



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2017-0043459  
 (43) 공개일자 2017년04월21일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
*C10M 171/02* (2006.01) *B01J 31/16* (2006.01)  
*C10M 107/50* (2006.01) *C10N 50/10* (2006.01)  
 (52) CPC특허분류  
*C10M 171/02* (2013.01)  
*B01J 31/1616* (2013.01)  
 (21) 출원번호 10-2016-0131414  
 (22) 출원일자 2016년10월11일  
 심사청구일자 없음  
 (30) 우선권주장  
 JP-P-2015-201832 2015년10월13일 일본(JP)

(71) 출원인  
**신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤**  
 일본 도쿄도 지요다꾸 오페마치 2쵸메 6방 1고  
 (72) 발명자  
**이와타 미츠히로**  
 일본 군마켄 안나카시 마츠이다마치 히토미 1-10  
 신에쓰 가가꾸 고교 가부시끼가이샤 실리콘 텐시  
 차이로 키쥬츠 켄큐쇼 내  
 (74) 대리인  
**송봉식, 정삼영**

전체 청구항 수 : 총 5 항

(54) 발명의 명칭 **부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물**

**(57) 요약**

본원에는, 필수불가결한 성분으로서: (A) 분자당 적어도 하나의 알케닐기를 함유하고 25℃에서 50 mPa·s 내지 100,000 mPa·s의 점도를 가지는 오가노폴리실록산; (B) 분자당 적어도 2개의 규소-결합된 수소 원자를 함유하며, R<sub>2</sub>SiO 단위를 갖지 않고, 어떠한 말단 단부에서도 규소-결합된 수소 원자를 갖지 않으며, 측쇄 또는 쇄들에서만 규소-결합된 수소 원자를 가지고, 실질적으로 직쇄 형태인, {Si-H 기의 수}/{조성물 중의 알케닐기의 수}의 비율이 0.1 내지 5.0의 범위 내에 있게 되는 양으로 존재하는 오가노하이드로젠폴리실록산; (C) 광활성형 백금 착체 경화 촉매; 및 (D) 열전도성 충전제를 포함하는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물이 개시되며, 이때 조성물은 10 rpm의 회전 속도에서 Malcom 점도계에 의해 측정되는 바 25℃에서 30 Pa·s 내지 800 Pa·s의 점도를 가진다.

본 발명에 따르면, 높은 형상 보유 특성을 가지고, 경도가 낮으며, 정상 온도에서 저장될 수 있는 조성물이 제공될 수 있다.

(52) CPC특허분류

**C10M 107/50** (2013.01)

C10N 2050/10 (2013.01)

C10N 2250/10 (2013.01)

---

명세서

청구범위

청구항 1

정상 온도에서 저장될 수 있는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물로서, 조성물은

(A) 분자당 적어도 하나의 알케닐기를 함유하고 25℃에서 50 mPa·s 내지 100,000 mPa·s의 점도를 가지는 오가노폴리실록산 100 중량부;

(B) 분자당 적어도 2개의 규소-결합된 수소 원자를 함유하며, R<sub>2</sub>SiO 단위 (여기서 R은 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기를 나타냄)를 갖지 않고, 어떠한 말단 단부에서도 규소-결합된 수소 원자를 갖지 않으며, 측쇄 또는 쇄들에서만 규소-결합된 수소 원자를 가지고, 실질적으로 직쇄 형태인, {Si-H 기의 수}/{조성물 중의 알케닐기의 수}의 비율이 0.1 내지 5.0의 범위 내에 있게 되는 양으로 존재하는 오가노하이드로젠폴리실록산;

(C) 트라이메틸(아세틸아세토네이트)백금 착체,

백금 트라이메틸(2,4-펜탄다이오네이트) 착체,

백금 트라이메틸(3,5-헵탄다이오네이트) 착체,

백금 트라이메틸(메틸아세토아세테이트) 착체,

비스(2,4-펜탄다이오네이트)백금 착체,

비스(2,4-헥산다이오네이트)백금 착체,

비스(2,4-헵탄다이오네이트)백금 착체,

비스(3,5-헵탄다이오네이트)백금 착체,

비스(1-페닐-1,3-부탄다이오네이트)백금 착체,

비스(1,3-다이페닐-1,3-프로판다이오네이트)백금 착체,

(1,5-사이클로옥타다이에닐)다이메틸 백금 착체,

(1,5-사이클로옥타다이에닐)다이페닐 백금 착체,

(1,5-사이클로옥타다이에닐)다이프로필 백금 착체,

(2,5-노르보라다이엔)다이메틸 백금 착체,

(2,5-노르보라다이엔)다이페닐 백금 착체,

(사이클로펜타다이에닐)다이메틸 백금 착체,

(메틸사이클로펜타다이에닐)다이에틸 백금 착체,

(트라이메틸실릴사이클로펜타다이에닐)다이페닐 백금 착체,

(메틸사이클로옥타-1,5-다이에닐)다이에틸 백금 착체,

(사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,

(사이클로펜타다이에닐)에틸다이메틸 백금 착체,

(사이클로펜타다이에닐)아세틸다이메틸 백금 착체,

(메틸사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,

(메틸사이클로펜타다이에닐)트라이헥실 백금 착체,

(트라이메틸실릴사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,

(다이메틸페닐실릴사이클로펜타다이에닐)트라이페닐 백금 착체 및

(사이클로펜타다이에닐)다이메틸트라이메틸실릴메틸 백금 착체로 구성되는 균으로부터 선택된 광활성형 백금 착체 경화 촉매 유효량; 및

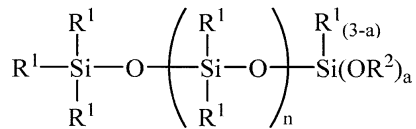
(D) 적어도 10 W/m·°C의 열 전도성을 가지는 열전도성 충전제 100 내지 20,000 중량부를 포함하고,

이때 조성물은 10 rpm의 회전 속도에서 Malcom 점도계에 의해 측정되는 바 25°C에서 30 Pa·s 내지 800 Pa·s의 점도를 가지는, 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물.

**청구항 2**

제 1항에 있어서, 추가로

(E) 다음 일반식 (1)로 표시되는, 5 내지 900 중량부의 오가노폴리실록산:



을 포함하고,

상기 식에서, R<sup>1</sup> 기는 각각 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기이고, R<sup>2</sup> 기는 각각 독립적으로 알킬기, 알콕시알킬기, 알케닐기 또는 아실기이며, n은 2 내지 100의 정수이고 a는 1 내지 3의 정수인 것을 특징으로 하는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물.

**청구항 3**

제 1항에 있어서, 추가로

(F) 0.1 내지 100 중량부의 미세 실리카 분말을 포함하는 것을 특징으로 하는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물.

**청구항 4**

제 3항에 있어서, 성분 (F)의 미세 실리카 분말은 표면-처리된 홈드 실리카인 것을 특징으로 하는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물.

**청구항 5**

제 1항에 있어서, 조성물은 형상 보유 특성을 가져서 1 cm의 직경을 가지는 디스크를 형성하기 위한 방식으로 25°C의 환경에서 0.5 mL의 조성물이 알루미늄판 위에 적용되고 그 디스크가 25°C에서 24시간 동안 수평으로 유지될 때, 디스크는 1 mm 이내의 직경 변화를 나타내게 되고, 조성물은 가열되고 점도가 증가된 후 Asker C형 고무 경도계에 의해 측정되는 바 1 내지 90의 경도를 가지는 것을 특징으로 하는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 관련 출원에 대한 교차-참조

[0002] 본 비-가출원은 2015년 10월 13일에 일본에서 출원된 특허 출원 번호 2015-201832에 대해 35 U.S.C. § 119(a)에 따라 우선권을 주장하며, 상기 출원의 전체 내용은 본원에 참조로 포함된다.

[0003] 기술분야

[0004] 본 발명은 정상 온도에서 저장할 수 있고, 특히 열-발생 부재 (가열 바디), 예컨대 전기 또는 전자 부품과 열-방사 부재 (냉각 바디) 사이에 끼워져서 열-발생 부재로부터 발생된 열을 열-방사 부재로 전달할 수 있는, 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물에 관한 것이다.

