

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 390 250**

51 Int. Cl.:
C08L 101/00 (2006.01)
C08K 3/22 (2006.01)
C08K 9/06 (2006.01)
C08L 83/05 (2006.01)
C08L 83/07 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **09742667 .0**
96 Fecha de presentación: **21.04.2009**
97 Número de publicación de la solicitud: **2267082**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **29.12.2010**

54 Título: **Composición de resina térmicamente conductora**

30 Prioridad:
08.05.2008 JP 2008122511
08.05.2008 JP 2008122512
14.01.2009 WO PCT/JP2009/050376

73 Titular/es:
FUJI POLYMER INDUSTRIES CO., LTD. (100.0%)
21-11, Chiyoda 5-chome Naka-ku
Nagoya-shi Aichi-ken 460-0012, JP

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
08.11.2012

72 Inventor/es:
FUNAHASHI, HAJIME

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
08.11.2012

74 Agente/Representante:
ARIAS SANZ, Juan

ES 2 390 250 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de resina térmicamente conductora

Campo técnico

5 La presente invención se refiere a una composición de resina térmicamente conductora para su uso en componentes térmicamente conductores y componentes similares de, por ejemplo, piezas electrónicas. Específicamente, la presente invención proporciona composiciones de materiales disipadores de calor tales como cauchos de base polimérica, geles y masillas que tienen una alta conductividad térmica, y se refiere a una composición útil en la producción de tales materiales disipadores de calor.

Técnica anterior

10 Los dispositivos que usan semiconductores, tales como ordenadores (CPU), transistores y diodos emisores de luz (LED), generan calor cuando se usan, y el rendimiento de las piezas electrónicas puede degradarse debido al calor. Por tanto, se conectan radiadores a tales piezas electrónicas que generan calor. Sin embargo, tales radiadores están compuestos habitualmente por metal, y la parte radiante no se adhiere bien a las piezas electrónicas. Por consiguiente, se ha empleado un método que interpone una composición térmicamente conductora procesada en
 15 forma de lámina entre los mismos para potenciar la adhesión. Sin embargo, los recientes avances en el rendimiento de las piezas electrónicas es significativo, y por consiguiente la cantidad de calor generado se ha vuelto muy grande. Por tanto, se han realizado activamente esfuerzos de investigación sobre composiciones poliméricas térmicamente conductoras que tienen una conductividad térmica potenciada. Tales composiciones poliméricas térmicamente conductoras han de contener grandes cantidades de polvo inorgánico térmicamente conductor para la potenciación
 20 de la conductividad térmica de materiales disipadores de calor, lo que es el objetivo final. Se sabe, sin embargo, que un simple aumento en la cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor da como resultado diversos problemas. Por ejemplo, existen problemas porque se aumenta excesivamente la dureza en el caso de un material disipador de calor elastomérico, no permitiendo de ese modo que se proporcione un espacio específicamente estrecho entre una pieza electrónica y un radiador, o que se llene el hueco entre una pieza electrónica y un radiador
 25 tal como se desea. Además, en el caso de un material disipador de calor elastomérico o de gel, se aumenta la deformación permanente por compresión y es probable que se deteriore la fiabilidad a largo plazo. Además, existen problemas porque, por ejemplo, se aumenta la viscosidad de una composición antes del curado, alterando enormemente de ese modo la trabajabilidad, o se agrava el cambio con el tiempo de las características de curado.

30 Para tratar estos problemas, se han propuesto diversos métodos. Se han propuesto métodos que usan un polvo inorgánico térmicamente conductor que tiene una forma o distribución de tamaño de partícula específica, o combinaciones de varios tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores. Se han propuesto previamente el uso de un polvo inorgánico térmicamente conductor que tiene una amplia distribución del tamaño de partícula (documento de patente 1), un material disipador de calor que usa alúmina esférica de 10 a 50 μm y alúmina no
 35 esférica de menos de 10 μm (documento de patente 2), el uso de alúmina amorfa de 0,1 a 5 μm y alúmina esférica de 5 a 50 μm (documento de patente 3), el uso de alúmina que tiene un diámetro de partícula promedio de 2 a 10 μm y una absorbencia de aceite de 15 ml/g (documento de patente 4), etc. Además, también se han propuesto métodos en los que se trata la superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor, y existen propuestas de un material disipador de calor en el que se aplica un agente de tratamiento de superficie a una combinación de óxido de
 40 zinc y óxido de magnesio (documento de patente 5), un tratamiento con un alquilalcoxisilano alifático de cadena larga que tiene 6 o más átomos de carbono (documento de patente 6), un tratamiento con siloxano que tiene un grupo funcional alcoxisililo en un extremo terminal (documento de patente 7), y un tratamiento de un polvo inorgánico térmicamente conductor con un agente de acoplamiento de silano (documento de patente 8). Aunque estos métodos convencionales logran alta conductividad térmica y excelente disipación de calor, dan como resultado una extensa desgasificación debido al agente de tratamiento de superficie y un aumento de la dureza del caucho, y son muy
 45 problemáticos en cuanto a la estabilidad en almacenamiento de los materiales.

Lista de citas

Documentos de patente

Documento de patente 1: JP H2-97599 A

Documento de patente 2: JP S62-251466 A

50 Documento de patente 3: JP H2-41362 A

Documento de patente 4: JP S58-219259 A

Documento de patente 5: JP S62-184058 A

Documento de patente 6: JP H11-209618 A

Documento de patente 7: W02002-092693

Documento de patente 8: JP 2008-106231 A

Descripción de la invención

Problema a resolverse por la invención

- 5 La presente invención proporciona una composición de resina térmicamente conductora que, incluso cuando se cargan grandes cantidades de polvo inorgánico térmicamente conductor en una resina, experimenta menos desgasificación resultante de un agente de tratamiento de superficie, tiene una menor dureza y una mayor conductividad térmica, y es más estable en almacenamiento y más ventajosa con respecto al coste de producción que las composiciones de resina térmicamente conductoras convencionales mencionadas anteriormente.
- 10 La composición de resina térmicamente conductora de la presente invención es una composición de resina térmicamente conductora que contiene:
- (a) un componente de matriz,
 - (b) un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro que tiene un área superficial específica de 0,06 a 1,0 m²/g,
 - 15 (c) un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica antes del tratamiento superior a de 1,0 a 20 m²/g, y
 - (d) un agente de vulcanización y/o agente de curado.

20 La superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c) se trata con un compuesto de silano representado por R(CH₃)_aSi(OR')_{3-a} (R es un grupo orgánico no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y a es 0 ó 1) o un producto parcialmente hidrolizado del mismo, y la cantidad del mismo es menor que la cantidad necesaria para recubrir el área superficial completa del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro.

25 La proporción del área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) es del 10% o menos del área superficial total del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) y el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c).

La conductividad térmica es de 0,8 W/m·K o superior.

Efectos de la invención

30 La presente invención puede proporcionar una composición de resina térmicamente conductora que experimenta poca desgasificación resultante del agente de tratamiento de superficie y tiene una baja dureza y una alta conductividad térmica a pesar de que se cargan grandes cantidades de polvo inorgánico térmicamente conductor en la resina. Además, la presente invención puede proporcionar una composición de resina térmicamente conductora para la que la mezcla de los componentes antes del procesamiento tiene estabilidad en almacenamiento y el coste de producción es bajo.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

35 El componente (a) de la presente invención es al menos uno seleccionado de resinas termoendurecibles, resinas termoplásticas y cauchos. Las resinas termoendurecibles incluyen, pero no se limitan a, resinas epoxídicas, resinas fenólicas, resinas de poliéster insaturadas y resinas de melamina. Las resinas termoplásticas incluyen, pero no se limitan a, polietileno, polipropileno, y poliolefinas similares, poliéster, nailon, resinas ABS, resinas metacrílicas, poli(sulfuro de fenileno), fluororresinas, polisulfona, polieterimida, polietersulfona, polietercetona, poliéster liquidocristalino y poliimida. También es posible usar una mezcla de dos o más resinas termoplásticas. Los cauchos incluyen, pero no se limitan a, caucho natural (NR (*natural rubber*) en la abreviatura de la norma ASTM), caucho de poliisopreno (IR), caucho de butadieno (BR), de 1,2-polibutadieno (1,2-BR), de estireno-butadieno (SBR), caucho de cloropreno (CR), caucho de nitrilo (NBR), caucho de butilo (IIR), caucho de etileno-propileno (EPM, EPDM), polietileno clorosulfonado (CSM), caucho acrílico (ACM, ANM), caucho de epíclorohidrina (CO, ECO), caucho de polisulfuro (T), caucho de sílicona (Q), fluorocaucho (FKM) y caucho de uretano (U).

40 El componente (b) de la presente invención es un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro que tiene un área superficial específica de 0,06 a 1,0 m²/g. El polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro es preferiblemente al menos uno seleccionado de alúmina, óxido de zinc, óxido de magnesio y sílice. La forma del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro puede ser esférica, escamosa, poliédrica, amorfa, o similar, pero siempre que el área superficial específica esté dentro del intervalo de 0,06 a 1,0 m²/g, puede usarse un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro de cualquier forma. El área superficial específica mencionada anteriormente es un área superficial específica BET y se mide según la norma JIS R1626.

50

Suponiendo que las partículas son esféricas, las partículas del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro que tienen un área superficial específica de 0,06 a 1,0 m²/g tienen un diámetro de partícula promedio d50 de 20 μm o superior. En este caso también, el diámetro de partícula puede medirse según el método de dispersión por difracción láser. Puesto que la forma del polvo inorgánico puede ser escamosa, poliédrica, amorfa, o similar además de ser esférica tal como se mencionó anteriormente, puede no ser adecuado especificar el polvo inorgánico generalmente mediante el diámetro de partícula promedio, y por tanto es razonable especificarlo mediante el área superficial específica.

El componente (c) de la presente invención es un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica superior a de 1 a 20 m²/g. El polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro es preferiblemente al menos uno seleccionado de alúmina, óxido de zinc, óxido de magnesio y sílice. La forma del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro puede ser esférica, escamosa, poliédrica, o similar, pero siempre que el área superficial específica esté dentro del intervalo de 1 a 20 m²/g, puede usarse un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro de cualquier forma. El área superficial específica mencionada anteriormente es un área superficial específica BET y se mide según la norma JIS R1626. Suponiendo que las partículas son esféricas, las partículas del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tienen un área superficial específica superior a de 1 a 20 m²/g tienen un diámetro de partícula promedio d50 de menos de 20 μm. En este caso también, el diámetro de partícula puede medirse según el método de dispersión por difracción láser. Puesto que la forma del polvo inorgánico puede ser escamosa, poliédrica, amorfa, o similar además de ser esférica tal como se mencionó anteriormente, puede no ser adecuado especificar el polvo inorgánico generalmente mediante el diámetro de partícula promedio, y por tanto es razonable especificarlo mediante el área superficial específica.

La superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro se trata con un compuesto de silano representado por R(CH₃)_aSi(OR')_{3-a} (R es un grupo orgánico no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y a es 0 ó 1) o un producto parcialmente hidrolizado del mismo. Los ejemplos de compuestos de silano representados por R(CH₃)_aSi(OR')_{3-a} (R es un grupo orgánico no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y a es 0 ó 1) (a continuación en el presente documento denominados simplemente "silanos") incluyen hexiltrimetoxisilano, hexiltriethoxisilano, octiltrimetoxisilano, octiltriethoxisilano, deciltrimetoxisilano, deciltriethoxisilano, dodeciltrimetoxisilano, dodeciltriethoxisilano, hexadodeciltrimetoxisilano, hexadodeciltriethoxisilano, octadeciltrimetoxisilano y octadeciltriethoxisilano. Tales compuestos de silano pueden usarse individualmente o como una combinación de dos o más.

La superficie del componente mencionado anteriormente, polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro se trata con un silano o una mezcla de dos o más silanos representados por R(CH₃)_aSi(OR')_{3-a} (R es un grupo orgánico no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y a es 0 ó 1). "Tratamiento de superficie" en el presente documento engloba la adsorción y similares además de enlaces covalentes.

Los métodos de tratamiento incluyen (1) un método en seco, (2) un método en húmedo, (3) un método de mezclado integral, y similares, pero el método de mezclado integral da como resultado grandes cantidades de material volatilizado y por tanto no se prefiere.

(1) Método en seco

El método en seco es un método que realiza un tratamiento de superficie añadiendo gota a gota un producto químico a un polvo inorgánico térmicamente conductor mientras se agita el polvo inorgánico térmicamente conductor con un agitador mecánico tal como una mezcladora Henschel, una mezcladora Nauta o un molino de vibración. "Producto químico" se refiere a una disolución preparada diluyendo un silano con un disolvente alcohólico, una disolución preparada diluyendo un silano con un disolvente alcohólico y añadiendo además a la misma agua, una disolución preparada diluyendo un silano con un disolvente alcohólico y añadiendo además a la misma agua y un ácido, y una disolución similar. Aunque pueden describirse métodos de preparación del producto químico en catálogos o similares proporcionados por los fabricantes de agentes de acoplamiento de silano, el método que va a seleccionarse se determina según el método de tratamiento seleccionado según la velocidad de hidrólisis del silano o con respecto al tipo de polvo inorgánico térmicamente conductor.

