

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 607 642**

51 Int. Cl.:

**H01B 1/24** (2006.01)

**C09J 9/02** (2006.01)

**H05K 1/09** (2006.01)

**B82Y 30/00** (2011.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **11.10.2012 PCT/US2012/059650**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.04.2013 WO13055854**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **11.10.2012 E 12788335 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.09.2016 EP 2777051**

54 Título: **Materiales conductores de la electricidad formados por electroforesis**

30 Prioridad:

**13.10.2011 US 201113272527**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**03.04.2017**

73 Titular/es:

**FLEXCON COMPANY, INC. (100.0%)  
1 FLEXcon Industrial Park  
Spencer, MA 01562, US**

72 Inventor/es:

**BURNHAM, KENNETH y  
SKOV, RICHARD**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

**ES 2 607 642 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**

Materiales conductores de la electricidad formados por electroforesis

Fundamento de la invención

5 La invención se relaciona en general con materiales conductores poliméricos y elastoméricos, para uso en una amplia variedad de aplicaciones, incluyendo sin limitación, adhesivos conductores, juntas conductoras y películas conductoras.

10 El diseño de un adhesivo sensible a la presión (PSA) conductor de electricidad, por ejemplo, ha presentado por mucho tiempo desafíos por lo menos debido en general al descenso en la fuerza de adhesión y flexibilidad, con el incremento en la conductividad eléctrica. Los materiales que se usan (se añaden) típicamente para suministrar buena conductividad eléctrica son en general menos flexibles e inhiben la adhesión. Una ruta convencional para preparar un recubrimiento conductor es llenar un material polimérico con partículas conductoras, por ejemplo grafito, plata, cobre, etc., después recubrir, secar y curar el aglutinante polimérico. En estos casos, las partículas conductoras está en una concentración tal que existe una red conductora formada cuando las partículas están cada una en contacto físico con por lo menos otra partícula adyacente. De este modo, se provee una ruta conductora a través del material compuesto.

15 Sin embargo, para adhesivos sensibles a la presión, si la concentración de partículas es suficientemente alta para formar una red en la cual se mantiene el contacto partícula-a-partícula, entonces existe poca posibilidad de que el sistema polimérico (por ejemplo elastomérico) del componente PSA esté presente en concentraciones suficientemente altas para fluir, para hacer contacto superficie-a-superficie entre los sustratos y un electrodo, es decir actuar como un adhesivo. A la inversa, si el componente PSA está en suficiente concentración para hacer suficiente contacto superficial con el sustrato, tendría que interrumpir las partículas conductoras adyacentes, tal que se interrumpa el contacto partícula a partícula.

20 Otro tipo de PSA conductor de la electricidad incluye partículas esféricas conductoras con diámetros iguales a o mayores al espesor del PSA. De este modo, la señal o corriente puede ser llevada a lo largo de la superficie de las partículas, suministrando así flujo de corriente de modo anisotrópico en dimensión z del adhesivo. Sin embargo, la continuidad del adhesivo puede verse comprometida.

25 Las sales, tales como cloruro de sodio o potasio se disuelven fácilmente cuando están en medio acuoso, y sus iones se disocian (se separan en iones positivos y negativos). Los iones disociados pueden entonces transportar una corriente eléctrica o señal. Por esta razón, se han añadido al agua sales por mucho tiempo, la cual puede ser entonces añadida a materiales poliméricos y elastoméricos, para suministrar buena conductividad eléctrica. Por ejemplo, el documento de EEUU No. 6,121,508 divulga un hidrogel adhesivo sensible a la presión para uso en un electrodo biomédico. Se divulga que el material de gel incluye por lo menos agua, cloruro de potasio y polietilenglicol, y se divulga que conduce la electricidad. El documento de EEUU No. 5,800,685 también divulga un hidrogel adhesivo conductor de la electricidad que incluye agua, sal, un iniciador o catalizador y un agente de entrecruzamiento. Sin embargo, el uso de tales hidrogeles requiere también generalmente del uso de una superficie conductora a un lado del hidrogel (lejos del paciente) que es capaz de recibir la carga conductora de iones, tales como plata/cloruro de plata, que es relativamente costosa.

30 Mientras estos hidrogeles/adhesivos pueden tener buenas propiedades de conducción eléctrica, frecuentemente tienen sólo razonables propiedades de adhesión. Otra desventaja es que la conductividad eléctrica cambia con el cambio del contenido de agua, tal como cambios causados por evaporación, que requieren que los hidrogeles sean mantenidos antes de su uso en un ambiente sellado, y entonces sean usados sólo por un periodo limitado de tiempo, debido a la evaporación.

35 El documento de EEUU No. 7,651,638 divulga un material compuesto insensible al agua, que responde a la corriente alterna, que incluye un material polimérico y un material polar (tal como una sal orgánica) que está sustancialmente disperso dentro del material polimérico. El material polimérico y el material polar son elegidos de modo que ellos exhiben cada uno una mutua atracción que es sustancialmente la misma a la atracción por sí mismos. Debido a esto, el material polar no se aglomera ni eclosiona hasta la superficie del material polimérico, sino que permanece suspendido dentro del material polimérico. Esto contrasta con el uso de sales en otras aplicaciones en las que se pretende que eclosionen a la superficie (para suministrar una capa conductora a lo largo de una superficie, por ejemplo para descarga estática).

40 Los materiales compuestos del documento de EEUU No. 7,651,638, permanecen sin embargo dieléctricos y tienen elevada resistencia, y por ello no son adecuados para uso en ciertas aplicaciones, tales como suministro de estímulo eléctrico a un sujeto humano (tal como se requiere durante la desfibrilación y/o Estimulación Nerviosa Eléctrica Transcutánea, etc.), debido a la elevada resistencia del material. Mientras tales materiales compuestos

5 pueden ser usados para detectar pequeñas señales eléctricas biológicas de un paciente, puede surgir por ello un problema cuando el paciente soporta un procedimiento de desfibrilación, debido a que la elevada resistencia podría evitar la disipación de una sobrecarga de modo suficientemente oportuno según AAMI EC12-2000 - 4.2.2.4, el cual está dirigido a la recuperación de sobrecarga de desfibrilación (DOR). Esta falla en la disipación de la carga puede conducir a incertidumbre sobre si el procedimiento de desfibrilación ha corregido o no el peligro y por ello si se requiere suministrar carga adicional al paciente.