**배경 기술**

- [0005] 운송 차량에서, 엔진 제어 및 동력 전달 장치 및 공기 콘디셔너 등의 조절을 위한 바디 시스템과 관련하여, 제어의 내용은 더욱 복잡해지고 더 많은 시스템들이 제어에 필요하게 되었다. 이런 동향에 수반하여, 차량에 장착된 전자 제어 장치 (ECU)는 매년 증가하고 있고, 그 안에 장착된 전자 소자들의 수 또한 증가하고 있다. 다수의 전자 소자 및 상이한 높이의 부품들이 열을 발생하기 때문에, 다이-캐스팅 알루미늄 케이싱에 열을 효과적으로 전달하기 위해서는 열전도성 물질이 이제 필수 불가결한 것이 되었다.
- [0006] 나아가, 최근에는 더 많은 전자 소자와 부품을 제한된 공간 내에 장착해야 할 필요가 있기 때문에, 그것들의 장착 환경 (예컨대 주변 온도, 습도, 각, 두께 등)은 보다 다양해진다. 예를 들어 엔진 ECU의 경우에, 전자 소자 및 부품들은 더 자주 엔진실에 수직으로 설치되어 왔다. 그러므로, 열-전도성 물질들이 진동과 고온이 적용되는 자리에 수직으로 배치될 가능성이 더 많다.
- [0007] 그런 환경에서, 열-전도성 물질들의 사용과 관련하여, 가열 바디와 냉각 바디 사이의 열-전도성 물질이, 열-전도성 물질로서 예를 들면 열-전도성 실리콘 접착 물질, 열-전도성 삽입 물질 또는 실온-경화성 전도성 실리콘 고무 조성물의 사용에 의하여 늘어지고 떨어지는 것을 방지하기 위해 여러 제안들이 있었다 (JP-A 1996-208993, JP-A 1986-157569, JP-A 2004-352947, 일본 특허 제 3543663호 및 일본 특허 제 4255287호: 특허 문헌 1 내지 5 참조).
- [0008] 그러나, 이들 물질은 모두 높은 경도를 가질 수 있고 기판에 접촉할 수 있기 때문에, 그것들은 재작업성이 불량하고 열-발생 전자 소자들에 응력을 인가한다는 결점을 가진다. 또한, 열-전도성 물질이 열적 변형으로 인해 반복된 응력을 견딜 수 없기 때문에, 열-발생 소자로부터 벗겨지거나 균열이 생겨서 열적 저항의 빠른 증가를 유도할 수 있다.
- [0009] 이런 관점에서, 이전에 열 교차결합 반응을 진행했던 일액 열-전도성 물질 (JP-A 2003-301189: 특허 문헌 6)은 열-전도성 물질의 제조 동안에 높은 점도를 갖게 되는 것으로 발견되었고 따라서 그 물질은 쉽게 늘어질 수 없다. 이 물질은 높은 점도에도 불구하고 꽤 부드럽거나 가요성이기 때문에, 전자 소자들에 대해 발휘되는 응력의 영향은 고-경도 물질과 비교하여 약하다. 이 물질은 자유롭게 변형되고 형상에서 기복이 있는 표면 (돌출되고 오목한 표면)에 순응하기 때문에, 상이한 높이의 전자 소자들에 적합하게 적용될 수 있다. 그러나, 그 물질로의 코팅은 그것의 높은 점도 때문에 어렵다는 균형의 문제가 자연적으로 발생한다.
- [0010] 최근에 이르러, 열-전도성 실리콘 조성물은 이전에 개발된 부가 일액 열전도성 물질 (JP-A 2009-286855: 특허 문헌 7)에 비교하여 점도를 낮추었다. 그것의 점도는 여전히 높고, 따라서, 더 좋은 작업성과 늘어짐이 제어되는 열-전도성 실리콘 조성물에 대한 요구가 존재하였다.
- [0011] 상기-언급된 문제점은 부가 일액 열전도성 실리콘 조성물 (JP-A 2002-327116: 특허 문헌 8)에 의해 해결될 수 있다. 이 조성물은 열 경화 전에 쉽게 발염될 수 있고, 열 경화 후에도 어느 정도의 재작업성을 가지며, 경화 후에 늘어지지 않고, 경화 후에도 비교적 부드럽거나 가요성인 고무를 유지하며, 그로써 또한 응력 완화제로서의 역할도 수행할 수 있다. 그럼에도 불구하고, 이런 부가 일액 열전도성 실리콘 조성물은 여전히 해결되어야 할 문제점을 가진다. 그 문제점은 부가 일액 열전도성 실리콘 조성물이 추가로 점도가 낮아질 때, 조성물은 흐를 수 있게 되어서 발염 후 즉시 전자 소자 위로 확산될 수 있고, 실질적인 공간이 전자 소자와 냉각 기판 사이로 규정된다면 열-소멸 통로를 수립할 수 없게 된다.
- [0012] 그런 환경하에서는, 초기에 낮은 점도에도 불구하고 높은 공간 보유 성능을 가지고 경화 후에 부드럽거나 가요성인 부가 일액 열-경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물이 제안되었다. 그러나 보통은 냉간 저장 또는 냉장 저장 용기가 부가 일액 열전도성 실리콘 조성물의 저장에 필요하기 때문에, 저장 비용의 문제점도 있었다. 이런 관점에서, 정상적인 온도, 바람직하게는 40°C 까지의 온도에서 저장될 수 있는 부가 일액 열전도성 실리콘 조성물에 대한 요구가 있었다 (JP-A 2013-227374: 특허 문헌 9).
- [0013] 상기 언급된 다른 경화 수단인 오가노폴리실록산 겔 조성물이 제안되었는데 (일본 특허 제 3865638호: 특허 문헌 10), 그것은 자외선 (UV)에 의해 광활성이고 백금 착체 경화 촉매가 사용된다. 그러나 그 문헌은 최적의 성분으로서 무기 충전제의 첨가를 기술하는 한편, 첨가되는 무기 충전제의 양에 대해서는 언급이 없고, 열전도성에 대해서도 언급이 없다. 그 외에도 이 조성물은 일액 기준으로 저장 안정성에 대해서는 어려움이 있다.

**선행기술문헌**

**특허문헌**

- [0014] (특허문헌 0001) 특허 문헌 1: JP-A 1996-208993
- (특허문헌 0002) 특허 문헌 2: JP-A 1986-157569
- (특허문헌 0003) 특허 문헌 3: JP-A 2004-352947
- (특허문헌 0004) 특허 문헌 4: 일본 특허 제 3543663호
- (특허문헌 0005) 특허 문헌 5: 일본 특허 제 4255287호
- (특허문헌 0006) 특허 문헌 6: JP-A 2003-301189
- (특허문헌 0007) 특허 문헌 7: JP-A 2009-286855
- (특허문헌 0008) 특허 문헌 8: JP-A 2002-327116
- (특허문헌 0009) 특허 문헌 9: JP-A 2013-227374
- (특허문헌 0010) 특허 문헌 10: 일본 특허 제 3865638호

**발명의 내용**

**해결하려는 과제**

- [0015] 그러므로, 초기에 낮은 점도 (용이한 코팅 성능)에도 불구하고 높은 형상 보유 특성을 가지며, 경화 후에 부드럽거나 가요성이고 (경도가 낮음), 정상 온도에서 저장될 수 있는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물에 대한 요구가 존재한다.

**과제의 해결 수단**

- [0016] 그 요구를 충족시키기 위하여, 본 발명자는 광범위하고도 집중적인 연구를 수행하였다. 그 연구의 결과로서, 발명자는 다음 성분들 (A) 내지 (D)를 함유하고, 바람직하게는 추가로 다음 성분 (E)를 함유하며, 경화 전에 25°C에서 10 rpm의 회전 속도에서 Malcom 점도계에 의해 측정된 바 30 Pa·s 내지 800 Pa·s의 절대 점도를 가지고, 1 cm의 직경을 가지는 디스크를 형성하기 위하여 25°C 환경에서 알루미늄판 위에 0.5 mL의 조성물이 적용되고 그 디스크가 24시간 동안 수평으로 유지될 때 1 mm 이내의 직경 변화를 나타내며, Asker C형 고무 경도계에 의해 측정되는 바 1 내지 90의 경화 후 경도를 가지고, 정상 온도에서 저장될 수 있는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물이 다음과 같이 유익한 것을 발견하였다. 즉, 조성물은 그것의 낮은 점도 및 용이한 코팅 특성에도 불구하고 높은 형상 보유 특성을 가지며, 경화 후에도 그것의 가요성으로 인해 쉽게 늘어지지 않고, 응력-완화 특성을 나타낼 것으로 예상되며, 복구 능력이 우수하고, 일액 기준으로 정상 온도에서의 저장에 대해 양호한 특성들을 나타낸다. 본 발명은 이런 발견을 토대로 한다.

