

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：96131917

C10M 169/04 (2006.01)

※申請日期：96.8.28

※IPC 分類：C10M 103/00 (2006.01)

H01L 23/34 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

熱傳導潤滑脂

THERMALLY CONDUCTIVE GREASE

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

美商3M新設資產公司

3M INNOVATIVE PROPERTIES COMPANY

代表人：(中文/英文)

羅伯特 W 史普拉格

SPRAGUE, ROBERT W.

住居所或營業所地址：(中文/英文)

美國明尼蘇答州聖保羅市3M中心

3M CENTER, SAINT PAUL, MINNESOTA 55133-3427, U.S.A.

國籍：(中文/英文)

美國 U.S.A.

三、發明人：(共 2 人)

姓 名：(中文/英文)

1. 飛利浦 艾德華 肯多爾

KENDALL, PHILIP EDWARD

2. 瑞維 基秀爾 蘇拉

SURA, RAVI KISHORE

國 籍：(中文/英文)

1. 美國 U.S.A.

2. 印度 INDIA

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 美國；2006年09月05日；60/824,599

2.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1.

2.

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於熱界面材料及其用途。

【先前技術】

在電腦工業中，存在著朝更高計算能力及速度之持續不斷移動。微處理機正以愈來愈小之特徵大小製造以增加計算速度。因此，每單位面積微處理機之功率通量增加且產生更多熱量。當微處理機之熱輸出增加時，熱量或"熱管理"成為更大挑戰。

熱管理之一態樣在該工業內稱為"熱界面材料"或"TIM"，其中該材料置於熱源(諸如微處理機)與熱耗散裝置之間以促進熱傳遞。該等TIM可為潤滑脂或片狀材料之形式。此等熱界面材料亦用於消除微處理機與熱耗散裝置之間的任何隔離空氣。

TIM通常用於將熱源熱連接至散熱器(亦即比熱源大的熱傳導板)，在此狀況下該等TIM稱為TIM I。TIM亦可用於散熱器與熱耗散裝置(諸如冷卻裝置或鰭片散熱器)之間，在此狀況下該等TIM稱為TIM II。在特定敷設中TIM可存在於一或多個位置。

【發明內容】

在一實施例中，本發明提供一種熱傳導潤滑脂，其包含0至約49.5重量百分比之媒介油、約0.5至約25重量百分比之至少一分散劑及至少約50重量百分比之熱傳導顆粒。熱傳導顆粒包含至少三種分布類型之熱傳導顆粒之混合物，

熱傳導顆粒之至少三種分布類型之每一者具有與其他分布相差至少5倍之平均(D_{50})粒徑。

在另一實施例中，本發明提供一種製造本發明之熱傳導潤滑脂之方法，該方法包含提供媒介油、分散劑及熱傳導顆粒且接著將媒介油(若存在媒介油)、分散劑與熱傳導顆粒混合在一起之步驟。

在一態樣中，將媒介油(若存在)與分散劑混合在一起，且將最細至最大平均粒徑之熱傳導顆粒依次混合至媒介油與分散劑之混合物中。在另一態樣中，將熱傳導顆粒混合在一起，且接著混合至媒介油(若存在)與分散劑之混合物中。在另一態樣中，將部分或全部熱傳導顆粒用分散劑預分散，接著將熱傳導顆粒混合至媒介油(若存在)與分散劑之混合物中。

在另一實施例中，本發明提供一微電子封裝，其包含：一基板；至少一附接至基板之微電子熱源；及本申請案中揭示之熱傳導潤滑脂，其位於至少一微電子熱源上。

在一態樣中，本發明提供以上微電子封裝，其進一步包含一散熱器及本申請案中揭示之位於微電子熱源與散熱器之間的熱傳導潤滑脂。

在另一態樣中，本發明提供一微電子封裝，其包含：一基板；至少一附接至基板之微電子熱源；一散熱器；及一附接至散熱器之熱耗散裝置，其中本申請案中揭示之熱傳導潤滑脂位於散熱器與熱耗散裝置之間。

在另一態樣中，本發明提供一微電子封裝，其包含：一

基板；至少一附接至基板之微電子熱源；一散熱器；本申請案中揭示之熱傳導潤滑脂，其位於微電子熱源與散熱器之間；及一熱耗散裝置，其中熱傳導潤滑脂位於散熱器與熱耗散裝置之間。

【實施方式】

如本文所用：

"潤滑脂"意謂在1/s剪切速率及20°C下黏度大於 1×10^4 cps (10 Pa.s)及在1/s剪切速率及125°C下黏度小於 10^8 cps之材料。

"熱傳導潤滑脂"意謂如藉由下文所述測試方法容積導熱率所量測，體積電導率大於0.05 W/m-K之潤滑脂。

除非另有說明，否則本文所有數量均假定由術語"約"修飾。藉由終點來列舉數值範圍包括該範圍所包含之所有數值(例如，1至5包括1、1.5、2、2.75、3、3.80、4及5)。

本發明之熱傳導潤滑脂(TCG)可含有一或多種媒介油。媒介油提供本發明之TCG之基礎或基質。有用媒介油可包含合成油或礦物油或其組合，且在周圍溫度下通常可流動。有用媒介油之特定實例包括多元醇酯、環氧化物、矽油及聚烯烴或其組合。

市售媒介油包括HATCOL 1106(二異戊四醇與短鏈脂肪酸之多元醇酯)及HATCOL 3371(三羥甲基丙烷、己二酸、辛酸及癸酸之複合多元醇酯)(均得自Hatco Corporation, Fords, NJ)及HELOXY 71(脂族環氧基酯樹脂，得自Hexion Specialty Chemicals, Inc., Houston TX)。

媒介油可以0至約49.5重量百分比，且在其他實施例中以0至至多約20或約12重量百分比之總組合物之量存在於本發明之TCG中。在其他實施例中，媒介油可以至少2、1或0.5重量百分比之組合物之量存在。媒介油亦可以包括約0.5、1或2至約12、15或20重量百分比之範圍存在於本發明之TCG中。

本發明之TCG含有一或多種分散劑。分散劑可與媒介油組合存在，或可在缺乏媒介油下存在。分散劑改良熱傳導顆粒(如下所述)在媒介油(若存在)中之分散。有用分散劑特徵可為聚合或離子性質。離子分散劑可為陰離子分散劑或陽離子分散劑。在某些實施例中，分散劑可為非離子分散劑。可使用分散劑組合，諸如離子分散劑與聚合分散劑之組合。在某些實施例中，使用單個分散劑。

有用分散劑之實例包括(但不限於)多元胺、磺酸鹽、經改質之聚己內酯、有機磷酸酯、脂肪酸、脂肪酸鹽、聚醚、聚酯及多元醇及無機分散劑(諸如表面改質之無機奈米粒子)或其任何組合。

市售分散劑包括彼等得自Noveon, Inc.(Lubrizol Corporation之子公司，Cleveland, OH)之具有商標SOLSPERSE 24000及SOLSPERSE 39000高分散劑的分散劑、得自Efka Additives BV (Heerenveen, The Netherlands)之具有商標EFKA 4046(經改質之聚胺甲酸酯)的分散劑及得自Rhone-Poulenc (Plains Road, Granbury, NJ)之具有商標RHODAFAC RE-610(有機磷酸酯)的分散劑。

分散劑以至少 0.5 及至多 50 重量百分比，且在其他實施例中至多 25、10 或 5 重量百分比之總組合物之量存在於本發明之 TCG 中。在另一實施例中，分散劑可以至少 1 重量百分比之量存在。分散劑亦可以包括約 1 至約 5 重量百分比之範圍存在於本發明之 TCG 中。

本發明之 TCG 含有熱傳導顆粒。有用熱傳導顆粒包括彼等由金剛石、多晶金剛石、碳化矽、氧化鋁、氮化硼(六角形或立方形)、碳化硼、二氧化矽、石墨、非晶形碳、氮化鋁、鋁、氧化鋅、鎳、鎢、銀及其任何組合製成或包含其的熱傳導顆粒。此等顆粒之每一者具有不同類型。

用於本發明之 TCG 中之熱傳導顆粒為至少三種分布類型之熱傳導顆粒的混合物。熱傳導顆粒之至少三種分布類型之每一者具有與其以上及/或以下之分布的平均粒徑相差至少 5 倍，且在其他實施例中至少 7.5 倍或至少 10 倍或大於 10 倍之平均粒徑。例如，熱傳導顆粒之混合物可基本上由平均粒徑(D_{50})為 0.3 微米之最小粒子分布、平均粒徑(D_{50})為 3.0 微米之中間分布及平均粒徑(D_{50})為 30 微米之最大分布組成。另一實例可具有平均粒徑(D_{50})值為 0.03 微米、0.3 微米及 3 微米之平均直徑粒子分布。

