

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成17年9月22日(2005.9.22)

【公開番号】特開2003-301189(P2003-301189A)

【公開日】平成15年10月21日(2003.10.21)

【出願番号】特願2002-107423(P2002-107423)

【国際特許分類第7版】

C 10M 169/02

C 10M 107/50

C 10M 125/02

C 10M 125/04

C 10M 125/10

C 10M 125/26

// C 10N 10:02

C 10N 10:04

C 10N 10:06

C 10N 10:16

C 10N 20:00

C 10N 20:06

C 10N 50:10

【F I】

C 10M 169/02

C 10M 107/50

C 10M 125/02

C 10M 125/04

C 10M 125/10

C 10M 125/26

C 10N 10:02

C 10N 10:04

C 10N 10:06

C 10N 10:16

C 10N 20:00

A

C 10N 20:06

Z

C 10N 50:10

【手続補正書】

【提出日】平成17年4月18日(2005.4.18)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) チキソ度が1.03~1.50であると共に25における粘度が100~1,000,000 mPa·sであるオルガノポリシロキサン100重量部、及び、(B)平均粒径が0.1~100 μmの熱伝導性無機充填剤100~2,000重量部とからなる放熱用シリコーングリース組成物。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0004

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明の上記の目的は、(A)チキソ度が1.03~1.50であると共に25における粘度が100~1,000,000mPa·sであるオルガノポリシロキサン10重量部、及び、(B)平均粒径が0.1~100μmの熱伝導性無機充填剤100~2000重量部とからなる放熱用シリコーングリース組成物によって達成された。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

上記チキソ度は、 $\eta = \eta_1 / \eta_2$ の式から計算することが出来る。ここで η_1 及び η_2 は、B型回転粘度計による25における測定粘度であり、 η_1 はローターの回転数を rpmとして測定した値、 η_2 は $2 \times \eta_1$ rpmの回転数で測定した値である。

またこのオルガノポリシリキサンの、25における粘度は、100~1,000,000mPa·sの範囲であることが必要であり、特に1000~100,000mPa·sであることが好ましい。100mPa·sより小さいと得られるシリコーングリース組成物の安定性が乏しいものとなり、1,000,000mPa·sより大きいと成分(B)との混合が困難となる。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0011】

これらのオルガノポリシロキサンの製造方法は特に限定されるものではないが、例えば、(ア)(CH₃)₃SiCl、(CH₃)₂SiCl₂、(CH₃)SiCl₃、などを加水分解、縮合するか、(イ)この縮合物と環状低分子シロキサンとを、アルカリ金属水酸化物、アルカリ金属シラノレートあるいはテトラアルキルホスホニウムヒドロキシド、テトラアルキルアンモニウムヒドロキシドなどの水酸化物、あるいは硫酸、有機スルホン酸などの強酸などから選ばれる触媒の存在下に、室温あるいは加熱下で反応させるか、(ウ)あるいは、水酸基を有すると共に、(CH₃)₃SiO_{1.5}単位とSiO₂単位とからなるオルガノポリシロキサンとシラノール基を有するポリジオルガノシロキサン等を、アミン触媒、錫触媒などの縮合触媒存在下で、室温あるいは加熱下で反応させる方法等が挙げられる。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】変更

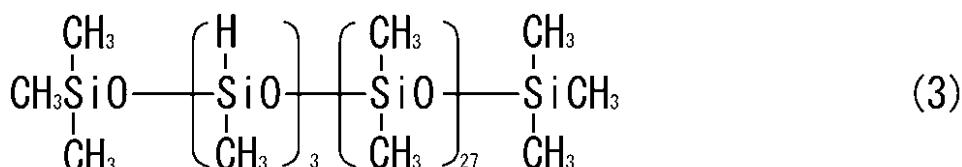
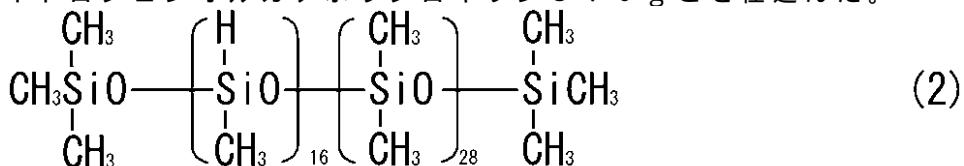
【補正の内容】

【0017】

<合成例1：成分(A)のオルガノポリシロキサンA-1の合成>

攪拌機、温度計、冷却管及び窒素ガス導入管を設けた内容積1,000mlのフラスコに、両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖され主鎖の5モル%がフェニル基で、残り95モル%がメチル基である、25における粘度が700mm²/sのオリガノポリシロ

キサン(商品名 VMF-5 - 700 信越化学工業株式会社製)500gと、下記式2で表されるハイドロジエンオルガノポリシロキサン3.0g及び下記式3で表されるハイドロジエンオルガノポリシロキサン5.0gとを仕込んだ。