- [0017] 본 발명의 한 측면으로, 정상 온도에서 저장될 수 있는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물이 제공되며, 그 조성물은:

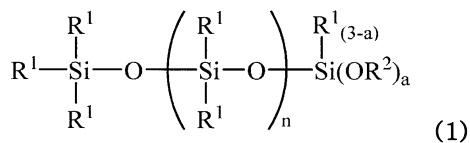
- [0018] (A) 분자당 적어도 하나의 알케닐기를 함유하고 25°C에서 50 mPa·s 내지 100,000 mPa·s의 점도를 가지는 오가노폴리실록산 100 중량부;

- [0019] (B) 분자당 적어도 2개의 규소-결합된 수소 원자를 함유하고, R<sub>2</sub>SiO 단위 (여기서 R은 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기를 나타냄)를 갖지 않으며, 어떠한 말단 단부에서도 규소-결합된 수소 원자를 갖지 않고, 측쇄 또는 쇄들에서만 규소-결합된 수소 원자를 가지며, 실질적으로 직쇄 형태인, {Si-H 기의 수}/{조성물 중의 알케닐기의 수}의 비율이 0.1 내지 5.0의 범위 내에 있게 되는 양으로 존재하는 오가노하이드로젠폴리실록산;

- [0020] (C) 트라이메틸(아세틸아세토네이트)백금 착체,

- [0021] 백금 트라이메틸(2,4-펜탄다이오네이트) 착체,

- [0022] 백금 트라이메틸(3,5-헵탄다이오네이트) 착체,
- [0023] 백금 트라이메틸(메틸아세토아세테이트) 착체,
- [0024] 비스(2,4-펜탄다이오네이트)백금 착체,
- [0025] 비스(2,4-헥산다이오네이트)백금 착체,
- [0026] 비스(2,4-헵탄다이오네이트)백금 착체,
- [0027] 비스(3,5-헵탄다이오네이트)백금 착체,
- [0028] 비스(1-페닐-1,3-부탄다이오네이트)백금 착체,
- [0029] 비스(1,3-다이페닐-1,3-프로판다이오네이트)백금 착체,
- [0030] (1,5-사이클로옥타다이에닐)다이메틸 백금 착체,
- [0031] (1,5-사이클로옥타다이에닐)다이페닐 백금 착체,
- [0032] (1,5-사이클로옥타다이에닐)다이프로필 백금 착체,
- [0033] (2,5-노르보라다이엔)다이메틸 백금 착체,
- [0034] (2,5-노르보라다이엔)다이페닐 백금 착체,
- [0035] (사이클로펜타다이에닐)다이메틸 백금 착체,
- [0036] (메틸사이클로펜타다이에닐)다이에틸 백금 착체,
- [0037] (트라이메틸실릴사이클로펜타다이에닐)다이페닐 백금 착체,
- [0038] (메틸사이클로옥타-1,5-다이에닐)다이에틸 백금 착체,
- [0039] (사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,
- [0040] (사이클로펜타다이에닐)에틸다이메틸 백금 착체,
- [0041] (사이클로펜타다이에닐)아세틸다이메틸 백금 착체,
- [0042] (메틸사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,
- [0043] (메틸사이클로펜타다이에닐)트라이헥실 백금 착체,
- [0044] (트라이메틸실릴사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,
- [0045] (다이메틸페닐실릴사이클로펜타다이에닐)트라이페닐 백금 착체 및
- [0046] (사이클로펜타다이에닐)다이메틸트라이메틸실릴메틸 백금 착체로 구성되는 군으로부터 선택된 광활성형 백금 착체 경화 촉매 유효량; 및
- [0047] (D) 적어도 10 W/m · °C의 열 전도성을 가지는 열전도성 충전제 100 내지 20,000 중량부를 함유하고, 이때 조성물은 10 rpm의 회전 속도에서 Malcom 점도계에 의해 측정되는 바 25°C에서 30 Pa · s 내지 800 Pa · s의 점도를 가진다.
- [0048] 바람직하게, 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 추가로
- [0049] (E) 다음 일반 식 (1)로 표시되는, 5 내지 900 중량부의 오가노폴리실록산을 함유한다:



[0051] 상기 식에서, R<sup>1</sup> 기는 각각 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기이고, R<sup>2</sup> 기는 각각 독립적으로 알킬기, 알콕시알킬기, 알케닐기 또는 아실기이며, n은 2 내지 100의 정수이고 a는 1 내지 3의 정수이다.

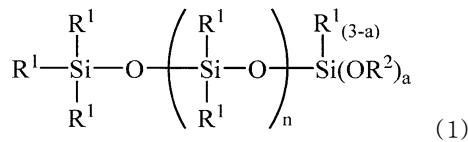
- [0052] 바람직하게, 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 추가로
- [0053] (F) 0.1 내지 100 중량부의 미세 실리카 분말을 함유한다.
- [0054] 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물에서, 바람직하게 성분 (F)의 미세 실리카 분말은 표면-처리된 흡드 실리카이다.
- [0055] 바람직하게, 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 형상 보유 특성을 가져서 1 cm의 직경을 가지는 디스크를 형성하기 위한 방식으로 25℃의 환경에서 0.5 mL의 조성물이 알루미늄판 위에 적용되고 그 디스크가 25℃에서 24시간 동안 수평으로 유지될 때, 디스크는 1 mm 이내의 직경 변화를 나타내게 되고, 조성물은 가열되고 점도가 증가된 후 Asker C형 고무 경도계에 의해 측정되는 바 1 내지 90의 경도를 가지게 된다.

**발명의 효과**

- [0056] 본 발명에 따르는, 정상 온도에서 저장될 수 있는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 낮은 점도를 가지기 때문에, 쉽게 방출되고 적용될 수 있으며, 열-발생 전자 소자의 울통불통한 형상 (돌출되고 함몰된 형상들)으로 형상을 순응하기 위해 쉽게 변형될 수 있다. 또한, 조성물은 형상 보유 특성이 높기 때문에, 일단 조성물이 한 형상으로 작업되면 그 형상을 보유할 수 있다. 조성물은 가열되고 점도가 증가된 후에 경화되지 않으면서 연성 상태로 고화되기 때문에, 수직으로 세워놓았을 때 늘어짐이 조절되고, 열원에 대해 가외의 응력을 가하지 않는다. 나아가, 조성물은 복구능력이 우수하고, 일액 기준으로 정상 온도에서 유리하게 저장될 수 있다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0057] 본 발명의 측면들은 아래에서 상세하게 기술될 것이다.
- [0058] 본 발명에 따라 정상 온도 (25℃)에서 저장될 수 있는 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은:
- [0059] (A) 분자당 적어도 하나의 알케닐기를 함유하고 25℃에서 50 mPa·s 내지 100,000 mPa·s의 점도를 가지는 오가노폴리실록산;
- [0060] (B) 분자당 적어도 2개의 규소-결합된 수소 원자를 함유하고, R<sub>2</sub>SiO 단위 (여기서 R은 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기를 나타냄)를 갖지 않으며, 어떠한 말단 단부에서도 규소-결합된 수소 원자를 갖지 않고, 측쇄 또는 측쇄들에서만 규소-결합된 수소 원자를 가지며, 실질적으로 직쇄 형태로 존재하는 오가노하이드로젠폴리실록산;
- [0061] (C) 특정된 광활성형 백금 착체 경화 촉매; 및
- [0062] (D) 적어도 10 W/m·℃의 열 전도성을 가지는 열전도성 충전제를 포함하고, 추가로,
- [0063] 바람직하게는
- [0064] (E) 다음 일반식 (1)로 표시되는 오가노폴리실록산을 포함하며:



- [0065]
- [0066] 상기 식에서, R<sup>1</sup> 기는 각각 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기이고, R<sup>2</sup> 기는 각각 독립적으로 알킬기, 알콕시알킬기, 알케닐기 또는 아실기이며, n은 2 내지 100의 정수이고 a는 1 내지 3의 정수이고,
- [0067] 추가로, 임의로
- [0068] (F) 미세 실리카 분말을 포함한다.
- [0069] 상기 언급된 성분들은 아래에서 보다 상세하게 기술될 것이다.
- [0070] 성분 (A)은 본 발명의 기본 중합체이고, 분자당 적어도 하나의 알케닐기를 함유하는 오가노폴리실록산이다.
- [0071] 성분 (A)의 오가노폴리실록산은 분자당 적어도 하나의 규소-결합된 알케닐기, 바람직하게는 적어도 2개의 규소-

결합된 알케닐기, 보다 바람직하게는 2 내지 3개의 규소-결합된 알케닐기를 가진다. 알케닐기의 실례로는 2 내지 4개의 탄소 원자의 알케닐기, 예컨대 비닐, 알릴 및 부테닐을 포함한다.