用於本發明之 TCG 中之熱傳導顆粒為產生至少一種三峰分布之至少三種分布類型之熱傳導顆粒的混合物。在該三峰分布中，峰之間的最小值(峰之基線與分布峰之間的谷地之最低點之間的距離)可為至多 75、50、20、10 或 5% 之相鄰峰之間的內插值(高度)。在某些實施例中，該三種大

小分布基本上不重疊。"基本上不重疊"意謂谷地之最低點為相鄰峰之間的內插值之至多5%。在其他實施例中，該三種分布類型僅具有最小重疊。"最小重疊"意謂谷地之最低點為相鄰峰之間的內插值之至多20%。

對三峰TCG而言，第三小(或更小)平均直徑之平均粒徑通常可在約0.02至約5.0微米(μm)之範圍內。中間平均直徑之平均粒徑通常可在約0.10至約50.0 μm 之範圍內。最大平均直徑之平均粒徑通常可在約0.5至約500 μm 之範圍內。

在某些實施例中，需要提供具有最大可能體積分數熱傳導顆粒之TCG，其符合所得TCG之所需物理性質，例如TCG符合其接觸之表面及TCG可足夠流動以易於塗覆。

在此目的下，可根據以下一般原理選擇傳導顆粒分布。最大直徑顆粒之分布應具有小於或幾乎橋接待熱連接之兩基板之間的期望間隙之直徑。實際上，最大顆粒可橋接基板之間的最小間隙。當最大直徑分布之顆粒彼此接觸時，顆粒之間的間隙或空隙體積仍存在。可有利選擇中間直徑分布之平均直徑以剛好在較大顆粒之間的間隙或空隙範圍內。中間直徑分布之插入將產生最大直徑分布之顆粒與中間直徑分布之顆粒之間的大量較小間隙或空隙，其尺寸可用於選擇最小分布之平均直徑。以類似方式，若需要，可選擇第四、第五或更高次顆粒群體之所需平均顆粒尺寸。

熱傳導顆粒之每一分布可包含至少三種分布類型之每一者或任一者中的相同或不同熱傳導顆粒。此外，熱傳導顆粒之每一分布可含有不同類型熱傳導顆粒之混合物。

剩餘空隙可認為由略微過量以提供流動性之載劑、分散劑及其他組份填充。選擇合適顆粒分布之進一步指導可見於"Recursive Packing of Dense Particle Mixtures", Journal of Materials Science Letters, 21, (2002), 第1249-1251頁中。自前述討論, 可見連續粒徑分布之平均直徑較佳相當不同及完全獨立以保證其在先前填充之顆粒留下之空隙範圍內而不顯著干擾先前填充之顆粒的填充。

熱傳導顆粒可以至少50重量百分比之量存在於本發明之TCG中。在其他實施例中, 熱傳導顆粒可以至少70、75、80、85、86、87、88、89、90、91、92、93、94、95、96、97或98重量百分比之量存在。在其他實施例中, 熱傳導顆粒可以至多99、98、97、96、95、94、93、92、91、90、89、88、87、86或85重量百分比之量存在於本發明之TCG中。

本發明之TCG及TCG組合物視情況亦可包括添加劑, 諸如抗負載劑、抗氧化劑、調平劑及溶劑(減少塗覆黏度), 例如甲乙酮(MEK)、甲基異丁基酮及諸如乙酸丁酯之酯類。

在某些實施例中, ZnO選作最小顆粒(或第三大顆粒, 其中插入中等大小顆粒), 金剛石或碳化矽選作中等大小顆粒, 及金屬顆粒選作最大顆粒。

一般藉由將分散劑與媒介油摻合在一起, 且接著依次摻合最細至最大平均粒徑之熱傳導顆粒至分散劑/媒介油混合物中來製備本發明之TCG。熱傳導顆粒亦可彼此預混合

且接著添加至液體組份中。可添加熱至混合物以減少整體黏度且有助於達到均勻分散混合物。在某些實施例中，可需要首先用分散劑預處理或預分散部分或全部熱傳導顆粒，接著將顆粒混合至分散劑/載劑混合物中。

在其他實施例中，可藉由溶劑澆鑄摻合組份接著乾燥以移除溶劑來製備本發明之TCG。例如，TCG組份摻合物可提供於合適釋放表面上，例如釋放襯墊或載劑。

在其他實施例中，本發明之TCG可借助於能源(例如熱量、光、音或其他已知之能源)施加至載劑或欲使用之裝置。

在某些實施例中，藉由針對正常及延長測試(如下以若干工作實例所述)觀測隨厚度(例如諸如下文所述之測試裝置中的間隙)變化之力來進一步說明本發明。在每一測試中對照材料展示極類似之力，而本發明之材料展示在長期時間間隔後反抗間隙減少之更高耐力性，使得間隙不可進一步靠近，或使得間隙可更靠近而難度大。在正常測試中，可藉由移除或復位限制間隙靠近之機械式停止且塗覆約10磅(約4.5 kg)之標稱負載至測試固定物來減少測試間隙。在尤其高黏性組合物之狀況下，可藉由機械振動固定物以利用代表此等材料之剪切變稀特徵，促進測試固定物安放至新的間隙環境。此等方法之一或兩者通常足以減少間隙且安放至新的機械式自停位置上，直至間隙接近組合物中最大顆粒之直徑，通常在30與60微米之間。在某些實施例中，熱傳導潤滑脂在超過約50°C之溫度下老化數小時

後實質上抗流動。在一示範性實施例中，測試下之材料最初在375 μm 間隙下平衡。根據熱資料之收集，在正常10磅向下之力下間隙減小至289 μm 。再次根據熱資料之收集，再在僅正常10磅向下之力下間隙減小至211 μm 。接著將樣品經熱處理特徵化且使其靜置約15小時，在此時間下間隙在正常向下之力下不可減小至200 μm 以下。在第二示範性實施例中，測試下之材料最初在411 μm 間隙下平衡。接著將樣品經熱處理特徵化且使其靜置約15小時，在此時間下藉由使用30磅向下之力及振動使間隙減小至295 μm 。再次根據熱資料之收集，再以 $a>30$ 磅向下之力及相當大的振動使間隙減小至245 μm 。再次收集熱資料且以 $a>30$ 磅向下之力且甚至更大振動使間隙減小至205 μm 。再次收集熱資料，但所有以重量及振動之組合進一步減少間隙低於205 μm 之努力均不成功。相關組合物之測試未展示在最多及包括4小時之更短靜置時間間隔下耐間隙靠近性。具有類似大小之最大顆粒分布但未顯示該效應之相關組合物可在測試固定物中靜置同樣時段後減小至30至55微米間隙。測試期間遭遇之溫度視測試下間隙及組合物之熱特性而定，然而，其通常在約45°C與85°C之間，其中在熱表面與冷表面之間存在梯度。室溫下或約室溫下如上所述之抗流動性通常不以所述之方式建置。此外，僅加熱至75°C或甚至約100°C接著冷卻至室溫不會引起在延長測試中所見之抗流動性。

若樣品在以至少150 μm 之間隙開始之延長測試(如下所

述)中不可壓縮至少 50 μm ，則可認為該樣品實質上為剛性或實質上抗流動。

在某些實施例中，當此等示範性材料抗流動或實質上為剛性時，所用合適暴露溫度為約 70°C 以上，約 100°C 以上，約 110°C 或 120°C 以上或甚至更高。

在某些實施例中，當此等示範性材料抗流動或實質上為剛性時，所用合適暴露時間一般為至少幾小時。在其他實施例中，此時間(小時)為至少約 2，至少約 4，至少約 6，至少約 8，至少約 12 或甚至更長時間。

在某些實施例中，本文所述之熱傳導潤滑脂在超過約 50°C 之溫度下老化約 12 小時後實質上抗流動。在其他實施例中，本文所述之熱傳導潤滑脂在超過約 50°C 之溫度下老化約 12 小時後實質上為剛性。

在某些實施例中，本發明之材料之較佳組合併入 Hatcol 1106 作為載劑，Solsperse 16000 作為唯一分散劑及氧化鋅(小粒徑分布)、球狀鋁(大粒徑分布)及金剛石或碳化矽顆粒(中等粒徑分布)之摻合物。

