

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4667882号  
(P4667882)

(45) 発行日 平成23年4月13日(2011.4.13)

(24) 登録日 平成23年1月21日(2011.1.21)

(51) Int. Cl.	F I
<b>HO 1 L 23/373 (2006.01)</b>	HO 1 L 23/36 M
<b>HO 1 L 23/36 (2006.01)</b>	HO 1 L 23/36 D
<b>CO 8 L 91/00 (2006.01)</b>	CO 8 L 91/00
<b>CO 8 K 3/00 (2006.01)</b>	CO 8 K 3/00

請求項の数 5 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2005-17455 (P2005-17455)	(73) 特許権者	398053147 コスモ石油ルブリカンツ株式会社 東京都港区芝浦四丁目9番25号
(22) 出願日	平成17年1月25日(2005.1.25)	(74) 代理人	100095599 弁理士 折口 信五
(65) 公開番号	特開2006-210437 (P2006-210437A)	(72) 発明者	渡辺 佳久 埼玉県幸手市権現堂1134-2 コスモ 石油ルブリカンツ株式会社 商品研究所内
(43) 公開日	平成18年8月10日(2006.8.10)	(72) 発明者	木村 光伸 埼玉県幸手市権現堂1134-2 コスモ 石油ルブリカンツ株式会社 商品研究所内
審査請求日	平成19年10月30日(2007.10.30)	審査官	日比野 隆治

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高熱伝導性コンパウンド

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

(A) 熱伝導率が  $200 \text{ W/m} \cdot \text{K}$  以上で平均粒径  $5 \sim 50 \mu\text{m}$  の金属粉末、  
 (B) 新モース硬度が 6 以上で平均粒径  $5 \sim 50 \mu\text{m}$  の粗粒無機充填剤、  
 (C) 平均粒径  $0.15 \sim 2 \mu\text{m}$  の細粒無機充填剤、  
 (D) 基油、及び  
 (E) (ポリ)グリセリルエーテル、並びにアルケニルコハク酸イミド及びそのホウ素誘導体から選ばれる 1 種以上の表面改質剤を含有する高熱伝導性コンパウンドであって、  
 (A)、(B) 及び (C) の合計含有量がコンパウンド全量中  $88 \sim 97$  質量% の範囲であり、かつ (A) と (B) の合計含有量と (C) の含有量の質量比が  $20 : 80 \sim 85 : 15$  の範囲であり、(D) の含有量がコンパウンド全量中 12 質量% 未満であり、さらに (E) の含有量がコンパウンド全量中それぞれ  $0.08 \sim 4$  質量% である割合となるように (A)、(B)、(C)、(D)、及び (E) 成分が配合されたものであることを特徴とする高熱伝導性コンパウンド。

【請求項2】

金属粉末 (A) がアルミニウム粉末であり、粗粒無機充填剤 (B) が酸化亜鉛粉末であり、金属粉末 (A) と粗粒無機充填剤 (B) の含有量の質量比が  $95 : 5 \sim 5 : 95$  の範囲であり、細粒無機充填剤 (C) が酸化亜鉛粉末である請求項 1 に記載の高熱伝導性コンパウンド。

【請求項3】

基油が、鉱油、合成炭化水素油、ジエステル、ポリオールエステル、フェニルエーテルから選ばれる少なくとも1種以上である請求項1または2に記載の高熱伝導性コンパウンド。

【請求項4】

基油がジエステル及びポリオールエステルから選ばれる1種以上を含有し、その含有量が基油中に2～90質量%である請求項1～3のいずれかに記載の高熱伝導性コンパウンド。

【請求項5】

(A) 熱伝導率が200 W/m・K以上で平均粒径5～50 μmの金属粉末、  
 (B) 新モース硬度が6以上で平均粒径5～50 μmの粗粒無機充填剤、  
 (C) 平均粒径0.15～2 μmの細粒無機充填剤、  
 (D) 基油、及び  
 (E) (ポリ)グリセリルエーテル、並びにアルケニルコハク酸イミド及びそのホウ素誘導体から選ばれる1種以上の表面改質剤を、  
 (A)、(B)及び(C)の合計含有量がコンパウンド全量中88～97質量%の範囲であり、かつ(A)と(B)の合計含有量と(C)の含有量の質量比が20：80～85：15の範囲であり、(D)の含有量がコンパウンド全量中12質量%未満であり、さらに(E)の含有量がコンパウンド全量中それぞれ0.08～4質量%である割合になるように配合することを特徴とする高熱伝導性コンパウンドの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、極めて高い熱伝導率を有する高熱伝導性コンパウンドに関する。