10 El documento de EEUU No. 5,082,595 divulga un adhesivo sensible a la presión, conductor de la electricidad, que incluye partículas de carbón, y se divulga que el adhesivo conductor es preparado incorporando relleno negro (carbón) en el adhesivo sensible a la presión, de modo que se imparte conductividad eléctrica, y tiene una concentración suficientemente baja para evitar afectar de manera adversa las propiedades físicas (tal como adhesión) del adhesivo. En particular, este documento establece que se forma una pasta del negro de carbón en un solvente orgánico, bajo suave agitación o movimiento en ausencia de elevado cizallamiento, para preservar las estructuras que el negro de carbón pueda formar y para mejorar la humectación del negro de carbón. Tal material compuesto, sin embargo, puede no suministrar suficiente adhesividad y conductividad en ciertas aplicaciones. Ni  
15 pueden tales estructuras ser colocadas de manera discreta para formar sitios de conducción solamente en ubicaciones específicas dentro de un adhesivo continuo.

20 El documento noruego No. 20092381 divulga un dispositivo de descarga electrostática que incluye una capa que comprende un polímero y partículas conductoras. Las partículas conductoras están alineadas mientras el polímero tiene una primera viscosidad, y luego la viscosidad del polímero aumenta para estabilizar las partículas conductoras dentro del polímero, por ejemplo mediante curado por ultravioleta.

El documento de EEUU No. 4,170,677 divulga el uso de filamentos conductores dispuestos en un plástico que puede endurecerse con el calor. Cuando están alineados bajo un campo eléctrico aplicado durante el curado, los filamentos suministran un puente eléctrico entre tarjetas de circuito en sándwich.

25 El documento de EEUU No. 2007-0035808 divulga el uso de una capa adhesiva en un electrodo de una pantalla electro-óptica, que incluye partículas cargadas. Se aplica un campo eléctrico para alinear las partículas y se incrementa entonces la viscosidad del adhesivo mediante curado o formación de gel, para fijar las partículas en su sitio.

Persiste por ello una necesidad por un material compuesto para uso como un material conductor polimérico, que suministre conductividad eléctrica, sin comprometer las propiedades deseadas del material polimérico.

30 Resumen de la invención

De acuerdo con una realización, la invención suministra un método para formar un material compuesto conductor de la electricidad, que comprende los pasos de suministro de un primer material dieléctrico y un segundo material conductor, que está sustancialmente disperso dentro del primer material dieléctrico; y aplicación de un campo eléctrico a través de por lo menos una porción del primer material dieléctrico y segundo material conductor  
35 combinados, tal que el segundo material conductor soporta electroforesis y forma por lo menos una ruta conductora de la electricidad, a través del material compuesto a lo largo de la dirección del campo eléctrico aplicado.

De acuerdo con otra realización, la invención suministra un material conductor de la electricidad que comprende un material dieléctrico y partículas conductoras dentro del material dieléctrico, en el que las partículas conductoras están alineadas para formar rutas conductoras a través del material compuesto, mediante electroforesis.

40 De acuerdo con realizaciones adicionales, el material dieléctrico puede ser un adhesivo sensible a la presión, las partículas conductoras pueden estar formadas de cualquier polvo, hojuelas, gránulos o nanotubos de carbón, y las partículas conductoras pueden tener densidades dentro del intervalo de aproximadamente  $0.35 \text{ g/cm}^3$  y aproximadamente  $1.20 \text{ g/cm}^3$ .

Breve descripción de los dibujos

45 La siguiente descripción puede ser mejor entendida refiriéndose a los dibujos acompañantes, en los cuales:

La Figura 1 muestra una vista diagramática que ilustra un material compuesto de acuerdo con una realización de la invención, antes de la electroforesis;

la Figura 2 muestra una vista diagramática que ilustra el material compuesto de la Figura 1, en presencia de un campo eléctrico suficiente para causar electroforesis en el material compuesto;

50 la Figura 3 muestra una vista diagramática que ilustra el material compuesto de la Figura 2 después de que el campo eléctrico ha sido aplicado y retirado;

la Figura 4 muestra una vista diagramática que ilustra el material compuesto de la Figura 3, usado para conducir electricidad desde un lado del material compuesto hasta el otro lado del material compuesto;

las Figuras 5<sup>a</sup> - 5C muestran vistas diagramáticas que ilustran el material compuesto de la Figura 1, en momentos sucesivos después de que se aplica un campo eléctrico con sobrecarga de corriente directa (DC), mostrando la actividad de electroforesis;

las Figuras 6<sup>a</sup> y 6B muestran vistas diagramáticas que ilustran el material compuesto de la Figura 1 en momentos sucesivos después de que se aplica un campo eléctrico con sobrecarga de corriente alterna (AC), mostrando la actividad de electroforesis;

las Figuras 7 y 8 muestran vistas diagramáticas que ilustran las rutas conductoras formadas en el material polimérico;

las Figuras 9 y 10 muestran vistas ilustrativas micro-fotográficas de materiales compuestos de la invención, a diferentes niveles de magnificación; y

las Figuras 11 y 12 muestran vistas diagramáticas que ilustran materiales compuestos de una realización adicional de la invención, antes y después de la electroforesis, que suministra conductividad eléctrica en múltiples dimensiones.

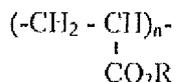
Se muestran los dibujos sólo para propósitos ilustrativos y no están a escala.

#### Descripción detallada

Se ha descubierto que pueden hacerse materiales conductores mediante electroforesis, en la que pueden migrar partículas conductoras (por ejemplo 5% en peso de partículas de carbón) dentro de un material dieléctrico (por ejemplo un adhesivo sensible a la presión), cuando son sometidas a un campo eléctrico, por alineación con el campo para formar rutas conductoras a través del material compuesto.