[0072] 규소-결합된 오가노기의 실례로는, 알케닐기에 더불어, 지방족 불포화 결합이 없는, 1 내지 10개의 탄소 원자, 바람직하게는 1 내지 6개의 탄소 원자의, 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소 기, 예컨대 직쇄 알킬기, 분지쇄 알킬기, 사이클로알킬기, 아릴기, 아르알킬기 및 할로알킬기를 포함한다. 직쇄 알킬기의 실례로는 메틸, 에틸, 프로필, 헥실, 옥틸 및 데실을 포함한다. 분지쇄 알킬기의 실례로는 아이소프로필, 아이소부틸, 삼차-부틸 및 2-에틸헥실을 포함한다. 사이클로알킬기의 실례로는 사이클로펜틸 및 사이클로헥실을 포함한다. 아릴기의 실례로는 페닐 및 톨릴을 포함한다. 아르알킬기의 실례로는 2-페닐에틸 및 2-메틸-2-페닐에틸을 포함한다. 할로알킬기의 실례로는 3,3,3-트라이플루오로프로필, 2-(노나플루오로부틸)에틸 및 2-(헵타데카플루오로옥틸)에틸을 포함한다.

[0073] 성분 (A) 중의 규소-결합된 오가노기들의 바람직한 실례는 직쇄 알킬기, 알케닐기 및 아릴기이고, 특히 바람직한 것은 메틸기, 비닐기 및 페닐기이다.

[0074] 25°C에서 성분 (A)의 점도는 50 mPa·s 내지 100,000 mPa·s, 바람직하게는 200 mPa·s 내지 50,000 mPa·s, 보다 바람직하게는 300 mPa·s 내지 40,000 mPa·s, 한층 더 바람직하게는 300 mPa·s 내지 30,000 mPa·s의 범위 내에 있다. 점도가 그런 범위에 있을 때, 본 조성물의 취급성 또는 작업성은 쉽게 보장될 수 있고, 본 조성물의 경화된 생성물의 양호한 물리적 특성들도 쉽게 보장될 수 있다. 점도는 회전 점도계에 의해 측정되는 것이 유지되어야 한다.

[0075] 성분 (A)의 분자 구조는 특별히 제한되지 않는다. 분자 구조의 실례는 직쇄 구조, 분지쇄 구조, 부분적으로 분지된 직쇄 구조 및 수지상 구조 (덴드리머 형태)를 포함하고, 그 중 바람직한 것은 직쇄 구조 및 부분적으로 분지된 직쇄 구조이다. 성분 (A)은 그런 분자 구조를 가지는 단일중합체, 그런 분자 구조를 가지는 공중합체 또는 그런 분자 구조를 가지는 적어도 2개의 중합체의 혼합물일 수 있다.

[0076] 분자 사슬의 말단 단부는 바람직하게는 트라이오가노실록시기 또는 다이오가노하이드록시실록시기인 것이 유지된다 (각각의 오가노기는 1 내지 10 탄소 원자의 1가 탄화수소 기, 예컨대 상기 언급된 알케닐기, 알킬기 및 아릴기이다).

[0077] 성분 (A)의 실례는 다음을 포함한다:

[0078] 양 단부 다이메틸비닐실록시-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0079] 양 단부 메틸페닐비닐실록시-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0080] 양 단부 다이메틸비닐실록시-차단된 다이메틸실록산/메틸페닐실록산 공중합체,

[0081] 양 단부 다이메틸비닐실록시-차단된 다이메틸실록산/메틸비닐실록산 공중합체,

[0082] 양 단부 실라놀-차단된 다이메틸실록산/메틸비닐실록산 공중합체,

[0083] 양 단부 실라놀-차단된 다이메틸실록산/메틸비닐-실록산/메틸페닐실록산 공중합체,

[0084] 양 단부 트라이메틸실록시-차단된 다이메틸실록산/메틸-비닐실록산 공중합체,

[0085] 양 단부 다이메틸비닐실록시-차단된 메틸(3,3,3-트라이플루오로프로필)폴리실록산 및

[0086] 식:  $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ 로 표시되는 실록산 단위, 식:  $(CH_3)_2(CH_2=CH)SiO_{1/2}$ 로 표시되는 실록산 단위, 식:  $CH_3SiO_{3/2}$ 로 표시되는 실록산 단위 및 식:  $(CH_3)_2SiO_{2/2}$ 로 표시되는 실록산 단위를 포함하는 오가노실록산 공중합체.

[0087] 오가노폴리실록산 (A)은 기본적으로 실록산 골격을 포함하고, 어떠한 알콕시기도 함유하지 않는 것이 유지되어야 한다.

[0088] 분자당 적어도 2개의 규소-결합된 수소 원자를 가지고,  $R_2SiO$  단위 (여기서 R은 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소 기를 나타냄)를 갖지 않으며, 어떠한 말단 단부에서도 규소-결합된 수소 원자를 갖지 않고, 측쇄 또는 측쇄들에서만 규소-결합된 수소 원자를 가지며, 실질적으로 성분 (B)의 직쇄 형태로 존재하는 오가노하이드로젠폴리실록산은 본 조성물에 대한 경화제이고, 성분 (A)을 성분 (E)과 혼합시킴으로써 경화시킬 수 있다.

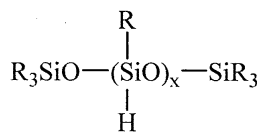
[0089] 이런 오가노하이드로젠폴리실록산 중의 규소-결합된 수소 원자의 수는 적어도 2, 바람직하게는 2 내지 100, 보다 바람직하게는 2 내지 50이다.

[0090] 오가노하이드로젠폴리실록산 중의 규소-결합된 수소 원자 외의 규소-결합된 기들의 실례는 지방족 불포화 결합이 없는, 1 내지 10 탄소 원자, 바람직하게는 1 내지 6 탄소 원자의 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기, 구체적으로 직쇄 알킬기, 분지쇄 알킬기, 사이클로알킬기, 아릴기, 아르알킬기 및 할로알킬기를 포함하고, 상기 성분 (A)의 실례로서 언급된 기들 및 이하에서 기술되는 성분 (E)을 포함한다. 규소-결합된 수소 원자 외의 규소-결합된 기들의 바람직한 실례는 직쇄 알킬기 및 아릴기이고, 특히 바람직한 실례는 메틸기 및 페닐기이다.

[0091] 25°C에서의 오가노하이드로젠폴리실록산의 점도는 특별히 제한되지 않으며, 바람직하게는 1 mPa·s 내지 200 mPa·s, 특히 1 mPa·s 내지 100 mPa·s의 범위에 있다. 점도가 이 범위에 있을 때, 본 조성물의 취급성 또는 작업성은 쉽게 보장될 수 있고, 본 조성물의 경화된 생성물의 양호한 물리적 특성들도 쉽게 보장될 수 있다. 점도는 회전 점도계에 의해 측정되는 것이 유지되어야 한다.

[0092] 본 조성물의 일액 저장 안정성을 증강시키기 위해 적합한 오가노하이드로젠폴리실록산의 분자 구조는 R<sub>2</sub>SiO 단위 (여기서 R은 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기를 나타냄)를 갖지 않으며, 어떠한 말단 단부에서도 규소-결합된 수소 원자를 갖지 않고, 측쇄 또는 측쇄들에서만 규소-결합된 수소 원자를 가지며, 실질적으로 직쇄 형태로 존재하는 분자 구조이다. 그러나, 직쇄 형태는 제한되지 않는다. 예를 들어, 그것의 분자 구조가 분지쇄 형태, 부분적으로 분지된 직쇄 형태, 고리형 형태 또는 수지상 형태 (덴드리머 형태)인 오가노하이드로젠폴리실록산은 본 조성물의 양호한 특성을 손상시키지 않을 그런 범위 내에서 사용될 수 있다. 오가노하이드로젠폴리실록산은 그런 분자 구조를 가지는 단일중합체, 그런 분자 구조를 가지는 공중합체 또는 그런 중합체들의 혼합물일 수 있다.

[0093] 본 조성물의 일액 저장 안정성을 증강시키기 위해 적합한 성분 (B)의 오가노하이드로젠폴리실록산의 구조의 실례로서, 다음 식으로 표시되는 구조를 들 수 있다:



[0094]

[0095] 상기 식에서, 상기 언급된 것과 같이, R은 독립적으로, 바람직하게는 1 내지 10 탄소 원자, 보다 바람직하게는 1 내지 6의 탄소 원자의, 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기를 나타내고, 그 실례로는 상기 성분 (A)에서 기술된 1가 탄화수소기들의 실례로서 언급된 기들, 바람직하게는 지방족 불포화 결합을 갖지 않는 것들을 포함한다.

[0096] 상기와 같은 성분 (B)의 오가노하이드로젠폴리실록산의 실례는 Me<sub>3</sub>SiO(MeHSiO)<sub>8</sub>SiMe<sub>3</sub>, Me<sub>3</sub>SiO(MeHSiO)<sub>13</sub>SiMe<sub>3</sub>, Me<sub>3</sub>SiO(MeHSiO)<sub>38</sub>SiMe<sub>3</sub> (여기서 Me는 메틸을 나타냄) 및 이들 중 적어도 2개의 혼합물을 포함한다.