【背景技術】

【0002】

電子機器に使用されている半導体部品の中には、コンピュータのCPUや電源制御用のパワー半導体のように使用中に発熱をともなう部品がある。これらの半導体部品を熱から保護し、正常に機能させるためには、発生した熱をヒートシンク等の放熱部品へ伝導させ放熱する方法がある。熱伝導性コンパウンドは、これら半導体部品と放熱部品を密着させるように両者の間に塗布され、熱の伝導を高めるために用いられる。これら接合部の熱伝導は、熱伝導性コンパウンドの熱伝導率が高いほど優れ、また、塗布性が良いほど(塗膜が薄いほど、密着性が高いほど)高くなる。近年、特にコンピュータの性能向上はめざましく、CPUの放熱対策には熱伝導率の高い熱伝導性コンパウンドが求められている。

【0003】

熱伝導性コンパウンドは、基油に熱伝導率の高い充填剤を多量に分散することで熱伝導率を高めたグリース状組成物である。充填剤としては酸化亜鉛、酸化アルミニウムなどの金属酸化物や、窒化珪素、窒化アルミ、窒化ホウ素などの窒化物、アルミニウムや銅、銀などの金属粉末が使用されている。この内、アルミニウムや銅、銀などの金属粉末は非常に熱伝導性が高く、より高い熱伝導性のコンパウンドの充填剤として用いられる場合がある(特許文献1参照)。

【特許文献1】特開2000-63873

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、アルミニウムや銅、銀などの金属粉末は高熱伝導性ではあるものの、比較的柔らかい材質であるために、製造時のロールミル処理工程において金属粒子が潰れる場合がある。粒子が潰れた場合にはコンパウンドのちょう度が低くなり、コンパウンドを調製できなくなる場合があり、この潰れを改善する技術が望まれている。

【0005】

また、熱伝導性コンパウンドの熱伝導率は充填剤の量が多いほど高くなるが、充填剤の量

10

20

30

40

50

が多すぎるとちょう度が低くなり十分な塗布性が得られなくなる場合がある。この場合、塗膜の膜厚が増えたり気泡が混入したりすることで、熱伝導性が低下するおそれがある。そのため、ちょう度が高く、塗布性を良好に保ちつつ、充填剤の量を多くできる技術が求められている。

本発明の目的は、高熱伝導性でありながら、ちょう度が高く、塗布性が良好な熱伝導性コンパウンドを提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0006】

そこで、本発明者らは、 $200\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上の熱伝導率を有する特定粒径の粗粒金属粉末と新モース硬度が6以上である硬度の高い特定粒径の粗粒無機充填剤とを併用し、さらに特定粒径の細粒無機充填剤及び特定の表面改質剤を組み合わせ、それぞれ特定量含有させた熱伝導性コンパウンドにすることで、粗粒金属粉末を潰れにくくし、ちょう度が高く、かつ優れた熱伝導率を有する熱伝導性コンパウンドが得られることを見出した。

【0007】

すなわち、本発明は、(A)熱伝導率が $200\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上で平均粒径 $5\sim 50\ \mu\text{m}$ の金属粉末、(B)新モース硬度が6以上で平均粒径 $5\sim 50\ \mu\text{m}$ の粗粒無機充填剤、(C)平均粒径 $0.15\sim 2\ \mu\text{m}$ の細粒無機充填剤、(D)基油、及び(E)(ポリ)グリセリルエーテル、並びにアルケニルコハク酸イミド及びそのホウ素誘導体から選ばれる1種以上の表面改質剤を含有する高熱伝導性コンパウンドであって、(A)、(B)及び(C)の合計含有量がコンパウンド全量中 $88\sim 97$ 質量%の範囲であり、かつ(A)と(B)の合計含有量と(C)の含有量の質量比が $20:80\sim 85:15$ の範囲であり、(D)の含有量がコンパウンド全量中12質量%未満であり、さらに(E)の含有量がコンパウンド全量中それぞれ $0.08\sim 4$ 質量%である割合となるように(A)、(B)、(C)、(D)、及び(E)成分が配合されたものであることを特徴とする高熱伝導性コンパウンドを提供するものである。

【0008】

また、本発明は、上記高熱伝導性コンパウンドにおいて、さらに、(E)(ポリ)グリセリルエーテル、並びにアルケニルコハク酸イミド及びそのホウ素誘導体から選ばれる1種以上の表面改質剤がコンパウンド全量中それぞれ $0.08\sim 4$ 質量%含有する高熱伝導性コンパウンドを提供するものである。

また、本発明は、上記高熱伝導性コンパウンドにおいて、金属粉末(A)がアルミニウム粉末であり、粗粒無機充填剤(B)が酸化亜鉛粉末であり、金属粉末(A)と粗粒無機充填剤(B)の含有量の質量比が $95:5\sim 5:95$ の範囲であり、細粒無機充填剤(C)が酸化亜鉛粉末である高熱伝導性コンパウンドを提供するものである。