(2) Método en húmedo

El método en húmedo es un método que impregna directamente un polvo inorgánico térmicamente conductor con un producto químico. En este caso, "producto químico" se refiere a una disolución preparada diluyendo un silano con un disolvente alcohólico, una disolución preparada diluyendo un silano con un disolvente alcohólico y añadiendo además a la misma agua, una disolución preparada diluyendo un silano con un disolvente alcohólico y añadiendo además a la misma agua y un ácido, y una disolución similar. Para los métodos de preparación de un producto químico, el método que va a seleccionarse se determina según el método de tratamiento seleccionado según la velocidad de hidrólisis del silano o el tipo de polvo inorgánico térmicamente conductor.

(3) Método de mezclado integral

El método de mezclado integral es un método que introduce un silano sin diluir o un silano tras la dilución con un alcohol o similar directamente en una mezcladora cuando se mezcla una resina y un polvo inorgánico térmicamente conductor y luego se realiza la agitación. Aunque el método para preparar un producto químico puede ser el mismo que en el método en seco o el método en húmedo, la cantidad de silano en la realización del método de mezclado integral es generalmente mayor que la realización del método en seco o el método en húmedo.

En el método en seco y el método en húmedo, se realiza el secado del producto químico si es necesario. En el caso en el que se añade un producto químico que usa un alcohol o similar, es necesario volatilizar el alcohol. Si el alcohol permanece eventualmente en la composición, afectará adversamente el componente polimérico y se liberará del producto terminado como un gas. Es preferible que la temperatura de secado sea mayor que el punto de ebullición del disolvente usado. Además, es preferible realizar el calentamiento a altas temperaturas usando un dispositivo para eliminar oportunamente el silano que no ha reaccionado con el polvo inorgánico térmicamente conductor, pero es preferible considerar la resistencia al calor del silano y mantener la temperatura inferior al punto de descomposición del silano. Es preferible que la temperatura de tratamiento sea de aproximadamente 80 a 150°C y el tiempo de tratamiento sea de 0,5 a 4 horas. Seleccionar de manera adecuada la temperatura y el tiempo de secado según la cantidad de tratamiento permite que se eliminen el disolvente y el silano sin reaccionar.

La cantidad de silano necesaria para tratar la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor puede calcularse según la siguiente fórmula:

Cantidad de compuesto de silano (g) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m²/g) / área de recubrimiento de silano mínima (m²/g).

El "área de recubrimiento de silano mínima" se determina según la siguiente fórmula:

Área de recubrimiento mínima (m²/g) = (6,02 x 10²³) x (13 x 10⁻²⁰) / peso molecular de silano

en la que 6,02 x 10²³ es la constante de Avogadro, y 13 x 10⁻²⁰ es el área recubierta por una molécula de silano (0,13 nm²).

La cantidad necesaria de silano es preferiblemente de desde 0,5 veces hasta menos de 1,0 veces la cantidad de silano calculada según esta fórmula. El límite superior que es de menos de 1,0 veces la cantidad calculada es para controlar que la cantidad de silano presente realmente en la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor sea menor que 1,0 veces teniendo en cuenta el silano sin reaccionar. El límite inferior es 0,5 veces la cantidad calculada según la fórmula mencionada anteriormente porque la cantidad que es 0,5 veces la cantidad calculada es suficientemente eficaz en la potenciación de la capacidad de carga del polvo inorgánico térmicamente conductor en el caucho.

Es posible tratar el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro de manera similar. Sin embargo, puesto que el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tiene originariamente un área superficial específica pequeña, un tratamiento de superficie con un silano no potencia significativamente la capacidad de carga en la resina, y el gasto del tratamiento aumentará el coste; por tanto, el tratamiento no es necesario. Sin embargo, si es necesario realizarse un tratamiento incluso tras considerar el aumento del coste, puede usarse polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado. Tratar el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro según el método en seco es problemático porque no sólo se aumenta el gasto del silano sino que también se aumenta el coste del tratamiento. La alúmina es la segunda en dureza con respecto al diamante en cuanto a la dureza Mohs. Por tanto, un recipiente de acero inoxidable y las paletas de agitación se desgastan gravemente al realizar la agitación en un dispositivo. El desgaste es más significativo si la velocidad de agitación es alta. Por tanto, un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado aparece a menudo oscuro al contaminarse con el metal procedente de un dispositivo desgastado. Cuando se consideran estos problemas y la capacidad de carga en la resina, es preferible no tratar el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro. Por consiguiente, es preferible en la presente invención tratar selectivamente el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c).

Con respecto a la cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor añadida a la resina, la proporción del área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) es del 10% o menos del área superficial total del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) y el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c). Más específicamente, puede ser tal como sigue:

Área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) (m²) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m²/g)

Área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c) (m²) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente

conductor (m^2/g) II

$$[I / (I + II)] \times 100 \leq 10$$

No es necesario que el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) sea un único tipo de polvo, sino que puede ser una combinación de varios tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro que tienen un área superficial específica dentro del intervalo de 0,06 a 1,0 m^2/g .

De manera similar, no es necesario que el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c) sea un único tipo de polvo, sino que puede ser una combinación de varios tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen un área superficial específica dentro del intervalo de 1 a 20 m^2/g . Además, el tipo de silano y el método de tratamiento para el tratamiento de superficie de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro usados en combinación pueden variarse.

Existen diversos tipos de alúmina. Según el sistema cristalino, existe por ejemplo α -, γ - y θ - alúmina, y es particularmente preferible usar α -alúmina debido a su alta conductividad térmica. Es preferible que la pureza sea superior al 99,5% en masa y el contenido en sodio sea tan pequeño como sea posible. Existen una variedad de formas, por ejemplo, formas escamosa, esférica y poliédrica. Pueden usarse de manera adecuada un producto disponible comercialmente o una combinación de dos o más productos disponibles comercialmente. Entre los productos que tienen el mismo tamaño de partícula promedio, los productos esféricos tienen una menor área superficial específica. Cuando la distribución del tamaño de partícula es amplia, el área superficial específica tiende a ser grande.

El óxido de zinc, el óxido de magnesio y la sílice también tienen diversas formas, por ejemplo, formas amorfa y esférica. Pueden usarse de manera adecuada un producto disponible comercialmente o una combinación de dos o más productos disponibles comercialmente. Son deseables óxido de zinc, óxido de magnesio y sílice de una alta pureza.

Los catalizadores de platino incluyen, pero no se limitan a, ácido cloroplatínico, complejos de platino-alcohol modificados, complejos de platino-carbonilvinilmetilo, complejos de platino-diviniltetrametildisiloxano y complejos de platino-ciclovinilmethylsiloxano. Pueden usarse de manera adecuada un catalizador de platino o una combinación de dos o más los catalizadores de platino. La cantidad está dentro del intervalo de 1 a 100 ppm en cuanto a átomos de platino.

Es necesario que la composición polimérica térmicamente conductora que va a curarse con el catalizador de platino tenga una excelente estabilidad en almacenamiento antes de curarse. Durante el proceso de producción, tras introducir los polvos inorgánicos térmicamente conductores en el componente polimérico, la etapa de moldeo con curado o moldeo con vulcanización puede no realizarse necesariamente de forma inmediata. Esto puede deberse a unas vacaciones, por ejemplo. En tal caso, es necesario que sean idénticas las propiedades mostradas tras el moldeo con curado o moldeo con vulcanización que se realiza inmediatamente tras amasar los polvos inorgánicos térmicamente conductores con el componente polimérico y las mostradas tras el moldeo con curado o moldeo con vulcanización que se realiza tras amasar los polvos inorgánicos térmicamente conductores con el componente polimérico y almacenar el material amasado durante un tiempo. Aunque la conductividad térmica depende de la cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor introducida en el componente polimérico, las propiedades físicas de un caucho, tales como dureza, resistencia a la tracción, alargamiento, resistencia al rasgado o módulo, pueden variar considerablemente a menos que se realice un curado o una vulcanización de manera suficiente. Para impedir tales variaciones, es necesario evitar la desactivación de un catalizador de platino o un agente de reticulación que es un elemento del componente polimérico durante el almacenamiento. Tras añadir un polvo inorgánico térmicamente conductor sin tratar al componente polimérico y almacenar la mezcla durante un tiempo, la mezcla a menudo no se cura ni siquiera cuando se intenta curarla. Esto se debe a que el polvo inorgánico térmicamente conductor adsorbe el catalizador de platino y el agente de reticulación que es un elemento del componente polimérico. Cuando se visualiza microscópicamente el polvo inorgánico térmicamente conductor, la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor es bastante rugosa. El catalizador de platino y el agente de reticulación que es un elemento del componente polimérico se adsorben sobre el mismo. Esto disminuye la concentración del catalizador de platino y la concentración del agente de reticulación que es un elemento del componente polimérico en el sistema de componentes poliméricos, y el componente polimérico por tanto no se cura ni siquiera cuando se intenta curarlo. Cuanto mayor es el área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor, más significativa es la adsorción. Por tanto, desde el punto de vista de la capacidad de almacenamiento, es eficaz tratar selectivamente la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro sólo.

Puede obtenerse el mismo efecto tratando la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro de la misma manera. Puesto que el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tiene originariamente una pequeña área superficial específica, apenas adsorbe el catalizador de platino y el agente de reticulación. No obstante, dependiendo del tipo de polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro seleccionado, el catalizador de platino y el agente de reticulación pueden desactivarse durante el almacenamiento. Esto se produce principalmente debido a las propiedades del propio polvo inorgánico térmicamente conductor de

mayor diámetro, y la desactivación del catalizador de platino es una causa principal. Además, es probable que se muestre una tendencia de este tipo cuando está presente un alto contenido de sodio o similar.

5 Un agente de reticulación que es un tipo de componente polimérico se añade a la composición polimérica térmicamente conductora que se cura con el catalizador de platino. Puede usarse cualquier componente polimérico siempre que sea dispersable y funcione como un agente de reticulación, y puede usarse un copolímero de metilhidrogenosiloxano-dimetilsiloxano o un copolímero de metilhidrogenosiloxano-dimetilsiloxano modificado para ser fácilmente soluble en el componente polimérico.

10 Un agente de reblandecimiento compuesto por un componente polimérico se considera como un componente polimérico. Existen agentes de reblandecimiento a base de naftenos, a base de parafina y otros, y se seleccionan de manera adecuada según un componente polimérico seleccionado.

Un agente de reblandecimiento no compuesto por un componente polimérico, tal como un éster fosfórico, no se considera como un componente polimérico. Sin embargo, un componente que se vuelve polimérico debido a curado se considera como un componente polimérico.

15 Puede usarse un agente de acoplamiento de titanio, un agente de acoplamiento de aluminio o un agente de acoplamiento de zirconio en el tratamiento de superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor, y un agente de acoplamiento de silano que tiene $R(CH_3)_aSi(OR')_{3-a}$ (R es un grupo orgánico no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y a es 0 ó 1) puede utilizarse simultáneamente con un polvo inorgánico térmicamente conductor tratado con un agente de este tipo o una mezcla de dos o más agentes de este tipo.

20 Pueden añadirse pigmentos, agentes resistentes al calor y retardantes de la llama como otros aditivos, si es necesario. Los pigmentos incluyen pigmentos inorgánicos y pigmentos orgánicos, y son preferibles los pigmentos inorgánicos. Los ejemplos específicos incluyen, pero no se limitan a, óxido de hierro y óxido de cobalto. Los agentes resistentes al calor también incluyen agentes resistentes al calor inorgánicos y agentes resistentes al calor orgánicos. Los agentes resistentes al calor inorgánicos incluyen, pero no se limitan a, óxido de cerio, hidróxido de cerio y óxido de hierro, y los agentes resistentes al calor orgánicos incluyen, pero no se limitan a, antioxidantes basados en fenol, antioxidantes basados en fosfito y antioxidantes basados en tioéter. Los retardantes de la llama incluyen, pero no se limitan a, retardantes de la llama basados en fósforo, retardantes de la llama basados en fosfato, óxido de hierro, carbono e hidróxido metálico. Ninguno debe inhibir la reacción de curado o vulcanización del componente polimérico, y además se selecciona de manera adecuada un aditivo que no afecte a las propiedades del componente polimérico. Puede añadirse un aditivo o una mezcla de dos o más aditivos.

35 En la presente invención, la cantidad de gas volatilizado derivado del componente (c) es preferiblemente de $5 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ o menos. La cantidad de gas volatilizado derivado del componente (c) se refiere al silano que queda como componente sin reaccionar durante el tratamiento de superficie y el producto de descomposición del mismo. Un método para medir la cantidad de gas volatilizado se realiza preferiblemente usando un cromatógrafo de gases. En la presente invención, se realizan las mediciones tal como sigue. Se proporciona una composición de resina que tiene un grosor de 2 mm, se conforma para tener una longitud de 13 mm y una anchura de 30 mm, y se divide adicionalmente en cuatro partes iguales. Se cargan en un vial que tiene una capacidad de 22 ml y se exponen a calor a 100°C durante 20 minutos, y se cuantifica el gas así generado con un cromatógrafo de gases. El dispositivo de medición para su uso puede ser un aparato GC-2010 fabricado por la Shimadzu Corporation, la columna puede ser una DB-5, y el detector puede ser un FID.

Ejemplos

La presente invención se describirá en más detalle a modo de ejemplos.

(Ejemplos 1 a 9 y ejemplos comparativos 1 a 9)

1. Materiales

45 (1) Componentes poliméricos

Se usaron poliisobutilenos EP200A (nombre comercial, fabricado por Kaneka Corporation), PAO-5010 (nombre comercial, fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) y CR300 (nombre comercial, fabricado por Kaneka Corporation) como componentes poliméricos.

