

發明專利說明書



(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94116167

※申請日期：94 年 05 月 18 日

※IPC 分類：

C10M 11/04 (2006.01)

C10M 169/04 (2006.01)

C10M 171/06 (2006.01)

C08L 83/04 (2006.01)

一、發明名稱：

(中) 聚矽氧烷潤滑油組成物

(英) Silicone grease compositions

二、申請人：(共 1 人)

1. 姓 名：(中) 信越化學工業股份有限公司

(英) SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.

代表人：(中) 1. 金川千尋

(英) 1. KANAGAWA, CHIHIRO

地 址：(中) 日本國東京都千代田區大手町二丁目六番一號

(英) 6-1, Otemachi 2-chome, Chiyoda-ku, Tokyo, Japan

國籍：(中英) 日本

JAPAN

三、發明人：(共 3 人)

1. 姓 名：(中) 山田邦弘

(英) YAMADA, KUNIHIRO

國 籍：(中) 日本

(英) JAPAN

2. 姓 名：(中) 遠藤晃洋

(英) ENDO, AKIHIRO

國 籍：(中) 日本

(英) JAPAN

3. 姓 名：(中) 美田邦彥

(英) MITA, KUNIIHIKO

國 籍：(中) 日本

(英) JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利 ☐ 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家（地區）；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ; 2004/05/21 ; 2004-151706 ☒有主張優先權
2. 日本 ; 2004/10/14 ; 2004-299616 ☒有主張優先權

五、中文發明摘要

發明之名稱：聚矽氧烷潤滑油組成物

本發明提供一種聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含（A）2-40 重量%之 25°C 下運動黏度為 50-500,000 平方毫米/秒的有機聚矽氧烷，及（B）60-98 重量%之至少一個選自金屬粉末、金屬氧化物粉末及陶瓷粉末的導熱性填料，其導熱度為至少 10 W/m°C 且平均粒徑為 0.1-15.0 微米。去除粗顆粒以使得 500-網目超尺寸部分不高於 50 ppm 且 325-網目超尺寸部分實質上為零。

六、英文發明摘要

發明之名稱：Silicone Grease Compositions

A silicone grease composition is provided comprising (A) 2-40% by weight of an organopolysiloxane having a kinematic viscosity of 50-500,000 mm²/s at 25°C, and (B) 60-98% by weight of at least one heat conductive filler selected from among metal powders, metal oxide powders and ceramic powders having a thermal conductivity of at least 10 W/m°C and an average particle size of 0.1-15.0 μm. Coarse particles are removed such that a 500-mesh oversize fraction is not more than 50 ppm and a 325-mesh oversize fraction is substantially zero.

七、指定代表圖：

(一)、本案指定代表圖為：無

(二)、本代表圖之元件代表符號簡單說明：無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無

九、發明說明

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於具有改善之散熱性及熱傳導的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物。

【先前技術】

許多電子組件在使用時會產生熱。為使電子組件保持適當的功能，有必要移除組件的熱。具體而言，個人電腦中先進的積體電路裝置（如 CPU）會因處理速度的加快而產生更多的熱。因此，熱管理非常重要。

為了移除熱，許多方法及多種導熱材料經人提出。導熱材料通常呈現兩種型態，一種是容易處理的片狀，另一種是以散熱潤滑油為人習知的膏狀。因為散熱材料的熱阻和其厚度成正比，所以易藉擠壓而變薄的散熱潤滑油具有較佳的散熱性質。對於產生更多熱的電子組件，有人提出將導熱潤滑油或導熱片置於電子組件與散熱器之間以有效地自電子組件引出熱（參考 JP-A 56-28264 或 Aakalu 等人的 USP 4, 265, 775 及 JP-A 61-157587）。

因為電子裝置（例如 LSI）的放熱增加，習用的散熱潤滑油無法提供令人滿意的散熱性。雖然散熱潤滑油的功能可藉增加導熱填料的負載而提高，但是當導熱填料的負載增加時，潤滑油的黏度亦增加。易於施用的必要性亦對填料負載造成一些限制。另一方法是降低散熱潤滑油的塗佈厚度，因為其熱阻和其厚度成正比。為此目的，具有較

小平均粒徑的導熱填料常被人使用，雖然尚無法得到令人滿意的散熱效果。這是因為雖然導熱填料具有較小的平均粒徑，但是其通常含有混入的粗顆粒，而使得散熱潤滑油無法塗佈至所欲的厚度。

習知的導熱材料包括載有氧化鋅或氧化鋁粉末之以聚矽氧烷液為底的散熱潤滑油（參考 JP-B 52-33272 及 JP-B 59-52195）。

使用氮化鋁粉末來改善熱傳導的做法亦為人習知。USP 4,265,775 揭示一種搖變性導熱材料，其包含液態有機聚矽氧烷載體、矽石纖維、及一或多種選自樹枝狀氧化鋅、薄片狀氮化鋁及薄片狀氮化硼的熱填料粉末。JP-A 2-153995 揭示一種聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含特定有機聚矽氧烷及具有某一粒徑範圍的球形六面體氮化鋁粉末。JP-A 3-14873 揭示一種導熱聚矽氧烷潤滑油，其使用具有較小粒徑之氮化鋁粉末與具有較大粒徑之氮化鋁粉末的組合物。JP-A 10-110179 揭示一種導熱聚矽氧烷潤滑油，其使用氮化鋁粉末與氧化鋅粉末的組合物。JP-A 2000-63872 揭示一種導熱潤滑油組成物，其使用表面經有機矽烷處理的氮化鋁粉末。