【0009】

また、本発明は、上記高熱伝導性コンパウンドにおいて、基油が、鉱油、合成炭化水素油、ジエステル、ポリオールエステル、及びフェニルエーテルから選ばれる少なくとも1種以上である高熱伝導性コンパウンドを提供するものである。

また、本発明は、上記高熱伝導性コンパウンドにおいて、基油がジエステル及びポリオールエステルから選ばれる1種以上を含有し、その含有量が基油中に $2\sim 90$ 質量%である高熱伝導性コンパウンドを提供するものである。

また、本発明は、(A)熱伝導率が $200\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上で平均粒径 $5\sim 50\ \mu\text{m}$ の金属粉末、(B)新モース硬度が6以上で平均粒径 $5\sim 50\ \mu\text{m}$ の粗粒無機充填剤、(C)平均粒径 $0.15\sim 2\ \mu\text{m}$ の細粒無機充填剤、(D)基油、及び(E)(ポリ)グリセリルエーテル、並びにアルケニルコハク酸イミド及びそのホウ素誘導体から選ばれる1種以上の表面改質剤を、(A)、(B)及び(C)の合計含有量がコンパウンド全量中 $88\sim 97$ 質量%の範囲であり、かつ(A)と(B)の合計含有量と(C)の含有量の質量比が $20:80\sim 85:15$ の範囲であり、(D)の含有量がコンパウンド全量中12質量%未満であり、さらに(E)の含有量がコンパウンド全量中それぞれ $0.08\sim 4$ 質量%である割合になるように配合することを特徴とする高熱伝導性コンパウンドの製造方法を提供

10

20

30

40

50

するものである。

【発明の効果】

【0010】

本発明の高熱伝導性コンパウンドは、塗布性を損なうことなくより優れた熱伝導性を発揮できる。本発明の高熱伝導性コンパウンドは、熱対策に必要な電子部品の放熱性を向上でき、特にCPUやパワー半導体等の放熱材料として好適である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明に用いられる無機充填剤は、高充填させるために粗粒無機充填剤と細粒無機充填剤を組み合わせて配合する。

金属粉末(A)は、熱伝導率が $200\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上で、平均粒径が $5\sim 50\ \mu\text{m}$ である。熱伝導率が $200\text{ W/m}\cdot\text{K}$ 以上の金属粉末としては、アルミニウムや銅や銀などの金属粉末が例示されるが、特にアルミニウム粉末が好ましい。金属粉末(A)の平均粒径は、 $5\sim 40\ \mu\text{m}$ が好ましく、 $8\sim 30\ \mu\text{m}$ が特に好ましい。

【0012】

粗粒無機充填剤(B)は、新モース硬度が6以上で平均粒径 $5\sim 50\ \mu\text{m}$ の粗粒無機充填剤である。粗粒無機充填剤(B)を含まない場合や新モース硬度が6よりも低い場合には、ロールミル処理時に金属粉末(A)が潰れ、コンパウンドのちょう度が低くなったりコンパウンドを調製できなくなる場合がある。新モース硬度は、7以上が好ましく、7.5以上が特に好ましい。新モース硬度が6以上の粗粒無機充填剤としては、例えば、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、酸化マグネシウム、酸化チタン、窒化アルミニウム、炭化ケイ素、シリカなどの粉末が例示される。より好ましくは酸化亜鉛粉末が挙げられる。粗粒無機充填剤(B)の平均粒径は、 $5\sim 40\ \mu\text{m}$ が好ましく、 $8\sim 30\ \mu\text{m}$ がより好ましく、 $8\sim 25\ \mu\text{m}$ が特に好ましい。粗粒無機充填剤(B)の最大粒径は、 $100\ \mu\text{m}$ 以下が好ましく、 $75\ \mu\text{m}$ 以下がより好ましく、 $50\ \mu\text{m}$ 以下が特に好ましい。

【0013】

また、金属粉末(A)及び粗粒無機充填剤(B)、すなわち粗粒の平均粒径は、 $50\ \mu\text{m}$ を越えると塗膜が厚くなり熱伝導性が低下する傾向にある。一方、金属粉末(A)及び粗粒無機充填剤(B)の平均粒径を $5\ \mu\text{m}$ 以上とすることや、細粒無機充填剤(C)の平均粒径を $2\ \mu\text{m}$ 以下とすることで、無機充填剤を最密充填しやすくなり、結果として十分な熱伝導率を得やすくなる。

