, 스크린은 더욱 섬세하기 때문에, 스크린에는 중합체 스퀴지가 사용된다.

[0154] 스크린

[0155] 인쇄 스크린은 금속 프레임에 의해 지지된, 직물 와이어 메시로 이루어진다. 스크린 메시는 스테인리스 강 와이어로부터 제조될 있거나, 또는 폴리에스테르 및 나일론이 일반적인 중합체 스레드로부터 또한 제조될 수 있다. 스크린 와이어 메시는 고도의 장력 하에 접착체로 금속 프레임에 접착된다. 스크린 와이어 메시 수는 인치당 와이어 스레드의 수에 상응한다. 열 관리 조성물의 스크린 인쇄를 위해, 특정 열 관리 조성물에 따라 25 내지 100 메시의 스크린이 사용될 수 있으나, 60 내지 80이 더욱 일반적이다. 스크린 패턴을 생성하기 위해, 메시 개방부, 와이어 사이의 개방부를 코팅하고 막는 중합체 에멀전으로 전체 스크린을 코팅한다. 이어서, 리소그래피 공정을 사용하여 열 관리 조성물의 침착물을 LED 또는 히트 싱크 상으로 전달한다. 일반적으로, 스크린 인쇄에 의한 열 관리 조성물 인쇄 두께를 제어하는 것은 메시 위브(weave) 두께, 위브 와이어 직경, 및 후면 에멀전 코팅 축적과 같은 몇몇 요인들에 의해 제어될 수 있다.

[0156] 스텐실

[0157] 스텐실은 전형적으로 금속 프레임에 부착되고 그에 의해 지지되는 금속 시트 또는 포일이다. 스텐실 패턴은 선택도형 형태(electroform), 화학적 에칭, 또는 레이저 드릴링과 같은 다양한 수단에 의해 포일 내에 만들어질 수 있다. 와이어 소잉(wire sawing) 및 워터 젯팅(water jetting)이 또한 코스 패턴(course pattern)을 제조하는 데 사용될 수 있다. 열 관리 조성물을 스텐실 인쇄하는 경우, 25 마이크로미터 내지 500 마이크로미터의 스텐실 포일이 사용될 수 있으나, 100 마이크로미터 내지 300 마이크로미터가 가장 일반적이다. 100 마이크로미터 미만의 더 얇은 스텐실 포일은 더욱 부서지기 쉽고 손상에 민감할 수 있다. 300 마이크로미터 초과인 포일은 인쇄 시에 바람직하지 않은 에지 효과를 생성할 수 있다. 일반적으로 스텐실 인쇄에 의한 열 관리 조성물 인쇄 두께를 제어하는 것은 스텐실 포일 두께에 의해 제어될 수 있다.

[0158] 스크린 인쇄 및 스텐실 인쇄 둘 모두의 경우에, 열 관리 조성물 인쇄 두께는 또한, 블레이드 유형, 블레이드 압력, 블레이드 속도, 블레이드 각도, 및 블레이드 팁 형상뿐만 아니라 다른 것들과 같은, 장비 또는 수동 인쇄 파라미터에 의해 영향을 받는 선택도형 형태일 수 있다. 열 관리 조성물 리올로지 및 특징이 또한 고려되어야 한다.

[0159] 스크린 인쇄 및 스텐실 인쇄 외에, 열 관리 조성물을 분배하는 다른 방식이 있다. 다른 인쇄 방법에는 그라비아 인쇄 및 오프셋 인쇄가 포함된다. 열 관리 조성물을 분배하는 방법은 공압식 또는 기계식 분배를 포함한다.

젯팅 또는 핀 트랜스퍼(pin transfer) 및 분무가 또한 생각될 수 있다. 물론 간단한 튜브 또는 시린지 분배뿐만 아니라 스펙큘러 어플리케이터를 사용한 수동 스프레이도 수행가능하다.