氮化鋁的導熱度為 70 至 270 W/mK，而具有較高導熱度之金剛石的導熱度為 900 至 2,000 W/mK。JP-A 2002-30217 揭示一種包含聚矽氧烷樹脂、金剛石、氧化鋅及分散劑的導熱聚矽氧烷組成物。

金屬具有高導熱度，當電子組件不需電氣絕緣時，其

可被使用。JP-A 2000-63873 揭示一種導熱潤滑油組成物，其包含與金屬鋁粉混合的底液，例如聚矽氧烷液。

但是，這些導熱材料及導熱潤滑油無法解決先進 IC 裝置（例如 CPU）放熱增加的問題。

就基於載有導熱填料之聚矽氧烷液的材料而言，當填料的體積分率等於或低於 0.6 時，由 Maxwell 或 Bruggeman 的理論方程式得知，材料的導熱度和填料的導熱度僅有很小的依存性。只有當填料的體積分率超過 0.6 時，填料的導熱度才會變得顯著。此表示導熱潤滑油之導熱度的增加最先和如何以導熱填料加重潤滑油的負載有關（當重負載為可行時），再考慮如何選擇具有較高導熱度的填料。但是，重負載會干擾導熱潤滑油的流動並對施用（例如塗佈及分配）效率造成不利的影響，而使得潤滑油無法作實務應用。

另一種方法是降低散熱潤滑油的塗佈厚度，因為其熱阻和其厚度成至正比。為此目的，有人使用具有較小平均粒徑且無粗顆粒混入的導熱填料，雖然其目前尚無法得到令人滿意的散熱效果。這是因為具有較小平均粒徑的導熱填料具有較大的表面積，當填料為金屬時，其會發生氧化作用。因此，填料的導熱度降低，並且重負載變得難以施行。因而難以賦予高導熱度。

JP-A 2004-091743 揭示一種導熱潤滑油，其包含 15 至 35%以重量計之有機聚矽氧烷、35 至 55%以重量計之平均粒徑為 0.2 微米至小於 1.0 微米的球狀氧化鋁粉末、及

30 至 50%以重量計之平均粒徑為 1 至 3 微米且最大粒徑為 2 至 10 微米的氮化鋁粉末。

【發明內容】

總論

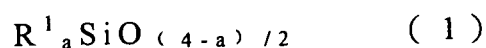
本發明之目的係提供具有改善之散熱效果的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物。另一目的係提供具有改善之熱傳導的導熱聚矽氧烷潤滑油組成物。

本發明係關於聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含（A）如下定義之 25℃ 下運動黏度為 50 至 500,000 平方毫米/秒的如平均組成式（1）之有機聚矽氧烷、及（B）主要比例為選自導熱度為至少 10 W/m℃ 且平均粒徑為 0.1 至 15.0 微米之金屬粉末、金屬氧化物粉末及陶瓷粉末的導熱填料。經發現如果粗顆粒自填料移除而使得 500 網目（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率不高於 50 ppm（以組成物計）且 325 網目（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率實質上為 0，則聚矽氧烷潤滑油組成物可以厚度充分降低的塗層施用並展現極佳的散熱效果。

本發明亦係關於包含如上之有機聚矽氧烷液及平均粒徑為 5.0 至 15.0 微米且氧含量不超過 0.1 重量%之銅粉的聚矽氧烷潤滑油組成物。經發現如果粗顆粒自粉末移除而使得 500 網目（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率不高於 50 ppm（以組成物計）且 325 網目（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率實質上為 0，則聚矽氧烷潤滑油組

成物可以厚度充分降低的塗層施用並展現極佳的熱傳導及散熱。

首先，本發明提供一種聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含 (A) 2 至 40 重量 % 的如平均組成式 (1) 之有機聚矽氧烷：



其中 R^1 獨立是單價 C_1 - C_{18} 烴基，並且 "a" 是 1.8 至 2.2 的正數，其在 25°C 下的運動黏度為 50 至 500,000 平方毫米/秒，及 (B) 60-98 重量 % 之至少一個選自包含金屬粉末、金屬氧化物粉末及陶瓷粉末的導熱填料，填料的導熱度為至少 10 W/m°C 且平均粒徑為 0.1 至 15.0 微米，其中 500 網目（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率不高於 50 ppm（以該組成物計）且 325 網目（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率實質上為 0。

另外，本發明再提供一種聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含 (A) 10 至 60 體積 % 之 25°C 下運動黏度為 50 至 100,000 平方毫米/秒的如平均組成式 (1) 的有機聚矽氧烷，及 (C-1) 40 至 90 體積 % 的平均粒徑為 5.0 至 15.0 微米且氧含量不超過 0.1 重量 % 的銅粉，其中 500 網目（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率不高於 50 ppm（以組成物計）且 325 網目（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率實質上為 0。

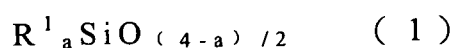
本發明之聚矽氧烷潤滑油組成物展現極佳的散熱效果。

較佳體系之說明

第一體系

本發明之第一體系係包含 (A) 有機聚矽氧烷及 (B) 導熱填料的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物。

此處作為組份 (A) 的有機聚矽氧烷具有平均組成式 (1)



在式 (1) 中， R^1 係獨立選自單價 C_1-C_{18} 烴基。適宜的基團包括烷基例如甲基、乙基、丙基、己基、辛基、癸基、十二烷基、十四烷基、十六烷基及十八烷基；環烷基例如環戊基及環己基；鏈烯基例如乙烯基及烯丙基；芳基例如苯基及甲苯基；芳烷基例如 2-苯基乙基及 2-甲基-2-苯基乙基；鹵化烴基例如 3,3,3-三氟丙基、2-(全氟丁基)乙基、2-(全氟辛基)乙基及對位-氯苯基。其中以苯基及 C_6-C_{18} 烷基（特別是 C_6-C_{14} 烷基）為較佳，並以苯基及甲基為最佳。字母 "a" 是 1.8 至 2.2 的正數，若將聚矽氧烷潤滑油組成物的黏度納入考量，則其以 1.9 至 2.2 為較佳。