Los requerimientos para el material dieléctrico (por ejemplo material polimérico) y el material conductor incluye que los materiales interactúen de modo que el material conductor no eclosione hasta una superficie del material aglutinante. Si el material conductor tiene una energía superficial mayor a la del material dieléctrico, entonces el material conductor debería permanecer suspendido dentro del material dieléctrico, aunque no en concentraciones suficientes para suministrar conductividad eléctrica partícula-a-partícula a través del material, antes de la aplicación de un campo eléctrico.

La Figura 1 por ejemplo, muestra un material 10 compuesto de acuerdo con una realización de la invención, que incluye un material 12 dieléctrico y partículas 14 conductoras dispersas dentro del material 12 dieléctrico. Esto puede lograrse, por ejemplo, introduciendo el material conductor (mientras está disperso en una fase líquida continua que puede evaporarse) dentro del material líquido polimérico y luego permitiendo que la fase líquida de la dispersión de partículas conductoras se evapore, dejando el material conductor dentro del material polimérico. De acuerdo con una realización de la invención, el material polimérico puede, por ejemplo, ser un adhesivo acrílico tal como puede representarse como



donde R puede variar y puede ser cualquiera de un etilo, o un butilo o un 2-etilhexilo u otro fragmento orgánico, y n es un número de unidades que se repiten. Por ejemplo, el material polimérico puede ser un adhesivo sensible a la presión FLEXcon V95 como es vendido por FLEXcon Company, Inc. de Spencer, MA.

Como se muestra en la Figura 2, cuando se aplica un campo eléctrico 18 (por ejemplo de 5, 10, 50, 100, 200 voltios o más, de AC o DC) al material compuesto en los conductores 20, 22, las partículas 14 conductoras soportan electroforesis y se alinearán con el campo eléctrico, formando una ruta conductora a través del material compuesto. Como se muestra en la Figura 3, cuando se retira el campo, las partículas 14 conductoras permanecen en el sitio formando la ruta conductora. El material compuesto puede entonces ser usado para conducir electricidad entre, por ejemplo los conductores 26 y 28 como se muestra en la Figura 4.

Las partículas conductoras deberían tener una energía superficial que es por lo menos ligeramente mayor que la del material dieléctrico, para asegurar que el material dieléctrico humedece suficientemente la superficie de las partículas conductoras. La densidad y área superficial de la conductividad de las partículas 14 son consideraciones importantes. Se ha encontrado, por ejemplo, que el carbón (por ejemplo polvo, hojuelas, gránulos, nanotubos etc. de grafito) que tiene densidades en el intervalo de, por ejemplo, aproximadamente 0.35 g/cm<sup>3</sup> a aproximadamente 1.20 g/cm<sup>3</sup>, y ) preferiblemente entre aproximadamente 0.5 g/cm<sup>3</sup> a 1.0 g/cm<sup>3</sup>, es adecuado para el uso como el

material conductor. La energía superficial del grafito es, nuevamente, preferiblemente mayor que la del dieléctrico, para asegurar suficiente humectación de las superficies de las partículas 14. En el ejemplo anterior, las partículas de grafito tienen una energía superficial específica de 55 dinas/cm (0.055 N/m) y el dieléctrico divulgado anteriormente tiene una energía superficial de un poco menos de 40 dinas/cm (0.04 N/m).

5 Las Figuras 5<sup>a</sup> - 5C muestran el proceso de la electroforesis que ocurre por sobrecarga, en más detalle. Como se muestra en la Figura 5<sup>a</sup>, cuando se aplica un voltaje de potencial de DC, por ejemplo 5, 10, 50, 100 o 200 voltios o más, una partícula 14<sup>a</sup> que está cerca de la superficie se alinea en la dirección z. Una vez esto ocurre, el extremo 16<sup>a</sup> interior 16<sup>a</sup> de la partícula 14<sup>a</sup> está ahora más cerca de la superficie opuesta (como se muestra también en la Figura 5<sup>a</sup>), causando que la carga en el extremo 16<sup>a</sup> interior sea ligeramente mayor que la carga en los alrededores de la superficie interior del material compuesto. Esto hace que otra partícula cercana 14b sea atraída al extremo 16<sup>a</sup> interior de la partícula 14<sup>a</sup> como se muestra en la Figura 5B. El extremo interior de la partícula 14b tiene ahora una carga alta, causando que la partícula cercana 14c sea atraída hacia ella como se muestra en la Figura 5C. Partículas adicionales (por ejemplo 14d como se muestra) son atraídas adicionalmente a los extremos de la ruta así formada. Todo esto ocurre rápidamente y se cree que la fuerza de atracción/alineación que causa la electroforesis se torna más fuerte a medida que se forma la ruta.

Como se muestra en la Figura 6<sup>a</sup>, cuando se aplica un voltaje de AC (nuevamente, por ejemplo 5, 10, 50, 100 o 200 voltios o más), las partículas 15<sup>a</sup> y 15b forman a lo largo un primer lado del material 12 compuesto que tiene un voltaje positivo aplicado a él en un primer conductor 31. Cuando se aplica entonces una carga de voltaje positivo al conductor 33 opuesto, las partículas 15c y 15d conductoras comienzan entonces a aglomerarse desde el lado inferior del material compuesto como se muestra en la Figura 6B. Alternando así el proceso de aglomeración entre lados opuestos, el sobrevoltaje de AC causa la formación de una ruta que se encuentran esencialmente en el medio.

Independientemente de si la carga es de DC o AC, cuanto más alto es el voltaje más rápida es la alineación de las partículas, y con un voltaje relativamente bajo (por ejemplo aproximadamente 5 voltios o más), las partículas se alinean más lentamente, pero todavía finalmente se alinean. Este fenómeno de aglomeración puede ser denominado como electroforético (en la presencia de un campo de DC) o dielectroforético (en la presencia de un campo de AC), ambos de los cuales son denominados aquí como un proceso de electroforesis.