[0160] 일단 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크 중 어느 하나가 열 관리 조성물의 침착물을 가지면, LED 장착 회로 기판과 히트 싱크를 함께 결합한다. 열 관리 조성물을 즉시 경화시킬 수 있거나, 또는 고객에게로 선적할 수 있는데, 이 경우에는 고객이 있는 장소에서 경화가 일어난다.

[0161] 상기 절차는 열 관리 조성물을 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크 중 어느 하나 상에 위치시키기 위한 수단이다. 대안적으로, 열 관리 조성물은 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크에 적용되는 것과 동일한 방식으로 금속성 시트에 또한 적용될 수 있다. 침착 후에, 열 관리 조성물을 즉시 경화시키고, 나중에 LED 장착 회로 기판 또는 히트 싱크 중 어느 하나에 장착할 수 있다.

[0162] 실시예

[0163] 동일한 부의 A 부분 및 B 부분을 혼합하여 2-부분 열 관리 조성물을 제조하였다. 하기 성분들을 함께 혼합하여 A 부분을 형성하였다.

A 부분	
성분	양
점도가 75 cSt이고 비닐 함량이 1.35%인, 비닐 종결된 선형 다이메틸실록산 중합체	8.505부
n-옥틸 트라이메톡시 실란 충전제용 처리제	0.512
구조식 $(CH_3)_3SiO-[(CH_3)_2SiO]_{110}-Si(OCH_3)_3$ 의 트라이메톡시 실란 종결된 다이메틸실록산 처리제	0.450
평균 입자 크기가 35 μm 인 알루미늄 충전제	45.244
평균 입자 크기가 2 μm 인 알루미늄 충전제	45.244
Pt 수준이 약 9000 ppm인, 1,3-다이에틸-1,1,3,3-테트라메틸다이실록산의 비닐 중합체 희석된 백금 착물	0.045
합계	100.000

[0164]

[0165] A 부분을 위해서, 실리콘 유체 중 백금 촉매를 제외한 모든 성분들을 로스(Ross) 혼합기에 첨가하고 60분 동안 혼합하였다. 이어서, 증기열을 사용하여 내용물을 가열하고, 635 밀리미터 수은의 진공 및 140℃의 온도에서 혼합하고 30분 동안 유지하였다. 진공을 해제하고, 증기를 끄고, 냉각수를 켜고, 냉각 동안 내용물을 10분 동안 혼합하였다. 실리콘 유체 중 백금 촉매를 첨가하고 내용물을 추가로 15분 동안 혼합하였다.

[0166] 하기 성분들을 함께 혼합하여 B 부분을 형성하였다.

B 부분	
성분	양
점도가 75 cSt이고 비닐 함량이 1.35%인, 비닐 종결된 선형 다이메틸실록산 중합체	6.595부
n-옥틸 트라이메톡시 실란 충전제용 처리제	0.512
구조식 $(CH_3)_3SiO-[(CH_3)_2SiO]_{110}-Si(OCH_3)_3$ 의 트라이메톡시 실란 종결된 다이메틸실록산 처리제	0.450
평균 입자 크기가 35 μm 인 알루미늄 충전제	45.244
평균 입자 크기가 2 μm 인 알루미늄 충전제	45.244
3,5-다이메틸-1-헥신-3-올	0.01
트라이메틸 종결된 다이메틸하이드로젠메틸실록산 가교결합제	0.633
다이메틸하이드로젠 종결된 다이메틸실록산 사슬 중량제	0.93
실리콘 중 카본 블랙 안료	0.382
합계	100.000

[0167]

[0168] B 부분을 위해서, 처음 5가지 성분을 용기에 첨가하고 로스 혼합기에서 배합하고 60분 동안 혼합하였다. 이어서, 증기열을 사용하여 내용물을 가열하고, 635 밀리미터 수은의 진공 및 140℃의 온도에서 혼합하고 30분 동안 유지하였다. 진공을 해제하고, 증기를 끄고, 냉각수를 켜고, 냉각 동안 내용물을 10분 동안 혼합하였다. 나머지 4가지 성분을 첨가하고 내용물을 추가로 15분 동안 혼합하였다.