有機聚矽氧烷在 25℃ 下的運動黏度應為 50 至 500,000 平方毫米/秒，並且 25℃ 下的運動黏度以 100 至

10,000 平方毫米/秒為較佳。當運動黏度低於 50 平方毫米/秒時，以彼液為底的聚矽氧烷潤滑油組成物易發生油溢流現象。當運動黏度高於 500,000 平方毫米/秒時，以彼液為底的聚矽氧烷潤滑油組成物變得不易擴展。此處，運動黏度係以 Ostwald 黏度計測得。

在第一體系的聚矽氧烷潤滑油組成物中，有機聚矽氧烷（A）的量為 2 至 40 重量%，並以 3 至 15 重量%為較佳。當有機聚矽氧烷的量低於 2 重量%時，組成物會喪失潤滑油性質並變得不易擴展，當有機聚矽氧烷的量高於 40 重量%時，組成物會喪失散熱能力。

組份（B）是導熱率應為至少 10 W/m°C 的導熱填料。如果使用導熱率低於 10 W/m°C 的填料，則散熱聚矽氧烷潤滑油組成物的導熱度亦較所欲者為低。

導熱填料可以具有任何所欲的形狀例如不規則狀及球狀，但以球狀為較佳。導熱填料的平均粒徑應在 0.1 至 15.0 微米的範圍內，並以 0.3 至 8.0 微米為較佳。當平均粒徑小於 0.1 微米時，組成物會喪失潤滑油性質並變得不易擴展。當平均粒徑大於 15.0 微米時，其會對聚矽氧烷潤滑油組成物製成之塗層的厚度造成限制，而降低散熱效果。此處，平均粒徑係以 Microtrac, Inc. 的粒徑分析儀 MT3000 型測得。

導熱填料係選自金屬粉末、金屬氧化物粉末、及陶瓷粉末。適宜的實例包括鋁粉、銅粉、銀粉、鎳粉、金粉、氧化鋁粉、氧化鋅粉、氧化鎂粉、氮化鋁粉、氮化硼粉、

氮化矽粉、金剛石粉及碳粉。任何所欲的填料均可選自這些粉末，只要其導熱度為至少 $10 \text{ W/m}^\circ\text{C}$ 且平均粒徑為 $0.1\text{-}15.0$ 微米。可以使用一種粉末或者兩或多種粉末的混合物。

細粒填料應滿足以下條件：殘留在 500 網目篩網（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率不高於 50 ppm（以聚矽氧烷潤滑油組成物的重量計）且殘留在 325 網目篩網（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率實質上為 0。

填料（例如導熱填料）的製造商在發送其產品時會附上列有粒徑分佈的規格書。因為粗顆粒的絕對量相當低，所以通常無法以粒徑分佈設備測得。因此，即便使用相同材質及相同平均粒徑的細粒填料，散熱能力也有很大的差異，端視粗顆粒是否被移除。因為電子組件產生大量的熱，所以控制導熱填料中粗顆粒的含量就變得極為重要。

許多方法可用以將粗顆粒自這些導熱填料移除。典型方法為氣力分級及篩網分級。如何將細粒填料分級或定徑並非關鍵，只要能夠移除最大數量的粗顆粒即可。使用於本文中的導熱填料最好施以篩網分級。氣力分級可移除一些粗顆粒，但是難以移除最大數量的粗顆粒。篩網分級的優點在於當使用 500-網目篩網（篩網開口 25 微米）時，細粒部分實質上是最大粒徑為 25 微米的導熱填料。

關於導熱填料的負載，聚矽氧烷潤滑油組成物應含有 60 至 98% 以重量計之導熱填料，並以 80 至 95 重量%為較佳。當導熱填料的量低於 60 重量%時，其無法提供所欲的

散熱效果，當組成物含有高於 98 重量 % 的填料時，其會喪失潤滑油性質並變得不易擴展。

第一體系的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物之製法如下：利用能夠捏合高黏度材料的裝置（例如行星式混合機）將組份（A）及（B）在室溫或提高的溫度下實施結合及捏合。適宜的攪拌及混合條件包括室溫至約 150°C 之溫度，特別是約 50 至 100°C，及約 30 分鐘至約 3 小時之時間，特別是約 1 至約 2 小時。

在第一體系的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物中，多種其他的添加劑可施以化合，只要其不損及本發明之利益。

第二體系

第二體系係包含（A）有機聚矽氧烷及（C-1）銅粉的聚矽氧烷潤滑油組成物。

此處作為組份（A）的有機聚矽氧烷係和第一體系中的有機聚矽氧烷相同，除黏度範圍外。有機聚矽氧烷在 25°C 下應具有 50 至 100,000 平方毫米/秒的運動黏度，並以 25°C 下的運動黏度為 100 至 10,000 平方毫米/秒為較佳。當運動黏度低於 50 平方毫米/秒時，以彼液為底的聚矽氧烷潤滑油組成物易發生溢油現象。當運動黏度高於 100,000 平方毫米/秒時，以彼液為底的聚矽氧烷潤滑油組成物變得不易流動。

在第二體系的聚矽氧烷潤滑油組成物中，有機聚矽氧烷（A）的量為 10 至 60 體積%，並以 15 至 35 體積%為較

佳。當組成物中之有機聚矽氧烷的量低於 10 體積 % 時，其會變硬、不易流動且不易施用，當有機聚矽氧烷的量高於 60 體積 % 時，組成物具有較低的導熱度並會使填料澱積。