(2) Catalizador de platino y retardante

50 Se usó PT-VTSC-3.0 IPA (nombre comercial, fabricado por Umicore Precious Metals Japan) como catalizador de platino y Surfynol 61 (nombre comercial, fabricado por Nissin Chemical Industry Co., Ltd.) como retardante.

(3) Polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro

Se usó AL43L (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de $3,2 \text{ m}^2/\text{g}$, diámetro

ES 2 390 250 T3

de partícula promedio d50 según dispersión por difracción láser de 1,1 μm) como polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro.

(4) Polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro

- 5 Se usó AS10 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 0,5 m^2/g , diámetro de partícula promedio d50 según dispersión por difracción láser de 39 μm) como polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro.

(5) Silano

- 10 Se usó hexiltrióxido de silano KBE3063 (nombre comercial, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) como silano. Se calculó la cantidad necesaria de KBE3063 según la fórmula: cantidad necesaria de KBE3063 (g) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m^2/g) / área de recubrimiento de silano mínima (m^2/g). El área de recubrimiento de KBE3063 mínima era de 315 m^2/g , y por tanto $1000 \text{ g} \times 3,2 \text{ m}^2/\text{g} / 315 \text{ m}^2/\text{g} = 10,2 \text{ g}$.

(6) Tratamiento con silano del polvo inorgánico 1

Se sometió el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro al siguiente tratamiento.

- 15 (Método en seco 1)

Se introdujo un kilogramo de AL43L en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadieron lentamente 10,2 g de KBE3063. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(Método en seco 2)

- 20 Se introdujo un kilogramo de AL43L en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico en el que se mezclaron 10,2 g de KBE3063, 20 g de isopropanol y 1 g de agua. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(Método en húmedo)

- 25 Se introdujo un kilogramo de AL43L en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico en el que se mezclaron 10,2 g de KBE3063, 1000 g de isopropanol y 0,5 g de agua. Se agitó la mezcla durante 30 minutos y se dejó en reposo tal cual durante 1 día. Se secó la mezcla a 100°C durante 2 horas tras eliminar los componentes de disolvente.

(7) Tratamiento con silano del polvo inorgánico 2

Se sometió el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro al siguiente tratamiento.

- 30 (Método en seco 2)

Para As10: se introdujo 1 kg de AS10 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico en el que se mezclaron 1,6 g de KBE3063, 10 g de isopropanol y 0,5 g de agua. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

- 35 Para AW50-74: se introdujo 1 kg de AW50-74 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico en el que se mezclaron 0,22 g de KBE3063, 5 g de isopropanol y 0,1 g de agua. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(Método integral)

Se llevó a cabo añadiendo un silano durante la preparación de la composición.

(8) Preparación de composiciones

- 40 Se añadieron los polvos inorgánicos en partes específicas en masa así como óxido de hierro, el catalizador de platino y el retardante a EP200A, PAO-5010 y CR300 cada uno en partes específicas en masa y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición.

- 45 En el caso en el que se realizó el tratamiento de superficie de un polvo inorgánico según el método integral, se añadió adicionalmente un silano y se realizó el mismo procesamiento. Se formularon las composiciones según los parámetros de los ejemplos de la tabla 1 y los ejemplos de la tabla 2.

(9) Formación de lámina

5 Se colocó una estructura metálica sobre una película de poliéster que tenía un grosor de 2 mm que se había sometido a un tratamiento de desmoldeo con flúor y se vertió una composición en la misma. Se colocó sobre la misma otra película de poliéster que se había sometido a un tratamiento de desmoldeo con flúor. Esto se curó a una presión de 5 MPa a 120°C durante 20 minutos para formar una muestra.

Se presentan conjuntamente los parámetros y los resultados de los ejemplos 1 a 9 en la tabla 1, y se presentan conjuntamente los parámetros y los resultados de los ejemplos comparativos 1 a 9 en la tabla 2.

Tabla 1

| | Ej. 1 | Ej. 2 | Ej. 3 | Ej. 4 | Ej. 5 | Ej. 6 | Ej. 7 | Ej. 8 | Ej. 9 |
|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Poliisobutileno (EP200A) | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 |
| Poliisobutileno (PAO-5010) | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| Poliisobutileno (CR300) | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 150 | 250 | 300 | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 2 | - | - | - | 150 | 250 | 300 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en húmedo | - | - | - | - | - | - | 150 | 250 | 300 |
| Polvo de mayor diámetro (AS10) | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AS10): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Catalizador de platino | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Dureza | 20 | 40 | 65 | 21 | 39 | 65 | 19 | 39 | 63 |
| Proporción (%) | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Viscosidad (Pa·s) | 60 | 150 | 230 | 65 | 157 | 241 | 62 | 151 | 235 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 0,81 | 1,2 | 1,7 | 0,81 | 1,2 | 1,7 | 0,81 | 1,2 | 1,7 |
| Cantidad de gas volatilizado (µg/cm ²) | 1,1 | 0,8 | 0,4 | 0,4 | 0,3 | 0,2 | 0,5 | 0,4 | 0,4 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado (µg/cm ²) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

10 Las cantidades proporcionadas en la tabla son en partes en masa. Esto también es válido para las tablas a continuación.

Tabla 2

| | Ej. comp. 1 | Ej. comp. 2 | Ej. comp. 3 | Ej. comp. 4 | Ej. comp. 5 | Ej. comp. 6 | Ej. comp. 7 | Ej. comp. 8 | Ej. comp. 9 |
|---|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| Poliisobutileno (EP200A) | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 |
| Poliisobutileno (PAO-5010) | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| Poliisobutileno (CR300) | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | 150 | 250 | 300 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en húmedo | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | 150 | 250 | 300 | 150 | 250 | 300 | - | - | - |
| Polvo de mayor | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | - | - | - |

ES 2 390 250 T3

| | | | | | | | | | |
|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| diámetro (AS10) | | | | | | | | | |
| Polvo de mayor diámetro (AS10): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | 100 | 100 | 200 |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Hexiltrióxido de silicio (KBE-3063) | - | - | - | 1,5 | 2,5 | 3,0 | - | - | - |
| Catalizador de platino | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Dureza | 40 | 53 | 67 | 20 | 41 | 66 | 40 | 51 | 66 |
| Proporción (%) | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Viscosidad (Pa·s) | 80 | 170 | 260 | 60 | 151 | 225 | 59 | 138 | 215 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 0,81 | 1,2 | 1,7 | 0,81 | 1,2 | 1,7 | 0,81 | 1,2 | 1,7 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 5,3 | 4,8 | 3,8 | 0,4 | 0,3 | 0,2 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

En las tablas 1 y 2, se calcularon las proporciones según la fórmula (A) a continuación (esto también es válido a continuación en el presente documento).

Área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro (m^2) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m^2/g) I

5 Área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro (m^2) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m^2/g) II

$$[I / (I + II)] \times 100 \quad (A)$$

Se realizó la medición de propiedades físicas según los siguientes métodos.

10 (i) Conductividad térmica: medida según el método de disco en caliente (Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.) usando un aparato para medir propiedades termofísicas TPA-501 (nombre comercial). Se proporciona una descripción de este aparato en su sitio web.

Se prepararon las muestras de medición tal como sigue.

15 Se cortó una lámina que tenía un grosor de 2 mm que se había preparado según el método de formación de lámina descrito en relación con los ejemplos y los ejemplos comparativos a una longitud de 25 mm y una anchura de 25 mm. Se colocaron cuatro piezas de esta lámina una sobre otra y se consideraron colectivamente como bloque. Se proporcionó este bloque por duplicado. Se intercaló verticalmente un sensor que tenía un diámetro de 7 mm entre los bloques así proporcionados y entonces se colocó sobre un portapiezas. Se comprimió el portapiezas a un par de torsión de 30 N·cm. Obsérvese que se colocaron también piezas de una lámina no autoadherente una sobre otra y se consideraron como bloque.

20 En el método de medición, una vez instalado en el portapiezas, se le proporcionó al bloque una cubierta que formaba parte del portapiezas de modo que el bloque no entró en contacto con el aire, y se estabilizó durante 15 minutos. Tras la estabilización, se inició la medición y se registraron los valores numéricos. Se repitió el mismo procedimiento al medir otra muestra.

(ii) Dureza: norma ASTM D2240 Shore A

25 (iii) Cantidad de gas volatilizado: método de cámara anterior usando un cromatógrafo de gases

(iv) Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado: método de cámara anterior usando un cromatógrafo de gases

(v) Viscosidad (viscosidad de la composición antes del curado): medición usando un viscosímetro rotacional de precisión

30 Puede decirse a partir de la tabla 1 que diferentes métodos de tratamiento de superficie para el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro no dieron como resultado propiedades físicas enormemente diferentes,

ES 2 390 250 T3

concretamente dureza y conductividad térmica. Sin embargo, tal como queda claro a partir de la tabla 2, el método de mezclado integral (ejemplos comparativos 4 a 6) dio como resultado grandes cantidades de gas volatilizado.

5 En los ejemplos 1 a 9, se añadió un polvo inorgánico térmicamente conductor tratado en superficie, y por tanto la viscosidad de las composiciones antes del curado era menor que en los ejemplos comparativos 1 a 3. De manera similar, la dureza también era menor en los ejemplos 1 a 9 que en los ejemplos comparativos 1 a 3.

(Ejemplos 10 a 12 y ejemplos comparativos 10 a 15)

10 A continuación, se llevaron a cabo experimentos usando una mezcla de dos o más tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro. Además de la alúmina mencionada anteriormente, se usaron AL160SG-1 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 6,6 m²/g, diámetro de partícula promedio d50 según dispersión por difracción láser de 0,4 μm) y AW50-74 (nombre comercial, fabricado por Micron Co., Ltd., área superficial específica de 0,07 m²/g, diámetro de partícula promedio d50 según dispersión por difracción láser de 55 μm). Se sometió el polvo inorgánico térmicamente conductor AL160SG-1 al siguiente tratamiento.

(Método en seco 1)

15 Se introdujo un kilogramo de AL160SG-1 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadieron lentamente 21,0 g de KBE3063. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(Método en seco 2)

20 Se introdujo un kilogramo de AW50-74 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico en el que se mezclaron 0,22 g de KBE3063, 5 g de isopropanol y 0,1 g de agua. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas. Se llevaron a cabo el método de preparación de composiciones y la formación de lámina de la misma manera que en los ejemplos 1 a 9 de la tabla 1 y los ejemplos comparativos 1 a 9 de la tabla 2. Se formularon las composiciones según los parámetros presentados en la tabla 3.

25 Se presentan conjuntamente los parámetros y los resultados de los ejemplos 10 a 12 y los ejemplos comparativos 10 a 15 en la tabla 3.

Tabla 3

| | Ej. 10 | Ej. 11 | Ej. 12 | Ej. comp. 10 | Ej. comp. 11 | Ej. comp. 12 | Ej. comp. 13 | Ej. comp. 14 | Ej. comp. 15 |
|---|--------|--------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Poliisobutileno (EP200A) | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 |
| Poliisobutileno (PAO-5010) | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| Poliisobutileno (CR300) | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): sin tratamiento | - | - | - | 100 | 200 | 50 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | - | - | - | 100 | 200 | 50 | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74): sin tratamiento | 400 | 400 | 700 | 400 | 400 | 700 | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | 400 | 400 | 700 |

ES 2 390 250 T3

| | | | | | | | | | |
|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Agente colorante (óxido de hierro) | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Catalizador de platino | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Dureza | 40 | 45 | 65 | 55 | 65 | 85 | 39 | 44 | 55 |
| Proporción (%) | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 |
| Viscosidad (Pa·s) | 235 | 750 | 624 | 255 | 784 | 707 | 220 | 710 | 599 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,6 | 2,2 | 2,3 | 1,6 | 2,2 | 2,3 | 1,6 | 2,2 | 2,3 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 3,0 | 3,5 | 0,9 | 0 | 0 | 0 | 3,3 | 3,7 | 0,9 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

La descripción de las proporciones y las propiedades físicas es tal como se presenta después de las tablas 1 y 2.