[0097] 오가노하이드로젠폴리실록산은 기본적으로 실록산 골격을 포함하고, 어떠한 알콕시기도 함유하지 않으며, 본 조성물의 일액 저장 안정성을 증강시키기 위한 필수 성분임이 유지되어야 한다.

[0098] 성분 (B)로서 화합된 오가노하이드로젠폴리실록산의 양은 성분 (B) 중의 규소-결합된 수소 원자들 (Si-H 기들)의 양이 성분 (A)와 성분 (E) 중의 규소-결합된 알케닐기의 1 mol당 0.1 mol 내지 5.0 mol, 바람직하게는 0.1 mol 내지 3.0 mol, 보다 바람직하게는 0.1 mol 내지 1.5 mol의 범위 내에 있게 하는 양이다. 오가노하이드로젠폴리실록산의 함량이 그런 양일때, 본 조성물은 쉽게 충분히 경화되고, 동시에 조성물은 적절한 경도를 가지도록 경화될 수 있으며, 열-방사 소자들에 대해 쉽게 응력을 인가할 수 없다.

[0099] 본 발명에 사용된 성분 (C)는 광활성형 백금 착체 경화 촉매이다. 이 경화 촉매는 원래 UV 선을 사용한 조사 (irradiation)에 의해 활성화되는 한편, 본 조성물 중의 경화 촉매는 또한 열 경화할 수 있다. 나아가, 경화 촉매는 성분 (B)의 성분 (A) 및 성분 (E)와의 부가 반응을 가속화하기 위한 촉매 작용을 하는 한편, 정상 온도에서의 본 조성물의 일액 저장 안정성을 유지시킬 수 있다. 본 발명에서, 성분 (C)의 광활성형 백금 착체 경화 촉매는 β-다이케톤 백금 착체 또는 리간드로서 고리형 다이엔 화합물을 가지는 백금 착체를 의미한다.

[0100] 본원에서, β-다이케톤 백금 착체는

- [0101] 트라이메틸(아세틸아세토네이트)백금 착체,
- [0102] 백금 트라이메틸(2,4-펜탄다이오네이트) 착체,
- [0103] 백금 트라이메틸(3,5-헵타다이오네이트) 착체,
- [0104] 백금 트라이메틸(메틸아세토아세테이트) 착체,
- [0105] 비스(2,4-펜탄다이오네이트)백금 착체,
- [0106] 비스(2,4-헥산다이오네이트)백금 착체,
- [0107] 비스(2,4-헵탄다이오네이트)백금 착체,
- [0108] 비스(3,5-헵탄다이오네이트)백금 착체,
- [0109] 비스(1-페닐-1,3-부탄다이오네이트)백금 착체 및
- [0110] 비스(1,3-다이페닐-1,3-프로판다이오네이트)백금 착체를 포함한다.
- [0111] 또한, 리간드로서 고리형 다이엔 화합물을 가지는 백금 착체의 실례는
- [0112] (1,5-사이클로옥타다이에닐)다이메틸 백금 착체,
- [0113] (1,5-사이클로옥타다이에닐)다이페닐 백금 착체,
- [0114] (1,5-사이클로옥타다이에닐)다이프로필 백금 착체,
- [0115] (2,5-노르보라다이엔)다이메틸 백금 착체,
- [0116] (2,5-노르보라다이엔)다이페닐 백금 착체,
- [0117] (사이클로펜타다이에닐)다이메틸 백금 착체,
- [0118] (메틸사이클로펜타다이에닐)다이에틸 백금 착체,
- [0119] (트라이메틸실릴사이클로펜타다이에닐)다이페닐 백금 착체,
- [0120] (메틸사이클로옥타-1,5-다이에닐)다이에틸 백금 착체,
- [0121] (사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,
- [0122] (사이클로펜타다이에닐)에틸다이메틸 백금 착체,
- [0123] (사이클로펜타다이에닐)아세틸다이메틸 백금 착체,
- [0124] (메틸사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,
- [0125] (메틸사이클로펜타다이에닐)트라이헥실 백금 착체,
- [0126] (트라이메틸실릴사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체,
- [0127] (다이메틸페닐실릴사이클로펜타다이에닐)트라이페닐 백금 착체 및
- [0128] (사이클로펜타다이에닐)다이메틸트라이메틸실릴메틸 백금 착체를 포함한다.
- [0129] 특히, 본 조성물의 일액 저장 안정성을 추가로 증강시키기 위하여, 리간드로서 고리형 다이엔 화합물을 가지는 4가 착체가 바람직하며, 그것의 실례는 (메틸사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체를 포함한다.
- [0130] 성분 (C)의 함량은 촉매로서 기능하기 위해 성분 (C)에 대한 유효량일 수 있다. 예를 들어, 성분 (C)는 성분 (A), (B) 및 (E)의 총량을 기준으로, 백금 금속으로서 1 ppm 내지 5,000 ppm, 바람직하게는 10 ppm 내지 500 ppm의 양으로 사용된다. 만약 화합된 성분 (C)의 양이 1 ppm보다 적다면, 열 경화 또는 UV 선으로의 조사에 의한 부가 반응은 눈에 띄게 느리게 진행되거나 경화가 일어나지 않을 것이다. 다른 한편으로 만약 성분 (C)의 양이 5,000 ppm을 초과하면, 본 조성물의 일액 저장 안정성을 보장하는 것이 불가능해지거나 결과적으로 경화된 생성물의 열적 저항이 낮아질 수 있다.
- [0131] 본 발명에서, 필요하다면, 성분 (C)의 촉매 활성을 보유하고 추가로 본 조성물의 일액 저장 안정성을 증강시킬 목적으로 조절제 (G)가 사용될 수 있다. 조절제는 실온까지의 저장 온도에서 수소실릴화 반응의 진행을 억제하

고, 본 조성물의 저장 수명 또는 가용 수명을 연장시키는 제제이다. 조절제로서, 공지된 반응 조절제, 예컨대 아세틸렌 화합물, 다양한 질소 화합물 및 유기 인 화합물들이 사용될 수 있다. 조절제로서 사용가능한 화합물들의 구체적인 실례로는 예컨대 1-에티닐-1-사이클로헥사놀 및 3-부틴-1-올과 같은 아세틸렌 화합물, 예컨대 트라이알릴 아이소시아누레이트 및 트라이알릴 아이소시아누레이트 유도체와 같은 다양한 질소 화합물 및 예컨대 트라이페닐 포스핀과 같은 유기 인 화합물을 포함한다.

[0132] 화합된 성분 (G)의 양은 성분 (A)의 100 중량부당 바람직하게는 0.01 내지 1.5 중량부, 보다 바람직하게는 0.01 내지 1.0 중량부이다. 만약 성분 (G)의 양이 0.01 중량부보다 적으면, 본 조성물의 바람직한 충분한 저장 수명 또는 가용 수명을 얻는 것이 불가능할 수 있다. 다른 한편으로, 만약 양이 1.5 중량부보다 많으면, 본 조성물의 열 경화 또는 UV 선으로의 조사에 의한 경화가 이루어질 수 없다.

[0133] 성분 (G)의 조절제는, 실리콘 그리스 조성물 안으로의 분산성을 증강시키기 위해 톨루엔과 같은 용매를 사용한 희석 후에 사용될 수 있다는 것이 주지되어야 한다.

[0134] 성분 (D)로서 사용될 수 있게 하기 위해, 열 전도성을 가지는 열전도성 충전제는 적어도 10 W/m·℃, 바람직하게는 적어도 15 W/m·℃의 열전도성을 가진다. 만약 열전도성 충전제의 열 전도성이 10 W/m·℃보다 적으면, 본 조성물 자체의 열 전도성은 낮아질 것이다. 열 전도성의 상한선은 특별히 없지만, 열 전도성은 바람직하게는 2,000 W/m·℃까지인 것이 주지된다.

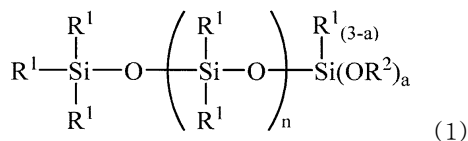
[0135] 상기와 같은 열전도성 충전제의 실례는 알루미늄 분말, 구리 분말, 은 분말, 니켈 분말, 금 분말, 알루미늄 분말, 산화 아연 분말, 산화 마그네슘 분말, 질화 알루미늄 분말, 질화 붕소 분말, 질화 규소 분말, 다이아몬드 분말 및 탄소 분말을 포함하지만, 적어도 10 W/m·℃의 열 전도성을 가지는 어떠한 충전제든지 사용될 수 있다. 이들 충전제는 단독으로 또는 그것들 중 적어도 2개의 혼합물로서 사용될 수 있다.