【0014】

細粒無機充填剤(C)は、平均粒径が $0.15\sim 2\ \mu\text{m}$ の細粒無機充填剤である。細粒無機充填剤(C)の平均粒径は、 $0.2\sim 1.8\ \mu\text{m}$ が好ましく、 $0.3\sim 1.5\ \mu\text{m}$ が特に好ましい。細粒無機充填剤(C)の平均粒径は、 $0.15\ \mu\text{m}$ 以上とすることで、無機充填剤の総表面積を適度に保つことができたため、液体成分(基油と表面改質剤)を十分に保持することができたり、適度なちょう度とすることが出来るなどコンパウンドを調製しやすくなる。細粒無機充填剤(C)の平均粒径が $2\ \mu\text{m}$ 以下とすることで、無機充填剤を最密充填しやすくなり、結果として十分な熱伝導率を得やすくなる。細粒無機充填剤(C)としては、酸化亜鉛、酸化アルミニウム、窒化ホウ素(六方晶)などの粉末が例示される。より好ましくは酸化亜鉛粉末が挙げられる。

【0015】

また、金属粉末(A)と粗粒無機充填剤(B)の合計含有量と細粒無機充填剤(C)の含有量の質量比は、 $20:80\sim 85:15$ の範囲であり、好ましくは $30:70\sim 80:20$ の範囲であり、特に好ましくは $35:65\sim 70:30$ の範囲である。細粒無機充填剤(C)が多すぎると、無機充填剤の表面積が大きくなりすぎて液体成分(基油と表面改質剤)が不足し、ちょう度が低くなったりコンパウンドを調製できなくなる場合がある。一方、細粒無機充填剤(C)が少なすぎると、無機充填剤を最密充填できなくなり、結果として離油が生じたり十分な熱伝導率が得られない場合がある。

【0016】

金属粉末 (A) と粗粒無機充填剤 (B) の含有割合は、質量比で好ましくは 95 : 5 ~ 5 : 95 であり、より好ましくは 90 : 10 ~ 5 : 95 であり、特に好ましくは 85 : 15 ~ 5 : 95 である。

【0017】

無機充填剤の充填率は高いほど熱伝導性に優れており、本発明においては、(A)、(B) 及び (C) の合計含有量がコンパウンド全量中 88 ~ 97 質量% であり、好ましくは 90 ~ 96 質量% である。88 質量% 以上とすることで 4.5 W/m・K 以上の高熱伝導率が得やすくなり、また離油を生じたり基油が滲み出たりすることを抑制しやすくなる。一方、97 質量% 以下とすることでちょう度の低下を抑制し、コンパウンドを調製しやす

10

【0018】

基油 (D) としては、種々の基油が使用でき、例えば、鉱油、合成炭化水素油、エステル、ポリエーテル、リン酸エステル、シリコン油及びフッ素油などが挙げられる。基油の分離を防止する点においては、表面張力の低いシリコン油及びフッ素油は、あまり好ましくない。基油は 1 種単独で使用しても、2 種以上を組み合わせ使用しても良い。

合成炭化水素油としては、例えば、エチレンやプロピレン、ブテン、及びこれらの誘導体などを原料として製造されたアルファオレフィン、単独または 2 種以上混合して重合したものが挙げられる。具体的には、1-デセンのオリゴマーであるポリアルファオレフィン (PAO) や、1-ブテンやイソブチレンのオリゴマーであるポリブテン、エチレンとアルファオレフィンのコオリゴマー等が挙げられる。また、アルキルベンゼンやアルキルナフタレン等を用いることもできる。

20

【0019】

エステルとしては、ジエステルやポリオールエステルが挙げられる。

ジエステルとしては、アジピン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸等の二塩基酸のエステルが挙げられる。

ポリオールエステルとしては、位の炭素上に水素原子が存在していないネオペンチルポリオールのエステルで、具体的にはネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエリスリトール等のカルボン酸エステルなどが挙げられる。また、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、2-ブチル-2-エチルプロパンジオール、2,4-ジエチル-ペンタンジオールなどの脂肪族 2 価アルコールと、直鎖または分岐の飽和脂肪酸とのエステルも用いることができる。

30

【0020】

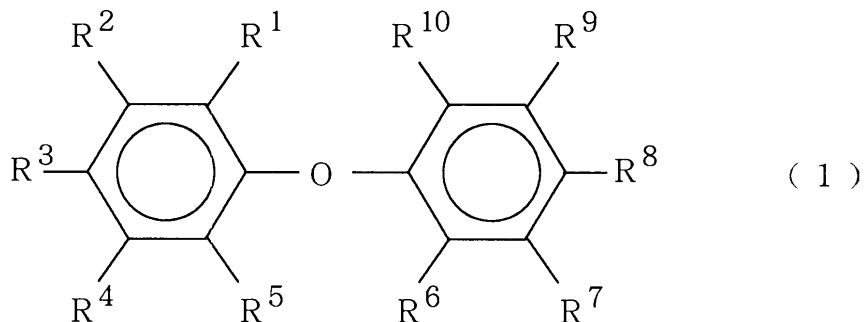
ポリエーテルとしては、ポリグリコールやフェニルエーテルなどが挙げられる。

ポリグリコールとしては、ポリエチレングリコールやポリプロピレングリコール、及びこれらの誘導体などが挙げられる。

フェニルエーテルとしては、下記一般式 (1) のアルキル化ジフェニルエーテル等が挙げられる。

【0021】

【化 1】



40

50

## 【0022】

(式中、 $R^1$ 、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ 、 $R^5$ 、 $R^6$ 、 $R^7$ 、 $R^8$ 、 $R^9$ 及び $R^{10}$ は、水素原子又は炭素数1～22の炭化水素基であり、 $R^1$ ～ $R^{10}$ のうち、少なくとも1つは炭素数8～22の炭化水素基である。)