組份 (C-1) 是平均粒徑為 5.0 至 15.0 微米的銅粉。為了增加有機聚矽氧烷 (A) 的負載，銅粉以球狀或粒狀顆粒為較佳。生成高體密度之形狀的顆粒不適合用於增加負載，例如樹枝狀、薄片狀、針狀或不規則顆粒。

銅粉的平均粒徑應在 5.0 至 15.0 微米的範圍內，並以 7.0 至 12.0 微米為較佳。平均粒徑低於 5.0 微米的粉末難以大量填充。當平均粒徑高於 15.0 微米時，其難以經由塗層厚度的降低來降低熱阻。此處，平均粒徑係以 Microtrac, Inc. 的粒徑分析儀 MT3000 型測得。

雖然銅是良好的導熱材料，如其導熱度為 398 W/mK 所示，但是銅粉的導熱度會因顆粒表面易發生氧化作用而降低。此外，表面氧化作用會使顆粒被組份 (A) 所潤濕的能力惡化並在顆粒表面造成不規則性而增加比表面積。其對重負載的施行有不利的影響，因而使得聚矽氧烷潤滑油組成物的導熱度無法改善。當粒徑變小時，比表面積變得更大，銅粉因表面氧化作用而使得導熱度及潤濕性劣化的現象亦加劇。在本文中，平均粒徑為 5.0 至 15.0 微米的銅粉應具有不高於 0.1 重量 % 的氧含量，並以不高於 0.05 重量 % 為較佳。當氧含量高於 0.1 重量 % 時，其會因潤濕度的惡化及表面積的增加而阻礙重負載的施行並降低熱傳導。使用具有最小氧含量的銅粉，即使其粒徑小，重負載亦

得以施行，並且導熱度亦可增加。在第二體系的導熱聚矽氧烷潤滑油組成物中，銅顆粒的表面被聚矽氧烷所覆蓋，所以進一步的氧化作用受到抑制。

以下說明如何使銅粉的氧含量降至最低，但是本發明不限於此流程。因為銅粉顆粒曝露於空氣中時其表面會形成氧化銅層，所以表面積愈大，氧含量愈高。當銅粉的尺寸較大且球度較高時，其表面積較小，因此氧含量也較低。使用較大尺寸之銅粉的導熱聚矽氧烷潤滑油組成物會因銅粉的負載增加而有較高的導熱度，但是其在裝置上的塗層厚度無法降低，因而無法提供散熱效果。當使用較小尺寸的銅粉時，其球度對氧含量有很大的影響。製備高球度及小表面積之球狀粉末的方法係藉高速液體之助將銅漿施以噴霧，繼而實施固化作用的熔漿原子化法，但不限於彼。其他可作為範例的方法包括去除銅顆粒表面之氧化層的方法及使用助焊劑組份以覆蓋顆粒表面並進而抑制與空氣接觸的方法。使用有機酸或者以樹脂為底的助焊劑，氧含量得以降低。

銅粉的氧濃度可以利用 JIS Z2613 之惰性氣體熔合-IR 吸收光譜法測得。

至於銅粉的負載，聚矽氧烷潤滑油組成物應含有 40 至 90 體積 % 的銅粉，並以 50 至 85 體積 % 為較佳。當銅粉含量低於 40 體積 % 時，組成物會有較低的導熱度，當銅粉含量高於 90 體積 % 時，組成物會變得不易流動且不易施用。

在第二體系的聚矽氧烷潤滑油組成物中，除銅粉（C-1）外的第二種導熱粉末（C-2）亦可加入以進一步改善熱傳導。第二種粉末的實例包括無機粉末例如氧化鋅粉、氧化鋁粉、氮化硼粉、氮化鋁粉、碳化矽粉與金剛石粉，以及金屬粉末例如銀粉、金粉、鎳粉及不銹鋼粉。

其中，以加入一或多種平均粒徑為 0.1 至 5.0 微米的導熱粉末為較佳，因為這些細顆粒會進入被聚矽氧烷潤滑油所填充之銅顆粒間的空隙內，而使得填充因子增加。此外，其改善聚矽氧烷潤滑油組成物的安定性，因而防止油分離。當平均粒徑小於 0.1 微米時，相當於體密度增加，其會干擾重負載的施行。當平均粒徑超過 5.0 微米時，相當大粒徑的銅粉會部分重疊，因而使得細顆粒與大顆粒組合所產生的緊密堆積無法施行。因為此原因，第二種粉末的平均粒徑在 0.1 至 5.0 微米的範圍內，並以 0.2 至 3.0 微米為較佳。

至於第二種粉末的負載，聚矽氧烷潤滑油組成物應含有 0 至 35 體積%的第二種粉末（C-2），並以 1 至 35 體積%為較佳，以 5 至 30 體積%為更佳。當第二種粉末的含量高於 35 體積%時，組成物會變得不易流動且不易施用。組份（C-1）與（C-2）的合併量以 60 至 90 體積%（以組成物計）為較佳，並以 70 至 85 體積%為更佳。

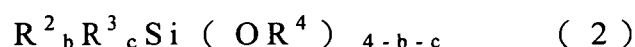
包含銅粉（C-1）及導熱粉末（C-2）的導熱填料應滿足以下條件：殘留在 500 網目篩網（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒分率不高於 50 ppm（以聚矽氧烷潤滑油組成物

的重量計) 且殘留在 325 網目篩網 (篩網開口 45 微米) 上之粗顆粒分率實質上為 0。

自這些導熱填料移除粗顆粒之方法如以上第一體系所示。

在第二體系中，(D) 潤濕劑可視需要混入。當包含銅粉 (C-1) 及導熱粉末 (C-2) 的導熱填料之表面以潤濕劑實施處理時，粉末更容易被基底油或有機聚矽氧烷 (A) 所潤濕，而有助於重負載。

