



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110191925 A

(43)申请公布日 2019.08.30

(21)申请号 201880007444.4

诹访刚史 伊左治忠之 小泽雅昭

(22)申请日 2018.01.17

(74)专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专

(30)优先权数据

利商标事务所 11038

2017-007138 2017.01.19 JP

代理人 刘强

2017-207728 2017.10.27 JP

(51)Int.Cl.

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

C08L 101/00(2006.01)

2019.07.18

C08K 3/22(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

C08L 29/04(2006.01)

PCT/JP2018/001152 2018.01.17

C08L 63/00(2006.01)

(87)PCT国际申请的公布数据

C08L 75/04(2006.01)

W02018/135517 JA 2018.07.26

C08L 79/08(2006.01)

D01F 9/08(2006.01)

(71)申请人 国立大学法人福井大学

地址 日本福井县

申请人 日产化学株式会社

(72)发明人 中根幸治 高淑雅 大越章由

权利要求书2页 说明书15页 附图2页

(54)发明名称

高导热性材料及其制造方法

(57)摘要

提供高导热性材料,其为包含氧化铝纤维片和树脂的高导热性材料,在高导热性材料中含有20~90质量%的上述氧化铝纤维片;以及上述高导热性材料的制造方法,其包含:(1)以包含氧化铝源和水溶性高分子的分散液作为纺丝材料,采用静电纺丝法或干式纺丝法制作包含氧化铝源的纤维片的工序,(2)将所述包含氧化铝源的纤维片烧成,制作氧化铝纤维片的工序,和(3)使树脂浓度为10质量%以下的树脂溶液浸渍所述氧化铝纤维片的工序。

1. 高导热性材料,是包含氧化铝纤维片和树脂的高导热性材料,在高导热性材料中含有20~90质量%的所述氧化铝纤维片。

2. 根据权利要求1所述的高导热性材料,其中,在所述高导热性材料中含有30~80质量%的所述氧化铝纤维片。

3. 根据权利要求1或2所述的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维在一定方向上取向。

4. 根据权利要求1~3中任一项所述的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维包含 α 氧化铝。

5. 根据权利要求4所述的高导热性材料,其中,在所述氧化铝纤维中含有50质量%以上的所述 α 氧化铝。

6. 根据权利要求1~5中任一项所述的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为50~2,000nm。

7. 根据权利要求6所述的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为100~1,000nm。

8. 根据权利要求1~7中任一项所述的高导热性材料,其中,所述树脂为选自聚乙烯醇、聚氨酯树脂、环氧树脂、聚酰亚胺树脂和有机硅树脂中的至少一种。

9. 根据权利要求1~8中任一项所述的高导热性材料,其中,所述高导热性材料的热导率为5W/mK以上。

10. 根据权利要求1~9中任一项所述的高导热性材料,其中,所述高导热性材料的热导率具有各向异性,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比为1.4以上。

11. 根据权利要求1~10中任一项所述的高导热性材料,其中,所述高导热性材料为电绝缘性。

12. 高导热性材料,是包含氧化铝纤维片和树脂的高导热性材料,

(1) 高导热性材料的热导率为5W/mK以上,

(2) 所述氧化铝纤维在一定方向上取向,

(3) 高导热性材料的热导率具有各向异性,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比为1.4以上。

13. 根据权利要求12所述的高导热性材料,其中,所述高导热性材料为电绝缘性。

14. 高导热性材料的制造方法,其包含:

(1) 以包含氧化铝源和水溶性高分子的分散液作为纺丝材料,采用静电纺丝法或干式纺丝法制作包含氧化铝源的纤维片的工序,

(2) 将所述包含氧化铝源的纤维片烧成、制作氧化铝纤维片的工序,和

(3) 使树脂浓度为10质量%以下的树脂溶液浸渍所述氧化铝纤维片的工序。

15. 根据权利要求14所述的高导热性材料的制造方法,其中,在所述高导热性材料中含有20质量%以上的所述氧化铝纤维。

16. 根据权利要求15所述的高导热性材料的制造方法,其中,在所述高导热性材料中含有30质量%以上的所述氧化铝纤维。

17. 根据权利要求14~16中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维在一定方向上取向。

18. 根据权利要求14~17中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝源为选自氧化铝水合物、硝酸铝、硫酸铝、醋酸铝、氯化铝、氢氧化铝和氧化铝中的至少一种。