リン酸エステルとしては、トリエチルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート等が挙げられる。

高熱伝導性コンパウンドは発熱部に塗布されるため、長時間高温にさらされる。このため、基油としては熱酸化安定性に優れることが望ましい。

## 【0023】

基油の動粘度は、40で $10\text{mm}^2/\text{s}$ ～ $500\text{mm}^2/\text{s}$ であることが好ましく、 $20\text{mm}^2/\text{s}$ ～ $450\text{mm}^2/\text{s}$ であることが特に好ましい。粘度が低すぎると、高温になった時に、蒸発、離油などが生じる恐れがある。また、粘度が高すぎるとちょう度が低くなりコンパウンドが硬くなる恐れがある。

ジエステルやポリオールエステルは、他の基油成分と組み合わせることでちょう度を高くすることができる。その際、組み合わせるジエステルやポリオールエステルは、1種であってもよいし、2種以上組み合わせてもよい。また、ジエステルやポリオールエステルの割合は、ジエステルやポリオールエステルを含む全ての基油成分100質量%に対して2～90質量%が好ましく、より好ましくは2～50質量%であり、さらに好ましくは4～30質量%である。上記範囲でジエステルやポリオールエステルを配合することで、より高いちょう度とすることができる。

## 【0024】

基油の含有量としては12質量%未満、好ましくは2～12質量%であり、含有量がこれ以上の場合、ちょう度が高くなりすぎ、コンパウンドが流れ出てしまう場合がある。さらに離油を生じたり、熱伝導性が低下する場合がある。

本発明に用いられる表面改質剤(E)は、無機充填剤粉末の表面に吸着して基油との親和性を向上させることにより、無機充填剤の充填量を増加させ熱伝導性を向上させたり、ちょう度を高めて塗布性を向上させる働きがある。なお、表面改質剤(E)を用いることで、塗膜をより一層薄くすることができ、発熱部品から放熱部品への熱伝導を効率よく行うことができる。

## 【0025】

さらに、本発明に用いられる表面改質剤(E)は、従来表面改質剤として用いられている物質と比較すると耐熱性が高い。そのため、油分の熱・酸化安定性が良好で、耐熱性の高いコンパウンドを得ることができる。

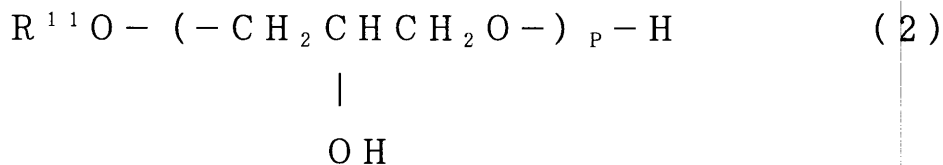
## 【0026】

表面改質剤の種類としては、(ポリ)グリセリルエーテル、およびアルケニルコハク酸イミドやそのホウ素誘導体が好ましく使用できる。

(ポリ)グリセリルエーテルは、一般式(2)で表わされる化合物である。

## 【0027】

## 【化2】



(式中、 $R^{11}$ は炭素数8以上の炭化水素基を表わし、 $p$ はグリセリンの重合度を表わす係数であって、1以上の数である。)

一般式(2)において、 $R^{11}$ は炭素数8以上の炭化水素基を表わし、例えば、炭素数8以上のアルキル基、アルケニル基、アリール基が挙げられ、炭素数8以上のアルキル基、

10

20

30

40

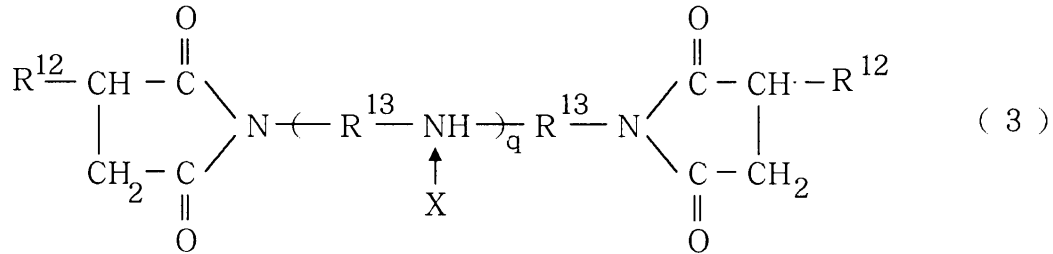
50

アルケニル基が好ましい。R<sup>11</sup>の炭素数は、8～30が好ましく、10～26がより好ましく、12～22が特に好ましい。また、一般式(2)において、pはグリセリンの重合度を表わす係数であって、1以上の数であり、好ましくは1～5の数である。なお、pが1以上の場合は、pは平均値である。pが5を越えると基油への溶解性が悪くなる。