Como se muestra en la Figura 7, siguiendo la aplicación de un voltaje como se discutió anteriormente, sobre una pequeña área del material compuesto, se formarán múltiples rutas 38 conductoras a través del material compuesto, en el que cada ruta conductora es formada por partículas conductoras alineadas. Como se muestra en la Figura 8, los grupos de tales rutas 40, 42, 44 conductoras pueden ser separados uno de otro mediante aplicación selectiva de diferentes campos eléctricos, permitiendo que áreas seleccionadas del material compuesto sean conductoras de la electricidad, mientras otras áreas 46 del material compuesto exhiben una elevada constante dieléctrica y por ello no son conductoras de la electricidad.

35 De acuerdo con una realización, en un ejemplo, a una muestra líquida de PSA acrílico V-95 de FLEXcon se añadió 5% en peso (sólidos de la mezcla de V-95 FLEXcon y Arquad) de una partícula de carbón (las partículas de carbón Aquablack 5909 de Solution Dispersions Inc., Cynthiana KY), la cual estaba uniformemente dispersa dentro del polímero. Esta mezcla fue recubierta sobre una película de PET de 2 mil (50  $\mu$ m) silicizada por un lado, secada y curada por 10 min en un horno de laboratorio ventilado, a 160F (71°C), hasta una deposición seca de 2 mil (50  $\mu$ m). Colocando la partícula de carbón en el material compuesto adhesivo acrílico V-95 entre dos electrodos, y cargando eléctricamente los electrodos, se formaron las estructuras conductoras. Se ha hallado además que el material compuesto tiene una direccionalidad en la dimensión Z a la receptividad de la señal. Este mantenimiento de la bidimensionalidad de Z permite que este adhesivo sea usado en aplicaciones como se divulga en el documento de EEUU No. 2010-0036230, el cual enseña la formación de un ordenamiento de biosensor arreglado con una capa continua de adhesivo.

Los materiales compuestos de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención, comienzan con partículas sustancialmente separadas dispersas uniformemente dentro de, por ejemplo, un adhesivo. En un paso subsiguiente se aplica un campo eléctrico para formar las estructuras conductoras. Esta es una decidida ventaja puesto que permite la colocación de estructuras conductoras en la dimensión Z en ubicaciones específicas X,Y, permitiendo así para un punto específico, apuntar el contacto eléctrico.

Nuevamente, respecto a la Figura 7, pueden formarse simultáneamente múltiples rutas 48 paralelas, por aplicación de un campo eléctrico amplio. La distancia entre las rutas dependerá del espesor del material 12 y la concentración de las partículas conductoras, así como cualquier irregularidad superficial en las superficies exteriores del material 12. Como se muestra en la Figura 8, conjuntos discretos de tales rutas 40, 42, 44 pueden estar separados uno de otro, dejando áreas de porciones 46 no conductoras entre ellas, por aplicación de campos eléctricos en áreas discretas (conjuntos adyacentes de rutas 40, 42, 44).

Los siguientes ejemplos demuestran el efecto de la adición de partícula conductora al material aglutinante discutido anteriormente.

**Ejemplo 1**

5 A una muestra líquida de PSA acrílico V-95 de FLEXcon, se añade un material polar, Arquad HTL-8 (AkzoNobel), 20% en peso de sólidos, a esto 5% en peso (sólidos de la mezcla de V-95 y Arquad) de una partícula de carbón (Aquablack 5909 de Solution Dispersions Inc., Cynthiana KY), la cual se dispersó uniformemente y fue designada como muestra 1. Esta mezcla fue recubierta sobre una película de PET de 2 mil (50 µm) siliconizada por un lado, secada y curada por 10 min en un horno de laboratorio ventilado, a 160°F (71°C), hasta una deposición seca de 2 mil (50 micrometros).

10 También se preparó en ese momento el material compuesto de sólo el adhesivo acrílico V-95 y el Arquad (20% en peso de sólidos), sin carbón, como en el documento de EEUU No. 7,651,638, y se designó como muestra 2.

Esta mezcla fue también siliconizada a 2 mil (50 µm) sobre un lado de una película de PET, secada y curada por 10min en un horno de laboratorio ventilado, a 160°F (715C) hasta una deposición seca de 2 mil (50 µm) y fue designada como muestra 2.

15 De modo similar se preparó una tercera muestra consistente solamente en adhesivo acrílico V-95 y 5% de carbón, sin material polar (Arquad), se procesó de la misma manera que para las muestras 1 y 2, y fue designada como muestra 3.

20 Todas las tres muestras fueron probadas sobre un material base conductor, consistente en una película polimérica llena de carbón, con una resistencia superficial de ~100 ohms/cuadrado, usando el producto experimental designado EXV-215, 90PFW (como es vendido por FLEXcon Company, Inc. de Spencer, Massachusetts). Se probaron las muestras usando un dispositivo de prueba QuadTech LCR Model 1900 22 por QuadTech, Inc. de Marlborough, MA.

25 En particular, todas las tres muestras fueron probadas según AAMI EC12-2000 - 4.2.2.1 (modificado) y AAMI EC12-2000 - 4.2.2.4. La prueba AAMI EC12-2000 - 4.2.2.1 tiene un límite superior de 3000 Ohms para la parte adhesiva doble cara a cara de la prueba, para un punto individual y un promedio máximo (12 muestras de prueba) de 2000 Ohms.

El AAMI EC12-2000 - 4.2.2.4 pide retener menos de 100 mV en 5 seg después de una carga de 200 voltios DC, nuevamente usando una capa adhesiva cara a doble.

30 Notar en la tabla 1 abajo, que muestra impedancia (EC 12-2000 - 4.2.2.1) probada primero; la DOR (EC 12 - 2000 - 4.2.2.4) fue corrida a continuación en las mismas muestras.

TABLA 1

Muestra	EC12-2000-4.2.2.1 (20 Hz)	EC12-2000-4.2.2.4
Muestra 1	60 K Ohms (falla)	0.0 voltios en menos de 5 seg. (pasa)
Muestra 2	80 K Ohms (falla)	150 voltios después de 5 seg. (falla)
Muestra 3	40 M Ohms (falla)	0.0 voltios en menos de 5 seg. (pasa)

**Ejemplo 2**

35 Para determinar la receptividad de señal de esta invención, se probaron las muestras preparadas por ejemplo 1 de acuerdo con el procedimiento descrito posteriormente. Las muestras usadas en la prueba según AAMI EC12-2000 - 4.2.2.1 fueron conectadas en serie con un Generador de Forma de Onda (Generador de Función/Forma Arbitraria de Onda Hewlett Packard 33120<sup>a</sup> 15MHz) y en serie con un Osciloscopio (BK Precision 100MHz Oscilloscope 2190). Se probaron las muestras a 3, 10 y 100 Hz; abajo en la Tabla 2 se dan los resultados en % de señal transmitida recibida.