[0169] 열 특성의 측정

[0170] ASTM D5470에 기초한, 보호된 핫 플레이트(Guarded Hot Plate) 기술을 사용하여 열저항을 측정하였다. 이 장비는, 가해진 압력 (kPa (psi))의 함수로서 $cm^2/^\circ C/W$ 단위의 열저항 및 mm 단위의 접합층 두께를 측정한다.

[0171] 용기에서 동일한 부의 A 부분 및 B 부분을 혼합한다. 분취량의 재료를 꺼내어, 보호된 핫 플레이트 장비의 구리 탐침 상에 놓는다. 상부 탐침을 내려서 0.25 mm로 갭을 설정하고 재료를 구리 탐침들 사이에 고정된 채로 70℃에서 1시간 동안 경화시킨다. 이것은 큐어-인-플레이스(cure-in-place) 옵션으로 표시되어 있다. 경화 후에, 온도를 50℃로 설정하고, 장비가 안정 상태 조건(steady state condition)에 도달한 후에, 상이한 가해진

압력에서의 모든 측정치를 기록한다. 결과가 표 2에 있다.

표 2

가해진 압력 (kPa (psi))	접합층 두께 (mm)	열저항 ($\text{cm}^2\text{°C/W}$)
0 (0)	0.250	1.044
68.9 (10)	0.200	0.666
137.9 (20)	0.180	0.594
275.8 (40)	0.162	0.531
344.7 (50)	0.157	0.514
517.1 (75)	0.150	0.476

[0172]

[0173]

LED 후미등 조명 기구로부터 얻은 열 패드를, 유사한 온도 및 가해진 압력 조건 하에서 열 성능에 대해 시험하였다. 결과가 표 3에 있다.

표 3

가해진 압력 (kPa (psi))	접합층 두께 (mm)	열저항 ($\text{cm}^2\text{°C/W}$)
0 (0)		
68.9 (10)	0.343	4.650
137.9 (20)	0.344	4.608
275.8 (40)	0.344	4.517
344.7 (50)	0.344	4.485
517.1 (75)	0.343	4.382

[0174]

[0175]

LED 보조 조명 기구로부터 얻은 열 패드를, 유사한 온도 및 가해진 압력 조건 하에서 열 성능에 대해 시험하였다. 결과가 표 4에 있다.

표 4

가해진 압력 (kPa (psi))	접합층 두께 (mm)	열저항 ($\text{cm}^2\text{°C/W}$)
0 (0)		
68.9 (10)	0.370	2.393
137.9 (20)	0.369	2.324
275.8 (40)	0.370	2.226
344.7 (50)	0.369	2.208
517.1 (75)	0.368	2.159

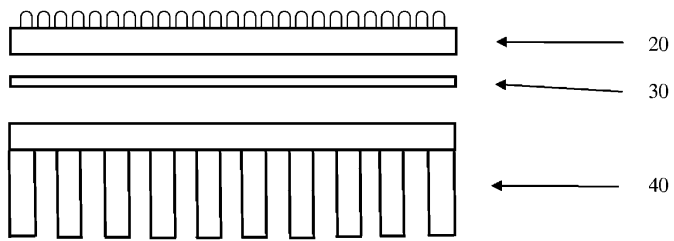
[0176]

[0177]

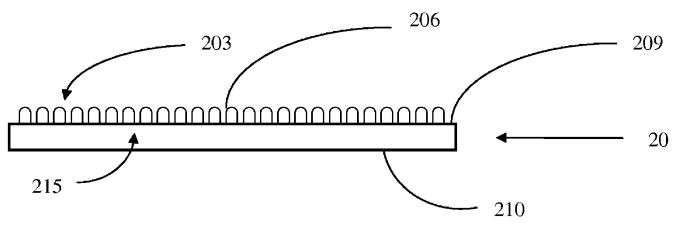
본 발명을 바람직한 실시 형태와 관련하여 설명하였지만, 상세한 설명을 읽었을 때 본 발명의 다양한 변경이 당업자에게 명백해질 것임을 이해해야 한다. 그러므로, 본 명세서에 개시된 발명은 첨부된 특허청구범위의 범주에 속하는 그러한 변경을 포함하고자 하는 것으로 이해해야 한다.