[0136] 열전도성 충전제는 바람직하게는 0.1 μm 내지 300 μm, 보다 바람직하게는 0.1 μm 내지 200 μm의 평균 입자 직경을 가진다. 만약 평균 입자 직경이 0.1 μm보다 작으면, 본 조성물은 균일성에서 불량해질 수 있다. 충전제는 불규칙하거나 구형의 형상일 수 있거나 어떠한 다른 형상일 수 있다. 평균 입자 직경은 예를 들면 레이저 광 회절 방법에 의하여 중량 평균 값 (또는 중간 직경)으로서 측정될 수 있다.

[0137] 성분 (D)의 열전도성 충전제의 양은 성분 (A)의 100 중량부당 100 내지 20,000 중량부, 바람직하게는 500 내지 15,000 중량부의 범위에 있다. 만약 열전도성 충전제의 양이 100 중량부보다 적으면, 바람직한 열 전도성이 얻어질 수 없다. 만약 열전도성 충전제의 양이 20,000 중량부를 초과하면, 본 조성물은 끈적거릴 수 없게 되고 잘 연장되지 않을 것이다.

[0138] 성분 (E)는 다음 일반식 (1)에 의해 표시되는 오가노폴리실록산이고, 25℃에서 바람직하게는 5 mPa·s 내지 100,000 mPa·s의 점도를 가진다.

[0139] 성분 (E)는 점도의 열적 증가 후에 본 조성물을 낮은 정도로 유지하고, 조성물의 초기 점도가 낮아지는 것을 유발하는 중요한 역할을 담당한다.



[0140] 상기 식에서, R<sup>1</sup> 기는 각각 독립적으로 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기이고, R<sup>2</sup> 기는 각각 독립적으로 알킬기, 알콕시알킬기, 알케닐기 또는 아실기이며, n은 2 내지 100의 정수이고 a는 1 내지 3의 정수이다.

[0142] 상기 식 (1)에서, R<sup>1</sup> 기는 각각 독립적으로 바람직하게는 1 내지 10 탄소 원자, 보다 바람직하게는 1 내지 6 탄소 원자, 한층 더 바람직하게는 1 내지 3 탄소 원자의, 치환되지 않았거나 치환된 1가 탄화수소기이다. 그런 1가 탄화수소기의 실례로는 직쇄 알킬기, 분지쇄 알킬기, 사이클로알킬기, 알케닐기, 아릴기, 아르알킬기 및 할로알킬기를 포함한다. 직쇄 알킬기의 실례로는 메틸, 에틸, 프로필, 헥실, 옥틸 및 데실을 포함한다. 분지쇄 알킬기의 실례로는 아이소프로필, 아이소부틸, 삼차-부틸 및 2-에틸헥실을 포함한다. 사이클로알킬기의 실례로는 사이클로펜틸 및 사이클로헥실을 포함한다. 알케닐기의 실례로는 비닐 및 알릴을 포함한다. 아릴기의 실례로는 페닐 및 톨릴을 포함한다. 아르알킬기의 실례로는 2-페닐에틸 및 2-메틸-2-페닐에틸을 포함한다. 할로알킬기의 실례로는 3,3,3-트라이플루오로프로필, 2-(노나플루오로부틸)에틸 및 2-(헵타데카플루오로옥틸)에틸을

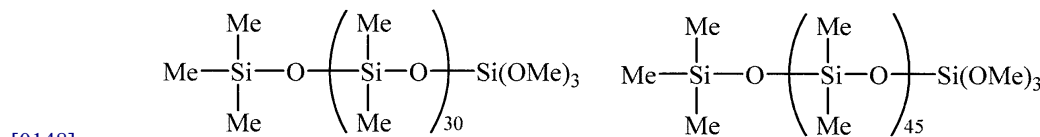
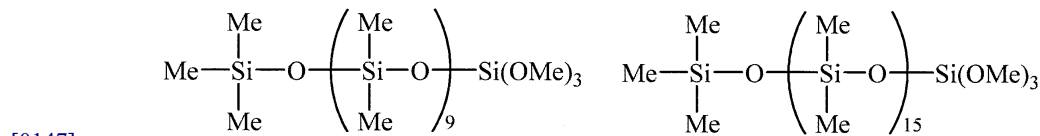
포함한다. R<sup>1</sup>로서 바람직한 것은 메틸기 및 페닐기이다.

[0143] 상기 식 (1)에서, R<sup>2</sup> 기는 각각 독립적으로 알킬, 알콕시알킬, 알케닐 또는 아실기이다. 알킬기의 실례로는 상기 R<sup>1</sup>의 실례로서 언급된 직쇄 알킬기, 분지쇄 알킬기 및 사이클로알킬기와 동일한 기를 포함한다. 알콕시알킬기의 실례로는 메톡시에틸 및 메톡시프로필을 포함한다. 알케닐기의 실례로는 상기 R<sup>1</sup>의 실례로서 언급된 것과 동일한 기들을 포함한다. 아실기의 실례로는 아세틸 및 옥타노일을 포함한다. R<sup>2</sup>로서 바람직한 것인 알킬기이고, 특히 바람직한 것은 메틸기 및 에틸기이다.

[0144] 상기 식 (1)에서, n은 2 내지 100, 바람직하게는 10 내지 50의 정수이고, a는 1 내지 3, 바람직하게는 3의 정수이다.

[0145] 성분 (E)의 25℃에서의 점도는 보통 5 mPa·s 내지 100,000 mPa·s이고, 특히 5 mPa·s 내지 5,000 mPa·s인 것이 바람직하다. 만약 점도가 5 mPa·s보다 아래이면, 얻어진 실리콘 그리스 조성물로부터의 오일 유출이 쉽게 일어날 것이고, 늘어짐도 쉽게 일어날 것이다. 만약 점도가 100,000 mPa·s보다 위이면, 얻어진 실리콘 그리스 조성물은 유동성이 매우 불량해져서 코팅시 작업성이 악화될 수 있다. 점도는 회전 점도에 의해 측정되는 것이 유지되어야 한다.

[0146] 성분 (E)의 바람직한 실례는 다음을 포함한다:



[0149] 상기 식들에서, Me는 메틸이다.

[0150] 화합물 (E)는 반드시 화합되지 않을 수 있지만, 바람직하게는 화합된다. 성분 (E)가 화합되는 경우, 성분 (E)의 양은 성분 (A)의 100 중량부당 바람직하게는 10 내지 900 중량부, 보다 바람직하게는 20 내지 700 중량부의 범위로 존재한다. 만약 성분 (E)의 양이 5 중량부보다 적으면, 본 조성물은 가열된 후에 경화될 수 있어서, 연성 또는 가요성 조성물을 얻는 것이 불가능해질 수 있다. 만약 양이 900 중량부보다 많으면, 조성물의 경화는 이루어지기 어려울 수 있다.

[0151] 본 발명에서, 규소-결합된 알케닐기를 갖지 않는 오가노폴리실록산이 성분 (A) 및 (E)에 더불어 함께 사용될 수 있다는 것이 유지되어야 한다. 규소-결합된 알케닐기가 없는 오가노폴리실록산의 실례는

[0152] 양 단부 실라놀-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0153] 양 단부 실라놀-차단된 다이메틸실록산/메틸페닐-실록산 공중합체,

[0154] 양 단부 트라이메톡시실록시-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0155] 양 단부 트라이메톡시실록시-차단된 다이메틸실록산/메틸-페닐실록산 공중합체,

[0156] 양 단부 메틸다이메톡시실록시-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0157] 양 단부 트라이메톡시실록시-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0158] 양 단부 트라이메톡시실릴에틸-차단된 다이메틸폴리실록산,

[0159] 및 그것들 중 적어도 2개의 혼합물을 포함한다.

[0160] 성분 (F)의 미세 실리카 분말은 조성물에 형상 보유 특성을 부여하기 위한 성분이다. 미세 실리카 분말로서, 표면-처리된 흡드 실리카가 바람직하게 사용된다. 표면 처리는 성분 (A), (B) 및 (E) 중의 실리카 분말의 분산성

을 증강시켜서 균일한 분산이 가능해진다. 그 외에도, 표면-처리된 흡드 실리카의 미세 입자들의 상호 작용 및 표면-처리된 흡드 실리카와 성분 (A), (B) 및 (E) 사이의 상호작용은 조성물에 형상 보유 특성을 부여할 수 있다.

[0161] 표면 처리제의 효과적인 실레는 클로로실란, 실라잔 및 실록산을 포함한다. 표면 처리제의 구체적인 실레는 메틸트라이클로로실란, 다이메틸다이클로로실란, 트라이메틸클로로실란, 헥사메틸다이실라잔, 옥타메틸사이클로테트라실록산 및  $\alpha, \omega$ -트라이메틸실릴다이메틸폴리실록산을 포함한다.