40

TABLA 2

	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3

3 Hz	95+%	95%	Sin señal
10 Hz	95+%	95%	Sin señal
100 Hz	95+%	95%	Sin señal

**Ejemplo 3**

Las muestras que pasaron la prueba DOR (AAMI EC12-2000 - 4.2.2.4) fueron probadas nuevamente respecto a la impedancia según AAMI Etc 12-2000 - 4.2.2.1 (modificado), por nueva evaluación, las muestras 1 & 3 tuvieron un notable cambio. Las muestras 1 y 3 tuvieron ahora una impedancia inferior a 1 K Ohms. En la muestra 2, el medio receptivo de señal permaneció no modificado después de la prueba DOR; sólo cambiaron aquellas muestras con las partículas conductoras dispersas. Además, la menor impedancia resultante era todavía anisotrópica, es decir en la dirección Z (notando en el Ejemplo 4 cómo se determinó la propiedad anisotrópica). Actualmente la capacitancia paralela (CP) del material después de DOR aumenta realmente a medida que desciende la Z impedancia Z, como se muestra a continuación en la Tabla 3.

TABLA 3

	Ohms (dirección Z)	CP Faradios	DC resistencia Ohms
Muestra 1 pre-DOR	60 K	11.0 nF	80 K
Muestra 1 post-DOR	860	61.6 nF	790
Muestra 3 pre-DOR	13 M	0.06 nF	100 <sup>+</sup> K
Muestra 3 post-DOR	1.9 K	41.2 nF	1.45 K

**Ejemplo 4**

Se validó la propiedad anisotrópica mediante el siguiente procedimiento de prueba. Se generaron señales a 3, 10, 100, Hz, y se alimentaron a una primera derivación de cobre, la cual estaba colocada sobre el adhesivo conductor. Se colocó una segunda derivación de cobre sobre el mismo adhesivo conductor ~0.004" (100 μm) aparte de la primera derivación, la cual se conectó (en serie) a un osciloscopio. El sustrato base era un material dieléctrico (película de PET)

Si el adhesivo de la muestra 1 fuera isotrópico, se habría esperado que recogiera una señal en el osciloscopio. Si el adhesivo de la muestra 1 fuera anisotrópico se habría esperado que no se recibiera señal en el osciloscopio. El resultado fue que no se detectó señal.

El resultado de la electroforesis no parece descansar en la presencia del material polar en el material compuesto. Se cree que las partículas de carbón son aglomeradas por el campo eléctrico aplicado durante la prueba DOR; que el campo eléctrico generado por los 200 DC voltios que son aplicados a través de la partícula conductora que contiene SRM y/o las partículas conductoras, sólo con un PSA (sal orgánica no polar), es suficiente para hacer que las partículas se aglomeren juntas, posiblemente por inducción de una carga opuesta sobre partículas cercanas.

Las estructuras aglomeradas que abarcan desde un electrodo hasta el otro son la razón de que se forme un PSA anisotrópico conductor. Para examinar estas aglomeraciones, se hace referencia a la Figura 9, la cual muestra en 50 una estructura conductora formada in situ según ésta invención. En particular, la Figura 9 muestra una vista 10X mirando hacia abajo desde arriba de una estructura conductora. Las áreas oscuras son las partículas aglomeradas, el área más clara representa áreas pobres en partículas, es decir lugares desde los cuales migraron las partículas.

Este efecto de migración de partícula puede ser mostrado en más detalle mirando la Figura 10, la cual muestra una magnificación de 52 a 100X de una estructura conductora, nuevamente mirando hacia abajo desde arriba pero enfocado más hacia el borde, mostrando las áreas más claras, pobres en partículas. El material claro es un medio continuo, en este caso un adhesivo acrílico PSA V-95 de FLEXcon. Notar las estriaciones o grietas en el adhesivo acrílico claro V-95, y también notar que las pocas partículas remanentes están alineadas con las estriaciones. El material de partida era una distribución uniforme de partículas en medio continuo, así bajo el campo eléctrico generado por la prueba DOR, las partículas se mueven juntas para formar la estructura conductora. Nuevamente, este fenómeno de aglomeración puede ser denominado electroforético o en el caso de un campo eléctrico AC, efecto dielectroforético, ambos de los cuales son denominados aquí como el proceso electroforético.