組份 (D) 包含具有通式 (2) 的 (D-1) 烷氧基矽烷：



其中 R^2 是 C_9-C_{15} 烷基例如壬基、癸基、十二烷基及十四烷基。低於 9 個碳原子的烷基無法使粉末潤濕。具有超過 15 個碳原子之烷基的烷氧基矽烷在室溫下是固體且難以處理，並且可能會對組成物之低溫效能造成不利的影響。

R^3 是單價 C_1-C_8 烴基。實例包括烷基例如甲基、乙基、丙基、己基及辛基，環烷基例如環戊基及環己基，鏈烯基例如乙烯基及烯丙基，芳基例如苯基及甲苯基，芳烷基例如 2-苯基乙基及 2-甲基-2-苯基乙基，及鹵化烴基例如 3,3,3-三氟丙基、2-(全氟丁基)乙基、2-(全氟辛基)乙基及對位-氯苯基。其中以甲基及乙基為較佳。

R^4 是一或多個 C_1-C_6 烷基例如甲基、乙基、丙基、丁

基、戊基及己基，以甲基及乙基為較佳。

字母 b 是 1 至 3 之整數，並以 1 為較佳；c 是 0 至 2 之整數；b+c 的和是 1 至 3 之整數。

具有式 (2) 之烷氧基矽烷的實例包括 $C_{10}H_{21}Si(OCH_3)_3$ 、

$C_{12}H_{25}Si(OCH_3)_3$ 、 $C_{10}H_{21}Si(CH_3)(OCH_3)_2$ 、

$C_{10}H_{21}Si(C_6H_5)(OCH_3)_2$ 、 $C_{10}H_{21}Si(CH_3)(OC_2H_5)_2$ 、

$C_{10}H_{21}Si(CH=CH_2)(OCH_3)_2$ 及

$C_{10}H_{21}Si(CH_2CH_2CF_3)(OCH_3)_2$ 。

所加入之烷氧基矽烷 (D-1) 的適當量為 0 至 5 % 以體積計之第二體系的聚矽氧烷潤滑油組成物。當加入量超過 5 體積 % 時，潤濕效果不一定會提高且不經濟。因為烷氧基矽烷具有一些揮發性，所以當聚矽氧烷潤滑油組成物置於開放環境時，其會逐漸變硬。烷氧基矽烷 (D-1) 的加入量以 0.1 至 3 % 以體積計之聚矽氧烷潤滑油組成物為更佳。

潤濕劑組份 (D) 亦包括 (D-2) 具有通式 (3) 之一端為三官能基且可水解的甲基聚矽氧烷



其中 R^4 是如上所示的 C_1 - C_6 烷基且 d 是 5 至 100 之整數，並以 10 至 60 為較佳。

所加入之甲基聚矽氧烷 (D-2) 的適當量為 0 至 10 %

以體積計之第二體系的聚矽氧烷潤滑油組成物。甲基聚矽氧烷（D-2）的加入量以 0.1 至 5 %以體積計之聚矽氧烷潤滑油組成物為更佳，因為當組份（D-2）的比例更高時，組成物的抗熱性可能會變差。

同時使用烷氧基矽烷（D-1）及一端為三官能基且可水解的甲基聚矽氧烷（D-2）作為潤濕劑組份（D）是可被接受的。在此體系中，組份（A）與組份（D-1）及（D-2）的合併量應以不超過聚矽氧烷潤滑油組成物的 40 體積 % 為較佳。

在第二體系中，可以加入多種添加劑，例如抗熱改質劑（如氧化鐵及氧化鈾）、黏度改質劑（例如矽石）及著色劑，只要其不損及本發明之利益。

第二體系之導熱聚矽氧烷潤滑油組成物係藉由將組份（A）及（C-1）與視需要使用之組份（C-2）、（D）等以諸如 Trimix、Twinmix 或 Planetary Mixer（Inoue Mfg. Inc.的商標名）、Ultra Mixer（Mizuho Industry Co., Ltd.的商標名）或 Hivis Disper Mix（Tokushu Kika Kogyo Co., Ltd.的商標名）等適當的混合機施以混合並視需要在約 50 至 150℃ 下加熱而製得。混合後最好再於高剪力下實施捏合以確保均勻加工。適當的捏合機包括三輥碾磨機、膠體磨碎機及混砂機，其中以三輥碾磨機為較佳。

粗顆粒

在第一及第二體系的聚矽氧烷潤滑油組成物中，如果

500 網目（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率超過 50 ppm（以組成物計），則組成物之塗層的厚度無法充分降低至足夠水準以下以提供所欲的散熱效果。因此，500 網目上之粗顆粒的分率應等於或低於 50 ppm（以組成物之重量計），並以等於或低於 30 ppm 為較佳。即使當 500 網目上之粗顆粒的分率等於或低於 50 ppm 時，組成物中仍有出現少許大或粗顆粒的可能性。如此一來，組成物之塗層的厚度即無法充分降低至足夠水準以下以提供所欲的散熱效果。為了達成所欲的散熱效果，325 網目（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率必須實質上為 0。

粗顆粒可藉組成物直接過 500 網目篩網（篩網開口 25 微米）而自聚矽氧烷潤滑油組成物中去除。但是，就實務而言，載有大量導熱填料的聚矽氧烷潤滑油組成物難以過篩。因此建議在化合之前先將粗顆粒自導熱填料、組份（B）或組份（C-1）及（C-2）去除。