19. 根据权利要求14~18中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝源的分散液中的浓度为1~40质量%。

20. 根据权利要求14~19中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述水溶性高分子为选自聚乙烯醇、纤维素、纤维素衍生物、聚乙二醇、聚丙二醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚(甲基)丙烯酸、聚(甲基)丙烯酸盐和聚醋酸乙烯酯中的至少一种。

21. 根据权利要求14~20中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述水溶性高分子的分散液中的浓度为5~40质量%。

22. 根据权利要求14~21中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述树脂为选自聚乙烯醇、聚氨酯树脂、环氧树脂、聚酰亚胺树脂和有机硅树脂中的至少一种。

23. 根据权利要求14~22中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述烧成温度为500℃以上。

24. 根据权利要求23所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述烧成温度为1,200℃以上。

25. 根据权利要求14~24中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维包含 α 氧化铝。

26. 根据权利要求14~25中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维的 α 晶结晶率为50质量%以上。

27. 根据权利要求14~26中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为50~2,000nm。

28. 根据权利要求27所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为100~1,000nm。

29. 根据权利要求14~28中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述高导热性材料的热导率为5W/mK以上。

30. 根据权利要求14~29中任一项所述的高导热性材料的制造方法,其中,所述高导热性材料的热导率具有各向异性,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比为1.4以上。

高导热性材料及其制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及高导热性材料及其制造方法。

背景技术

[0002] 近年来,汽车、电机产业中电子设备的小型化、轻质化在发展。另一方面,发热量的增加引起的热失控、热疲劳等成为了课题。以铝等为代表的金属具有高导热性,但从重量、电绝缘性的观点出发存在问题。高导热性树脂材料相对于高导热性金属材料,从轻质化、电绝缘性的观点出发优异,期待替换。因此,广泛地研究了在树脂中复合高导热性且电绝缘性的填料。

[0003] 便携电子设备中的发热有可能对使用者引起烫伤,因此,需要能够将热导入使用者不接触的部分的各向异性导热性材料。在汽车驾驶时产生的发动机的废热已被利用于供暖、除湿、除雪等。在以混合动力汽车为代表的下一代汽车中,从节省油耗的观点出发,发动机工作时间短,产生的废热显著地减少。为了比迄今更有效率地利用废热,需要将热有效率地传到所希望的部分的各向异性导热性材料。

[0004] 为了维持树脂的轻质性、加工性这样的优点,重要的是添加少量导热性填料,有效率地形成传热路径。从这样的观点出发,作为导热性填料的形状,研究了粒子状、板状或纤维状的导热性填料。例如,在专利文献1中公开了将具有不同粒径的3种高导热性氧化铝粒子复合而成的热塑性树脂组合物。另外,在专利文献2中公开了将高导热性无机纤维和高导热性无机粉末复合而成的热塑性树脂组合物。

[0005] 本发明人报道了聚氨酯片材,其包含通过对使勃姆石粒子分散于聚乙烯醇水溶液而成的纺丝液进行静电纺丝、通过烧成将聚乙烯醇除去而得到的氧化铝纤维作为纤维状的导热性填料(非专利文献1)。但是,上述聚氨酯片材中的氧化铝的含量小,对于现有的制造方法而言,增加氧化铝的含量困难,难以获得充分的导热性。

[0006] 现有技术文献

[0007] 专利文献

[0008] 专利文献1:日本特开平5-132576号公报

[0009] 专利文献2:日本特开平8-283456号公报

[0010] 非专利文献

[0011] 非专利文献1:Koji Nakane等人,“Thermal Conductivity of Polyurethane Sheets containing Alumina Nanofibers”,SENI GAKKAISHI第71卷,第1期(2015)

发明内容

[0012] 发明要解决的课题

[0013] 本发明鉴于这样的实际情况而完成,目的在于提供包含适度的量的高导热性氧化铝纤维片和树脂的高导热性材料及其制造方法。

[0014] 用于解决课题的手段

[0015] 本发明人为了实现上述目的反复认真研究,结果发现:通过使规定的浓度以下的树脂溶液浸渍高导热性氧化铝纤维片,从而能够制造包含适度的量的高导热性氧化铝纤维片和树脂的复合体,上述复合体具有充分的导热性,适合用作高导热性材料,完成了本发明。