도면

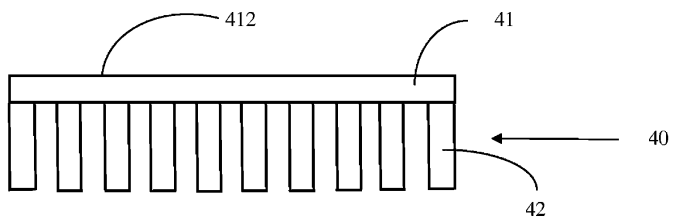
도면1



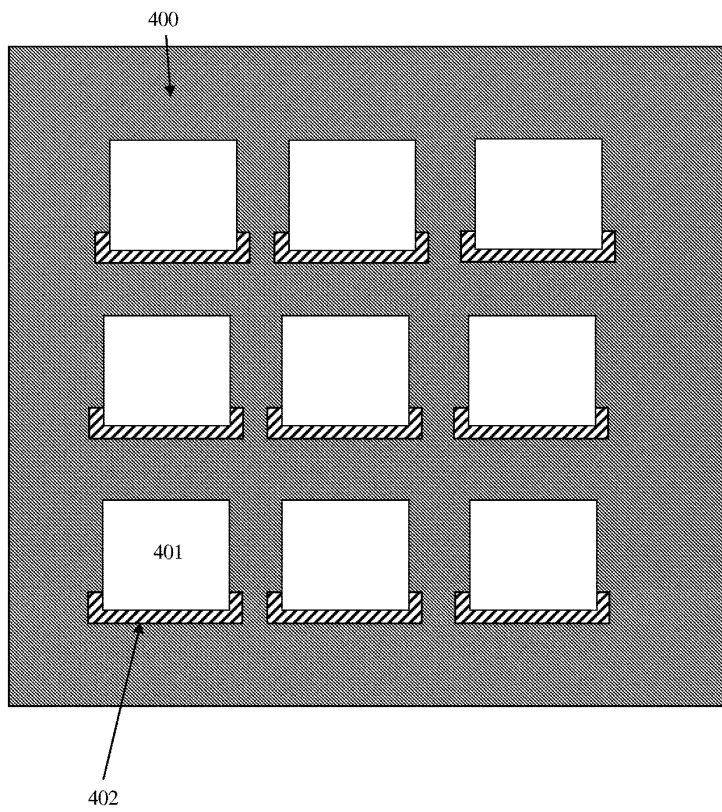
도면2



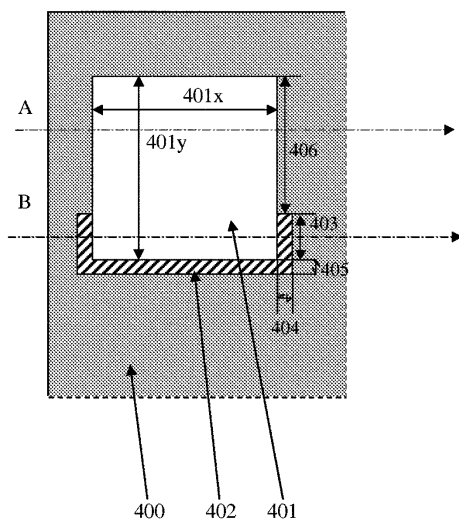
도면3



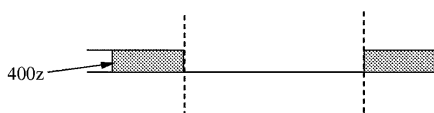
도면4a



도면4b



도면4c



도면4d