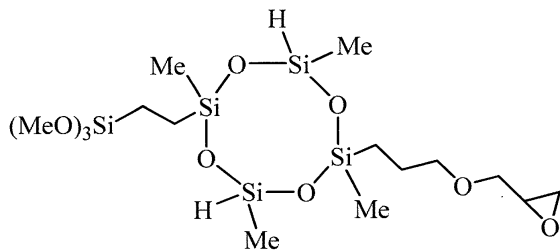
[0162] 또한, 성분 (F)는 바람직하게 적어도  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ , 보다 바람직하게 적어도  $100 \text{ m}^2/\text{g}$ 의 비표면적 (BET 방법)을 가진다. 만약 비표면적이  $50 \text{ m}^2/\text{g}$ 보다 적으면, 본 조성물의 형상 보유 특성은 악화될 수 있다. 비표면적 (BET 방법)은, 증강된 형상 보유 특성이 얻어질 수 있어야 한다는 관점에서, 바람직하게는  $500 \text{ m}^2/\text{g}$ 까지, 보다 바람직하게는  $300 \text{ m}^2/\text{g}$ 까지인 것이 주지되어야 한다.

[0163] 첨가된 성분 (F)의 양은 조성물 (A)의 100 중량부당 0 내지 100 중량부의 범위인데, 왜냐하면 이 양이 100 중량부보다 많으면 본 조성물은 끈적거리지 않게 되고 연장성이 불량해지기 때문이다. 첨가되는 경우, 성분 (F)의 양은 성분 (A)의 100 중량부당 0.1 내지 100 중량부, 바람직하게는 1 내지 80 중량부, 보다 바람직하게는 1 내지 50 중량부이다.

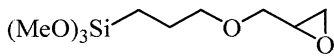
[0164] 상기 언급된 성분들 외에, 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물에 첨가제로서 사용하기 위해 공지된 첨가제들이 본 조성물에, 본 발명의 목적을 손상시키지 않을 범위로 첨가될 수 있다. 적용 가능한 첨가제들의 실레로는 방해된 페놀 항산화제, 칼슘 카보네이트와 같은 강화 및 비-강화 충전제, 및 폴리에테르와 같은 텍스트로피제를 포함한다. 나아가, 안료 및 염료와 같은 착색제가 필요에 따라 첨가될 수 있다.

[0165] 성분 (A) 내지 (F) 외에, 아래에서 제시되는 것과 같은 실란 커플링제와 같은 부착 촉진제 (H)가 본 조성물을 다양한 부착물에 대해 잘 들러붙게 만들기 위해, 본 발명의 효과를 손상시키지 않을 범위로 첨가될 수 있다. 부착 촉진제의 양은, 화합되는 경우 바람직하게는 성분 (A)의 100 중량부당 0.1 내지 20 중량부인 것이 주지되어야 한다.

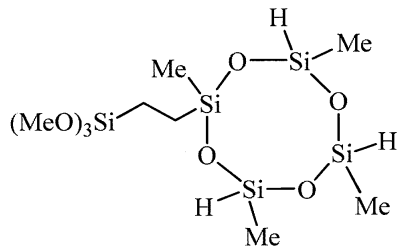
[0166]

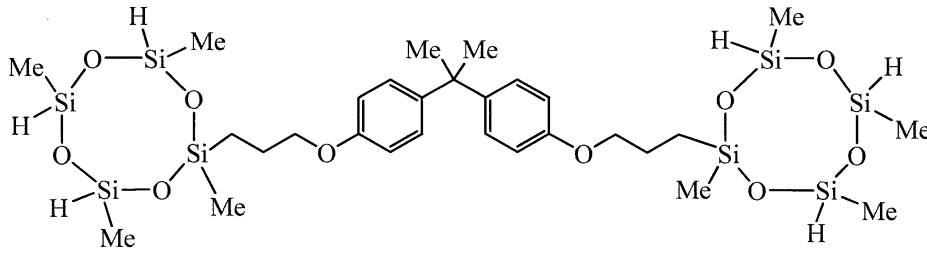


[0167]



[0168]





[0169]

[0170]

[0171]

[0172]

[0173]

[0174]

[0175]

[0176]

[0177]

[0178]

[0179]

[0180]

상기 식들에서, Me는 메틸이다.

본 발명의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 공지된 방법에 의하여 상기 언급된 성분들을 균질하게 혼합함으로써 제조될 수 있다.

그렇게 얻어진 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 Malcom 점도계에 의해 10 rpm의 회전 속도에서 측정되는 바 바람직하게는 25℃에서 30 Pa·s 내지 800 Pa·s, 보다 바람직하게는 30 Pa·s 내지 600 Pa·s의 절대 점도를 가진다. 만약 점도가 30 Pa·s보다 낮으면, 조성물의 방출성은 매우 높아질 수 있고 조정이 어려워질 수 있다. 만약 점도가 800 Pa·s를 초과하면, 조성물은 양호한 방출성을 가졌다고 말할 수 없을 것이다. 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물의 초기 점도는 성분 (A) 및 (B)의 균형을 조정함으로써 범위 내에 있도록 설정될 수 있음이 주지된다.

그렇게 얻어진 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물 0.5 mL이 1 cm의 직경을 가지는 디스크를 형성하기 위하여 알루미늄판 위에 적용되고 그 디스크가 25℃ 환경에서 24시간 동안 수평을 유지하게 될 때, 조성물은 1 mm 이내, 특히 0.5 mm 이내의 직경 변화를 보이는 것이 바람직하다. 1 mm를 초과하는 직경 변화는 불충분한 형상 보유 특성을 가리킨다. 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물이 상기 언급된 조건하에서 1 mm 이내의 직경 변화를 나타내기 위해서는, 성분 (F)의 양이 성분 (A)의 100 중량부당 0.1 내지 100 중량부의 범위 내에서 첨가되도록 설정하는 것이 권장되는 것이 주지되어야 한다.

본 발명의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물이 초기에 낮은 점도를 가지기 때문에, 조성물은 늘어진 윤곽 (돌출 및 함몰)을 따라 자유롭게 변형될 수 있다. 또한, 조성물은 형상 보유 특성이 높기 때문에, 변형 후에도 형상을 보유할 수 있다. 저점도 및 높은 형상 보유 특성은 열-발생 부품이 복잡한 형상을 가졌을 때에도, 조성물이 열-발생 부품의 모든 코너와 밀착될 수 있고 부품의 형상을 보유할 수 있는 것을 보장한다.

그 외에도, 종래의 열전도성 실리콘 접착 물질 및 열전도성 실리콘 삽입 물질과 달리 본 발명의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 일액 기준으로 정상 온도에서 저장될 수 있고, 가열에 의해 연성 또는 가요성 상태로 경화되는 것을 특징으로 한다.

본 발명의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물의 농축 (점도의 증가)을 위한 가열 조건은 예를 들면, 바람직하게는 적어도 80℃의 가열 온도이다. 보다 바람직하게, 가열 온도는 경화 시간을 단축시키기 위해 적어도 100℃이다. 가열 온도의 상한선은 바람직하게는 200℃까지이며, 보다 바람직하게는 180℃까지이다.

본 발명의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은, 가열에 의한 경화 후에, Asker C형 고무 경도계에 의해 측정되는 바, 25℃에서 바람직하게는 1 내지 90, 보다 바람직하게는 10 내지 80의 경도를 가지는 것이 주지되어야 한다. 만약 경도가 상기 범위보다 아래에 있으면, 조성물은 너무 부드럽고 늘어질 수 있다. 만약 경도가 상기 범위보다 위에 있으면, 조성물은 너무 딱딱하고 열원에 응력을 줄 수 있다. 본 발명의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물의 경화된 생성물의 경도는 성분 (B) 중의 Si-H 기의 수 대 성분 (A) 및 (E) 중의 알케닐기의 총 수의 비율을 조정함으로써 상기 언급된 범위 내에 있도록 설정될 수 있는 것이 주지되어야 한다.

그렇게 얻어진 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물은 경화 후에도 부드럽거나 가요성으로 유지되기 때문에, 늘어짐이 방지되고 복구성이 월등하며, 전자 소자들에 높은 응력을 인가할 수도 있는 두려움에서 자유로울 수 있다.

실시예

본 발명은 아래에서 실시예 및 비교예들을 제시함으로써 보다 상세하게 기술될 것이지만, 본 발명은 다음의 실시예들로 제한되지 않는다. 실시예들은 본 발명의 월등성을 보다 분명하게 증명할 목적으로 제시된다. 아래의

식들에서 Me는 메틸을 나타내는 것임을 주지한다.

[0181]

먼저, 다음의 성분들을 제공하였다.