本發明之 TCG 可用於微電子封裝且可用於幫助熱量自例如微電子晶粒或晶片之熱源消散至熱耗散裝置。微電子封裝可包含至少一熱源(例如安裝於基板之晶粒或基板上之堆疊晶粒)、位於熱源上之本發明之熱傳導潤滑脂，且可包括與晶粒熱及實體接觸之一額外熱耗散裝置，諸如散熱器。散熱器亦可為用於任何隨後熱耗散裝置之熱源。本發明之熱傳導潤滑脂用於提供該晶粒與熱耗散裝置之間的熱

觸點。此外，本發明之TCG亦可用於熱耗散裝置與冷卻裝置之間的熱及實體觸點。在另一實施例中，在熱產生裝置與冷卻裝置之間可使用本發明之TCG，亦即，在兩者之間不使用散熱器。本發明之TCG適用於TIM I及TIM II應用。

實例

容積導熱率

一般根據ASTM D-5470-01在TCG樣品上使用得自Custom Automation, Inc.(Blaine, MN)之熱傳遞測試器量測容積導熱率。熱傳遞測試器係根據Proposal Number 3M-102204-01建造且包括如下該等特徵：一視覺系統，其能夠量測至多0.010吋(0.254 mm)間隙之銅公尺棒之間的平行性及間隙；銅公尺棒在各公尺棒上具有5個電阻式溫度偵測器(RTD)感應器；一冷卻器，其冷卻具有-20℃至100℃之操作範圍的冷卻夾緊墊塊(以固持冷卻公尺棒)且可保持冷卻劑溫度至 $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ ；一25 lbf測力計，其安裝於X-Y微米調節定位階段上；一冷卻夾緊墊塊(以固持經冷卻之公尺棒)，其安裝於測力計上；一加熱夾緊墊塊(以固持經加熱之公尺棒)，其使用電阻加熱且其溫度由控制器及熱電偶控制；添加重量在經加熱之夾緊墊塊上方以將公尺棒上之接觸力自5調整至50 N的能力；及在時間間隔量測及記錄溫度、公尺棒間隙及接觸力至電子數據表之構件。

如所提供之操作程序中概述般，校準用以量測公尺棒間隙之視覺系統。朝冷卻器饋入水與乙二醇之50/50摻合物。在室溫下，將銅公尺棒間之間隙定為約550微米。將

加熱器設定點置於 120°C ，且冷卻器設定點置於 -5°C ，且使該單元達平衡。平衡後，公尺棒間隙為約400微米。使用個別公尺棒螺旋扣使熱公尺棒及冷公尺棒之表面在同一平面上，直至由三個單獨攝影機之每一者讀出之公尺棒間的間隙在 $\pm 3\text{ }\mu\text{m}$ 之範圍內。

正常測試(實例75-85)

加熱器設定點係置於 120°C ，且冷卻器設定點置於 -5°C ，且使該單元平衡。熱平衡後，公尺棒間隙係經機械調整成約400微米。使用個別公尺棒螺旋扣使熱公尺棒及冷公尺棒之表面在同一平面上，直至由三個單獨攝影機之每一者讀出之公尺棒間的間隙在 $\pm 3\text{ }\mu\text{m}$ 之範圍內。

將過量之所測試每一TCG樣品置放於熱公尺棒表面上且均勻抹在整個表面上。接著閉合頭部，且以約10磅之力(4.5 kg力)向下壓在頭部上而夾入位，從而使過量TCG樣品自公尺棒間隙滲出，直至達到機械式停止為止。以紙巾或細布移除此過量TCG，且清洗公尺棒之插腳以便於藉由三個視覺攝影機精密量測間隙。當連續記錄資料時，使儀器平衡，歷時約10分鐘。接著調整機械式停止以使公尺棒間隙降低為約 $100\text{ }\mu\text{m}$ ，且過量TCG樣品再次自間隙滲出且清洗之。當連續記錄資料時，再次使儀器平衡，歷時約10分鐘。重複此一系列以約 $100\text{ }\mu\text{m}$ 增量降低公尺棒間隙、清洗及記錄資料，直至通常在小於 $100\text{ }\mu\text{m}$ 之公尺棒間隙下獲取最終讀數。打開公尺棒回復至約 $400\text{ }\mu\text{m}$ 間隙，清洗且針對下一樣品，重複此程序。

延長測試(實例 75-85)

除使樣品保持在測試器中而不改變間隙達最少12小時之外，"延長測試"係等同於"正常測試"地進行。雖然所選擇之間隙設定為可選的，但應大於200 μm 以更易看見本發明之效應。將過量之每一TCG樣品置放於熱公尺棒表面上且均勻抹在整個表面上。接著閉合頭部且夾入位，從而使過量TCG樣品自公尺棒間隙滲出。以紙巾或細布移除此過量TCG，且清洗公尺棒之插腳以便於藉由三個視覺攝影機精密量測間隙。繼續給予10分鐘平衡時間、收集資料、降低間隙、清洗視覺插腳及重複循環之程序，直至達到針對延長時間間隔所選之間隙。材料留在測試器中，且在整個延長時間內繼續收集資料。重新開始降低頭部、清洗插腳及給予10分鐘平衡時間之程序。

在本發明之材料進行此延長測試之狀況下，間隙無法再靠近，或僅可在額外重量及手動振動熱棒下靠近。在對照材料之狀況下，針對連續量測，最初以至多10磅重量(4.5 kg力)用於熱棒頂部，可使間隙繼續減小至小於100 μm 之最終間隙。

每隔7-8秒由儀器記錄資料，且資料含有時間/日期標記、樣品名稱、施加於公尺棒間隙中TCG上的力、個別公尺棒間隙之每一讀數及10 RTD感應器每一溫度讀數。將檔案下載為電子數據表以進行分析。在該分析中，算出最後10個在給定間隙記錄之數據點的平均值，且此等平均值用於計算。

使用已知之銅體積電導率、銅棒尺寸及RTD溫度感應器之位置來計算流經TCG樣品之功率。計算值通常表明流下熱公尺棒之瓦特數比流下冷公尺棒之瓦特數略有不同；算出此兩個數值之平均值以進行提供給TCG樣品之計算。每一公尺棒表面之溫度亦自溫度與RTD感應器位置之曲線外推出。

接著使用功率、三個個別公尺棒間隙之平均值、整個公尺棒間隙之溫降及熱/冷公尺棒之橫截面積來計算溫度梯度、功率通量及接著在彼等條件下TCG樣品之熱阻抗。

完成此等針對TCG樣品已在其中測試之每一公尺棒間隙的計算，且繪製所得熱阻抗及平均間隙資料之曲線。使用電子數據表軟體使線適於資料，且體積電導率計算為線之斜率的倒數。截取y軸且接著斜率用於計算100 μm 公尺棒間隙下熱阻抗。

黏度

所選樣品上黏度資料產生於Rheometrics RDA3黏度計(TA Instruments, Newcastle, DE)上。用拋棄式1吋(25.4 mm)直徑平行板以對數掃描模式，以0.5/sec初始剪切速率開始，每十倍頻程採用5個點，至最高1000/sec剪切速率運行黏度計。在一些樣品上，間隙定在0.5 mm下運行，且接著降低至0.25 mm第二次運行；在其他樣品上，間隙定在0.25 mm且僅在0.25 mm下運行。如下表中所指示，運行溫度控制至125 $^{\circ}\text{C}$ 或25 $^{\circ}\text{C}$ 。在1.25/sec剪切速率下記錄以mPa.s計之黏度。

研磨程序

將約 40 cc 0.5 mm 直徑之氧化鋁穩定之氧化鋁珠粒(得自 Tosoh, Hudson, OH 或得自 Toray Ceramics, George Missbach & Co., Atlanta, GA)置於 Hockmeyer HM-1/16 微研磨機 ("Hockmeyer 研磨機")(Hockmeyer Equipment Corp., Harrison, NJ)之筐中。將所需 MEK 及分散劑 (SOLSPERSE) 添加至研磨室中且用空氣混合器攪拌至少 4 分鐘，以使分散劑溶於溶劑中。將金剛石顆粒稱至室中，且攪拌內含物額外一分鐘以潤濕金剛石顆粒。接著在避免噴濺之 Hockmeyer 最大速度下研磨所得混合物。將所得漿料傾注至聚乙烯容器中且蒸發溶劑直至其不可藉由氣味偵測到。所研磨之組合物之詳情顯示如下。