[0016] 即,本发明提供下述高导热性材料及其制造方法。

[0017] 1. 高导热性材料,是包含氧化铝纤维片和树脂的高导热性材料,在高导热性材料中含有20~90质量%的所述氧化铝纤维片。

[0018] 2. 1的高导热性材料,其中,在所述高导热性材料中含有30~80质量%的所述氧化铝纤维片。

[0019] 3. 1或2的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维在一定方向上取向。

[0020] 4. 1~3中任一项的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维包含 α 氧化铝。

[0021] 5. 4的高导热性材料,其中,在所述氧化铝纤维中含有50质量%以上的所述 α 氧化铝。

[0022] 6. 1~5中任一项的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为50~2,000nm。

[0023] 7. 6的高导热性材料,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为100~1,000nm。

[0024] 8. 1~7中任一项的高导热性材料,其中,所述树脂为选自聚乙烯醇、聚氨酯树脂、环氧树脂、聚酰亚胺树脂和有机硅树脂中的至少一种。

[0025] 9. 1~8中任一项的高导热性材料,其中,所述高导热性材料的热导率为5W/mK以上。

[0026] 10. 1~9中任一项的高导热性材料,其中,所述高导热性材料的热导率具有各向异性,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比为1.4以上。

[0027] 11. 1~10中任一项的高导热性材料,其中,所述高导热性材料为电绝缘性。

[0028] 12. 高导热性材料,是包含氧化铝纤维片和树脂的高导热性材料,

[0029] (1) 高导热性材料的热导率为5W/mK以上,

[0030] (2) 所述氧化铝纤维在一定方向上取向,

[0031] (3) 高导热性材料的热导率具有各向异性,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比为1.4以上。

[0032] 13. 12的高导热性材料,其中,所述高导热性材料为电绝缘性。

[0033] 14. 高导热性材料的制造方法,其包含:

[0034] (1) 以包含氧化铝源和水溶性高分子的分散液作为纺丝材料,采用静电纺丝法或干式纺丝法制作包含氧化铝源的纤维片的工序,

[0035] (2) 将所述包含氧化铝源的纤维片烧成,制作氧化铝纤维片的工序,和

[0036] (3) 使树脂浓度为10质量%以下的树脂溶液浸渍所述氧化铝纤维片的工序。

[0037] 15. 14的高导热性材料的制造方法,其中,在所述高导热性材料中含有20质量%以上的所述氧化铝纤维。

[0038] 16. 15的高导热性材料的制造方法,其中,在所述高导热性材料中含有30质量%以上的所述氧化铝纤维。

[0039] 17. 14~16中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维在一定方向上取向。

[0040] 18. 14~17中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝源为选自氧化铝水合物、硝酸铝、硫酸铝、醋酸铝、氯化铝、氢氧化铝和氧化铝中的至少一种。

[0041] 19. 14~18中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝源的分散液中的浓度为1~40质量%。

[0042] 20. 14~19中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述水溶性高分子为选自聚乙烯醇、纤维素、纤维素衍生物、聚乙二醇、聚丙二醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚(甲基)丙烯酸、聚(甲基)丙烯酸盐和聚醋酸乙烯酯中的至少一种。

[0043] 21. 14~20中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述水溶性高分子的分散液中的浓度为5~40质量%。

[0044] 22. 14~21中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述树脂为选自聚乙烯醇、聚氨酯树脂、环氧树脂、聚酰亚胺树脂和有机硅树脂中的至少一种。

[0045] 23. 14~22中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述烧成温度为500℃以上。

[0046] 24. 23的高导热性材料的制造方法,其中,所述烧成温度为1,200℃以上。

[0047] 25. 14~24中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维包含 α 氧化铝。

[0048] 26. 14~25中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维的 α 结晶率为50质量%以上。

[0049] 27. 14~26中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为50~2,000nm。

[0050] 28. 27的高导热性材料的制造方法,其中,所述氧化铝纤维的平均纤维直径为100~1,000nm。

[0051] 29. 14~28中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述高导热性材料的热导率为5W/mK以上。

[0052] 30. 14~29中任一项的高导热性材料的制造方法,其中,所述高导热性材料的热导率具有各向异性,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比为1.4以上。