【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0018

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0018】

次に、白金原子を1重量%含有する白金-ジビニルテトラメチルジシロキサン錯体のジメチルビニルシリル末端封鎖のジメチルポリシロキサン溶液を0.25g投入した後、120で1時間混合攪拌してオルガノポリシロキサンA-1を得た。得られたオルガノポリシロキサンの粘度を測定したところ、下記の粘度が得られた。

粘度測定結果：26,000 mPa·s(ロータNo.4/6 rpm)、

22,500 mPa·s(ロータNo.4/12 rpm)

=₁/₂の式から得られたチキソ度は1.16であった。

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0020

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0020】

<合成例2：成分(A)のオルガノポリシロキサンA-2の合成>

攪拌機、温度計、冷却管及び窒素ガス導入管を設けた内容積500mlのフラスコに、得られたベースオイルX10g、粘度が10mm²/sのトリメチルシリル末端封鎖ポリジメチルシロキサン(商品名KF-96(10cs)信越化学工業株式会社製)22g及びオクタメチルシクロテトラシロキサン300gを入れ、窒素ガスを通気しながら120まで加熱した。次いで、水酸化カリウム0.3gを加え、さらに150まで昇温させて4時間攪拌した後100まで冷却した。エチレンクロロヒドリン2gを添加し、未反応の低分子シロキサンを除去してオルガノポリシロキサンA-2を得た。粘度は下記の通りであった。

粘度測定結果：36,000 mPa·s(ロータNo.4/6 rpm)、

27,300 mPa·s(ロータNo.4/12 rpm)

上記粘度に基いて計算した結果、チキソ度は1.32であった。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

<合成例3：成分(A)のオルガノポリシロキサンA-3の合成>

オイルXを25g、及びオクタメチルシクロテトラシロキサンを308g使用したこと以外は、合成例2と全く同様にしてオルガノポリシロキサンA-3を得た。この粘度を測定したところ下記の値が得られ、チキソ度は1.05であった。

粘度測定結果：2,200 mPa·s(ロータNo.2/6 rpm)、
2,100 mPa·s(ロータNo.2/12 rpm)

【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0022

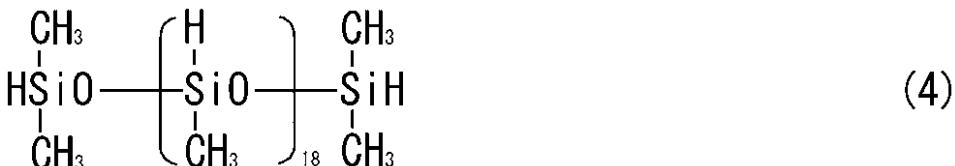
【補正方法】変更

【補正の内容】

【0022】

<合成例4：成分(A)のオルガノポリシロキサンA-4の合成>

原料として、両末端がジメチルビニルシリル基で封鎖され、25における粘度が600 mPa²/sのジメチルポリシロキサン(商品名VF-600N 信越化学工業株式会社製)500gと前記式(3)で表されるハイドロジェンオルガノポリシロキサン23g及び下記式(4)で表されるオルガノポリシロキサン33gを仕込んだこと以外は、全て合成例1と同様にしてオルガノポリシロキサンA-4を得た。



この粘度を測定したところ下記の値が得られ、チキソ度は1.57であった。

粘度測定結果：72,000 mPa·s(ロータNo.4/3 rpm)、
46,000 mPa·s(ロータNo.4/6 rpm)

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

<合成例5：成分(A)のオルガノポリシロキサンA-5の合成>

原料としてオイルXを100g、及びオクタメチルシクロテトラシロキサンを200g用いたこと以外は、合成例2と全く同様にしてオルガノポリシロキサンA-5を得た。この粘度を測定したところ下記の値が得られ、チキソ度は1.02であった。

粘度測定結果：450 mPa·s(ロータNo.1/6 rpm)、
440 mPa·s(ロータNo.1/12 rpm)

【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

<放熱用シリコーングリース組成物の製造>

合成例1～5で得られたオルガノポリシロキサンA1～5、及び下記式(5)で表され、チキソ度が1.01であるジメチルポリシロキサンA-6の6種類を用い、表1及び表2に示した組成で配合し、プラネタリミキサー(井上製作所(株)製)を用いて120で1時間混合し、実施例1～6、比較例1～3の放熱用シリコーン組成物を得た。但し、表中のB-1～B-3は各々次の通りである。

B - 1 : 酸化亜鉛粉末 (不定形、平均粒径 : 2 μm)

B - 2 : 銀粉末 (不定形、平均粒径 : 5 μm)

B - 3 : アルミニウム粉末 (不定形、平均粒径 7 μm)

尚、上記ジメチリポリシロキサン A - 6 の粘度の測定結果を下記に示す。

粘度測定結果 : 9 , 800 mPa · s (ロータ No . 3 / 6 rpm) ,
9700 mPa · s (ロータ No . 3 / 12 rpm)