金剛石粒徑 (D ₅₀)(μm)	研磨時間(min)	研磨饋料		
		甲乙酮(g)	SOLSPERSE 24000(g)	金剛石顆粒 (g)
0.25	20	280	54	900
0.50	15	280	27	900
1.00	10	255	16.5	1100

詞彙表

名稱	描述	來源
BYK 361	聚丙烯酸酯共聚物調平劑	BYK-Chemie USA, Wallingford, CT
2,2'聯吡啶乙烯雙-柳亞胺	螯合劑	Alfa Aesar, Ward Hill, MA
DP 1	D ₅₀ 為 0.25 μm 及 D ₅₀ 為 0.50 μm 之金剛石顆粒	Tomei Diamond, Englewood Cliffs, NJ

名稱	描述	來源
DP 2	D ₅₀ 不同於0.25 μm或0.50 μm之金剛石顆粒	National Diamond Research Company, Chesterfield, MI
乙烯雙-柳亞胺	螯合劑	Strem Chemicals, Newburyport, MA
F180 SiC	D ₅₀ 為80 μm之粒徑之碳化矽顆粒	Washington Mills Electro Mineral Corp., Niagara Falls, NY
GAFAC RE 610(現 RHODAFAC RE-610)	離子分散劑	Rhone-Poulenc, Granbury, NJ
G Dia.(1.0) G Dia.(1.5) G Dia.(3.0) G Dia.(30)	直徑分別為1.0、1.5、3.0及30 μm之金剛石	Diamond Innovation, Worthington, OH
H Dia.(0.25) H Dia.(0.5-1.5) H Dia.(2-3) H Dia.(20-30)	直徑分別為0.25、0.5-1.5、2-3及20-30 μm之金剛石	Henan Hengxiang Diamond Abrasive Company, Zhengzhou, PR China
GC 20000	D ₅₀ 為0.3 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation, Nagoya, JP
GC 8000	D ₅₀ 為1.0 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC 6000	D ₅₀ 為2.0 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC 4000	D ₅₀ 為3.0 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC 2000	D ₅₀ 為9 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC 1200	D ₅₀ 為13.5 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC 700	D ₅₀ 為18 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation

名稱	描述	來源
GC 600	D ₅₀ 為20 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC 400	D ₅₀ 為35 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
GC F320	D ₅₀ 為29 μm之碳化矽顆粒	Fujimi Corporation
HATCOL 1106	二異戊四醇與短鏈脂肪酸之多元醇酯(媒介油)	Hatco Corporation, Fords, NJ(Hatco)
HATCOL 2300	異戊四醇與短鏈脂肪酸之複合多元醇酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 2930	偏苯三酸酐與異癸醇之二酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 2949	二聚酸與2-乙基己基醇之二酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 2999	異戊四醇與短鏈脂肪酸之多元醇酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 3165	二異戊四醇與短鏈脂肪酸之多元醇酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 3371	三羥甲基丙烷、己二酸、辛酸及癸酸之複合多元醇酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 5068	二異戊四醇與短鏈脂肪酸之多元醇酯(媒介油)	Hatco
HATCOL 5150	二異戊四醇與短鏈脂肪酸之多元醇酯(媒介油)	Hatco
HELOXY 71	脂族環氧基酯樹脂(媒介油)	Hexion Specialty Chemicals, Inc., Houston, TX

名稱	描述	來源
HELOXY 505	脂族環氧基酯樹脂(媒介油)	Hexion Specialty Chemicals, Inc.
IRGANOX 1010	抗氧化劑	Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY
KADOX 911(0.1) KADOX 930(0.3)	直徑分別為0.1及0.3 μm 之氧化鋅	Horsehead Corporation, Monaca, PA
硬脂酸鋰	脂肪酸鹽(離子分散劑)	Baerlocher USA, Cincinnati, OH
鎳(<5) 鎳(-400篩目)	分別為直徑小於5 μm 之球形鎳粉及直徑小於35 μm 之鎳粉	Novamet, Wykoff, New Jersey
OX-50(0.04)	直徑為40奈米之二氧化矽	Degussa Corporation, Parsippany, NJ
PEG二硬脂酸酯	數量平均分子量為約930之聚(乙二醇)二硬脂酸酯(媒介油/聚合分散劑)	Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI
RHODAFAC RE610	聚合分散劑	Rhone-Poulenc, Granbury, NJ
SOLPLUS 520	聚合分散劑	Noveon, Inc., Lubrizol Corporation之子公司, Cleveland, OH
SOLSPERSE 16000	聚合分散劑	Noveon, Inc. Lubrizol Corporation之子公司, Cleveland, OH
SOLSPERSE 24000	聚合分散劑	Noveon, Inc.
SOLSPERSE 39000	聚合分散劑	Noveon, Inc.
Sph. Al(3.0-4.5) Sph. Al(10-14) Sph. Al(17-30)	直徑分別為3.0-4.5、10-14及17-30 μm 之球形鋁粉	Alfa Corp., Ward Hill, MA

名稱	描述	來源
T Dia.(0.25)	直徑為0.25 μm 之金剛石	Tomei Corp. of America, Englewood Cliffs, NJ
TONE 305	源自己內酯與三羥甲基丙烷之加成反應的多元醇(媒介油)	The Dow Chemical Company, Midland, MI
鎢(1-5) 鎢(-325 篩目)	直徑分別為1-5及小於50 μm 之鎢粉	Alfa Corp., Ward Hill, Massachusetts
WA 30000	D ₅₀ 為0.25 μm 之氧化鋁	Fujimi Corporation, Nagoya, Japan
WA 6000(2.0)	直徑為2.0 μm 之氧化鋁粒子	Fujimi Corporation
WA 4000	D ₅₀ 為3.0 μm 之氧化鋁顆粒	Fujimi Corporation
WA 500	D ₅₀ 為30 μm 之氧化鋁顆粒	Fujimi Corporation

在裝備有機械攪拌器之反應器中在真空下，朝該反應器添加 25 g(0.476 當量)來自 Aldrich Chemical Co.(Milwaukee, WI)之 1,5-戊二醇、54.3 g(0.476 當量)來自 Aldrich Chemical Co.之己內酯及 8.0 g(0.054 當量)得自 DuPont Chemicals (Wilmington, DE)之二甲基-5-鈉磺基間苯二甲酸酯來製備離子分散劑"磺化雙(戊烷二己內酯)"。將反應器內含物攪拌且在 115 mm 汞下在真空下將其加熱至 170°C。反應在 4 h 後完成且藉由紅外線光譜學分析樣品。最終產物為理論磺酸鹽當量為 1342 之低黏度澄清液體。

藉由在 1 加侖玻璃瓶中組合 61.42 g BS1316 異辛基三甲氧基矽烷(Wacker Silicones Corp., Adrian, MI)、1940 g 1-甲氧基-2-丙醇及 1000 g NALCO 2326 膠狀二氧化矽來製備非

離子無機分散劑"iC8改質之二氧化矽奈米粒子"。將混合物震盪以確保混合，且接著置放於烘箱中80℃下隔夜。接著以流經150℃烘箱來乾燥混合物以產生白色粒狀固體。

在裝備有機械攪拌器、氮淨化及蒸餾裝置之反應器中，朝其饋入二甲基-5-鈉磺基間苯二甲酸酯(42.6 g，0.144莫耳，得自DuPont Chemicals, Wilmington, DE)、分子量為400之聚乙二醇(115.1 g，0.288莫耳，來自Dow Chemical Co., Midland, MI)及分子量為425之聚丙二醇(122.3 g，0.288莫耳，得自Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI)及二甲苯(75 g)來製備磺化多元醇離子分散劑"HIMOD"。將反應器緩慢加熱至220℃，歷時約1小時以移除二甲苯。接著將乙酸鋅(0.2 g)添加至反應器中且溫度保持在220℃下4 h，伴隨甲醇自反應蒸餾出。溫度降至約160℃且施加0.2托(SI)真空至所得混合物，歷時30分鐘。在氮下將內含物冷卻至120℃以產生無色澄清多元醇。測定OH當量為每莫耳OH 310 g，且發現理論磺化當量為每莫耳磺化1882 g聚合物。