- 5 Tal como puede entenderse a partir de la tabla 3, el tratamiento con silano de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes potenció la capacidad de carga en los componentes poliméricos y se redujo la dureza del caucho. Además, se redujo la dureza, se aumentó la conductividad térmica y se redujo la desgasificación resultante del agente de tratamiento de superficie simplemente mediante el tratamiento de superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes sin tratar la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro a pesar de que se cargan grandes cantidades de polvo inorgánico térmicamente conductor en los componentes poliméricos.
- 10 En los ejemplos 10 a 12 de la tabla 3, se añadieron polvos inorgánicos térmicamente conductores tratados en superficie y por tanto las viscosidades de las composiciones antes del curado eran menores que las de en los ejemplos comparativos 10 a 12 de la tabla 3, respectivamente. De manera similar, la dureza también fue menor en los ejemplos 10 a 12 que en los ejemplos comparativos 10 a 12, respectivamente. El tratamiento con silano de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes demostró un efecto significativo en la reducción de la viscosidad de la composición y la dureza del caucho.
- 15 Los ejemplos comparativos 13 a 15 de la tabla 3 fueron para una investigación de un polvo obtenido tratando un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro con un silano. En comparación con las propiedades físicas de los ejemplos 10 a 12 de la tabla 3, las viscosidades de las composiciones fueron menores que las de en los ejemplos 10 a 12, pero los valores fueron similares para la dureza y la cantidad de gas volatilizado. Sin embargo, en el ejemplo comparativo 15 de la tabla 3, la cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado con silano cargado era grande, y por tanto la viscosidad de la composición y la dureza del caucho se redujeron.
- (Ejemplos 13 a 21 y ejemplos comparativos 16 a 24)
- 25 En los siguientes ejemplos y ejemplos comparativos, se realizaron los mismos experimentos que se describieron anteriormente usando componentes poliméricos diferentes.
- (1) Se usaron copolímero de etileno-propileno X-4010 (nombre comercial, fabricado por Mitsui Chemicals, Inc.), Diana Process Oil PW-90 (nombre comercial, fabricado por Idemitsu Kosan Co., Ltd.) y CR300 (nombre comercial, fabricado por Kaneka Corporation) como componentes poliméricos.
- 30 (2) Se usó PT-VTSC-3.0 IPA (nombre comercial, fabricado por Umicore Precious Metals Japan) como catalizador de platino.
- (3) Se usó Surfynol 61 (nombre comercial, fabricado por Nissin Chemical Industry Co., Ltd.) como retardante.
- (4) Preparación de las composiciones
- 35 Se añadieron los polvos inorgánicos en partes específicas en masa así como óxido de hierro, el catalizador de platino y el retardante a X-4010, Diana Process Oil PW-90 y CR300 cada una en partes específicas en masa y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición.

ES 2 390 250 T3

En el caso en el que se realizó el tratamiento de superficie de un polvo inorgánico según el método integral, se añadió adicionalmente un silano y se realizó el mismo procesamiento. Se formularon las composiciones según los parámetros de los ejemplos de la tabla 4 y los ejemplos de la tabla 5.

(5) Método de formación de lámina

5 Se colocó una estructura metálica sobre una película de poliéster que tenía un grosor de 2 mm que se había sometido a un tratamiento de desmoldeo con flúor y se colocó un gramo de una composición sobre la misma. Se colocó sobre la misma otra película de poliéster que se había sometido a un tratamiento de desmoldeo con flúor. Esto se curó a una presión de 5 MPa a 120°C durante 20 minutos.

10 Se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos 13 a 21 en la tabla 4, y se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos comparativos 16 a 24 en la tabla 5. La cantidad de gas volatilizado se refiere a la cantidad de KBE3063 que permanece en la lámina.

Tabla 4

| | Ej. 13 | Ej. 14 | Ej. 15 | Ej. 16 | Ej. 17 | Ej. 18 | Ej. 19 | Ej. 20 | Ej. 21 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Copolímero de etileno-propileno (X-4010) | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 |
| Diana Process Oil (PW-90) | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Poliisobutileno (CR300) | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 150 | 250 | 300 | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 2 | - | - | - | 150 | 250 | 300 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en húmedo | - | - | - | - | - | - | 150 | 250 | 300 |
| Polvo de mayor diámetro (AS10) | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 |
| Polvo de mayor diámetro (AS10): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Catalizador de platino | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Dureza | 65 | 70 | 85 | 65 | 75 | 85 | 65 | 75 | 85 |
| Proporción (%) | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Plasticidad | 45,0 | 50,3 | 65,2 | 48,2 | 55,2 | 69,8 | 45,0 | 48,0 | 62,8 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,0 | 1,4 | 2,1 | 1,0 | 1,4 | 2,1 | 1,0 | 1,4 | 2,1 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 1,2 | 0,8 | 0,5 | 0,4 | 0,3 | 0,2 | 0,3 | 0,2 | 0,1 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

Tabla 5

| | Ej. comp. 16 | Ej. comp. 17 | Ej. comp. 18 | Ej. comp. 19 | Ej. comp. 20 | Ej. comp. 21 | Ej. comp. 22 | Ej. comp. 23 | Ej. comp. 24 |
|---|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Copolímero de etileno-propileno (X-4010) | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 |
| Diana Process Oil (PW-90) | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Poliisobutileno (CR300) | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | - | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | 150 | 250 | 300 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): | - | - | - | - | - | - | - | - | - |

ES 2 390 250 T3

| | | | | | | | | | |
|--|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| método en húmedo | | | | | | | | | |
| Polvo de mayor diámetro (AS10) | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AS10): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | 100 | 100 | 200 |
| Polvo de mayor diámetro (AS10): sin tratamiento | 150 | 250 | 300 | 150 | 250 | 300 | - | - | - |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Dureza | 60 | 73 | 85 | 61 | 72 | 83 | 64 | 74 | 85 |
| Hexiltrióxosilano (KBE-3063) | - | - | - | 1,5 | 2,5 | 3,0 | - | - | - |
| Catalizador de platino | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Proporción (%) | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Plasticidad | 50,9 | 57,3 | 73,2 | 46,0 | 49,8 | 63,2 | 43,0 | 48,3 | 58,1 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,0 | 1,4 | 2,0 | 1,0 | 1,4 | 2,0 | 1,0 | 1,4 | 2,0 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 5,8 | 5,4 | 4,9 | 0,5 | 0,5 | 0,3 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

La descripción de las proporciones y las propiedades físicas es tal como se presenta después de las tablas 1 y 2. Se midió la plasticidad usando un plastómetro Wallace.

5 Los ejemplos 13 a 15, ejemplos 16 a 18 y ejemplos 19 a 21 de la tabla 4 fueron para una investigación de diferentes tratamientos de superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro. La viscosidad de la composición y las propiedades físicas de un caucho tal como dureza del caucho y conductividad térmica fueron casi idénticas. Se varió la cantidad de gas volatilizado dependiendo del método de tratamiento de superficie.

Una comparación de los ejemplos 13 a 18 con los ejemplos comparativos 16 a 18 revela que el tratamiento con silano de la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro demostró un efecto en la reducción de la viscosidad de la composición y la dureza del caucho.

10 Una comparación de los ejemplos 13 a 18 con los ejemplos comparativos 19 a 21 revela una diferencia significativa en la cantidad de gas volatilizado. Debido al método de tratamiento, es decir, el método integral, los ejemplos comparativos 19 a 21 dieron como resultado cantidades considerables de gas volatilizado.

15 Los ejemplos comparativos 22 a 24 de la tabla 5 fueron para una investigación de un tratamiento de superficie también para un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro. Los ejemplos 13 a 18 de la tabla 4 fueron para una investigación de un tratamiento sólo para un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro. Una comparación revela que la viscosidad de la composición y las propiedades físicas de un caucho tal como dureza del caucho y conductividad térmica fueron casi idénticas.

(Ejemplos 22 a 24 y ejemplos comparativos 25 a 30)

20 En los ejemplos 22 a 24 y los ejemplos comparativos 25 a 30 de la tabla 6 a continuación, se llevaron a cabo los experimentos según la tabla 6 usando una mezcla de dos o más tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro. Se usaron AL160SG-1 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de $6,6 \text{ m}^2/\text{g}$) y AW50-74 (nombre comercial, fabricado por Micron Co., Ltd., área superficial específica de $0,07 \text{ m}^2/\text{g}$) para polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro, y se llevó a cabo el método de tratamiento de la misma manera que en el tratamiento de polvos inorgánicos térmicamente conductores usado en los ejemplos 10 a 12 y los ejemplos comparativos 10 a 15 de la tabla 3.

25 Se presentan conjuntamente los parámetros y los resultados de los ejemplos 22 a 24 y los ejemplos comparativos 25 a 30 mencionados anteriormente en la tabla 6.

Tabla 6

| | Ej. 22 | Ej. 23 | Ej. 24 | Ej. 25 | Ej. comp. 26 | Ej. comp. 27 | Ej. comp. 28 | Ej. comp. 29 | Ej. comp. 30 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Copolímero de etileno-propileno (X-4010) | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 | 74 |
| Diana Process Oil (PW-90) | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Polisobutileno (CR300) | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): sin tratamiento | - | - | - | 100 | 200 | 50 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | - | - | - | 100 | 200 | 50 | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74): sin tratamiento | 400 | 400 | 700 | 400 | 400 | 700 | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74): método en seco 1 | - | - | - | - | - | - | 400 | 400 | 700 |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Catalizador de platino | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 | 0,32 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Dureza | 77 | 83 | 90 | 80 | 87 | 95 | 75 | 83 | 89 |
| Proporción (%) | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 |
| Plasticidad | 47,2 | 69,0 | 98,6 | 68,0 | 81,0 | 99,1 | 42,0 | 69,1 | 89,3 |
| Conductividad térmica (W/m-K) | 1,8 | 2,6 | 2,2 | 1,8 | 2,6 | 2,2 | 1,8 | 2,6 | 2,2 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 3,0 | 3,5 | 0,9 | 0 | 0 | 0 | 3,2 | 3,7 | 1,2 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

5 Tal como puede entenderse a partir de una comparación de los ejemplos 22 a 24 con los ejemplos comparativos 28 a 30 de la tabla 6, se mostraron propiedades físicas casi idénticas a las logradas con los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro tratados en superficie simplemente mediante el tratamiento de superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tenían áreas superficiales específicas grandes sin tratar la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro.

En cambio, tal como puede entenderse a partir de una comparación del ejemplo 22 con el ejemplo comparativo 25, el ejemplo 23 con el ejemplo comparativo 26, y el ejemplo 24 con el ejemplo comparativo 27, la dureza tendía a ser mayor a menos que se trate la superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro.

10 Tal como se describió anteriormente, los ejemplos 1 a 24 y los ejemplos comparativos 1 a 30 demostraron que el tratamiento con silano selectivo de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes potencia suficientemente la capacidad de carga en los componentes poliméricos. Esto resulta evidente también a partir del hecho de que los valores para la viscosidad o la plasticidad fueron menores. Además, un tratamiento con silano selectivo de sólo polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro puede mantener la cantidad de gas volatilizado derivado del agente de tratamiento de superficie pequeña. En otras palabras, fue posible producir una composición polimérica térmicamente conductora que tenía una baja dureza y una alta conductividad térmica, que apenas producía gas volatilizado derivado del agente de tratamiento de superficie, y que se produjo fácilmente y se almacenó simplemente tratando la superficie de polvos

inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tenían áreas superficiales específicas grandes sin tratar la superficie de polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro, a pesar de que se cargan grandes cantidades de polvo inorgánico térmicamente conductor en los componentes poliméricos.

(Ejemplos comparativos 31 a 34)

- 5 A continuación, se llevó a cabo una investigación para un tratamiento de superficie que usaba un silano en una cantidad doble a la cantidad calculada con la que puede recubrirse la superficie completa de polvos inorgánicos de menor diámetro (AL43L y AL160SG-1). También se llevó a cabo una investigación para un caso en el que el valor según la fórmula mencionada anteriormente (A) superó 10.

(Método en seco 3)

- 10 (1) Para el tratamiento de AL43L

Se introdujo un kilogramo de AL43L en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadieron lentamente 20,2 g de KBE3063. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(2) Para el tratamiento de AL160SG-1

- 15 Se introdujo un kilogramo de AL160SG-1 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadieron lentamente 42,0 g de KBE3063. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

Se llevaron a cabo el método de preparación de la composición y el método de preparación de la misma manera que en los ejemplos 10 a 12 y los ejemplos comparativos 10 a 15 de la tabla 3.

- 20 Se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos comparativos 31 a 34 en la tabla 7 conjuntamente con los de los ejemplos 10 a 12 para comparación.

Tabla 7

| | Ej.10 | Ej.11 | Ej.12 | Ej. comp. 31 | Ej. comp. 32 | Ej. comp. 33 | Ej. comp. 34 |
|--|-------|-------|-------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Poliisobutileno (EP200A) | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 | 33,3 |
| Plastificante PAO-5010 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 | 60 |
| Agente de reticulación CR300 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 | 6,7 |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | 25 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | 25 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): sin tratamiento | - | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | - | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): método en seco 3 | - | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 3 | - | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| AW50-74: sin tratamiento | 400 | 400 | 700 | 750 | 400 | 400 | 700 |
| AW50-74: método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | - |
| Óxido de hierro | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Catalizador de platino | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 | 0,44 |
| Retardante | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 | 0,16 |
| Dureza | 40 | 45 | 65 | 63 | 38 | 42 | 58 |
| Proporción (%) | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 17,6 | 2,8 | 1,4 | 9,1 |
| Plasticidad | 235 | 750 | 624 | 620 | 210 | 721 | 601 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,6 | 2,2 | 2,3 | 1,8 | 1,6 | 2,1 | 2,2 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 3,0 | 3,5 | 0,9 | 0,4 | 6,1 | 7,2 | 2,1 |
| Cantidad de siloxano de bajo peso molecular volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

El ejemplo comparativo 31 de la tabla 7 fue para una investigación de un caso en el que la proporción superó 10. Una comparación del ejemplo comparativo 31 y los ejemplos 11 y 12 revela que se añadieron 800 partes en masa

de polvo inorgánico térmicamente conductor a 100 partes en masa de componente polimérico. Tal como puede entenderse a partir de la comparación, se redujo la conductividad térmica aumentando simplemente la cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro.

5 Además, a diferencia de los ejemplos 10 a 12, los ejemplos comparativos 32 a 34 fueron ejemplos en los que los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro cuya superficie se había tratado con un silano usado en una cantidad doble a la cantidad calculada con la que puede recubrirse la superficie completa de los polvos inorgánicos de menor diámetro. Puesto que un silano estaba presente en una cantidad mayor que la cantidad suficiente para recubrir el área superficial completa de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro, se reflejó el silano en exceso en la cantidad de gas volatilizado, y por tanto no era preferible.