[0053] 发明的效果

[0054] 本发明的高导热性材料由于包含适度的量的氧化铝纤维,因此导热性优异。另外,通过使上述氧化铝纤维在一定方向上取向,从而能够制成对于取向方向优先地传热的各向异性传热材料。另外,根据本发明的高导热性材料的制造方法,用简便的工序得到以适度的含量包含导热性优异的氧化铝纤维的高导热性材料。

附图说明

[0055] 图1为表示本发明中的静电纺丝法的概略说明图。

[0056] 图2为实施例2中得到的氧化铝纤维的扫描型电子显微镜照片。

[0057] 图3为实施例2中得到的氧化铝纤维的X射线衍射图。

[0058] 图4为实施例7中得到的氧化铝纤维与聚乙烯醇的复合体的扫描型电子显微镜照片。

具体实施方式

[0059] [高导热性材料]

[0060] 本发明的高导热性材料包含氧化铝纤维片和树脂。

[0061] 上述氧化铝纤维优选包含 α 氧化铝。通过包含 α 氧化铝,从而能够获得更高的导热性。就上述 α 氧化铝而言,在氧化铝纤维中优选含有50质量%以上,更优选含有90质量%以上,进一步优选含有99质量%以上。另外,就 α 氧化铝而言,可含有100质量%,通常为99.9质量%以下。

[0062] 上述氧化铝纤维可包含 α 氧化铝以外的成分。作为 α 氧化铝以外的成分,可列举出 γ 氧化铝、 δ 氧化铝、 θ 氧化铝、非晶氧化铝等。在包含 α 氧化铝以外的成分的情况下,就其含量而言,在氧化铝纤维中优选50质量%以下,更优选10质量%以下,进一步优选1质量%以下。

[0063] 就上述氧化铝纤维而言,其平均纤维直径优选为50~2,000nm,更优选为100~1,000nm。如果平均纤维直径为上述范围,容易实现与树脂的复合。应予说明,在本发明中平均纤维直径是由氧化铝纤维的扫描型显微镜照片、使用图像解析软件求出的值。另外,上述氧化铝纤维优选为非多孔质。

[0064] 作为本发明的高导热性材料中所含的树脂,例如可列举出聚乙烯醇、聚氨酯弹性体等聚氨酯树脂、环氧树脂、聚酰亚胺系树脂、有机硅树脂、聚偏氟乙烯等聚烯烃系树脂、聚甲基丙烯酸甲酯等(甲基)丙烯酸系树脂、聚乙二醇琥珀酸酯/己二酸酯等聚酯树脂、聚苯乙烯、高抗冲聚苯乙烯、丙烯腈-苯乙烯共聚物、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物、苯乙烯-丁二烯-苯乙烯共聚物、甲基丙烯酸甲酯-苯乙烯共聚物等聚苯乙烯系树脂、聚酰胺系树脂、聚乙烯、聚丙烯、乙烯-醋酸乙烯酯共聚物、乙烯-乙醇共聚物、乙烯-丙烯酸乙酯共聚物、聚碳酸酯系树脂、氯乙烯系树脂、聚丙烯腈、聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚萘二甲酸乙二醇酯、聚萘二甲酸丁二醇酯、聚乳酸、聚-3-羟基丁酸、聚己内酯、聚琥珀酸丁二醇酯、聚环氧乙烷、聚苯醚系树脂、聚缩醛系树脂、聚醚砜树脂、聚砜树脂、聚苯硫醚树脂、聚乙醇酸、改性淀粉、醋酸纤维素、三醋酸纤维素、甲壳质、壳聚糖、木质素等。这些中,优选聚乙烯醇、聚氨酯树脂、环氧树脂、聚酰亚胺树脂、有机硅树脂等。上述树脂可1种单独地使用,也可将2种以上组合使用。

[0065] 本发明的高导热性材料中的氧化铝纤维片的含量的下限为20质量%,更优选30质量%,进一步优选40质量%,更进一步优选45质量%。另外,其上限为90质量%,优选80质量%,更优选70质量%,进一步优选60质量%,更进一步优选55质量%。通过在上述范围含有氧化铝纤维片,从而获得高的导热性。

[0066] 本发明的高导热性材料具有高的导热性。具体地,热导率能够设为5W/mK以上,优选地能够设为10W/mK以上,更优选地能够设为15W/mK以上。

[0067] 另外,就本发明的高导热性材料而言,通过使氧化铝纤维片中的氧化铝纤维在一定方向上取向,从而能够使导热性具有各向异性。这种情况下,与氧化铝纤维平行方向的热导率对于与氧化铝纤维正交方向的热导率之比优选为1.4以上,更优选为1.5以上,进一步