在裝備有機械攪拌器及氮淨化之反應器中，朝其添加45 g(0.0241當量)HATCOL 3371及3.4 g(0.0121當量)四氯苯二甲酸酐來製備離子分散劑"TCPA HATCOL 3371"。攪拌反應器內含物且在恆定氮淨化下將其加熱至150℃。反應在4 h後完成且藉由紅外線光譜學分析樣品。最終產物為理論酸當量為18,127之低黏度褐色液體。

在裝備有機械攪拌器及氮淨化之反應器中，朝其添加10

g(0.1 當量)來自 Dow Chemical Co. 之 Tone 305 及 1.0 g(0.00355 當量)來自 Aldrich Chemical 之四氯苯二甲酸酐來製備離子分散劑 "TONE 305 TCPA"。攪拌反應器內含物且在恆定氮淨化下將其加熱至 105°C。反應在 4 h 後完成且藉由紅外線光譜學分析樣品。最終產物為理論酸當量為 3,100 之低黏度澄清液體。

樣品製備

除如特定實例中所指示外，將分散劑或分散劑之混合物稱至表玻璃中。若存在，亦將任何其他表面活性成份稱至表玻璃上。若存在，則將媒介油添加至分散劑中，且用金屬匙攪拌混合物直至分散劑完全混合至媒介油中。以最小粒徑分布開始依次將熱傳導顆粒添加至分散劑/媒介油混合物中。用金屬匙將每一熱傳導顆粒分布分散至分散劑/媒介油混合物中，接著添加下一分布類型之熱傳導顆粒。若需要，在烘箱(110°C)中加熱熱傳導潤滑脂組合物以減少組合物之黏度，以促進熱傳導顆粒之混合及/或隨後熱傳導顆粒之添加。將所得熱傳導潤滑脂轉移且儲存在封口玻璃瓶中。

在熱傳導顆粒預分散之狀況下，計算細的熱傳導顆粒分布上所承載之分散劑量。接著測定調配所需剩餘分散劑之量，且將其稱至表玻璃上。剩餘步驟係同等於如上所述之彼等步驟。

混合程序 I

將抗氧化劑及二氧化矽稱至直徑為 115 mm 之表玻璃中。

接著添加分散劑及媒介油，接著添加細的熱傳導顆粒分布及中等熱傳導顆粒分布。用金屬匙攪拌混合物直至成份組合為平滑及均勻之摻合物。接著添加粗顆粒，且再次用金屬匙攪拌/攪和表玻璃內含物直至複合物為平滑及均勻摻合物。(若需要，在設定在約100-110°C之熱空氣再循環烘箱中加熱混合物以減小樣品黏度且使其更易及更完全混合及分散)。在最後礦物分布已添加及完全分散之後，接著將所得TIM轉移至玻璃小瓶中，封口且保存以用於熱測試。

混合程序II

將抗氧化劑、二氧化矽或碳黑、分散劑封裝及載體流體全部稱至聚丙烯瓶("Max 100 g White Cup"，來自Flacktek, Inc., Landrum, SC)中。接著將最細之礦物分布稱至杯中，且將杯用相應螺旋蓋蓋上且插入Speedmixer DAC FV(來自Flacktek, Inc.)中。Speedmixer係在3000 rpm下運行30秒。打開該單元，移除杯且打開，且將下一粗粒徑稱至杯中。再次閉合杯，將其插入Speedmixer中，且在3000 rpm下運行30秒。再次打開該元件，移除杯且打開之，且將最粗粒徑稱至杯中。閉合杯，將其插入Speedmixer中，且在3000 rpm下運行30秒。Speedmixer在3300 rpm下運行另一循環，歷時1分鐘。視情況將含有鋁粉之混合物加熱至約100°C且在Speed mixer中在3300 rpm下運行另一分鐘以保證成份組合為平滑及均勻之摻合物。所得TIM材料係儲存在混合杯中。

實例 1-64

實例 1-64 之組合物展示於表 1 中。實例 A-N 及 65-74 之組合物顯示於表 2 中。表 3 顯示源自所選實例之體積電導率及熱阻抗之量測的資料。表 4 顯示所選實例之黏度資料。

表 1

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
1	HATCOL 1106(0.32) ; HATCOL 3371(0.32)	SOLSPERSE 39000(0.36)	--	GC 20000 (2.12) (0.3)	GC 4000 (2.97) (3.0)	GC 400 (3.92) (35)
2	HATCOL 1106(0.37) ; HATCOL 3371(0.37)	SOLSPERSE 39000(0.36)	--	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.97) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
3	HATCOL 1106(0.42) ; HATCOL 3371(0.42)	SOLSPERSE 39000 (0.35)	--	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.91) (3.0)	GC 400 (3.84) (35)
4	HATCOL 3371 (1.60)	SOLSPERSE 39000 (0.90)	--	GC 20000 (5.28) (0.3)	GC 4000 (7.40) (3.0)	GC 400 (9.81) (35)
5	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
6	HATCOL 3371 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.35)	--	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.90) (3.0)	GC 400 (3.82) (35)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
7	-	SOLSPERSE 39000(1.10)	--	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.90) (35)
8	HATCOL 1106(0.37) ; HATCOL 3371(0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
9	HATCOL 1106(0.37) ; HATCOL 3371(0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	HIMOD (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
10	HATCOL 3371 (0.75)	SOLSPERSE 39000 (0.18)	GAFAC RE 610 (0.18)	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.87) (35)
11	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
12	HATCOL 3371 (0.57)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	TCPA HATCOL 3371 (0.27)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.90) (35)
13	HATCOL 1106 (0.37) ; HATCOL 3371(0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	硬脂酸鋰 (0.09)	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
14	HATCOL 3371 (0.15)	SOLSPERSE 39000 (0.08)	2,2'聯吡啶乙 烯雙柳亞胺 (0.02)	GC 20000 (0.50) (0.3)	GC 4000 (0.70) (3.0)	GC 400 (0.93) (35)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
15	HATCOL 3371 (0.15)	SOLSPERSE 39000 (0.08)	乙烯雙柳亞 胺(0.02)	GC 20000 (0.49) (0.3)	GC 4000 (0.69) (3.0)	GC 400 (0.92) (35)
16	HATCOL 3371 (0.16)	SOLSPERSE 39000 (0.09)	BYK 361 (0.03)	GC 20000 (0.53) (0.3)	GC 4000 (0.74) (3.0)	GC 400 (0.98) (35)
17	HELOXY 71 (0.83)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	--	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.87) (35)
18	HELOXY 71 (0.94)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	--	WA 30000 (2.09) (0.25)	WA 4000 (3.00) (3.0)	WA 500 (3.83) (30)
19	HATCOL 3371 (0.94)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	--	WA 30000 (2.07) (0.25)	WA 4000 (2.90) (3.0)	WA 500 (3.83) (30)
20	TONE 305 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.35)	--	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.90) (3.0)	GC 400 (3.83) (35)
21	TONE 305 (0.75)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	磺化雙(戊烷 二己內酯) (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
22	TONE 305 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	TCPA改質之 TONE 305 (0.09)	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.90) (3.0)	GC 400 (3.83) (35)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
23	TONE 305 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.91) (3.0)	GC 400 (3.85) (35)
24	TONE 305 (0.75)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
25	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.90) (35)
26	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
27	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
28	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	磺化戊二醇 己內酯 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
29	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC(3.88) (80)
30	HATCOL 1106 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC(3.89) (80)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
31	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.94) (9.0)	F180 SiC (3.88) (80)
32	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610(0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 1200 (2.93) (13.5)	F180 SiC (3.89) (80)
33	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	PEG二硬脂 酸酯 (0.09)	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC (3.88) (80)
34	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	iC8改質之二 氧化矽奈米 粒子 (0.01)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC(3.89) (80)
35	HATCOL 1106 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC (3.88) (80)
36	--	SOLSPERSE 39000 (0.80)	--	DP 1 (2.16) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.04) (30)
37	HATCOL 2300 (0.25)	SOLSPERSE 39000 (0.55)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
38	HATCOL 2300 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.14) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.03) (30)
39	HATCOL 2930 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.18) (0.25)	DP 2 (3.05) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
40	HATCOL 3165 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.15) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
41	HATCOL 3371 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.18) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
42	HATCOL 3371 (0.83)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	--	GC 20000 (2.09)	GC 4000 (2.92)	GC 400 (3.89)
43	HELOXY 71 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	DP 1 (2.10) (0.25)	DP 2 (2.93) (6.0)	DP 2 (3.89) (60)
44 (1)	HELOXY 71 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 2 (0.83) (0.1)	DP 2 (1.43) (1.0)	DP 2 (2.53) (9.0)
45	HELOXY 71 (1.08)	SOLSPERSE 39000 (0.92)	--	DP 1 (5.40) (0.25)	DP 2 (7.58) (6.0)	DP 2 (10.0) (60)
46	HATCOL 1106 (1.15)	SOLSPERSE 24000 (0.13)	--	DP 1 (3.55) (0.25)	DP 2 (6.50) (3.0)	DP 2 (11.0) (30)
47 (2)	HATCOL 1106 (0.51)	SOLSPERSE 24000 (0.31)	--	DP 1 (2.54) (0.25)	DP 2 (4.66) (3.0)	DP 2 (7.94) (30)
48 (2)	HATCOL 1106 (0.35)	SOLSPERSE 24000 (0.46)	--	DP 1 (2.53) (0.25)	DP 2 (4.67) (3.0)	DP 2 (7.96) (30)
49	HATCOL 1106 (0.51)	SOLSPERSE 39000 (0.46)	--	DP 1 (2.39) (0.25)	DP 2 (4.69) (3.0)	DP 2 (7.94) (30)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
50 (2)	HATCOL 1106 (0.73)	SOLSPERSE 24000 (0.21)	--	DP 2 (2.14) (1.0)	DP 2 (2.99) (6.0)	DP 2 (3.97) (30)
51 (2)	HELOXY 71 (0.74)	SOLSPERSE 24000 (0.21)	--	DP 2 (2.12) (1.0)	DP 2 (2.96) (6.0)	DP 2 (3.98) (30)
52 (2)	HATCOL 1106 (0.74)	SOLSPERSE 24000 (0.25)	--	DP 1 (2.10) (0.5)	DP 2 (2.98) (6.0)	DP 2 (4.00) (45)
53 (2)	HELOXY 71 (0.76)	SOLSPERSE 24000 (0.24)	--	DP 1 (2.10) (0.5)	DP 2 (2.97) (6.0)	DP 2 (3.98) (45)
54 (2)	HELOXY 71 (0.63)	SOLSPERSE 24000 (0.04)	--	DP 1 (2.25) (0.25)	DP 2 (3.08) (3.0)	DP 2 (4.05) (30)
55	HELOXY 71 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.16)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.06) (3.0)	DP 2 (4.05) (30)
56	HELOXY 71 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.15)	--	DP 1 (1.78) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.63) (30)
57	HELOXY 71 (0.55)	SOLSPERSE 39000 (0.15)	--	DP 1 (1.90) (0.25)	DP 2 (3.02) (3.0)	DP 2 (4.28) (30)
58	HATCOL 2949 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.17) (0.25)	DP 2 (3.02) (3.0)	DP 2 (4.03) (30)
59	HATCOL 2300 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.02) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)	顆粒 (g) (D ₅₀ , μm)
60	HATCOL 2999 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.16) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.01) (30)
61	HATCOL 5150 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.03) (30)
62	HELOXY 505 (0.63)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.14) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.04) (30)
63	HELOXY 71 (0.78)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	GC 8000 (2.12)	GC 2000 (2.98)	F180 SiC(3.96)
64	HELOXY 71 (0.70)	SOLSPERSE 39000 (0.20)	--	DP 1 (1.91) (0.25)	GC 4000 (2.67)	GC 700(3.54)