10 (Ejemplos 25 a 33 y ejemplos comparativos 35-40)

A continuación, se proporcionará una descripción que se refiere a ejemplos en los que se usó un caucho de silicona de curado a temperatura ambiente de dos componentes.

1. Materiales

(1) Componente de silicona

15 Se usó un caucho de silicona de curado a temperatura ambiente de dos componentes (RTV de dos componentes), concretamente SE1885 (nombre comercial, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.), como componente de silicona. Obsérvese que SE1885 contiene originalmente un catalizador de platino y un agente de curado.

(2) Polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro

20 Se usó un polvo tal como se describe en el punto (3) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

(3) Polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro

Se usó un polvo tal como se describe en el punto (4) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

(4) Silano

25 Se usó un silano tal como se describe en el punto (5) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

(5) Tratamiento con silano de polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro

Se realizó un tratamiento de la misma manera que en el punto (6) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

30 (6) Método de formación y procesamiento de lámina

Se colocó una estructura metálica sobre una película de poliéster que tenía un grosor de 2 mm que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor y se vertió una composición en la misma. Se colocó sobre la misma otra película de poliéster que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor. Esto se curó a una presión de 5 MPa a 120°C durante 10 minutos.

35 Se presentan la conductividad térmica, la dureza y la cantidad de gas volatilizado en los ejemplos y los ejemplos comparativos mencionados anteriormente en las tablas 8 y 9. En las tablas 8 y 9, se calcularon las proporciones según la fórmula (A) anterior.

Los métodos de medición de propiedades físicas fueron tal como sigue.

Conductividad térmica: método de disco en caliente (Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.)

40 Dureza: norma ASTM D2240 Shore 00

Cantidad de gas volatilizado: método de cámara anterior usando un cromatógrafo de gases

La cantidad de gas volatilizado se refiere a la cantidad de KBE3063 que permanece en la lámina.

45 Las formulaciones para los ejemplos 25 a 33 fueron tal como se muestran en la tabla 8 y las formulaciones para los ejemplos comparativos 35 a 40 fueron tal como se muestran en la tabla 9, y los resultados se presentan también en las tablas 8 y 9.

Tabla 8

| | Ej. 25 | Ej. 26 | Ej. 27 | Ej. 28 | Ej. 29 | Ej. 30 | Ej. 31 | Ej. 32 | Ej. 33 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Componente de silicona (SE1885) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 150 | 250 | 300 | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 2 | - | - | - | 150 | 250 | 300 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en húmedo | - | - | - | - | - | - | 150 | 250 | 300 |
| Polvo de mayor diámetro (AS10) | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Dureza | 5 | 23 | 42 | 4 | 23 | 42 | 4 | 22 | 40 |
| Proporción (%) ¹ | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,1 | 1,3 | 1,9 | 1,1 | 1,3 | 1,9 | 1,1 | 1,3 | 1,9 |
| Cantidad de gas volatilizado (µg/cm ²) | 1,3 | 1,0 | 0,7 | 0,5 | 0,4 | 0,3 | 0,4 | 0,3 | 0,2 |

Tabla 9

| | Ej. comp. 35 | Ej. comp. 36 | Ej. comp. 37 | Ej. comp. 38 | Ej. comp. 39 | Ej. comp. 40 |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Componente de silicona (SE1885) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 2 | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en húmedo | - | - | - | - | - | - |
| Polvo de mayor diámetro (AS10) | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | 150 | 250 | 300 | 150 | 250 | 300 |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Dureza | 17 | 28 | 45 | 10 | 27 | 44 |
| Hexiltrióxido de silano (KBE3063) | - | - | - | 1,5 | 2,5 | 3,0 |
| Proporción (%) | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,1 | 1,3 | 1,9 | 1,1 | 1,3 | 1,9 |
| Cantidad de gas volatilizado (µg/cm ²) | 0 | 0 | 0 | 6,0 | 5,5 | 5,1 |

La tabla 8 muestra colectivamente la diferencia de los métodos de tratamiento de superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro y los resultados de la investigación de cambiar los polvos inorgánicos térmicamente conductores añadidos al componente de silicona. Puede decirse a partir de la tabla 8 que diferentes métodos de tratamiento de superficie para el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro no dieron como resultado propiedades físicas enormemente diferentes, concretamente dureza y conductividad térmica. Sin embargo, tal como queda claro a partir de la tabla 9, el método de mezclado integral (ejemplos comparativos 38 a 40) dio como resultado grandes cantidades de gas volatilizado.

- 5
- 10 (Ejemplos 34 a 36 y ejemplos comparativos 41 a 43)

A continuación, se llevaron a cabo experimentos como los ejemplos 34 a 36 en los que se combinaron dos o más tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro. Además de AL43L (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 3,2 m²/g) y AS10 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 0,5 m²/g) tal como se usan en los ejemplos 25 a 33, se usaron AL160SG-1 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 6,6 m²/g) y AW50-74

- 15

ES 2 390 250 T3

(nombre comercial, fabricado por Micron Co., Ltd., área superficial específica de 0,07 m²/g). Se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor AL160SG-1 según el método en seco (3) descrito entre las tablas 6 y 7 anteriores. Se llevó a cabo la formación de lámina según el método de formación y procesamiento de lámina (6) anterior.

- 5 Se presentan los parámetros para la preparación de muestras y los resultados de los ejemplos 34 a 36 y los ejemplos comparativos 41 a 43 en la tabla 10.

Tabla 10

| | Ej. 34 | Ej. 35 | Ej. 36 | Ej. comp. 41 | Ej. comp. 42 | Ej. comp. 43 |
|---|--------|--------|--------|--------------------------|--------------|--------------|
| Componente de silicona (SE1885) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | - | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): sin tratamiento | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | - | - | - | 100 | 200 | 50 |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74) | 400 | 400 | 700 | 400 | 400 | 700 |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Dureza | 41 | 60 | 75 | 35 | - | - |
| Proporción (%) | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 |
| Conductividad térmica (W/m-K) | 1,9 | 2,6 | 2,4 | 1,9 | 2,6 | 2,4 |
| Cantidad de gas volatilizado (µg/cm ²) | 3,3 | 4,0 | 1,2 | - | - | - |
| Observaciones | | | | insuficientemente curado | no se curó | no se curó |

- 10 Tal como queda claro a partir de la tabla 10, los cauchos se curaron de manera invariable en los ejemplos 34 a 36. Esto es posiblemente debido a que la superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro recubiertos con un compuesto de silano evitó que se adsorbiesen el catalizador de platino y el agente de reticulación sobre la misma. Además, cuanto mayor es la proporción de polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro cargado, mayor es la cantidad de gas volatilizado.

- 15 En cambio, los ejemplos comparativos 41 a 43 mostraron que cuanto mayor es el área superficial específica de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro, menos probable es que se curen los cauchos. En particular, en los ejemplos comparativos 42 y 43, los cauchos no se curaron. Esto es debido a que la superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro adsorbieron el catalizador de platino y el agente de reticulación.

- 20 A continuación, se llevó a cabo una investigación en la que se usaron diversos silanos en el tratamiento de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro. Se usó alúmina AL43L (nombre comercial, fabricada por Showa Denko K.K., área superficial específica de 3,2 m²/g) para un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro.

Se usaron los siguientes silanos. El fabricante de los mismos es para todos Dow Corning Toray Co., Ltd.

- (1) Octiltrióxido de silano Z6341 (área de recubrimiento mínima: 283 m²/g)
- (2) Deciltrimetoxisilano AY43-210MC (área de recubrimiento mínima: 298 m²/g)
- 25 (3) Octadeciltrimetoxisilano AY43-218MC (área de recubrimiento mínima: 205 m²/g)
- (4) Metiltrióxido de silano SZ6072 (área de recubrimiento mínima: 439 m²/g)

- 30 Se llevó a cabo el método de tratamiento de la misma manera que en los ejemplos anteriores (método en seco 1) usando las siguientes formulaciones. Se introdujo un kilogramo de AL43L en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico preparado usando los componentes en las siguientes cantidades. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

Los detalles del tratamiento con los silanos mencionados anteriormente se presentan todos en la tabla 11.

Tabla 11

| Tipo de silano | Cantidad necesaria (g) | Isopropanol (g) | Agua (g) |
|--------------------------|------------------------|-----------------|----------|
| Octiltrióxido de silano | 11,3 | 20 | 5 |
| Deciltrimetoxisilano | 10,7 | 30 | 7,5 |
| Octadeciltrimetoxisilano | 15,6 | 40 | 10 |
| Metiltrióxido de silano | 7,3 | 10 | 3 |

(Ejemplo 37)

5 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado con octiltrióxido de silano según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo 38)

10 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 400 partes en masa de AL43L tratado con octiltrióxido de silano según el método en seco 1, 100 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo 39)

15 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado con deciltrimetoxisilano según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo 40)

20 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 400 partes en masa de AL43L tratado con deciltrimetoxisilano según el método en seco 1, 100 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo 41)

25 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado con octadeciltrimetoxisilano según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo 42)

30 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 400 partes en masa de AL43L tratado con octadeciltrimetoxisilano según el método en seco 1, 100 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo comparativo 43)

35 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado con metiltrimetoxisilano según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo comparativo 44)

40 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 400 partes en masa de AL43L tratado con metiltrimetoxisilano según el método en seco 1, 100 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

ES 2 390 250 T3

(Ejemplo comparativo 45)

5 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L sin tratar, 200 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

(Ejemplo comparativo 46)

10 A 100 partes en masa de SE1885 se les añadieron 400 partes en masa de AL43L sin tratar, 100 partes en masa de AS10 y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir una composición. Se sometió esto a un procedimiento de formación de lámina.

Se sometió a prueba la dureza tal como se presenta en la tabla 12 tal como sigue. Usando el ejemplo 37 como ejemplo, se llevó a cabo la prueba tal como sigue. También se llevaron a cabo los ejemplos 38 a 42 y los ejemplos comparativos 44 a 47 de la misma manera.

15 A 100 partes en masa de fluido A de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado con octiltrietoxisilano según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 sin tratar y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 5 minutos mientras se desespumaba para producir la composición de fluido A. De manera similar, a 100 partes en masa de fluido B de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado con octiltrietoxisilano según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 sin tratar y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir la composición de fluido B. Inmediatamente después, se agitaron la composición de fluido A y la composición de fluido B con una mezcladora planetaria durante 5 minutos en una razón de 1:1 mientras se desespumaba para producir una composición que luego se sometió a formación de lámina. Se midió la dureza de esta lámina de caucho. Ésta se consideró la dureza inicial.

25 Tras almacenar otra composición de fluido A y otra composición de fluido B por separado durante una semana a temperatura ambiente, se agitaron la composición de fluido A y la composición de fluido B con una mezcladora planetaria durante 10 minutos en una razón de 1:1 mientras se desespumaba para producir una composición que luego se sometió a formación de lámina. Se midió la dureza de esta lámina de caucho. Ésta se consideró la dureza a la semana.

30 Se presentan conjuntamente los parámetros y los resultados de los ejemplos 37 a 42 y los ejemplos comparativos 44 a 47 en la tabla 12.

Tabla 12

| | Ej. 37 | Ej. 38 | Ej. 39 | Ej. 40 | Ej. 41 | Ej. 42 | Ej. comp. 44 | Ej. comp. 45 | Ej. comp. 46 | Ej. comp. 47 |
|--|----------------------|-----------------------|--------------------------|------------------------|--------------------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Agente de tratamiento | Octilitrietoxisilano | Decilitrimetoxisilano | Octadeciltrimetoxisilano | Metilfritrietoxisilano | - | - | - | - | - | - |
| Componente de silicona (SE1885) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 300 | 400 | 300 | 400 | 300 | 400 | 300 | 400 | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | - | - | - | - | - | - | - | - | 300 | 400 |
| Polvo de mayor diámetro (AS-10) | 200 | 100 | 200 | 100 | 200 | 100 | 200 | 100 | 200 | 100 |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Dureza | 40 | 43 | 40 | 41 | 38 | 39 | 45 | 47 | 45 | 45 |
| Proporción (%) | 9,4 | 3,8 | 9,4 | 3,8 | 9,4 | 3,8 | 9,4 | 3,8 | 9,4 | 3,8 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,9 | 2,1 | 1,9 | 2,1 | 1,9 | 2,1 | 1,9 | 2,1 | 1,9 | 2,1 |
| Cantidad de gas volatilizado (µg/cm ²) | 0,8 | 1,0 | 0,8 | 0,9 | - | - | 0,8 | 1,0 | 0 | 0 |
| Observaciones | | | | | No pudo detectarse | | | | | |
| Capacidad de almacenamiento | Dureza inicial | 40 | 40 | 41 | 38 | 39 | 45 | 47 | 45 | 45 |
| | Dureza a la semana | 40 | 42 | 40 | 40 | 38 | 40 | 40 | 35 | 32 |

Tal como queda claro a partir de la tabla 12, la dureza tendía a disminuir a medida que aumentaba el número de átomos de carbono del agente de tratamiento con silano para el polvo inorgánico térmicamente conductor. Esto se debe probablemente a que se potenció la compatibilidad con el componente de silicona. Además, se potenció la capacidad de almacenamiento mediante el tratamiento con un silano que tenía un gran número de átomos de carbono. Aunque la diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana en los ejemplos 37 a 42 era de 0 a 1, la diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana en los ejemplos comparativos 44 a 47 era de 5 a 13, y se potenció la capacidad de almacenamiento mediante el tratamiento con un silano que tenía un gran número de átomos de carbono.