【0028】

アルケニルコハク酸イミドおよびそのホウ素誘導体は、一般式(3)で表わされる化合物である。

【化3】



10

【0029】

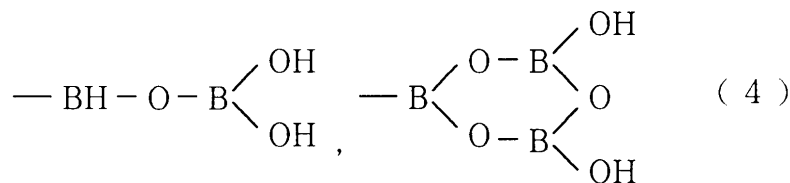
(式中、R<sup>12</sup>は炭素数1～50のアルケニル基又はポリアルケニル基であり、2個のR<sup>12</sup>は同一でも異なってもよく、R<sup>13</sup>は炭素数2～5のアルキレン基であり、qは1～10であり、q+1個のR<sup>13</sup>は同一でも異なってもよい。Xはホウ素含有置換基である。)

20

一般式(3)においてR<sup>12</sup>は炭素数1～50のアルケニル基又はポリアルケニル基であり、2個のR<sup>12</sup>は同一でも異なってもよい。アルケニル基としては、プロペニル基、ブテニル基、ペンテニル基などが挙げられ、ポリアルケニル基としては、ポリプロペニル基、ポリブテニル基、ポリペンテニル基などが挙げられる。R<sup>13</sup>は炭素数2～5のアルキレン基である。qは1～10であり、q+1個のR<sup>13</sup>は同一でも異なってもよい。Xはホウ素含有置換基であり、Xとしては、例えば化学式(4)の基が例示できる。

【0030】

【化4】



30

【0031】

このとき、ポリアルケニル基の分子量は70～50000程度のものが好ましく、200～5000がより好ましく、500～3000が特に好ましい。

40

表面改質剤(E)は、1種単独で用いてもよいし、2種以上を組み合わせて用いてもよい。

また、ポリグリセリルエーテルと、アルケニルコハク酸イミドやそのホウ素誘導体は、組み合わせて使用することで、さらにちょう度を高めることができる。この組み合わせは、95:5～20:80、好ましくは90:10～40:60、さらに好ましくは80:20～60:40とすることで、ちょう度をより一層高くすることができる。

本発明に用いる表面改質剤(E)は、高熱伝導性コンパウンド全量中0.08～4.0質量%含有することが好ましい。さらに好ましくは0.1～2.0質量%であり、特に好ましくは0.1～1.0質量%であり、最も好ましくは0.1～0.5質量%である。表

50

面改質剤 (E) は、含有量が 0.08 質量% 以上とすることで、効果を得ることができる。一方、含有量は 4.0 質量% より多くしても、添加量に見合うだけの効果の向上は得られず経済的でない。

【0032】

また、本発明の高熱伝導性コンパウンドには必要に応じて、公知の添加剤を適宜配合することができる。これらとしては、例えば、酸化防止剤としてはフェノール系、アミン系、イオウ・リン系等の化合物が、さび止め剤としてはスルホン酸塩、カルボン酸、カルボン酸塩等の化合物が、腐食防止剤としてはベンゾトリアゾールおよびその誘導体等の化合物、チアジアゾール系化合物が、増粘剤・増ちょう剤としてはポリブテン、ポリメタクリレート、脂肪酸塩、ウレア化合物、石油ワックス、ポリエチレンワックス等が挙げられる。これらの添加剤の配合量は、通常の配合量であればよい。

10

【0033】

本発明の高熱伝導性コンパウンドの製造に関しては、均一に成分を混合できればその方法にはよらない。一般的な製造方法としては、乳鉢、プラネタリーミキサー、2軸式押出機などにより混練りを行い、グリース状にした後、さらに三本ロールにて均一に混練りする方法がある。

本発明の高熱伝導性コンパウンドの不混和ちょう度は概ね 200 以上であれば使用可能である。本発明の高熱伝導性コンパウンドの不混和ちょう度は、好ましくは 230 以上であり、より好ましくは 250 以上であり、特に好ましくは 280 以上である。