如上所述，第一及第二體系的聚矽氧烷潤滑油組成物必須滿足 500 網目（篩網開口 25 微米）上之粗顆粒的分率不超過 50 ppm（以組成物計）且 325 網目（篩網開口 45 微米）上之粗顆粒的分率實質上為 0 之要求。

粗顆粒在聚矽氧烷潤滑油組成物中的重量係藉由將整數份的組成物溶解在能夠溶解聚矽氧烷值的溶劑（例如甲苯）中並將溶液先過 325 網目篩網（篩網開口 45 微米）再過 500 網目篩網（篩網開口 25 微米），再充分洗滌篩網之方式實施量測。325 網目篩網上的殘餘物或粗粒為目

視可及。500 網目篩網上的殘餘物經乾燥並以粉紙收集後量測其重量。

當聚矽氧烷潤滑油組成物，特別是第一體系的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物，以厚度 75 微米之塗層施用至硬基材（例如金屬板）間並在壓力 0.15 MPa 下壓製 15 分鐘時，塗層易變薄至厚度為 25 微米或以下，特別是 20 微米或以下。在一般的實作中，聚矽氧烷潤滑油組成物係施用至產熱組件與散熱器之間，並且散熱器是以夾子或類似物強迫接合至組件。但是在降低設備尺寸及重量的現今趨勢下，難以使用能夠強力促進散熱器接合至組件的結構。因此，所欲的散熱無法達成，除非聚矽氧烷潤滑油組成物即使在低壓下亦能變得足夠薄。

第一及第二體系之聚矽氧烷潤滑油組成物在 25℃ 下的黏度應以不超過 1,000 Pa·s 為較佳，其在 25℃ 下的黏度以不超過 500 Pa·s 為更佳，因為流動性較差的組成物具有不良的分配性。此處，分配性係指當聚矽氧烷潤滑油組成物施用至基材時，其操作的難易度。不良的分配性係指組成物難以利用注射針或具有壓出裝置的分配器實施分配且難以薄層施用至基材。組成物在 25℃ 下之黏度的下限以為至少 10 Pa·s 為較佳，特別是為至少 100 Pa·s，但未嚴格限定。

聚矽氧烷潤滑油組成物，特別是第二體系的散熱聚矽氧烷潤滑油組成物，其在 25℃ 下以雷射閃光法測得的熱阻應以不超過 6 mm²·K/W 為較佳，並以不超過 4 mm²·K/W

為更佳。當熱阻超過 $6 \text{ mm}^2 \cdot \text{K/W}$ 時，組成物可能不適宜施用至大量放熱的產熱組件。

本發明之聚矽氧烷潤滑油組成物具有顯著改善導熱度及易於施用的優勢。

【實施方式】

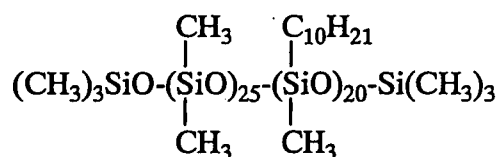
本發明之實例以例舉說明而非限制的方式示於以下。在實例中，平均粒徑是以 Microtrac Inc. 之粒徑分析儀 MT3000 型測得的累計平均粒徑（或中間直徑），並且運動黏度係於 25°C 以 Ostwald 黏度計測得。

實例 1-5 及比較例 1-5

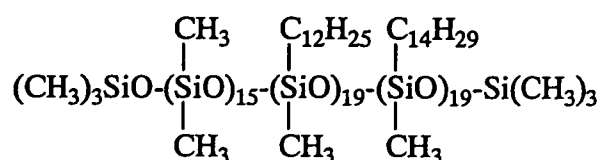
散熱聚矽氧烷潤滑油組成物係藉由將下示之組份（A）及（B）以表 1 及 2 所示的量加至 5-升行星式混合機（Inoue Mfg. Inc. 的商標名）中，並在室溫下攪拌一小時而製得。這些聚矽氧烷潤滑油組成物的性質係以下示的方法測得，結果示於表 1 及 2 中。

組份（A）

A-i: 下式之有機聚矽氧烷，其運動黏度為 390 平方毫米/秒



A-ii: 下式之有機聚矽氧烷，其運動黏度為 500 平方毫米/秒



組份 (B)

B-i: 鋁粉，導熱度 237 W/m°C，平均粒徑 1.9 微米，通過 500-網目之產品

B-ii: 氧化鋅粉，導熱度 54 W/m°C，平均粒徑 0.3 微米，氣力分級產品

B-iii: 銅粉，導熱度 398 W/m°C，平均粒徑 6.9 微米，氣力分級產品

B-iv: 鋁粉，導熱度 237 W/m°C，平均粒徑 6.5 微米，未分級

B-v: 銅粉，導熱度 398 W/m°C，平均粒徑 7.2 微米，未分級

試片的製備

厚度為 75 微米的聚矽氧烷潤滑油組成物之薄層係夾在直徑為 12.6 毫米且厚度為 1 毫米的一對鋁碟之間。將薄層施以 0.15 MPa 之壓力 15 分鐘，由是完成試片的製備。

黏度

聚矽氧烷潤滑油組成物之黏度係於 25℃ 下以 Malcom PC-1T 型黏度計測得。

聚矽氧烷潤滑油組成物之厚度

試片的總厚度係以測微計 (Mitsutoyo Co., Ltd.) 測得。經壓製之聚矽氧烷潤滑油組成物薄層的厚度係以總厚度減去兩片鋁碟之厚度而得。

325 網目篩網 (開口 45 微米) 粗粒

200 毫升塑膠瓶中裝入 50 克聚矽氧烷潤滑油組成物及 100 克甲苯，蓋上蓋子，搖動瓶子直到聚矽氧烷潤滑油組成物完全分散。經分散之液體倒在 325 網目篩網 (篩網開口 45 微米) 上，並以甲苯充分洗滌。將篩網置於乾燥器中並實施乾燥。將 325 網目篩網上的乾粗粒 (粗顆粒) 移至粉紙上，並以目視觀察。當目視未發現粗顆粒時，樣品評為 "無"，當目視發現一或多個粗顆粒時，樣品評為 "有"。