(Ejemplos comparativos 48 y 49)

Se llevaron a cabo experimentos como los ejemplos comparativos en los que se usó un polvo inorgánico de mayor diámetro tratado en superficie. Se usó AS10 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 0,5 m²/g) o AW50-74 (nombre comercial, fabricado por Micron Co., Ltd., área superficial específica de 0,07 m²/g) como polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro y se usó hexiltrióxido de silano KBE3063 (nombre comercial, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) como silano. La cantidad de KBE3063 necesaria en relación con cada polvo inorgánico de mayor diámetro fue la misma que la cantidad indicada en relación con el punto (5) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

Se trataron ambos polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro de la misma manera que en el punto (5) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

Se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos comparativos 48 y 49 en la tabla 13 conjuntamente con los de los ejemplos 27 y 35.

Tabla 13

| | Ej. 27 | Ej. 35 | Ej. comp. 37 | Ej. comp. 39 | Ej. comp. 48 | Ej. comp. 49 | |
|---|--------------------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|----|
| Componente de silicona (SE1885) | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): método en seco 1 | | 200 | | | 100 | 200 | |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): método en seco 1 | 300 | 200 | | | 300 | 200 | |
| Polvo de menor diámetro (AL160SG-1): sin tratamiento | | | | 200 | | | |
| Polvo de menor diámetro (AL43L): sin tratamiento | | | 300 | 200 | | | |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74) | | 400 | | 400 | | | |
| Polvo de mayor diámetro (AS-10) | 200 | | 200 | | | | |
| Polvo de mayor diámetro (AW50-74): método en seco: 2 | | | | | 200 | | |
| Polvo de mayor diámetro (AS-10): método en seco 2 | | | | | | 400 | |
| Agente colorante (óxido de hierro) | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | |
| Dureza | 42 | 60 | 45 | - | 42 | 60 | |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 1,9 | 2,6 | 1,9 | - | 1,9 | 2,6 | |
| Capacidad de almacenamiento | Dureza inicial | 42 | 60 | 45 | - | 42 | 60 |
| | Dureza a la semana | 41 | 58 | 35 | - | 42 | 60 |

Se sometió a prueba la dureza tal como se presenta en la tabla 13 tal como sigue. Usando el ejemplo 27 como ejemplo, se llevó a cabo la prueba tal como sigue. También se llevaron a cabo el ejemplo 35 y los ejemplos comparativos 37, 48 y 49 de la misma manera.

A 100 partes en masa de fluido A de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 sin tratar y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 5 minutos mientras se desespumaba para producir la composición de fluido A. De manera similar, a 100 partes en masa de fluido B de SE1885 se les añadieron 300 partes en masa de AL43L tratado según el método en seco 1, 200 partes en masa de AS10 sin tratar y 5 partes en masa de óxido de hierro, y se agitaron con una mezcladora planetaria durante 10 minutos mientras se desespumaba para producir la composición de fluido B. Inmediatamente después, se agitaron la composición de fluido A y la composición de fluido B con una mezcladora planetaria durante 5 minutos en una razón de 1:1 mientras se desespumaba para producir una composición que luego se sometió a formación de lámina. Se midió la dureza de esta lámina de caucho. Ésta se consideró la dureza inicial.

Tras almacenar otra composición de fluido A y otra composición de fluido B por separado durante una semana a temperatura ambiente, se agitaron la composición de fluido A y la composición de fluido B con una mezcladora planetaria durante 10 minutos en una razón de 1:1 mientras se desespumaba para producir una composición que luego se sometió a formación de lámina. Se midió la dureza de esta lámina de caucho. Ésta se consideró la dureza a la semana.

Las composiciones a las que se les añadieron los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro tratados en superficie tenían una capacidad de almacenamiento favorable. La diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana era pequeña. Una comparación del ejemplo 27 con el ejemplo comparativo 37 revela que aunque la diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana en el ejemplo 27 era de 1, la diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana en el ejemplo comparativo 37 era de 10, y el uso de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene una área superficial específica grande aumentó la diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana. El uso de un polvo inorgánico de conducción térmica de menor diámetro tratado en superficie que tiene una área superficial específica grande redujo la diferencia entre la dureza inicial y la dureza a la semana. Es decir, se potenció la capacidad de almacenamiento.

Además, los sistemas en los que se usaron más polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes dieron como resultado una diferencia más significativa en la dureza. Hubo un caso el que no se produjo el curado cuando se usó un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro sin tratar tal como se demuestra en el ejemplo comparativo 39. El ejemplo 27 se compara con el ejemplo comparativo 37 y el ejemplo 35 se compara con el ejemplo comparativo 39. El ejemplo 35 y el ejemplo comparativo 39 usaron un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tenía un área superficial específica mayor que el polvo usado en el ejemplo 27 y el ejemplo comparativo 37. Por tanto, el curado inicial ni siquiera se produjo en el ejemplo comparativo 39, lo que significa que no había capacidad de almacenamiento.

Mientras tanto, un tratamiento no sólo de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro sino también de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro dio como resultado una buena capacidad de almacenamiento. Sin embargo, la dureza a la semana no se redujo de manera significativa con respecto a la dureza inicial incluso si no se llevaba a cabo el tratamiento de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro. El ejemplo 27 se compara con el ejemplo comparativo 48 y el ejemplo 35 se compara con el ejemplo comparativo 49. En los ejemplos comparativos 48 y 49, también se trató la superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro. En cambio, no se trató la superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro en los ejemplos 27 y 35, pero la dureza tenía el mismo valor y la capacidad de almacenamiento estaba a niveles comparables.

(Ejemplos 43 y 44 y ejemplos comparativos 50 a 52)

A continuación, se llevó a cabo una investigación usando un caucho de silicona que podía molerse como componente de silicona.

Se usaron TSE201 (nombre comercial, fabricado por Momentive Performance Materials Inc.) y SH8311CVU (nombre comercial, fabricado por Dow Corning Toray Co., Ltd.) como cauchos de silicona que podían molerse.

Se usó alúmina AO502 (nombre comercial, fabricado por Admafine, área superficial específica de 7,5 m²/g) como polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro, se usó alúmina AS20 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 0,8 m²/g) como polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro, y se usó hexiltrimetoxisilano KBE3063 (nombre comercial, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) como silano para el tratamiento de los polvos respectivos.

Se calculó la cantidad necesaria para el tratamiento de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro según la fórmula: cantidad necesaria de "KBE3063" = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m²/g) / área de recubrimiento de silano mínima (m²/g). El área de recubrimiento de "KBE3063" mínima era de 315 m²/g, y por tanto 1000 g x 7,5 m²/g / 315 m²/g = 23,8 g.

Se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor de pequeño diámetro AL43L de la misma manera que en el punto (6) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

También se proporcionó el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro AS20 (área superficial específica de 0,8 m²/g). En este caso, la cantidad necesaria de KBE3063 fue de 2,5 g. Se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tal como sigue. Se usó TC-25A (nombre comercial, fabricado por Momentive Performance Materials Inc.) como catalizador de platino. Se usó TC-25B (nombre comercial, fabricado por Momentive Performance Materials Inc.) como agente de reticulación.

Para AS20: se introdujo 1 kg de AS20 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadió lentamente un producto químico en el que se mezclaron 2,5 g de KBE3063, 10 g de isopropanol y 0,5 g de agua. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(Método de formación de lámina)

5 Se colocó una estructura metálica sobre una película de poliéster que tenía un grosor de 2 mm que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor y se vertió una composición en la misma. Se colocó sobre la misma otra película de poliéster que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor. Esto se curó a una presión de 5 MPa a 170°C durante 10 minutos y se trató con calor adicionalmente a 200°C durante 4 horas en un horno.

Se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos 43 y 44 y los ejemplos comparativos 50 a 52 en la tabla 14.

Tabla 14

| | Ej. 43 | Ej. 44 | Ej. comp. 50 | Ej. comp. 51 | Ej. comp.52 |
|--|--------|--------|-------------------|-------------------|-------------|
| Componente de silicona (TSE201) | 50 | 50 | 50 | 50 | 50 |
| Componente de silicona (SH8311CVU) | 45 | 45 | 45 | 45 | 45 |
| Polvo de mayor diámetro (AS20): método en seco 2 | | | | | |
| Polvo de menor diámetro(SO502): método en seco 2 | 200 | 200 | | | 100 |
| Polvo de mayor diámetro (AS20): sin tratamiento | 100 | 200 | 100 | 200 | 200 |
| Polvo de menor diámetro (AO502): sin tratamiento | | | 200 | 200 | |
| Agente de vulcanización (TC-25A) | | | | | |
| Agente de reticulación (TC-25B) | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| Dureza | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| Proporción (%) | 55 | 58 | - | - | 58 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 5,1 | 9,6 | 5,1 | 9,6 | 17,6 |
| Cantidad de gas volatilizado (µg/cm ²) | 0,8 | 1,2 | - | - | 0,7 |
| Observaciones | 0 | 0 | - | - | 0 |
| | | | No puede cargarse | No puede cargarse | |

Se midieron las propiedades físicas presentadas en la tabla 14 según los siguientes métodos.

10 (1) Conductividad térmica: método de disco en caliente (Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.)

(2) Dureza: norma ASTM D2240 Shore A

(3) Cantidad de gas volatilizado: método de cámara anterior usando un cromatógrafo de gases

15 Tal como queda claro a partir de la tabla 14, en los sistemas en los que se usaron cauchos de silicona que podían molerse como componentes de silicona, el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro no pudo ni siquiera cargarse sin un tratamiento de superficie. En el ejemplo comparativo 52, la proporción superó 10. Superar 10 significa que la cantidad de polvo inorgánico de mayor diámetro cargada en las siliconas era grande. Para potenciar la conductividad térmica, es preferible permitir que las partículas de polvo inorgánico de menor diámetro entren en las partículas de polvo inorgánico de mayor diámetro, y en el ejemplo comparativo 52 la conductividad térmica era de tan sólo 0,7 W/m·K a pesar de que la cantidad de polvo cargadas en las siliconas era la misma que en el ejemplo 43.

20 (Ejemplo comparativo 53)

25 Se amasaron bruscamente cincuenta partes en masa de TSE201 y 45 partes en masa de SH8311CVU con un molino de dos rodillos, y asimismo se añadieron y se amasaron 200 partes en masa de AO502 (nombre comercial, fabricado por Admatechs Co., Ltd., área superficial específica de 7,5 m²/g, diámetro de partícula promedio d50 según dispersión por difracción láser de 0,7 µm) tratado según el método en seco 2 y se añadieron y se amasaron 100 partes en masa de AS20 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específica de 0,8 m²/g, diámetro de partícula promedio d50 según dispersión por difracción láser de 22 µm) tratado según el método en seco 2. Además, se añadieron y se amasaron 5 partes en masa de TC-25B, y eventualmente se añadió y se amasó 1 parte en masa de TC-25A para preparar una composición.

30 (Ejemplo comparativo 54)

Se amasaron bruscamente cincuenta partes en masa de TSE201 y 45 partes en masa de SH8311CVU con un molino de dos rodillos, y asimismo se añadieron y se amasaron 200 partes en masa de AO502 tratado según el método en seco 2 y 200 partes en masa de AS20 tratado según el método en seco 2. Además, se añadieron y se amasaron 5 partes en masa de TC-25B, y eventualmente se añadió y se amasó 1 parte en masa de TC-25A para

preparar una composición.

Se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos comparativos 53 y 54 en la tabla 15.

Tabla 15

| | Ej. comp. 53 | Ej. comp. 54 |
|--|--------------|--------------|
| Componente de silicona (TSE201) | 50 | 50 |
| Componente de silicona (SH8311CVU) | 45 | 45 |
| Polvo de mayor diámetro (AS20): método en seco 2 | 100 | 200 |
| Polvo de menor diámetro (AO502): método en seco 2 | 200 | 200 |
| Polvo de mayor diámetro (AS20): sin tratamiento | - | - |
| Polvo de menor diámetro (AO502): sin tratamiento | - | - |
| Catalizador de platino (TC-25A) | 1 | 1 |
| Agente de reticulación (TC-25B) | 5 | 5 |
| Dureza | 53 | 56 |
| Proporción (%) | 5,1 | 9,6 |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 0,8 | 1,2 |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 0 | 0 |

5 Según las tablas 14 y 15, la diferencia en dureza era pequeña y la dureza era casi idéntica independientemente de si la superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de mayor diámetro se trató (ejemplos comparativos 53 y 54) o no se trató (ejemplos 43 y 44). La cantidad de gas volatilizado era cero en todos los casos debido a que se realizó vulcanización secundaria a 200°C durante 4 horas.

10 Los ejemplos 25 a 44 y los ejemplos comparativos 35 a 54 demostraron que el tratamiento con silano del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica grande potenció la capacidad de carga en los componentes de silicona y la capacidad de almacenamiento de las composiciones, y redujo la cantidad de gas volatilizado.

15 Era posible producir una composición de silicona térmicamente conductora que tenía una baja dureza y una alta conductividad térmica, apenas producía gas volatilizado derivado del agente de tratamiento de superficie, y tenía estabilidad en almacenamiento simplemente tratando la superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica grande sin tratar la superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro a pesar de que se cargan grandes cantidades de polvo inorgánico térmicamente conductor en un componente de silicona.