本発明の高熱伝導性コンパウンドは、極めて優れた熱伝導性を発揮することができ、具体的には、好ましくは 4.5 W/m・K 以上の熱伝導性を発揮することができ、より好ましくは 4.7 W/m・K 以上の熱伝導性を発揮することができ、さらに好ましくは 5.0 W/m・K 以上の熱伝導性を発揮することができ、特に好ましくは 5.3 W/m・K 以上の熱伝導性を発揮することができる。

20

【実施例】

【0034】

以下、実施例により本発明を詳述するが、本発明はこれによって何等限定されるものではない。

実施例及び比較例に用いた充填剤と基油および表面改質剤を表 1 ~ 3 に示す。

【0035】

【表 1】

記号	平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	最大粒径 ( $\mu\text{m}$ )	熱伝導率 ( $\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$ )
アルミニウム粉末 1	20	—	237
酸化亜鉛粉末 1	11	45	25
酸化亜鉛粉末 2	0.6	—	25

表中における酸化亜鉛の新モース硬度 = 8

【0036】

【表 2】

記号	物質名	40°C 動粘度 ( $\text{mm}^2/\text{s}$ )
PAO	ポリアルファオレフィン (1-デセンオリゴマー)	47
ES1	ジトリデシルアジペート	24
ES2	ペンタエリスリトール C <sub>8</sub> 、C <sub>10</sub> エステル	32
Ph e 1	アルキルジフェニルエーテル	74

表中、Ph e 1 は、一般式 (1) の R<sup>1</sup> ~ R<sup>10</sup> のうち、1 つ又は 2 つが炭素数<sup>12</sup> と炭

50

素数<sup>1 4</sup>の直鎖又は分岐鎖アルキル基のものを示す。

【0037】

【表3】

記号	物質名
表面改質剤 1	(ポリ)グリセリンモノオレイルエーテル、一般式(2)において、pは1~5である。
表面改質剤 2	ポリブテニル基の分子量が1300のポリブテニルコハク酸イミド、一般式(3)において、R <sup>1 2</sup> がポリブテニル基であり、R <sup>1 3</sup> はエチレン基であり、Xは水素原子であり、qは2~4である。
表面改質剤 3	ポリブテニル基の分子量が2800のポリブテニルコハク酸イミドのホウ素化誘導体、一般式(3)において、R <sup>1 2</sup> がポリブテニル基であり、R <sup>1 3</sup> はエチレン基であり、Xは-BH-OB(OH) <sub>2</sub> であり、qは2~4である。
表面改質剤 4	シラン系カップリング剤
表面改質剤 5	ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル HLB = 7.4
表面改質剤 6	グリセリンモノステアレート HLB = 2.8

10

20

【0038】

(実施例1~8)

下記表4に実施例1~8の組成を示す。なお、表中のその他は、アミン系酸化防止剤を示す。

表4の組成になるように各成分を配合して、熱伝導性コンパウンドを以下の方法で調製した。

製造方法：基油に表面改質剤、酸化防止剤等の各種添加剤を溶解し、無機充填剤とともにプラネタリーミキサーまたは自動乳鉢に入れた。室温~60で60分混練りを行いよく混合し、グリース状とした。その後、三本ロールによる混練りを2回実施して熱伝導性コンパウンドを調製した。

30

【0039】

得られた熱伝導性コンパウンドを用いて、以下に示す性能を評価した。

ちょう度：JIS-K2220に準拠して不混和ちょう度を測定した。ちょう度の値が大きいほどコンパウンドが軟らかくなり、逆に小さいほど硬くなる。

離油度：JIS-K2220に準拠して測定した。

熱伝導率：熱線法により0で測定した。

【0040】

【表 4】

成分	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5
アルミニウム粉末	27.0	28.2	19.0	4.75	9.5
酸化亜鉛粉末 1	27.0	28.2	38.0	52.25	47.5
酸化亜鉛粉末 2	36.0	37.6	38.0	38.0	38.0
PAO	6.6	3.92	3.3	3.53	3.53
ES1	2.2	1.3	1.05	—	—
ES2	—	—	—	1.18	1.18
Phel	—	—	—	—	—
表面改質剤 1	1.0	0.6	0.5	0.09	0.09
表面改質剤 2	—	—	—	0.05	0.05
表面改質剤 3	—	—	—	—	—
その他※	0.20	0.18	0.15	0.15	0.15

10

成分	実施例 6	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10
アルミニウム粉末	14.25	14.25	14.25	23.75	37.2
酸化亜鉛粉末 1	42.75	42.75	42.75	23.75	18.6
酸化亜鉛粉末 2	38.0	38.0	38.0	47.5	37.2
PAO	3.53	3.53	—	3.53	5.0
ES1	—	—	—	—	—
ES2	1.18	1.18	1.18	1.18	1.65
Phel	—	—	3.53	—	—
表面改質剤 1	0.09	0.09	0.09	0.09	0.09
表面改質剤 2	0.05	—	—	0.05	0.05
表面改質剤 3	—	0.05	0.05	—	—
その他※	0.15	0.15	0.15	0.15	0.21