500 網目篩網 (開口 25 微米) 粗粒

200 毫升塑膠瓶中裝入 50 克在 325 網目篩網粗粒試驗中評為 "無" 的聚矽氧烷潤滑油組成物 (即，未觀察到粗顆粒) 及 100 克甲苯，蓋上蓋子，搖動瓶子直到聚矽氧烷潤滑油組成物完全分散。經分散之液體倒在 500 網目篩網 (開口 25 微米) 上，並以甲苯充分洗滌。將篩網置於乾燥

器中並實施乾燥。將 500 網目篩網上的乾粗粒（粗顆粒）移至粉紙上並實施秤重。計算 500 網目粗顆粒相對於聚矽氧烷潤滑油組成物的量（ppm）。

熱阻

測得經壓製之聚矽氧烷潤滑油組成物薄層的厚度之後，再以試片及 Holometrix Micromet Inc.的 Microflash 300 型分析儀量測聚矽氧烷潤滑油組成物的熱阻。

表 1

調配物 (pbw)		實 例				
		1	2	3	4	5
組 份 A	A - i	140	35	-	60	150
	A - ii	-	-	120	-	-
組 份 B	B - i	700	100	500	-	850
	B - ii	160	65	380	100	-
	B - iii	-	800	-	840	-
試 驗 結 果						
黏 度 (Pa·s)		350	420	360	250	400
潤滑油厚度(微米)		10	17	11	17	10
325 網目粗粒(目視觀察)		無	無	無	無	無
500 網目粗粒 (ppm)		20	25	15	20	10
熱 阻 (mm ² ·K/W)		5	4	6	7	7

表 2

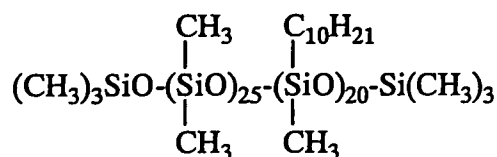
調 配 物 (p b w)		比 較 例				
		1	2	3	4	5
組 份 A	A - i	1 0	4 5 0	1 4 0	6 0	1 5 0
組 份 B	B - i	9 9 0	5 5 0	-	-	-
	B - ii	-	-	-	1 0 0	-
	B - iii	-	-	7 0 0	-	8 5
	B - iv	-	-	1 6 0	8 4 0	-
	試 驗 結 果					
黏 度 (P a · s)		不 像 潤 滑 油	3 0	2 8 0	2 6 0	3 2 0
潤 滑 油 厚 度 (微 米)			1 1	4 5	4 2	5 1
3 2 5 網 目 粗 粒 (目 視 觀 察)			無	有	有	有
5 0 0 網 目 粗 粒 (p p m)			3 0	1 1 0	6 0	8 0
熱 阻 (m m ² · K / W)			2 5	2 9	2 4	3 2

實例 6-10 及比較例 6-10

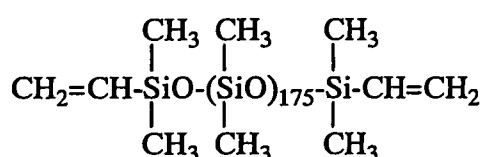
導熱聚矽氧烷潤滑油組成物係以下示流程利用下示組份製得。

組份 (A)

A-i: 下式之有機聚矽氧烷，其運動黏度為 390 平方毫米/秒



A-iii: 下式之有機聚矽氧烷，其運動黏度為 600 平方毫米/秒



組份 (C-1)

C-1-i: 銅粉，平均粒徑 10.1 微米，氣力分級產品，氧含量 0.03 重量 %

C-1-ii: 銅粉，平均粒徑 10.1 微米，氣力分級產品，氧含量 1.4 重量 %

C-1-iii: 銅粉，平均粒徑 12.3 微米，未分級，氧含量 0.2 重量 %

組份 (C-1) 的氧含量係依據 JIS Z2613 之惰性氣體熔合-IR 光譜法測得。所用的分析儀是 Horiba Mfg. Co., Ltd. 的氧/氮分析儀 EMGA-523。

組份 (C-2)

C-2-i: 鋁粉，平均粒徑 1.4 微米，通過 500-網目之產品

C-2-ii: 氧化鋅粉，平均粒徑 0.5 微米，氣力分級產

品

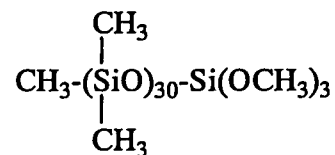
C-2-iii: 鋁粉，平均粒徑 6.5 微米，未分級

組份 (D)

D-i: 下式之烷氧基矽烷



D-ii: 下式之可水解的甲基聚矽氧烷



製備

導熱聚矽氧烷潤滑油組成物係藉由將組份 (A) 及 (D) 以表 3 及 4 所示的量加至行星式混合機 (Inoue Mfg. Inc.) 中，並在室溫下攪拌一小時而製得。