(Ejemplos comparativos 55 a 58)

20 A continuación, se llevó a cabo una investigación para un tratamiento de superficie que usaba un silano en una cantidad doble a la cantidad suficiente para el recubrimiento de la superficie completa de los polvos inorgánicos de menor diámetro (AL43L y AL160SG-1). También se llevó a cabo una investigación para un caso en el que el valor de la fórmula mencionada anteriormente (A) superaba 10.

(Método en seco 3)

(1) Para AL43L

25 Se introdujo un kilogramo de AL43L en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadieron lentamente 20,2 g de KBE3063. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

(2) Para AL160SG-1

30 Se introdujo un kilogramo de AL160SG-1 en una mezcladora, y mientras se agitaba, se añadieron lentamente 42,0 g de KBE3063. Se agitó la mezcla durante 15 minutos, se dejó en reposo durante 1 día y luego se secó a 100°C durante 2 horas.

Los ejemplos 35 y 36 de la tabla 16 son los mismos que los presentados anteriormente.

Se presentan los parámetros y los resultados de los ejemplos comparativos 55 a 58 en la tabla 16 junto con los de los ejemplos 35 y 36 para su comparación.

Tabla 16

| | Ej. 35 | Ej. 36 | Ej. comp. 55 | Ej. comp. 56 | Ej. comp. 57 | Ej. comp. 58 | |
|--|--------------------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|----|
| SE1885 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | |
| AL160SG-1: método en seco 1 | 200 | 50 | 25 | - | - | - | |
| AL43L método en seco 1 | 200 | 50 | 25 | - | - | - | |
| AL160SG-1: método en seco 3 | - | - | - | 200 | 50 | - | |
| AL43L: método en seco 3 | - | - | - | 200 | 50 | - | |
| AW50-74 | 400 | 700 | 750 | 400 | 700 | 800 | |
| AS10: método en seco 2 | - | - | - | - | - | - | |
| Óxido de hierro | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 | |
| Dureza | 60 | 75 | 85 | 55 | 72 | 85 | |
| Proporción | 1,4 | 9,1 | 17,6 | 1,4 | 9,1 | 100 | |
| Conductividad térmica (W/m·K) | 2,6 | 2,4 | 2,1 | 2,5 | 2,1 | 1,8 | |
| Cantidad de gas volatilizado ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) | 4,0 | 1,2 | 0,6 | 11,3 | 5,1 | 0 | |
| Capacidad de almacenamiento | Dureza inicial | 60 | 75 | 85 | 55 | 72 | 85 |
| | Dureza a la semana | 58 | 72 | 80 | 53 | 71 | 80 |

5 El ejemplo comparativo 55 de la tabla 16 era para una investigación de un caso en el que la proporción superaba 10. Una revisión de los ejemplos 35, 36, ejemplos comparativos 55 y 58 muestra que se añadieron 800 partes en masa de polvo inorgánico térmicamente conductor a 100 partes en masa de silicona. Tal como puede entenderse, se disminuyó la conductividad térmica simplemente aumentando la cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro. Los ejemplos comparativos 56 y 57 eran ejemplos en los que se usaron polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro cuya superficie se había tratado con un silano en una cantidad doble a la cantidad que es suficiente para recubrir la superficie completa de los polvos inorgánicos de menor diámetro. Puesto que un silano estaba presente en una cantidad mayor que la cantidad suficiente para recubrir el área superficial completa de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro, se reflejó el silano en exceso en la cantidad de gas volatilizado.

10 (Ejemplos 45 a 53 y ejemplos comparativos 59 a 67)

15 En los siguientes ejemplos, se usó polietileno Novatec UJ480 (nombre comercial, fabricado por Japan Polyethylene Corporation) como componente de resina, se usó AL43L (nombre comercial, fabricado por Showa Denko KK, área superficial específica de $3,2 \text{ m}^2/\text{g}$) como polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro, se usó AS10 (nombre comercial, fabricado por Showa Denko K.K., área superficial específicas de $0,5 \text{ m}^2/\text{g}$) como polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro, y se usó hexiltrióxido de silano KBE3063 (nombre comercial, fabricado por Shin-Etsu Chemical Co., Ltd.) como silano. La cantidad de KBE3063 era la misma que en el punto (5) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos. Se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor de pequeño diámetro de la misma manera que en el punto (6) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

20 Se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro de la misma manera que en el punto (7) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

25 Se realizó el método integral en los ejemplos comparativos 62 a 64 tal como se muestra en la tabla 18, y se añadió la cantidad necesaria de KBE3063 durante la preparación de la composición.

(Método de preparación de la composición)

Se amasó bruscamente el polietileno con un rodillo biaxial durante 1 minuto mientras se calentaba a 90°C , y se introdujo en el mismo el polvo inorgánico térmicamente conductor y se amasó con rodillos biaxiales durante 5 minutos para producir una composición.

(Método de formación de lámina)

30 Se colocó una estructura metálica sobre una película de poliéster que tenía un grosor de 2 mm que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor y se vertió una composición en la misma. Se colocó sobre la misma otra película de poliéster que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor. Esto se calentó a una presión de 5 MPa a 120°C durante 10 minutos y luego se enfrió para producir una composición de resina térmicamente conductora.

35 Se calculó la proporción según la fórmula (A) anteriormente.

ES 2 390 250 T3

Los métodos de medición de propiedades físicas fueron tal como sigue:

Conductividad térmica: método de disco en caliente (Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.)

Dureza: norma ASTM D2240 Shore D

Cantidad de gas volatilizado: método de cámara anterior usando un cromatógrafo de gases

- 5 Fluidez: se preparó una muestra A que tenía un grosor de 2,0 mm y un diámetro de 13 mm, se colocó la muestra en un calefactor mantenido a 150°C, se colocó sobre la misma un peso de 500 g calentado hasta 150°C, y se midió el grosor después de 10 minutos. Un menor grosor indica una mayor fluidez

- 10 En primer lugar, se llevaron a cabo investigaciones para determinar la diferencia de métodos de tratamiento de la superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor, la presencia o ausencia del procesamiento en un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro, y el uso de un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado. Se prepararon composiciones usando las formulaciones presentadas en las tablas 17 y 18 y se procesaron en láminas, y se midieron sus propiedades físicas.

Tabla 17

| | Ej. 45 | Ej. 46 | Ej. 47 | Ej. 48 | Ej. 49 | Ej. 50 | Ej. 51 | Ej. 52 | Ej. 53 |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Polietileno | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| AL43L: método en seco 1 | 150 | 250 | 300 | | | | | | |
| AL43L: método en seco 2 | | | | 150 | 250 | 300 | | | |
| AL43L: método en húmedo | | | | | | | 150 | 250 | 300 |
| AS10 | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 |
| AL43L: método en húmedo | | | | | | | | | |
| AS10: método en seco 2 | | | | | | | | | |
| Dureza | 55 | 60 | 62 | 55 | 60 | 62 | 56 | 60 | 61 |
| Fluidez mm | 0,41 | 0,56 | 0,73 | 0,40 | 0,53 | 0,74 | 0,40 | 0,57 | 0,73 |
| Proporción % | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Conductividad térmica W/m·K | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 |
| Cantidad de gas volatilizado $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ | 0,5 | 0,4 | 0,2 | 0,4 | 0,3 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 |

Tabla 18

| | Ej. comp. 59 | Ej. comp. 60 | Ej. comp. 61 | Ej. comp. 62 | Ej. comp. 63 | Ej. comp. 64 | Ej. comp. 65 | Ej. comp. 66 | Ej. comp. 67 |
|--|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Polietileno | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| AL43L: método en seco 1 | | | | | | | | | |
| AL43L: método en seco 2 | | | | | | | 150 | 250 | 300 |
| AL43L: método en húmedo | | | | | | | | | |
| AS10 | 150 | 250 | 300 | 150 | 250 | 300 | | | |
| AL43L: sin tratamiento | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | | | |
| AS10:método en seco 2 | | | | | | | 100 | 100 | 200 |
| KBE-3063 | | | | 1,5 | 2,5 | 3,0 | | | |
| Dureza | 58 | 63 | 68 | 57 | 63 | 67 | 56 | 61 | 65 |
| Fluidez mm | 0,55 | 0,94 | 1,51 | 0,55 | 0,70 | 0,85 | 0,38 | 0,52 | 0,70 |
| Proporción % | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Conductividad térmica W/m·K | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 |
| Cantidad de gas volatilizado $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ | 0 | 0 | 0 | 0,6 | 0,8 | 0,7 | 0,6 | 0,4 | 0,2 |

Una comparación de los ejemplos 45 a 53 de la tabla 17 con los ejemplos comparativos 59 a 61 de la tabla 18 revela que, como resultado de cambiar los métodos de tratamiento del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro y cambiar las proporciones del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro y el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro, la dureza y la conductividad térmica no fueron muy diferentes independientemente del método de tratamiento del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro. En cambio, a menos que se tratase el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro, la dureza aumentaba. Para la fluidez, se demostró un efecto significativo tratando el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro. Tal como puede entenderse a partir de una comparación de los ejemplos 45 a 53 con los ejemplos comparativos 62 a 64, el tratamiento del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro según el método de mezclado integral dio como resultado grandes cantidades de gas volatilizado. Tal como puede entenderse a partir de una comparación de los ejemplos 45 a 53 con los ejemplos comparativos 65 a 67, la dureza, la conductividad térmica y la cantidad de gas volatilizado de los cauchos en los que también se añadió un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado en superficie al componente polimérico fueron casi idénticas a las de los cauchos en los que sólo se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro.

El tratamiento de superficie sólo del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro dio como resultado composiciones poliméricas térmicamente conductoras que tenían una baja dureza y una fluidez favorable (alta procesabilidad) y que produjeron poco gas volatilizado sin el tratamiento de superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro.

(Ejemplos 54 a 56 y ejemplos comparativos 68 a 73)

Se llevaron a cabo investigaciones para determinar la presencia o ausencia del procesamiento en polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro y el uso de un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado como en las tablas 17 y 18. Sin embargo, se llevaron a cabo experimentos usando una mezcla de dos o más tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro.

Además de la alúmina mencionada anteriormente, se usaron AL160SG-1 que tiene un área superficial específica de 6,6 m²/g (fabricado por Showa Denko KK.) y AW50-74 que tiene un área superficial específica de 0,07 m²/g (fabricado por Micron Co., Ltd.). Se trató el polvo inorgánico térmicamente conductor AL160SG-1 según el método en seco 3 descrito tras la tabla 3 anteriormente, y se trató AW50-74 de la misma manera que en el punto (7) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

Se presentan los parámetros y los resultados de los tratamientos anteriores en la tabla 19. La descripción de las proporciones y las propiedades físicas es tal como se presentó anteriormente.

Tabla 19

| | Ej. 54 | Ej. 55 | Ej. 56 | Ej. comp. 68 | Ej. comp. 69 | Ej. comp. 70 | Ej. comp. 71 | Ej. comp. 72 | Ej. comp. 73 |
|-----------------------------|--------|--------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Polietileno | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| AL160SG-1: método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | | | | 100 | 200 | 50 |
| AL43L: método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | | | | 100 | 200 | 50 |
| AL160SG-1: sin tratamiento | | | | 100 | 200 | 50 | | | |
| ALA3L: sin tratamiento | | | | 100 | 200 | 50 | | | |
| AW50-74: sin tratamiento | 400 | 400 | 700 | 400 | 400 | 700 | | | |
| AW50-74: método en seco 2 | | | | | | | 400 | 400 | 700 |
| Dureza | 62 | 67 | 58 | 65 | 70 | 62 | 62 | 65 | 58 |
| Proporción % | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 |
| Fluidez mm | 0,71 | 0,82 | 0,97 | 1,75 | 2,00 | 2,00 | 0,69 | 0,80 | 0,85 |
| Conductividad térmica W/m·K | 3,2 | 4,1 | 4,5 | 3,2 | 4,1 | 4,5 | 3,2 | 4,1 | 4,5 |

| | | | | | | | | | |
|--|-----|-----|-----|---|---|---|-----|-----|-----|
| Cantidad de gas volatilizado $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0 | 0 | 0 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
|--|-----|-----|-----|---|---|---|-----|-----|-----|

5 Según la tabla 19, el tratamiento con silano de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes dio como resultado una dureza reducida. Esto muestra que el tratamiento con silano de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro permitió que los polvos inorgánicos térmicamente conductores se cargasen fácilmente en la resina. Además, puede entenderse que, sin tratar la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro, se redujo la dureza simplemente mediante el tratamiento de superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes. Para la fluidez, se demostró un efecto significativo tratando los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro. La cantidad de gas volatilizado fue similar independientemente del tratamiento de superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro.

(Ejemplos 57-65 y ejemplos comparativos 74-82)

15 Se llevaron a cabo los mismos experimentos que anteriormente usando un componente de resina diferente. Componente de resina: resina epoxídica Epicoat 825 (nombre comercial, fabricado por Japan Epoxy Resins Co. Ltd.), agente de curado: Amicure MY-H (nombre comercial, fabricado por Ajinomoto Fine-Techno Co.). Se sometió un polvo inorgánico térmicamente conductor de pequeño diámetro a los siguientes tratamientos. Los tratamientos fueron idénticos a los llevados a cabo con los polvos inorgánicos térmicamente conductores usados en el ejemplo 45 de la tabla 17 al ejemplo 56 y los ejemplos comparativos 59 a 73 de la tabla 19.