實例 44 含有第 4 熱傳導顆粒 DP 2(4.41 公克)(60 μm)。

實例 46-48 及 50-54 使用根據以上所述研磨程序及樣品製備所製備之 0.25、0.50 或 1.0 μm 預分散金剛石顆粒。

實例 A-N 及 65-74

除如下文指示外，將組份個別稱至表玻璃中且混合如下。最初藉由用金屬匙攪拌，將二氧化矽、抗氧化劑、分散劑及媒介油與細及中等熱傳導顆粒組合，直至成份組合為平滑及均勻摻合物。接著添加最大顆粒，且再次用金屬匙攪拌/攪和表玻璃之內含物直至複合物為平滑及均勻之摻合物。若需要，熱傳導潤滑脂組合物在烘箱(110℃)中加熱以減少組合物之黏度，以促進熱傳導顆粒混合及/或隨

後熱傳導顆粒添加。將所得熱傳導潤滑脂轉移且儲存在封口玻璃瓶中。除製備抗氧化劑、二氧化矽、分散劑與載體流體之約16.5公克預摻合物外，某些樣品之製備與以上相同。用金屬匙攪拌混合物直至成份組合為平滑及均勻之摻合物。接著在乾淨表玻璃上在攪拌下將約0.824公克預摻合物與細及中等熱傳導顆粒組合，接著與最大顆粒組合。某些樣品及預摻合組合物描述如下。

"預摻合物A" 組份	添加至摻合物 (g)	"預摻合物B" 組份	添加至摻合物 (g)
HATCOL 1106	9.10	HATCOL 1106	8.49
SOLSPERSE 39000	5.50	SOLSPERSE 16000	5.52
RHODAFAC RE610	1.83	RHODAFAC RE610	1.84
IRGANOX 1010	0.0076	IRGANOX 1010	0.159
膠狀二氧化矽	0.025	膠狀二氧化矽	0.479
總重量：	16.4626	總重量：	16.488

使用預摻合物A製備實例J、K、L及I。使用預摻合物B製備實例65、67及71及實例M及N。

表 2

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	抗氧化劑 (g) 二氧化矽 (g)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)
I	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	WA500 (5.24) (30)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	抗氧化劑 (g) 二氧化矽 (g)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)
J	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	KADOX 911 (1.30) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	GC F320 (5.24) (29)
A	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0075) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	GC600 (5.24) (20)
B	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0081) OX-50 (0.028)	KADOX 930 (1.31) (0.3)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	GC600 (5.24) (20)
C	HATCOL 1106 (0.52)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0077) OX-50 (0.027)	KADOX 930 (1.29) (0.3)	Sph. Al (2.59) (3-4.5)	GC600 (5.18) (20)
65	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0080) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	WA6000 (2.62) (2.0)	Sph. Al (5.24) (17-30)
66	HATCOL 1106 (0.52)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0090) OX-50 (0.027)	KADOX 930 (1.29) (0.3)	GC6000 (2.59) (2.0)	Sph. Al (5.18) (17-30)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	抗氧化劑 (g) 二氧化矽 (g)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)
67	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0079) OX-50 (0.023)	KADOX 911 (1.31)) (0.1)	GC6000 (2.62) (2.0)	Sph. Al (5.24) (17-30)
K	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	T Dia. (1.30) (0.25)	G Dia, (2.62) (3.0)	G Dia. (5.24) (30)
D	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0087) OX-50 (0.024)	T Dia. (1.31) (0.25)	G Dia. (2.62) (3.0)	G Dia. (5.24) (30)
E	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0077) OX-50 (0.026)	H Dia. (1.31) (0.25)	H Dia. (2.62) (2-3)	H Dia. (5.24) (20-30)
68	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0080) OX-50 (0.022)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	G Dia. (2.62) (1.5)	Sph. Al (5.24) (3-4.5)
69	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0076) OX-50 (0.022)	KADOX 930 (1.31) (0.3)	G Dia. (2.62) (3.0)	Sph. Al (5.24) (17-30)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	抗氧化劑 (g) 二氧化矽 (g)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)
70	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0092) OX-50 (0.023)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	G Dia. (2.62) (1.5)	Sph. Al (5.24) (17-30)
71	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0079) OX-50 (0.023)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	H Dia. (2.62) (2-3)	Sph. Al (5.24) (17-30)
M	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0080) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.30) (0.1)	H Dia. (2.62) (2-3)	H Dia. (5.24) (20-30)
L	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	G Dia. (5.24) (30)
N	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	H Dia. (5.24) (20-30)
72	HATCOL 1106 (0.35)	SOLSPERSE 16000 (0.17)	RHODAFAC RE-610 (0.06)	IRGANOX 1010 (0.0066) OX-50 (0.018)	KADOX 911 (0.583) (0.1)	G Dia. (1.18) (3.0)	Nickel (7.64) (-400 篩 目)