优选为2.0以上,更进一步优选为2.5以上。再有,对该比的上限并无特别限定,通常为30左右。

[0068] 另外,本发明的高导热性材料优选为电绝缘性。

[0069] [高导热性材料的制造方法]

[0070] 本发明的高导热性材料的制造方法包含:

[0071] (1) 以包含氧化铝源和水溶性高分子的分散液作为纺丝材料,采用静电纺丝法或干式纺丝法制作氧化铝纤维片的工序,

[0072] (2) 将制作的氧化铝纤维片烧成的工序,和

[0073] (3) 使树脂浓度为10质量%以下的树脂溶液浸渍于烧成的氧化铝纤维片的工序。

[0074] [工序(1)]

[0075] 工序(1)是以包含氧化铝源和水溶性高分子的分散液作为纺丝材料、采用静电纺丝法或干式纺丝法制作包含氧化铝源的纤维片的工序。

[0076] 作为上述氧化铝源,优选氧化铝水合物、硝酸铝、硫酸铝、醋酸铝、氯化铝、氢氧化铝、氧化铝等,特别优选氧化铝一水合物。作为上述氧化铝源,能够优选地使用勃姆石粒子、氧化铝溶胶等。作为上述勃姆石粒子,并无特别限定,例如可列举出Sasol社制“DISPERAL”和“DISPAL”、河合石灰(株)制“セラシュール”(注册商标)、大明化学工业(株)制“勃姆石粉体”等。另外,作为氧化铝溶胶粒子,并无特别限定,例如可列举出日产化学工业(株)制氧化铝溶胶“AS-200”、“AS-550”、“AS-520”、川研ファインケミカル(株)制氧化铝溶胶“10A”、“10C”、“10D”、“A2”、“CSA-110A”、“F-1000”、“F-3000”、多木化学(株)制バイラル(注册商标)“A1-L7”、“A1-ML15”、“A1-C20”、“AS-110”等。上述氧化铝源可单独使用1种,也可将2种以上组合使用。就上述氧化铝源的含量而言,在分散液中优选1~40质量%,更优选2~30质量%,进一步优选3~20质量%。

[0077] 作为上述水溶性高分子,例如可列举出聚乙烯醇、纤维素、纤维素衍生物、聚乙二醇、聚丙二醇、聚乙烯基吡咯烷酮、聚(甲基)丙烯酸、聚(甲基)丙烯酸盐、聚醋酸乙烯酯等。它们可1种单独地使用,也可将2种以上组合使用。就上述水溶性高分子的含量而言,在分散液中优选5~40质量%,更优选5~30质量%,进一步优选5~20质量%。

[0078] 作为在上述分散液中可使用的溶剂,能够将上述水溶性高分子溶解、将氧化铝源分散的水为宜。进而,可将2种以上在水中溶解的溶剂混合。作为可在水中混合的溶剂,例如可列举出丙酮、甲醇、乙醇、异丙醇、丁醇、甲乙酮(MEK)、异丁基甲基酮(MIBK)、丙二醇单甲基醚(PGME)、丙二醇单甲基醚乙酸酯(PGMEA)、丙二醇单乙基醚、丁基溶纤剂、四氢呋喃(THF)、1,4-二噁烷、N,N-二甲基甲酰胺(DMF)、N,N-二甲基乙酰胺(DMAc)、N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)、环己酮、乳酸乙酯、二甘醇单乙基醚、 γ -丁内酯、甲酸、醋酸、三氟醋酸等。在包含其他溶剂的情况下,就其含量而言,只要上述水溶性高分子可溶解,则并无特别限定。

[0079] 图1为表示本发明中的静电纺丝法的概略说明图。静电纺丝法中,将纺丝液从利用电压供给装置1施加了电压的金属喷嘴2向接地的收集器3射出。是在纺丝液飞散中溶剂挥发、固体成分以纤维状集聚于收集器3的方法。

[0080] 静电纺丝法能够采用市售的装置进行。适当地选择纺丝条件,例如,纺丝距离4(金属喷嘴-转鼓型收集器间距离)能够设为5~30cm,金属喷嘴与转鼓型收集器间的施加电压能够设为5~40kV,纺丝液射出量能够设为0.1~5.0mL/小时,转鼓型收集器的转数能够设