- 5 Sin embargo, es significativo que en este caso la aglomeración ocurre en un medio no acuoso de alta viscosidad. De acuerdo con la presente invención, el medio continuo es uno dieléctrico y está en total contacto con las partículas conductoras (a los niveles de carga de partícula) y el medio es un líquido viscoelástico, es decir tiene una viscosidad muy alta, cinco o más órdenes de magnitud más alta (como se mide en mPa.s (centipoises)) que las dispersiones en agua (frecuente medidas sólo en las decenas mPa.s (centipoises)).
- 10 Nuevamente, lo que se postula aquí es que, como en el caso de aglomeración de partículas a través de un campo eléctrico en un medio acuoso continuo, se induce una ligera carga sobre una partícula cercana cerca de un electrodo. Con el medio continuo que es menos polar y más dieléctrico que el agua sin embargo, puede ocurrir una construcción de carga más grande sobre una partícula en el campo eléctrico.
- 15 Con agua como el medio continuo, la polaridad más alta mitigaría la construcción de carga, más si el campo eléctrico aplicado aumentara (mayor voltaje), la electrólisis del agua se convertiría en una complicación competitiva. Con un PSA (por ejemplo adhesivo acrílico V-95 de FLEXcon) como el medio continuo, hay mucha menos mitigación de carga y ningún proceso electroquímico sustancial que ocurra.
- 20 Esta construcción de carga sobre la partícula aumenta las fuerzas de atracción entre la partícula y el electrodo, halando así la partícula hacia el electrodo independientemente de la mayor viscosidad del medio continuo. Además, la primera partícula que alcanza el electrodo forma un espacio de alto incremento sobre dicho electrodo, así el campo eléctrico se mueve más cerca al otro electrodo, en la medida que más partículas se unen a la aglomeración la fuerza del campo aumenta a medida que la distancia al electrodo puesto descende, acelerando así el crecimiento de aglomeración.
- 25 La prueba DOR involucra una disposición de electrodos plano a plano; detrás se forman por ello unas pocas estructuras conductoras, el campo eléctrico entre los dos electrodos es disipado mayormente debido a los contactos ya hechos entre los electrodos. Así se formará la primera estructura, donde hay un espacio en el que los dos planos están más cercanos uno a otro o hay una distribución no homogénea de carbón tal que hay un incremento una densidad ligeramente mayor de las partículas conductoras, entre el plano, en otras palabras el punto de mínima resistencia.
- 30 Como un resultado, el uso del método plano a plano en la formación de estas estructuras tiene algunos límites en cuanto a la posición y número de estructuras conductoras formadas. Cuando se usa un método de punto-a-plano o punto-a-punto para introducir el campo eléctrico sin embargo, se formarían estructuras conductoras más discretas en posición y número, dado que cada punto tiene su propio campo eléctrico el cual no se disipa fácilmente cuando se forman estructuras conductoras cercanas.
- 35 Esto se demostró usando un dispositivo de tratamiento corona de laboratorio sobre un sustrato conductor que tenía una base. El dispositivo de tratamiento corona actuó como una serie de fuentes puntuales para un sustrato receptor de plano. Lo que resultó fue una estructura conductora distribuida uniformemente a través de la superficie del adhesivo.
- 40 La prueba de la estabilidad de las estructuras conductoras de electricidad formadas in situ fue lograda mediante colocación de muestras después de la prueba DOR en un horno a 160°F (71°C) por 16 horas y repetición de la prueba de impedancia (AAMI EC12-2000 - 4.2.2.1.) y propiedades de recepción de señal. En todos los casos las muestras mantuvieron la baja impedancia. Las partículas conductoras pueden estar en la forma de carbón, y pueden ser suministradas en una concentración mayor a 1% en sólidos, sobre peso seco.
- 45 El uso de los materiales compuestos de la presente invención prevé además que no se requiere formar una capa conductora (tal como capas 26 y 28 conductoras de la Figura 4) que colindan con el material compuesto para suministrar un voltaje un electrodo, por ejemplo, de un material costoso tal como plata/cloruro de plata (Ag/AgCl), como se requiere con los hidrogeles. Los hidrogeles requieren tales capas conductoras especializadas porque la conductividad iónica del hidrogel tiene que acoplarse iónicamente al electrodo. De acuerdo con la presente invención por otro lado, puede formarse una capa conductora adyacente al material compuesto de una capa depositada no costosa (por ejemplo depositada al vacío o recubierta por chisporroteo) de, por ejemplo, partículas conductoras tales como aquellas discutidas anteriormente, pero en una mayor concentración para formar una capa conductora por deposición. Tales materiales menos costosos pueden ser usados para la capa conductora, porque el mecanismo para la conducción no es conductividad iónica.
- 50 Como se muestra en la Figura 11, los materiales compuestos de realizaciones adicionales de la invención pueden soportar electroforesis en múltiples direcciones. Por ejemplo, un material 60 compuesto puede incluir partículas que tienen relaciones de aspecto muy grandes (superiores a 1000 a 1) tales como nanotubos 62 de carbón dentro de un material 64 dieléctrico como se muestra en la Figura 11. En la presencia de un campo eléctrico que es aplicado en la dirección Z (como se muestra en 66 en la Figura 12), las partículas se aglomeran pero dado que las partículas son muy largas, ellas se enredan una con otra cuando ocurre la aglomeración. Esto da como resultado que las
- 55

partículas no sólo suministran conductividad eléctrica en la dirección Z, sino que también suministran conductividad eléctrica en las direcciones X y Y, debido a la masa enredada de partículas que se extiende en las direcciones X y Y así como en la dirección Z, como se muestra en la Figura 12.

**Ejemplo 5**

5 Por ello, de acuerdo con un ejemplo adicional, una mezcla adhesiva que incluye adhesivo acrílico V-95 de FLEXcon, un material polar (Arquad HTL-8 vendido por AkzoNobel, 20% sólidos sobre los sólidos del adhesivo V-95, y 0.04% de nanotubos de carbón semiconductores de pared individual (CNTs). La mezcla fue suministrada en una pasta de 3% de sólidos en una mezcla de solvente 72/28 de isopropil alcohol / n-butil alcohol (vendida por Southwest Nanotechnologies de 2501 Technology Place, Norman, OK. Se aplicó ultrasonido a la mezcla durante 30 minutos para dispersar de manera homogénea los CNTs a través de la premezcla adhesivo /Arquad.

10 La mezcla fue recubierta, secada y curada como se describió anteriormente hasta un espesor seco de 2 mil (50 µm). Se prepararon los materiales adhesivos compuestos y se probaron como se discutió anteriormente. Los resultados fueron que la prueba antes de DOR (según EC12-2000-4.2.2.1) mostró una impedancia de 100 k Ohms. La prueba DOR (según EC12-2000-4.2.2.4) fue pasada y la impedancia después de EC12-2000-4.2.2.1 fue de 5 K Ohms. Se probó que la receptividad de señal como en el Ejemplo 1 era 95% antes y después de DOR. La prueba de anisotropía como se discutió anteriormente respecto al Ejemplo 3, encontró que hubo un componente de conductividad en X y Y al material compuesto después de DOR. Se espera que puedan formarse recubrimientos conductores isotrópicos uniformes.