[0182]

성분 (A)

[0183]

A-1: 25℃에서 600 mPa·s의 점도를 가지는 양 단부 다이메틸비닐실릴-차단된 다이메틸폴리실록산

[0184]

A-2: 25℃에서 30,000 mPa·s의 점도를 가지는 양 단부 다이메틸비닐실릴-차단된 다이메틸폴리실록산

[0185]

성분 (B)

[0186]

B-1: Me<sub>3</sub>SiO(MeHSiO)<sub>8</sub>SiMe<sub>3</sub>

[0187]

B-2: Me<sub>3</sub>SiO(MeHSiO)<sub>38</sub>SiMe<sub>3</sub>

[0188]

B-3: Me<sub>3</sub>SiO(Me<sub>2</sub>SiO)<sub>18</sub>(MeHSiO)<sub>20</sub>SiMe<sub>3</sub> (비교용)

[0189]

B-4: Me<sub>3</sub>SiO(Me<sub>2</sub>SiO)<sub>24</sub>(MeHSiO)<sub>4</sub>SiMe<sub>3</sub> (비교용)

[0190]

성분 (C)

[0191]

C-1: [2-(2-부톡시에톡시)에틸 아세테이트] 용액을 함유하는 1 중량%의 비스(2,4-펜탄다이오네이토)백금 착체

[0192]

C-2: 양 단부 다이메틸비닐실릴-차단된 다이메틸폴리실록산 용액을 함유하고 25℃에서 600 mPa·s의 점도를 가지는 1 중량%의 (메틸사이클로펜타다이에닐)트라이메틸 백금 착체

[0193]

C-3: C-1과 동일한 백금 농도를 가지도록 조정된 염화백금산-1,3-다이비닐테트라메틸다이실록산 착체 (비교용)

[0194]

성분 (D)

[0195]

D-1: 10 μm의 평균 입자 직경을 가지는 알루미나 분말 (열 전도성: 27 W/m·℃)

[0196]

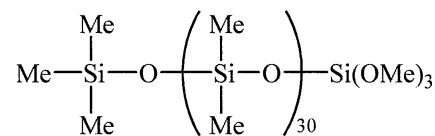
D-2: 12 μm의 평균 입자 직경을 가지는 알루미늄 분말 (열 전도성: 236 W/m·℃)

[0197]

성분 (E)

[0198]

E-1: 다음 식으로 표시되는 오가노폴리실록산:



[0199]

[0200]

성분 (F)

[0201]

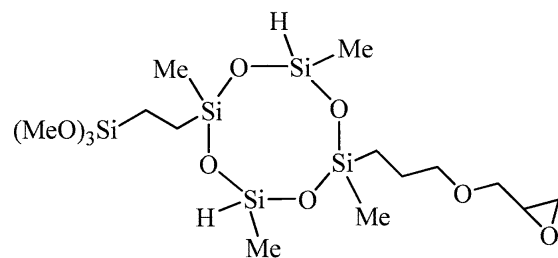
F-1: 소수성이 되도록 다이메틸다이클로로실란으로 처리되고 120m<sup>2</sup>/g의 BET 비표면적을 가지는 흡드 실리카 표면

[0202]

성분 (H)

[0203]

H-1: 다음 식으로 표시되는 부착 촉진제:



[0204]

[0205]

실시예 1 내지 7 및 비교예 1 내지 3

[0206] 상기 언급된 성분들 (A) 내지 (H)를 아래의 표 1에 제시한 양으로 혼합하여, 실시예 1 내지 7 및 비교예 1 내지 3의 조성물들을 얻었다. 구체적으로, 표 1에 제시된 양의 성분 (A), (D) 및 (E)를 5-리터 (L) 게이트 믹서 (상표명: 5-L Planetary Mixer, Inoue Mfg., Inc. 제조)에 넣고, 그 내용물을 탈기한 후, 150℃에서 2시간 동안 가열하고 혼합하였다. 그런 다음, 내용물을 정상 온도로 냉각시키고, 성분 (B)와 (F)를 거기에 첨가한 후, 그 결과의 내용물을 실온에서 균일해지도록 혼합하였다. 추가로, 성분 (C)를 첨가하고, 그 결과의 내용물을 탈기하고 실온에서 균일해질 때까지 혼합하였다. 임의로, 성분 (H)를 첨가하고, 그 결과의 내용물을 실온에서 균일해지도록 교반하였다. 그렇게 얻어진 조성물들을 점도, 경화 후 경도, 열전도성, 형상 보유 특성 및 저장 안정성에 대해 다음의 방법들에 의해 평가하였다. 그 결과를 또한 표 1에 나타낸다. 비교예 3에서, 조성물은 점도가 증가하였고, 성분 (C)의 첨가 후에 즉시 겔로 변화하였으며, 따라서 조성물의 각각의 특성을 평가할 수 없었다.

[0207] [초기 점도의 평가]

[0208] 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물의 초기 점도는 Malcom 점도계 (유형 PC-10AA)에 의해 측정되는 바 25℃에서의 값이다.

[0209] [경화 후 경도의 평가]

[0210] 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물을 6 mm의 경화 두께로 성형하기 위해 몰드 안으로 흐르도록 만들었고, 150℃에서 1시간 동안 경화시켰다. 그렇게 얻어진 2개의 6 mm-두께 경화 생성물을 서로 겹쳐놓고, Asker C형 고무 경도계에 의해 경도를 측정하였다.

[0211] [열 전도성의 평가]

[0212] 경화 전의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물의 열 전도성을 25℃에서 Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd에 의해 제작된 고온 디스크 열 특성 계량기 TPA-501을 사용하여 측정하였다.

[0213] [형상 보유 특성의 평가]

[0214] 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물 0.5 mL을 25℃ 환경하에서 알루미늄판 위에 놓고 디스크 (직경: 대략 1 cm)를 형성하였다. 그 디스크를 적용을 완료한 직후 1일 (24시간) 동안 보유하였다가 직경을 측정하였다. 직경의 변화 (mm)를 측정하였고, 형상 보유 특성의 지수로서 사용하였다. 이동 거리가 적을수록 형상 보유 특성은 더 높다.

[0215] [저장 안정성의 평가]

[0216] 25℃ 환경하에서의 부가 일액 경화형 열전도성 실리콘 그리스 조성물의 건조 시간을 핑거 터치에 의해 확인하였다. 건조 시간이 길수록 일액 기준으로 저장 안정성은 더 좋다. 저장일이 경과한 후의 점도를 상기 언급한 Malcom 점도계 (유형 PC-10AA)를 사용하여 측정하였다. 동시에, 40℃에서 90일 동안 가속화한 후의 점도 또한 측정하였다.

표 1

[0217] 혼합된 양 (중량부)		실시예							비교예		
		1	2	3	4	5	6	7	1	2	3
성분 (A)	A-1	75	75	75	75	75	75	75	75	75	75
	A-2	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10
성분 (B)	B-1	0.25	0.25	0.25	0.25	0	0	0	0	0	0.25
	B-2	0	0	0	0	0.22	0.22	0.22	0	0	0
	B-3	0	0	0	0	0	0	0	0.6	0	0
	B-4	0	0	0	0	0	0	0	0	2.2	0
성분 (C)	C-1	1.2	1.2	0	0	1.2	1.2	1.2	1.2	1.2	0
	C-2	0	0	0.3	0.3	0	0	0	0	0	0
	C-3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0.6
성분 (D)	D-1	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	0	0	1,000	1,000	1,000
	D-2	0	0	0	0	0	600	600	0	0	0
성분 (E)	E-1	15	15	15	15	15	15	15	15	15	15
성분 (F)	F-1	2.5	0	2.5	0	0	2.5	0	2.5	2.5	0
성분 (H)	H-1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0	0	0	0	0
Si-H/Si-Vi (mol/mol)		0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4
점도 (Pa · s)		94	81	105	92	92	126	111	88	71	-

열 전도성 (W/m · °C)	3.0	3.0	3.1	3.1	3.0	3.0	3.0	3.0	2.8	-
경도 (Asker C)	31	30	32	31	26	20	19	51	40	-
형상 보유 특성 (mm)	0	0.1	0	0.1	0.1	0	0.1	0	0	-
25°C 저장 안정성 (경과일)	적어도 180	적어도 180	적어도 180	적어도 180	적어도 180	적어도 180	적어도 180	2 미만	5 미만	-
25°C에서 저장 후 점도 (Pa · s)	117	105	116	99	103	151	139	-	-	-
40°C에서 가속화 후의 점도 (Pa · s)	193	180	142	123	187	229	202	-	-	-

[0218] 일본 특허 출원 번호 2015-201832가 본원에 참조로 포함된다.

[0219] 비록 일부 바람직한 구체예가 기술되었지만, 많은 변형 및 변화가 상기 교시의 관점에서 구체예들에 대해 이루어질 수 있다. 그러므로 발명은 첨부된 청구범위의 범주로부터 벗어나지 않으면서 구체적으로 기술된 것과 다르게 실시될 수 있다는 것이 인지되어야 한다.