为50~4,000转/分。

[0081] 此时,通过将金属喷嘴射出的纤维卷绕于以高速旋转的转鼓,从而能够得到氧化铝纤维在一定方向上取向的片材。如果氧化铝纤维在一定方向上取向,则有效率地形成导热性的路径,也进一步赋予各向异性,因此优选。

[0082] 干式纺丝法能够采用市售的装置进行。适当地选择纺丝条件,例如,纺丝温度能够优选地设为65~105℃,更优选地设为70~95℃,进一步优选地设为75~85℃。

[0083] [工序(2)]

[0084] 工序(2)是将工序(1)中制作的包含氧化铝源的纤维片烧成、制作氧化铝纤维片的工序。上述烧成温度优选500℃以上,更优选800℃以上,进一步优选1,000℃以上,更进一步优选1,200℃以上。特别地,如果在1,200℃以上进行烧成,则得到的氧化铝纤维片中的氧化铝变化为 α 晶,能够获得更高的导热性。

[0085] 烧成能够使用电炉、气体炉等烧成炉进行。另外,烧成能够在大气气氛下、氧气气氛下进行,优选来自聚乙烯醇的碳成分消失的条件。

[0086] 烧成时间优选1小时以上,更优选3小时以上,进一步优选5小时以上。对烧成时间的上限并无特别限定,优选为10小时,更优选为8小时。如果烧成时间为上述范围,则来自聚乙烯醇的碳成分的消失和氧化铝的 α 晶结晶化发展。此时,氧化铝的 α 晶结晶率优选50质量%以上,更优选90质量%以上,进一步优选99质量%以上。 α 晶结晶率最大为100质量%,通常为99.9质量%以下。

[0087] 再有,优选以20℃/分以下的升温速度升温直至达到烧成温度。作为升温速度,更优选15℃/分以下,进一步优选10℃/分以下。如果升温速度为上述范围,则来自聚乙烯醇的碳成分的消失和氧化铝的 α 晶结晶化发展。

[0088] 就通过烧成得到的氧化铝纤维而言,优选其平均纤维直径为50~2,000nm,更优选为100~1,000nm。如果平均纤维直径为上述范围,则容易实现与树脂的复合。

[0089] 另外,氧化铝纤维片的厚度优选10~2,000 μ m,更优选20~1,500 μ m,进一步优选40~1,000 μ m。

[0090] [工序(3)]

[0091] 工序(3)是使树脂浓度为10质量%以下的树脂溶液浸渍于工序(2)中制作的氧化铝纤维片的工序。通过该工序,能够形成氧化铝纤维与树脂的复合体,制成高导热性材料。再有,在上述复合体中可只含有1张氧化铝纤维片,也可含有多张。

[0092] 为了使得到的复合体显示高导热性,必须适度地含有氧化铝纤维。本发明中,通过使用上述的以10质量%以下的浓度含有树脂的树脂溶液,从而得到适度地含有氧化铝纤维的复合体。树脂溶液中的树脂浓度优选10质量%以下,更优选7质量%以下,进一步优选5质量%以下。如果树脂浓度超过10质量%,特别地,如果为15质量%以上,则树脂溶液中的树脂的比例多,因此复合体中的树脂的含量多,氧化铝纤维成为低含量,有时没有显示出高导热性。再有,上述树脂可单独使用1种,也可将2种以上组合使用。

[0093] 作为用于上述树脂溶液的溶剂,只要可将上述树脂溶解,则并无特别限定。例如可列举出水、丙酮、甲醇、乙醇、异丙醇、丁醇、MEK、MIBK、PGME、PGMEA、丙二醇单乙基醚、丁基溶纤剂、THF、1,4-二噁烷、DMF、DMAc、NMP、环己酮、乳酸乙酯、二甘醇单乙基醚、 γ -丁内酯、甲酸、醋酸、三氟醋酸等。上述溶剂可单独使用1种,也可将2种以上混合使用。