15 Las aplicaciones que piden un material de contacto polimérico conductor, tal como un sello o material de unión para unir la protección EMF con la base, y nuevas formas de hacer dispositivos de membrana de cambio, pueden beneficiarse todas de los materiales compuestos de la presente invención. Otras aplicaciones que requieren o pueden beneficiarse de un contacto eléctrico cómodo donde la interfaz entre el electrodo y una capa activa (tal como en diodos fotovoltaicos o emisores de luz orgánica) pueden emplear materiales compuestos de la presente invención. Además, la posibilidad de usar concentraciones sustancialmente menores de partículas conductoras, tales como partículas nano-conductoras, suministra la posibilidad de desarrollar recubrimientos conductores claros.

**Ejemplo 6**

20 Como se notó anteriormente, para adhesivos sensibles a la presión, si la concentración de partículas es suficientemente alta para formar una red en la cual se mantenga el contacto partícula-a-partícula, entonces hay poca oportunidad para que el material dieléctrico (por ejemplo elastómero) del componente adhesivo esté presente en concentraciones suficientemente altas para fluir hacia afuera para hacer contacto superficie-a-superficie entre los sustratos y un electrodo, es decir actuar como un adhesivo. En un ejemplo adicional, al material dieléctrico de la muestra 1 (el V-95 PSA y material polar) se añadió 25% en peso de las partículas de carbón de la muestra 1. Se recubrió entonces el material compuesto y se secó sobre una película de liberación siliconizada a base de poliéster, hasta una deposición seca de 2 mil (50 µm). El recubrimiento resultante no tenía sustancialmente propiedades PSA medibles (adhesión, pelado, cizallamiento). Sin embargo, en el material compuesto se había formado una red conductora de la electricidad, y se encontró que este material compuesto tenía una resistencia DC de aproximadamente 100 Ohms tanto antes como después de la electroforesis.

**REIVINDICACIONES**

1. Un método para formar un material compuesto conductor de la electricidad, que comprende los pasos de:

5 Suministrar un primer material dieléctrico y un segundo material conductor que está sustancialmente disperso dentro del primer material dieléctrico; donde dicho primer material dieléctrico es un líquido viscoelástico de alta viscosidad, que tiene una viscosidad en mPa.s de cinco o más órdenes de magnitud mayor que las dispersiones en agua;

10 inclusión en dicho segundo material conductor, de partículas que tienen una energía superficial mayor a la energía superficial del primer material dieléctrico, y permanencia de dichas partículas suspendidas dentro del primer material dieléctrico, que ya no están en concentración suficiente para suministrar conductividad eléctrica partícula-a-partícula a través del material compuesto; y

aplicación de un campo eléctrico a través de por lo menos una porción del primer material dieléctrico y el segundo material conductor combinados, tal que el segundo material conductor soporta electroforesis o dielectroforesis y

15 forma por lo menos una ruta conductora de la electricidad a través del material compuesto conductor de la electricidad, lo largo de la dirección del campo eléctrico aplicado, mientras el primer material dieléctrico conserva su muy alta viscosidad.

2. El método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que dicho primer material dieléctrico incluye un material polimérico.

3. El método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que dichas partículas están formadas de cualquiera de polvo, hojuelas, gránulos o nanotubos de carbón.

20 4. El método como se reivindica en la reivindicación 3, en el que el carbón está en forma de grafito.

5. El método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que dichas partículas tienen densidades dentro del intervalo de aproximadamente  $0.35 \text{ g/cm}^3$  y aproximadamente  $1.20 \text{ g/cm}^3$ .

6. El método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que dichas partículas tienen densidades dentro del intervalo de aproximadamente  $0.5 \text{ g/cm}^3$  y aproximadamente  $1.0 \text{ g/cm}^3$ .

25 7. El método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que las partículas conductoras están distribuidas aleatoriamente dentro del material compuesto antes de la aplicación del campo eléctrico.

30 8. El método como se reivindica en la reivindicación 1, en el que dicho paso de aplicación de un campo eléctrico a través de por lo menos una porción del primer material dieléctrico y segundo material conductor combinados, tal que el segundo material conductor soporta electroforesis, forma una pluralidad de rutas conductoras independientes a través del material compuesto conductor de la electricidad, a lo largo de la dirección del campo eléctrico aplicado.

9. Un material compuesto conductor de la electricidad formado de acuerdo con el método de la reivindicación 1, en el que las partículas conductoras están alineadas para formar rutas conductoras a través del material compuesto, mediante electroforesis.

35 10. El material compuesto conductor de la electricidad como se reivindica en la reivindicación 9, en el que dicho material dieléctrico incluye un adhesivo acrílico.

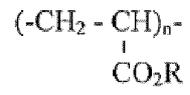
11. El material compuesto conductor de la electricidad como se reivindica en la reivindicación 10, en el que dicho material dieléctrico incluye un adhesivo sensible a la presión.

40 12. El material compuesto conductor de la electricidad como se reivindica en la reivindicación 9, en el que las partículas conductoras están distribuidas aleatoriamente dentro del material dieléctrico, antes de la aplicación de un campo eléctrico.

13. El material compuesto conductor de la electricidad como se reivindica en la reivindicación 9, en el que dicho material compuesto conductor de la electricidad incluye una pluralidad de rutas conductoras de la electricidad formadas por las partículas conductoras, donde la pluralidad de rutas conductoras de la electricidad está formada dentro de una masa aglomerada de partículas conductoras enredadas.

45 14. El material conductor de la electricidad como se reivindica en la reivindicación 9, en el que dicho material incluye una capa conductora para hacer contacto con un electrodo, y la capa conductora no incluye plata/cloruro de plata.

15. El material compuesto conductor de la electricidad como se reivindica en la reivindicación 10, en el que dicho adhesivo acrílico está representado como:



donde R es un etilo, o un butilo o un 2-etilhexilo y n es un número de unidades que se repiten.