試驗

這些聚矽氧烷潤滑油組成物的性質係以下示的方法測得，結果示於表 3 及 4 中。

試片的製備

厚度為 75 微米的聚矽氧烷潤滑油組成物之薄層係夾

在直徑為 12.6 毫米且厚度為 1 毫米的一對鋁碟之間。將薄層施以 0.15 MPa 之壓力 60 分鐘，由是完成試片的製備。

黏度

聚矽氧烷潤滑油組成物置於 25℃ 之恆溫箱中 24 小時之後，再以 Malcom 黏度計在 10 rpm 下量測其黏度。

聚矽氧烷潤滑油組成物的厚度、熱阻、325 網目篩網粗粒及 500 網目篩網粗粒係以等同於實例 1 中的方式測得。

表 3

調配物 (體積%)		實例				
		6	7	8	9	10
組份 A	A-i	18.6	22.6	18.8	20.0	-
	A-iii	-	-	-	-	21.6
組份 C-1	C-1-i	51.0	69.0	55.9	49.7	50.0
組份 C-2	C-2-i	21.8	-	23.9	21.3	20.8
	C-2-ii	7.2	7.0	-	7.2	6.2
組份 D	D-i	1.4	1.4	1.4	-	1.4
	D-ii	-	-	-	1.8	-
試驗結果						
黏度 (Pa·s)		420	441	403	388	357
潤滑油厚度 (微米)		18	20	20	18	16
325 網目粗粒 (目視觀察)		無	無	無	無	無
500 網目粗粒 (ppm)		17	19	18	14	18
熱阻 (mm ² ·K/W)		3.6	5.6	4.3	5.1	4.9

表 4

調 配 物 (體 積 %)		比 較 例				
		6	7	8	9	10
組 份 A	A - i	5.0	48.5	22.0	18.6	22.6
組 份 C - 1	C - 1 - i	91.0	34.2	-	-	48.5
	C - 1 - ii	-	-	48.7	-	-
	C - 1 - iii	-	-	-	51.0	-
組 份 C - 2	C - 2 - i	-	7.3	20.9	21.8	-
	C - 2 - ii	3.0	9.0	7.1	7.2	6.8
	C - 2 - iii	-	-	-	-	20.8
組 份 D	D - i	1.0	1.0	1.3	1.4	1.3
試 驗 結 果						
黏 度 (Pa · s)		不 像 潤 滑 油	121	368	324	366
潤 滑 油 厚 度 (微 米)			17	23	71	54
325 網 目 粗 粒 (目 視 觀 察)			無	無	有	有
500 網 目 粗 粒 (ppm)			11	42	-	-
熱 阻 (mm ² · K / W)			9.1	7.8	16.0	17.2

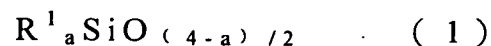
第 094116167 號專利申請案中文申請專利範圍修正本

民國 100 年 12 月 26 日修正本

十、申請專利範圍

1. 一種聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含

(A) 2 至 40 重量 % 之 25℃ 下運動黏度為 50 至 500,000 平方毫米/秒之如平均組成式 (1) 所示之有機聚矽氧烷：



其中 R^1 獨立是單價 C_1 - C_{18} 烴基，並且 "a" 是 1.8 至 2.2 的正數，及

(B) 60-98 重量 % 之由金屬粉末、或金屬粉末和金屬氧化物粉末所組成的導熱性填料，該填料的導熱度為至少 10 W/m℃ 且平均粒徑為 0.1-15.0 微米，

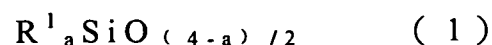
其中 500 網目（篩網開口 25 微米）上的粗顆粒部分不高於 50 ppm（以該組成物計），且 325 網目（篩網開口 45 微米）上的粗顆粒部分實質上為零。

2. 如申請專利範圍第 1 項之聚矽氧烷潤滑油組成物，其中當厚度為 75 微米的組成物在壓力 0.15 MPa 下壓製 15 分鐘時，其厚度變為等於或小於 25 微米。

3. 一種聚矽氧烷潤滑油組成物，其包含

(A) 10 至 60 體積 % 之 25℃ 下運動黏度為 50 至 100,000 平方毫米/秒之如平均組成式 (1) 所示之有機聚

矽氧烷：

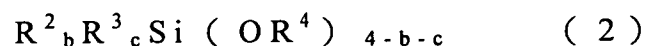


其中 R^1 獨立是單價 C_1-C_{18} 烴基，並且 "a" 是 1.8 至 2.2 的正數，及

(C-1) 40 至 90 體積 % 之平均粒徑為 5.0 至 15.0 微米且含有不超過 0.1 重量 % 之氧的銅粉末，

(C-2) 1 至 35 體積 % 之非組份 (C-1) 的平均粒徑為 0.1 至 5.0 微米之導熱性填料，及

(D-1) 具有通式 (2) 的烷氧基矽烷：



其中 R^2 是 C_9-C_{15} 烷基， R^3 是單價 C_1-C_8 烴基， R^4 是 C_1-C_6 烷基，b 是 1 至 3 之整數，c 是 0 至 2 之整數，且 b+c 的總和是 1 至 3 之整數，或

(D-2) 具有通式 (3) 的一端為三官能基之可水解的甲基聚矽氧烷：



其中 R^4 是 C_1-C_6 烷基且 d 是 5 至 100 之整數，

其中 500 網目 (篩網開口 25 微米) 上的粗顆粒部分

不高於 50 ppm (以該組成物計)，且 325 網目 (篩網開口 45 微米) 上的粗顆粒部分實質上為零。

4. 如申請專利範圍第 3 項之聚矽氧烷潤滑油組成物，其中式 (1) 中的 R^1 包含具 6 至 18 個碳原子的烷基。

5. 如申請專利範圍第 3 項之聚矽氧烷潤滑油組成物，其在 25°C 下的黏度不高於 1,000 Pa·s。

6. 如申請專利範圍第 3 項之聚矽氧烷潤滑油組成物，其在 25°C 下以雷射閃光法測得的熱阻不高於 $6 \text{ mm}^2 \cdot \text{K/W}$ 。