(Método de preparación de la composición)

20 Se introdujo un polvo inorgánico térmicamente conductor en una resina epoxídica en una mezcladora planetaria y se amasó durante 10 minutos a temperatura ambiente. Se introdujo un agente de curado, y se realizó el amasado durante 5 minutos más para producir una composición.

(Método de formación de lámina)

25 Se colocó una estructura metálica sobre una película de poliéster que tenía un grosor de 2 mm que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor y se vertió una composición en la misma. Se colocó sobre la misma otra película de poliéster que se había sometido a tratamiento de desmoldeo con flúor. Esto se calentó a una presión de 5 MPa a 120°C durante 45 minutos y luego se enfrió para producir una composición de resina térmicamente conductora.

Los métodos de medición de propiedades físicas fueron tal como sigue:

Conductividad térmica: método de disco en caliente (Kyoto Electronics Manufacturing Co., Ltd.)

30 Dureza: norma ASTM D2240 Shore D

Cantidad de gas volatilizado: método de cámara anterior usando un cromatógrafo de gases

Viscosidad (viscosidad de la composición antes del curado): medición usando un viscosímetro rotacional de precisión

35 En primer lugar, se llevaron a cabo investigaciones para determinar la diferencia de métodos de tratamiento de la superficie de polvos inorgánicos térmicamente conductores, la presencia o ausencia del procesamiento en un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro, y el uso de un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado. Se prepararon composiciones usando las formulaciones presentadas en las tablas 20 y 21 y se procesaron en láminas, y se midieron sus propiedades físicas. Se calcularon las proporciones según la fórmula (A) anteriormente.

40 Tabla 20

| | Ej. 57 | Ej. 58 | Ej. 59 | Ej. 60 | Ej. 61 | Ej. 62 | Ej. 63 | Ej. 64 | Ej. 65 |
|-------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| Epicoat 825 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Amicure MY-H | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 |
| AL43L: método en seco 1 | 150 | 250 | 300 | | | | | | |
| ALA3L: método en seco 2 | | | | 150 | 250 | 300 | | | |
| AL43L: método en húmedo | | | | | | | 150 | 250 | 300 |
| AS10: sin tratamiento | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 |
| AL43L: sin tratamiento | | | | | | | | | |

ES 2 390 250 T3

| | | | | | | | | | |
|--|-----|-----|------|-----|-----|------|-----|-----|------|
| AS10: método en seco 2 | | | | | | | | | |
| Dureza | 93 | 95 | 95 | 93 | 95 | 95 | 93 | 95 | 95 |
| Proporción % | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Viscosidad Pa·s | 98 | 703 | 3360 | 90 | 705 | 3500 | 85 | 750 | 3500 |
| Conductividad térmica W/m·K | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 |
| Cantidad de gas volatilizado $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ | 0,6 | 0,4 | 0,2 | 0,3 | 0,3 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 |

Tabla 21

| | Ej. comp. 74 | Ej. comp. 75 | Ej. comp. 76 | Ej. comp. 77 | Ej. comp. 78 | Ej. comp. 79 | Ej. comp. 80 | Ej. comp. 81 | Ej. comp. 82 |
|--|--------------|--------------|-------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Epicoat 825 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Amicure MY-H | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 |
| AL43L: método en seco 1 | | | | | | | | | |
| AL43L: método en seco 2 | | | | | | | 150 | 250 | 300 |
| AL43L: método en húmedo | | | | | | | | | |
| AS10: sin tratamiento | 100 | 100 | 200 | 100 | 100 | 200 | | | |
| AL43L: sin tratamiento | 150 | 250 | 300 | 150 | 250 | 300 | | | |
| AS10: método en seco 2 | | | | | | | 100 | 100 | 200 |
| Dureza | 95 | 95 | 97 | 95 | 95 | 95 | 94 | 94 | 95 |
| KBE-3063 | | | | 1,5 | 2,5 | 3,0 | | | |
| Proporción % | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 | 9,4 | 5,9 | 9,4 |
| Viscosidad Pa·s | 850 | 13930 | - | 103 | 1025 | 5051 | 85 | 720 | 3010 |
| Conductividad térmica W/m·K | 1,7 | 2,1 | - | 1,7 | 2,1 | 3,2 | 1,7 | 2,1 | 3,2 |
| Cantidad de gas volatilizado $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ | 0 | 0 | - | 0,6 | 0,7 | 0,7 | 0,2 | 0,2 | 0,2 |
| Observaciones | | | No puede cargarse | | | | | | |

Las tablas 20 y 21 muestran la diferencia de los métodos de tratamiento de superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro, la presencia o ausencia del procesamiento en el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro, y los resultados de la investigación del cambio de las proporciones del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro y el polvo inorgánico térmicamente conductor de pequeño diámetro añadidos al componente polimérico. Puede decirse a partir de las tablas 20 y 21 que diferentes métodos de tratamiento de superficie para el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro no dieron como resultado propiedades físicas enormemente diferentes, concretamente dureza y conductividad térmica. Además, el tratamiento de superficie sólo del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica grande dio como resultado una composición polimérica térmicamente conductora que tenía una dureza reducida y producía poco gas volatilizado incluso sin tratar la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro. La viscosidad varió enormemente entre el sistema al que se añadió un polvo inorgánico térmicamente conductor tratado en superficie y el sistema al que no se añadió un polvo inorgánico térmicamente conductor tratado en superficie.

15 (Ejemplos 66 a 68 y ejemplos comparativos 83 a 88)

Se investigaron la presencia o ausencia del procesamiento en polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro y el uso de un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro tratado de la misma manera que en las tablas 20 y 21. Sin embargo, se llevaron a cabo experimentos usando una mezcla de dos o más tipos de polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro. Además de la alúmina mencionada anteriormente, se usaron AL160SG-1 que tiene un área superficial específica de $6,6 \text{ m}^2/\text{g}$ (fabricado por Showa Denko K.K.) y AW50-74 que tiene un área superficial específica de $0,07 \text{ m}^2/\text{g}$ (fabricado por Micron Co., Ltd.). El método de tratamiento de AL160SG-1 fue el método en seco 3 descrito tras la tabla 3 anterior, y el método de tratamiento de AW50-74 fue el punto (7) en la sección "materiales" proporcionada al comienzo de los ejemplos.

ES 2 390 250 T3

Se realizó la formación de lámina como en los ejemplos 57 a 65 y los ejemplos comparativos 74 a 82. Se presentan los parámetros y los resultados en la tabla 22.

Tabla 22

| | Ej. 66 | Ej. 67 | Ej. 68 | Ej. comp. 83 | Ej. comp. 84 | Ej. comp. 85 | Ej. comp. 86 | Ej. comp. 87 | Ej. comp. 88 |
|--|--------|--------|--------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Epicoat 825 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |
| Amicure MY-H | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 | 30 |
| AL1606G-1: método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | | | | 100 | 200 | 50 |
| AL43L: método en seco 1 | 100 | 200 | 50 | | | | 100 | 200 | 50 |
| AL160SG-1: sin tratamiento | | | | 100 | 200 | 50 | | | |
| AL43L: sin tratamiento | | | | 100 | 200 | 50 | | | |
| AW50-74: sin tratamiento | 400 | 400 | 700 | 400 | 400 | 700 | | | |
| AW50-74: método en seco 2 | | | | | | | 400 | 400 | 700 |
| Dureza | 97 | 97 | 98 | 99 | 99 | 99 | 98 | 98 | 98 |
| Proporción % | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 | 2,8 | 1,4 | 9,1 |
| Viscosidad Pa·s | 2589 | 7125 | 16725 | 7501 | - | - | 2514 | 7056 | 15222 |
| Conductividad térmica W/m·K | 3,2 | 4,1 | 4,5 | 3,2 | - | - | 3,2 | 4,1 | 4,5 |
| Cantidad de gas volatilizado $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ | 0,2 | 0,3 | 0,2 | 0 | - | - | 0,2 | 0,2 | 0,2 |
| Observaciones | | | | | | | | | |

5 Según la tabla 22, el tratamiento de superficie de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes dio como resultado composiciones que tienen viscosidades reducidas drásticamente. Esto muestra que el tratamiento con silano de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro permitió que los polvos inorgánicos térmicamente conductores se cargaran fácilmente en el polímero, indicando que el componente de resina incorporó fácilmente los polvos inorgánicos térmicamente conductores. Además, el tratamiento de superficie sólo de los polvos inorgánicos térmicamente conductores de menor diámetro que tienen áreas superficiales específicas grandes dio como resultado composiciones de resina térmicamente conductoras de las que la viscosidad de la composición antes del curado era baja y la cantidad de gas volatilizado tras el curado era pequeña sin tratar la superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro.

15 Los ejemplos 45 a 68 y los ejemplos comparativos 59 a 88 demostraron que el tratamiento con silano de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica grande disminuye la viscosidad de la composición o potencia la fluidez. Esto muestra que el polvo inorgánico térmicamente conductor se carga fácilmente en un polímero, así como el polímero incorpora fácilmente el polvo inorgánico térmicamente conductor. Además, el tratamiento con silano sólo de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro puede mantener pequeña la cantidad de gas volatilizado derivado del agente de tratamiento de superficie.

20 En otras palabras, sin tratar la superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro, se reduce la viscosidad de la composición o se potencia la viscosidad, es decir, se potencia la procesabilidad, simplemente mediante el tratamiento de superficie de un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica grande. Además, el artículo moldeado o artículo curado resultante es una composición de resina térmicamente conductora que tiene una dureza reducida y produce poco gas volatilizado.

25

REIVINDICACIONES

1. Composición de resina térmicamente conductora que comprende:
 - (a) un componente de matriz,
 - 5 (b) un polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro que tiene un área superficial específica de 0,06 a 1,0 m²/g, y
 - (c) un polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro que tiene un área superficial específica antes del tratamiento superior a de 1,0 a 20 m²/g,

en la que el área superficial específica de cada uno de los componentes (b) y (c) es un área superficial específica BET y se mide según la norma JIS R1626,

10 tratándose una superficie del polvo inorgánico térmicamente conductor de pequeño diámetro del componente (c) con un compuesto de silano representado por R(CH₃)_aSi(OR')_{3-a}, en la que R es un grupo orgánico no sustituido o sustituido que tiene de 6 a 20 átomos de carbono, R' es un grupo alquilo que tiene de 1 a 4 átomos de carbono, y a es 0 ó 1, o un producto parcialmente hidrolizado del mismo, y siendo la

15 cantidad del mismo menor que la cantidad necesaria para recubrir el área superficial completa del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro,

siendo la proporción del área superficial del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) del 10% o menos del área superficial total del polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b) y el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c), y

20 teniendo la composición de resina térmicamente conductora una conductividad térmica de 0,8 W/m·K o superior.
2. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que el componente (a) es al menos un elemento seleccionado de resinas termoendurecibles, resinas termoplásticas y cauchos.
3. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que el componente (a) es un caucho de silicona.
4. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que los polvos inorgánicos térmicamente conductores de los componentes (b) y (c) son cada uno al menos un elemento seleccionado de alúmina, óxido de zinc, óxido de magnesio y sílice.
5. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que la cantidad de gas volatilizado derivado del componente (c) es de 5 μg/cm² o menos.
6. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 2, en la que el componente (a) es una resina termoendurecible y comprende un agente de curado.
7. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 3, en la que el caucho de silicona del componente (a) se cura con un catalizador de platino.
8. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que la cantidad del compuesto de silano es desde 0,5 veces hasta menos de 1,0 veces la cantidad de compuesto de silano calculada según una fórmula:

40 Cantidad de compuesto de silano (g) = cantidad de polvo inorgánico térmicamente conductor (g) x área superficial específica del polvo inorgánico térmicamente conductor (m²/g) / área de recubrimiento de silano mínima (m²/g).
9. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 8, en la que el área de recubrimiento de silano mínima (m²/g) se calcula según [(6,02 x 10²³) x (13 x 10⁻²⁰) / peso molecular de silano].
10. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c) tratado para recubrimiento con el compuesto de silano o un producto parcialmente hidrolizado del mismo se mezcla con el componente de matriz (a) junto con el polvo inorgánico térmicamente conductor de mayor diámetro del componente (b).
11. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que el compuesto de silano o un producto parcialmente hidrolizado del mismo se recubre sobre el polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c) según un método en seco o un método en húmedo.

12. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 12, en la que tras el recubrimiento del polvo inorgánico térmicamente conductor de menor diámetro del componente (c) con el compuesto de silano o un producto parcialmente hidrolizado del mismo según un método en seco o un método en húmedo, se elimina un material sin reaccionar.
- 5 13. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 4, en la que la alúmina es α -alúmina que tiene una pureza del 99,5% en masa o superior.
14. Composición de resina térmicamente conductora según la reivindicación 1, en la que, considerando las partículas de los polvos orgánicos térmicamente conductores como esféricas, las partículas del polvo térmicamente conductor de mayor diámetro que tienen un área superficial específica de 0,06 a 1,0 m²/g tienen un diámetro de partícula promedio de 20 μ m o superior, y las partículas del polvo térmicamente conductor de menor diámetro que tienen un área superficial específica superior a de 1 a 20 m²/g tienen un diámetro de partícula promedio de menos de 20 μ m.
- 10