5

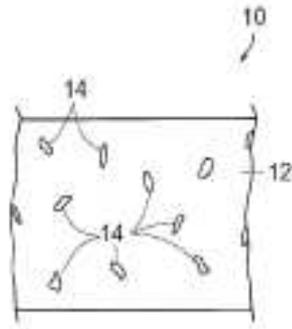


FIG. 1

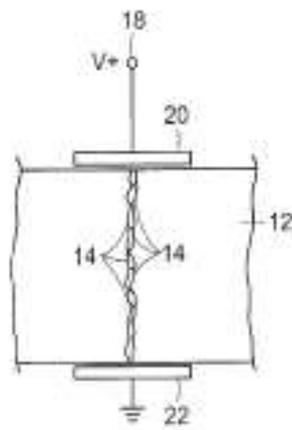


FIG. 2

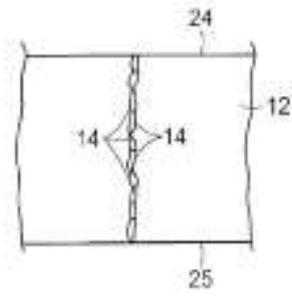


FIG. 3

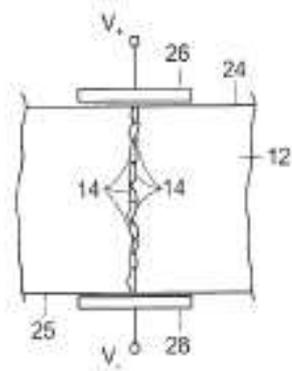


FIG. 4

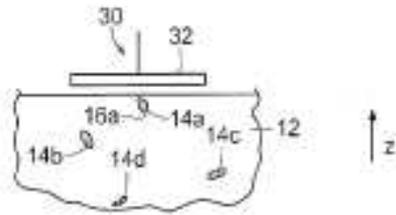


FIG. 5A

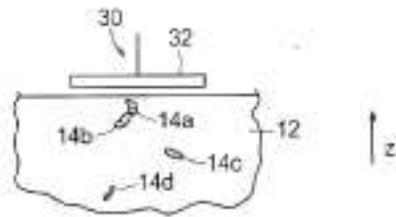


FIG. 5B

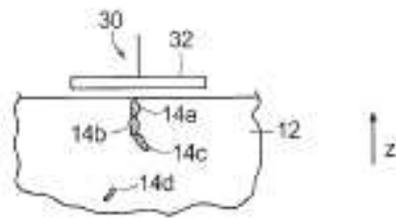


FIG. 5C

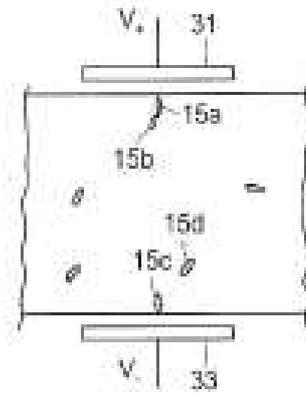


FIG. 6A

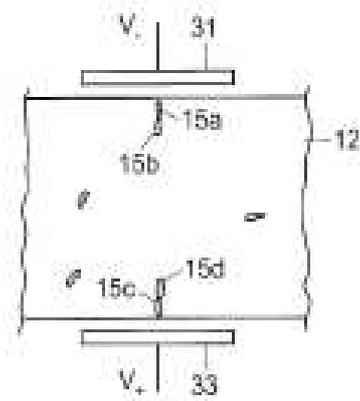


FIG. 6B

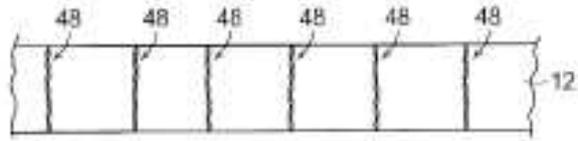


FIG. 7

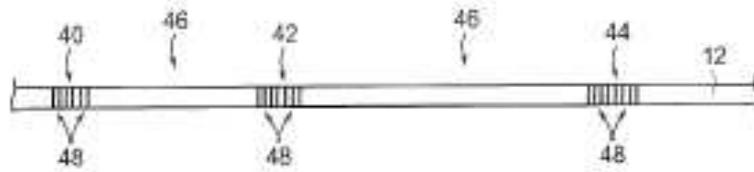


FIG. 8

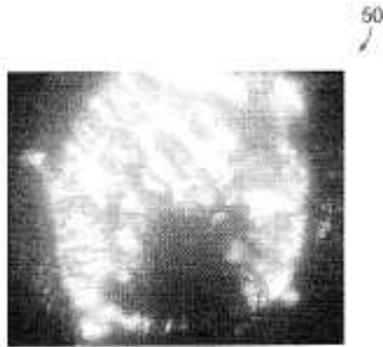


FIG. 9

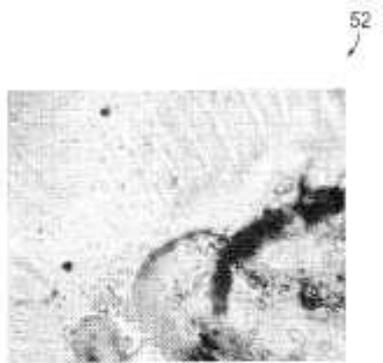


FIG. 10

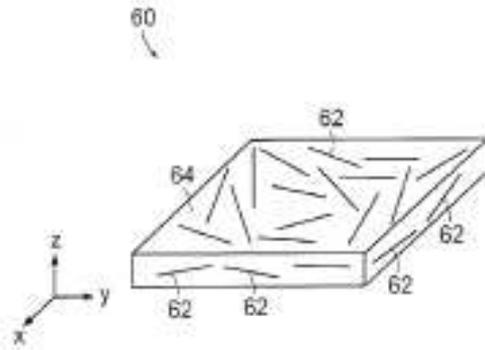


FIG. 11

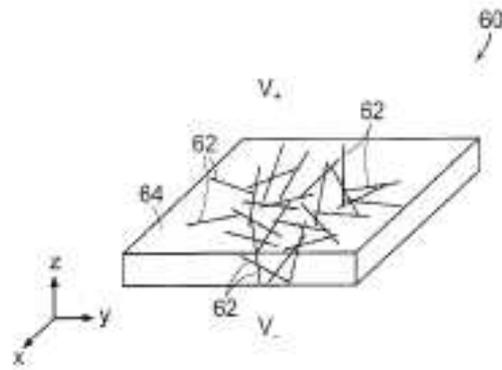


FIG. 12