實例	媒介油 (g)	分散劑 (g)	分散劑 (g)	抗氧化劑 (g) 二氧化矽 (g)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)	顆粒 (g) D ₅₀ (μ)
73	HATCOL 1106 (0.16)	SOLSPERSE 16000 (0.09)	RHODAFAC RE-610 (0.04)	IRGANOX 1010 (0.0027) OX-50 (0.0085)	KADOX 911 (0.310) (0.1)	GC4000 (0.572) (3.0)	鎢 (8.81) (-325 篩 目)
74	HATCOL 1106 (0.16)	SOLSPERSE 16000 (0.09)	RHODAFAC RE-610 (0.04)	IRGANOX 1010 (0.0042) OX-50 (0.010)	KADOX 911 (0.300) (0.1)	G Dia. (0.62) (3.0)	鎢 (8.77) (-325 篩 目)
F	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.28)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0077) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (0.789) (0.1)	Sph. 鎢 (4.16) (<5)	H Dia. (4.23) (20-30)
G	HATCOL 1106 (0.29)	SOLSPERSE 16000 (0.19)	RHODAFAC RE-610 (0.06)	IRGANOX 1010 (0.0070) OX-50 (0.015)	KADOX 911 (0.538) (0.1)	鎢 (6.24) (1-5)	GC600 (2.66) (20)
H	HATCOL 1106 (0.28)	SOLSPERSE 16000 (0.19)	RHODAFAC RE-610 (0.06)	IRGANOX 1010 (0.0048) OX-50 (0.015)	KADOX 911 (0.539) (0.1)	鎢 (6.07) (1-5)	H Dia. (2.84) (20-30)

表 3

實例	體積電導率 (W/m-K)	100 μm 公尺 棒間隙下熱阻抗 (°C-cm ² /W)
1	3.71	0.497
2	3.50	0.542

實例	體積電導率 (W/m-K)	100 μm 公尺 棒間隙下熱阻抗 ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$)
3	2.86	0.555
4	4.18	0.518
5	3.53	0.476
6	3.21	0.602
7	4.19	0.355
8	3.74	0.520
9	3.42	0.548
10	3.84	0.431
11	4.24	0.444
12	3.52	0.425
13	3.71	0.528
14	3.78	0.464
15	3.77	0.532
16	3.58	0.555
17	4.24	0.644
18	3.86	0.547
19	3.15	0.482
20	3.54	0.616
21	3.62	0.622
22	4.10	0.608
23	3.71	0.638
24	3.91	0.580
25	3.95	0.545
26	3.93	0.63
27	3.44	0.605
28	3.44	0.604
29	4.45	0.652

實例	體積電導率 (W/m-K)	100 μm 公尺 棒間隙下熱阻抗 ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$)
30	3.49	0.628
31	3.84	0.625
32	3.65	0.582
33	3.28	0.507
34	3.01	0.569
35	3.63	0.595
36	5.01	0.409
37	4.92	0.389
38	4.58	0.451
39	3.71	0.464
40	4.47	0.514
41	4.23	0.451
42	2.73	0.412
43	3.52	0.662
44	5.88	0.491
45	5.62	0.519
46	4.35	0.473
47	6.31	0.421
48	6.80	0.388
49	6.12	0.395
50	3.18	0.821
51	3.33	0.728
52	2.78	0.871
53	2.96	0.839
54	4.11	0.535
55	4.00	0.403
56	5.22	0.351

實例	體積電導率 (W/m-K)	100 μm 公尺 棒間隙下熱阻抗 ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$)
57	4.92	0.372
58	2.44	0.398
59	3.35	0.514
60	3.62	0.562
61	3.56	0.596
62	4.18	0.501
63	4.24	0.644
64	2.73	0.412
I	3.94	0.374
J	4.78	0.275
A	4.64	0.327
B	4.59	0.336
C	3.80	0.411
65	4.81	0.323
66	5.06	0.310
67	6.12	0.261
K	4.96	0.277
D	5.05	0.315
E	4.61	0.322
68	5.50	0.280
69	5.31	0.306
70	5.27	0.263
71	5.16	0.288
72	3.30	0.395
73	4.32	0.404
74	3.94	0.404
M	5.08	0.304

實例	體積電導率 (W/m-K)	100 μ m 公尺 棒間隙下熱阻抗 ($^{\circ}$ C-cm ² /W)
L	4.27	0.346
N	4.88	0.325
F	3.23	0.377
G	3.24	0.405
H	3.40	0.405
CE 1	2.49	0.766
CE 2	2.54	0.665
CE 3	3.44	0.383
CE 4	3.39	0.344

CE 1=ShinEtsu G751，樣品 1；CE 2=ShinEtsu G751，樣品 2；CE 3=Dow Corning TC5022；CE 4=ShinEtsu G751，樣品 3

表 4

實例	在25 $^{\circ}$ C及1.25/sec 剪切速率下0.5 mm 間隙 η (mPa.s)	在125 $^{\circ}$ C及1.25/sec 剪切速率下0.25及 0.5 mm間隙平均 η (mPa.s)	在125 $^{\circ}$ C及1.25/sec 剪切速率下0.25 mm 間隙 η (mPa.s)
26	--	4.4E+04	5.8E+04
28	--	1.1E+06	1.0E+06
30	2.7E + 06	--	1.3E+04
31	--	9.2E+04	7.9E+04
32	--	2.5E+04	3.8E+04
35	--	--	1.7E+04
43	--	4.2E+04	2.9E+04
44	--	--	2.4E+05
45	4.4E + 06	--	--
CE 1	1.2E + 06	4.3E+05	3.1E+05

使用表6中報導之量，藉由以上所述之混合方法製備表5
中報導之組合物。

表 5

實例	載劑	第一 分散劑	抗氧化劑 及二氧化矽 (OX-50) 或碳黑(CB)	第一 礦物及 D ₅₀ (μ)	第二 礦物及 D ₅₀ (μ)	第三 礦物及 D ₅₀ (μ)
75	Hatcol 3371	Solsperse 39000	(無)	T Dia (0.25)	G Dia (3.0)	G Dia (30)
76	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & OX-50	ZnO (0.1)	G Dia (1.0)	Sph. Al (10-14)
77	Hatcol 5068	Solsperse 16000	Irganox 1010 & OX-50	H Dia (0.25)	H Dia (2-3)	H Dia (25-30)
78	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & OX-50	ZnO (0.1)	H Dia (0.5-1.5)	Sph. Al (10-14)
79	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	H Dia (0.25)	H Dia (2-3)	H Dia (25-30)
80	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	ZnO (0.1)	H Dia (0.5-1.5)	Sph. Al (10-14)
81	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	ZnO (0.3)	GC8000 (1.0)	Sph. Al (10-14)
82	Hatcol 1106	Solsperse 39000	Irganox 1010 & CB	H Dia (0.25)	H Dia (2-3)	H Dia (25-30)
83	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	H Dia (0.25)	H Dia (2-3)	H Dia (25-30)
84	Hatcol 1106	Solsperse 39000	Irganox 1010 & CB	ZnO (0.3)	GC8000 (1.0)	Sph. Al (10-14)
85	Hatcol 3371	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	ZnO (0.3)	GC8000 (1.0)	Sph. Al (10-14)
86	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	ZnO (0.1)	H Dia (2-3)	H Dia (25-30)
87	Hatcol 1106	Solsperse 16000	Irganox 1010 & CB	H Dia (0.25)	H Dia (0.5-1.5)	Sph. Al (10-14)

表 6

量以公克計。

實例	載劑	第一 分散劑	抗氧化劑	OX-50 或CB	顆粒			固體 Wt%
					第一	第二	第三	
75	0.5240	0.2762	-	-	2.18	3.04	4.02	92
76*	5.2763	2.7322	0.0901	0.2703	12.96	25.93	51.85	91
77	0.4230	0.3693	0.0077	0.0226	1.3100	2.6217	5.2452	92
78	10.50	7.24	0.20	0.53	25.98	51.90	103.71	91
79	0.4238	0.3671	0.0083	0.0245	1.3120	2.6223	5.2432	92
80	0.5261	0.3650	0.0090	0.0256	1.2961	2.5913	5.1863	91
81	0.8362	0.3520	0.0123	0.0364	1.2555	2.5060	5.0053	88
82	0.4241	0.3689	0.0090	0.0254	1.3102	2.6216	5.2478	92
83	8.46	7.36	0.16	0.49	26.21	52.44	104.89	92
84	0.6303	0.3603	0.0114	0.0303	1.2809	2.5630	5.1271	90
85	0.6298	0.3594	0.0111	0.0321	1.2806	2.5627	5.1251	90
86	0.4234	0.3690	0.0092	0.0246	1.3116	2.6224	5.2448	92
87	0.4245	0.3681	0.0090	0.0241	1.3105	2.6215	5.2456	92