20

表中、その他 : アミン系酸化防止剤

(比較例 1 ~ 8)

下記表 5 の組成になるように各成分を配合して、熱伝導性コンパウンドを実施例と同様の方法で調製した。

【0041】

30

【表 5】

記号	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5
アルミニウム粉末	—	—	54.0	14.25	25.0
酸化亜鉛粉末 1	—	57.0	—	42.75	25.0
酸化亜鉛粉末 2	88.0	38.0	36.0	38.0	35.0
PAO	8.5	3.1	7.0	3.6	10.5
ES 1	—	1.0	2.42	—	3.5
ES 2	2.8	—	—	1.2	—
Ph e 1	—	—	—	—	—
表面改質剤 1	0.22	0.375	0.18	0.05	0.55
表面改質剤 2	0.13	0.375	0.10	—	—
表面改質剤 3	—	—	—	—	—
表面改質剤 4	—	—	—	—	—
表面改質剤 5	—	—	—	—	—
表面改質剤 6	—	—	—	—	—
その他※	0.35	0.15	0.30	0.15	0.45

10

記号	比較例 6	比較例 7	比較例 8
アルミニウム粉末	27.0	28.5	28.5
酸化亜鉛粉末 1	27.0	28.5	28.5
酸化亜鉛粉末 2	36.0	38.0	38.0
PAO	6.7	3.1	3.1
ES 1	—	—	—
ES 2	2.25	1.0	1.0
Ph e 1	—	—	—
表面改質剤 1	—	—	—
表面改質剤 2	—	—	—
表面改質剤 3	—	—	—
表面改質剤 4	0.75	—	—
表面改質剤 5	—	0.75	—
表面改質剤 6	—	—	0.75
その他※	0.30	0.15	0.15

20

30

表中、その他 : アミン系酸化防止剤

表 6 に実施例 1 ~ 8 と比較例 1 ~ 8 の不混和ちょう度、熱伝導率、離油度を示す。

【 0 0 4 2 】

【表 6】

	不混和ちょう度	熱伝導率 (W/m・K)	離油度 (150°C×24h)
実施例 1	370	5.0	0.1以下
実施例 2	240	6.5	0.1以下
実施例 3	260	5.7	0.1以下
実施例 4	362	4.6	0.1以下
実施例 5	343	4.7	0.1以下
実施例 6	332	5.5	0.1以下
実施例 7	325	5.5	0.1以下
実施例 8	310	5.5	0.1以下
実施例 9	280	7.2	0.1以下
実施例 10	300	6.7	0.1以下
比較例 1	287	1.5	0.1
比較例 2	300	4.0	0.1以下
比較例 3	グリース状に ならず		
比較例 4	グリース状に ならず		
比較例 5	420	2.5	0.1
比較例 6	60	3.0	0.1
比較例 7	グリース状に ならず		
比較例 8	グリース状に ならず		

## 【0043】

表 6 からわかるように実施例 1～8 は、充填剤を高充填させて熱伝導性を高めても、ちょう度が高く塗布性に優れるとともに、離油の発生もみられない。

一方、金属粉末(A)を用いない比較例 1、2 では、熱伝導率が本願実施例に比べ低くなってしまふ。粗粒無機充填剤(B)を除いた比較例 3 は、製造過程で金属粉末(A)の粒子が潰れてしまいグリース状にならない。表面改質剤が少なすぎるとコンパウンドが硬くなるかグリース状にならない(比較例 4)。無機充填剤の量が少ない比較例 5 では、高いちょう度が得られるが、熱伝導率は低下してしまふ。シラン系の表面改質剤やノニオン系の界面活性剤を用いた比較例 6～8 では、ちょう度が低いか充填率を上げるとグリース状にならない。

## 【0044】

また、実施例 6 の熱伝導性コンパウンドについては、下記の薄膜化測定方法により、薄膜の膜厚を測定した。膜厚は 74 μm であった。

## &lt;薄膜化測定方法&gt;

熱伝導性コンパウンド 0.05 ml を表面粗さが Ra = 0.5 μm の 2 枚のアルミニウム板に挟み、3 kg の荷重をかけて押し潰し、300 秒後の拡がり面積を測定し、膜厚を算出した。

---

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2006-096973(JP,A)  
特開2000-063873(JP,A)  
特開2002-201483(JP,A)  
特開平11-005904(JP,A)  
特開平07-278142(JP,A)  
特開平11-246885(JP,A)  
特開昭55-045770(JP,A)  
特開2003-154253(JP,A)  
特開2003-105367(JP,A)  
特開2002-003830(JP,A)  
米国特許第05098609(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 23/36  
H01L 23/373  
C08L 91/00  
C08K 3/00