*實例 76 亦含有 0.9111 g 分散劑 Rhodafac RE-610。

表 7

實例	熱測試	k W/mK	100 μm 下 θ ($^{\circ}\text{C cm}^2/\text{W}$)
75	延長	4.76	0.206
76	延長	4.37	0.203
77	延長	4.15	0.277
78-A	延長	3.20	0.137
78-B	延長	4.29	0.293
78-C	延長	4.35	0.301
80	延長	4.01	0.246
81	延長	3.48	0.384
82	延長	5.20	0.226
83	延長	4.62	0.242
86	延長	4.52	0.319
87	延長	5.07	0.255
78	正常	4.07	0.303
79	正常	4.81	0.235
80	正常	4.11	0.289
84	正常	3.99	0.292
85	正常	3.84	0.317

實例 78-B 為實例 78-A 之重複。實例 78-C 將相同組合物
(與實例 78-A 及 78-B 中組合物相同) 暴露在定在 80°C 下之烘

箱中約16小時，接著將樣品冷卻至室溫，接著執行延長測試。

表 8：自 "延長測試" 之觀測

實例	延長時間 下之間隙 (μm)	最終間 隙(μm)	觀測
75	408	46	無特定行為下間隙靠近
76	235	66	無特定行為下間隙靠近
77	454	50	無特定行為下間隙靠近
78-A	342	281	緩慢及在高壓下間隙接近281
78-B	314	314	間隙不接近至"延長溫度"間隙以下
78-C	210	210	間隙不接近至"延長溫度"間隙以下
80	410	205	在額外重量及相當大振動頭部下使間隙被迫靠近
81	210	209	間隙不接近至"延長溫度"間隙以下
82	277	53	無特定行為下間隙接近
83	403	47	無特定行為下間隙接近
84	432	432	間隙不接近至"延長溫度"間隙以下
85	337	337	間隙不接近至"延長溫度"間隙以下
86	470	35	無特定行為下間隙接近
87	416	42	無特定行為下間隙接近

熟習此項技術者顯而易見不偏離本發明之範疇及精神的
本發明之可預見修改及改變。本發明不應限於在本申請案
中闡述以達成說明之目的之實施例。

五、中文發明摘要：

本發明係關於可含有媒介油、分散劑及熱傳導顆粒之熱傳導潤滑脂，其中該等熱傳導顆粒為至少三種分布類型之熱傳導顆粒之混合物，至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之每一者具有與其他平均粒徑相差至少5倍之平均(D_{50})粒徑。本發明之熱傳導潤滑脂在敷設/塗佈期間及使用包含此等材料之裝置期間展示合乎需要之流變特性。

六、英文發明摘要：

The invention relates to thermally conductive greases that may contain carrier oil(s), dispersant(s), and thermally conductive particles, wherein the thermally conductive particles are a mixture of at least three distributions of thermally conductive particles, each of the at least three distributions of thermally conductive particles having an average (D_{50}) particle size which differs from the other average particle sizes by at least a factor of five. The thermally conductive greases of the invention exhibit desirable rheological behavior during installation/application and during use of devices involving these materials.

十、申請專利範圍：

1. 一種熱傳導潤滑脂，其包含：

0至約49.5重量百分比之媒介油；

約0.5至約25重量百分比之至少一種分散劑；及

至少約49.5重量百分比之熱傳導顆粒，其中該等熱傳導顆粒包含至少三種分布類型之熱傳導顆粒之混合物，該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之每一者具有與其他分布類型相差至少5倍之平均(D₅₀)粒徑。

2. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之每一者具有與其他分布類型相差至少7.5倍之平均(D₅₀)粒徑。

3. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之每一者具有與其他分布類型相差至少10倍之平均(D₅₀)粒徑。

4. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該等熱傳導顆粒包含選自由下列各材料組成之群之材料：金剛石、碳化矽、氧化鋁、氮化硼(六角形或立方形)、碳化硼、二氧化矽、石墨、非晶形碳、多晶金剛石、氮化鋁、鋁、氧化鋅、鎳、鎢、銀及其組合。

5. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該分散劑包含選自由下列各物組成之群之分散劑：非離子分散劑、聚合分散劑、離子分散劑、無機分散劑及其組合。

6. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中媒介油係以約0.5至約20重量百分比之量存在。

7. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之一者具有在約0.02至約5微米之範圍內的平均粒徑。
8. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之一者具有在約0.10至約50.0微米之範圍內的平均粒徑。
9. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之一者具有在約0.50至約500微米之範圍內的平均粒徑。
10. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少一種分散劑包含離子分散劑及聚合分散劑。
11. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其進一步包含第四種分布類型之熱傳導顆粒。
12. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該等熱傳導顆粒包含金剛石與碳化矽顆粒之混合物。
13. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒基本上不重疊。
14. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒具有最小重疊。
15. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中具有最大平均(D_{50})粒徑之分布類型之顆粒包含金屬顆粒或球形鋁顆粒。
16. 如請求項15之熱傳導潤滑脂，其中該等熱傳導顆粒包含金剛石與金屬顆粒之混合物。
17. 如請求項15之熱傳導潤滑脂，其中具有中等平均(D_{50})粒

徑之分布類型之顆粒包含碳化矽或金剛石顆粒。

18. 如請求項15之熱傳導潤滑脂，其中具有第三大或較小之平均(D_{50})粒徑之分布類型的顆粒包含氧化鋅顆粒。
19. 如請求項1之熱傳導潤滑脂，其中具有最大平均(D_{50})粒徑之分布類型之顆粒包含球形鋁顆粒，具有中等平均(D_{50})粒徑之分布類型之顆粒包含碳化矽或金剛石顆粒，除最大平均及中等平均外之分布類型之顆粒包含氧化鋅顆粒，且其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒具有最小重疊或基本上係不重疊。
20. 如前述請求項中任一項之熱傳導潤滑脂，其中該潤滑脂在約50°C以上之溫度下老化約12小時後實質上係抗流動。
21. 如前述請求項中任一項之熱傳導潤滑脂，其中該潤滑脂在約50°C以上之溫度下老化約12小時後變得實質上剛硬。
22. 如請求項1-21中任一項之熱傳導潤滑脂，其中該等熱傳導顆粒包含選自由下列各材料組成之群之材料：金剛石、碳化矽、氧化鋁、鎢、鎳、氮化硼(六角形或立方形)、碳化硼、二氧化矽、石墨、非晶形碳、多晶金剛石、氮化鋁、鋁、銀、氧化鋅及其組合。
23. 如請求項1-21中任一項之熱傳導潤滑脂，其中該至少三種分布類型之熱傳導顆粒中之至少一種分布類型的熱傳導顆粒係包含至少兩種不同種類熱傳導顆粒之混合物。
24. 如請求項1-21中任一項之熱傳導潤滑脂，其中該至少三

種分布類型之熱傳導顆粒中之至少一種分布類型的熱傳導顆粒含有與其他顆粒分布類型之熱傳導顆粒不同種類的熱傳導顆粒。

25. 一種微電子封裝，其包含：

一基板；至少一個附接至該基板之微電子熱源；及如前述請求項中任一項之熱傳導潤滑脂，其位於該至少一個微電子熱源上。

26. 如請求項25之微電子封裝，其進一步包含一散熱器且該熱傳導潤滑脂係存在於該微電子熱源與該散熱器之間。

27. 如請求項26之微電子封裝，其進一步包含一熱耗散裝置，其中熱傳導潤滑脂係存在於該散熱器與該熱耗散裝置之間。

28. 一種製造熱傳導潤滑脂之方法，其包含：

提供如請求項1之媒介油、分散劑及熱傳導顆粒；

將該媒介油與該分散劑混合在一起；及

將最精細至最大平均粒徑之該等熱傳導顆粒依次混合至該媒介油及分散劑混合物中。

29. 如請求項28之方法，其中將該等熱傳導顆粒用分散劑預處理，接著將該等熱傳導顆粒混合至該媒介油及分散劑混合物中。

30. 一種製造熱傳導潤滑脂之方法，其包含以下步驟：

提供如請求項1之媒介油、分散劑及熱傳導顆粒；

將該等熱傳導顆粒混合在一起；

將該媒介油與該分散劑混合在一起；及

將該等經混合之熱傳導顆粒與該媒介油及分散劑混合物混合。

31. 如請求項30之方法，其中將該等熱傳導顆粒用分散劑預處理，接著將該等熱傳導顆粒混合至該媒介油及分散劑混合物中。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：(無)

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)