[0094] 作为使树脂溶液浸渍烧成的氧化铝纤维片的方法,可列举出滴下溶解有树脂的溶液的方法;滴下溶解有单体的溶液、在后面的加热工序中使单体反应的方法等。

[0095] 使树脂溶液浸渍于烧成的氧化铝纤维片后,通过进行减压,利用加热进行溶剂的除去和树脂的固化,从而能够得到复合体。此时,就减压而言,优选使其成为1,000Pa以下,更优选使其成为100Pa以下。加热只要能够将溶剂除去并进行树脂的固化,则并无特别限定,通常优选在100~140℃下进行,更优选在110~130℃下进行。另外,加热时间通常优选30分钟以上,更优选1小时以上。

[0096] 采用以上的方法,能够制造包含20~90质量%的氧化铝纤维片的氧化铝纤维片与树脂的复合体。上述复合体的厚度优选10~3,000μm,更优选20~2,000μm,进一步优选40~1,500μm。

[0097] 本发明的高导热性材料能够作为散热材料利用,例如能够适合作为散热片、散热带、散热电路基板、散热壳体、散热密封剂、热沉、热管等散热构件用的散热材料利用。另外,这些散热构件例如能够适合在LED、功率半导体、CPU、锂离子电池等器件中利用。进而,这些散热器件例如能够适合在移动电话、智能电话、数码相机、电视机、硬盘记录器、平板个人电脑、笔记本个人电脑、台式个人电脑等数码家电制品、混合动力汽车、电动汽车、燃料电池汽车等下一代汽车、家庭用照明、产业用照明、车载用照明等下一代照明装置、太阳能电池、燃料电池、地热发电等下一代发电装置、通过电解水进行的制氢等下一代能量载体制造装置等中利用。

[0098] 实施例

[0099] 以下列举实施例和比较例,对本发明更具体地说明,但本发明并不限于下述实施例。应予说明,使用的装置和测定条件如下所述。应予说明,氧化铝纤维的平均纤维直径是由氧化铝纤维的扫描型显微镜照片使用图像解析软件“Image J”、测定10处纤维直径得到的平均值。另外,实施例中,试样的制备和物性的分析中使用的装置和条件如下所述。

[0100] (1) 静电纺丝法:输液泵(注射泵):(有)メルクエスト制FP-1000、高压电源:松定プレシジョン(株)制HR-40R0.75

[0101] (2) 扫描型电子显微镜:(株)キーエンス制VE-9800、(株)日立高新技术制Miniscope TM3000

[0102] (3) X射线衍射装置:Rigaku Corporation制MiniFlex 2

[0103] (4) 热重分析装置:Rigaku Corporation制ThermoPlus evo或BRUKER制TG-DTA 2000SA

[0104] (5) 热扩散率测定装置:(株)ベテル制THERMOWAVE ANALYZER TA-35

[0105] [1] 高导热性材料的制作

[0106] [实施例1]

[0107] 在10质量%聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)水溶液10.0质量份中添加勃姆石粉末(Sasol社制DISPERAL P2、氧化铝成分72%、初级粒子直径12.5nm)0.598质量份,搅拌使其分散。

[0108] 将得到的水分散液2mL作为纺丝液,填充到在前端安装有金属制喷嘴的注射器内。纤维捕集的收集器使用了直径15cm的旋转转鼓。使金属制喷嘴和转鼓收集器与电压供给装置电连接。采用电压供给装置,使转鼓收集器侧接地,对金属喷嘴侧施加了20kV的电压。将

金属喷嘴与转鼓收集器的距离调整为15cm。以每分4,000转使转鼓收集器旋转。通过从注射器以挤出速度1.0mL/h将纺丝液向旋转的转鼓收集器射出,从而在旋转的转鼓收集器上形成由聚乙烯醇和勃姆石制成的纤维,得到了包含氧化铝源的纤维片。

[0109] [实施例2]

[0110] 将实施例1中得到的包含氧化铝源的纤维片放入电炉内,以升温速度10℃/分升温到烧成温度1,200℃。在1,200℃下烧成5小时后放冷,通过冷却到室温,从而得到了氧化铝纤维片。将得到的氧化铝纤维的扫描型电子显微镜照片示于图2中。得到的氧化铝纤维的平均纤维直径为约230nm。

[0111] 将得到的氧化铝纤维片的X射线衍射像(Ni滤光器、CuK α 射线、30kV、15mA)示于图3。由图3的结果可知,得到的氧化铝纤维片包含 α 氧化铝, α 晶结晶率为52.73%。

[0112] [实施例3]

[0113] 在10质量%聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)水溶液10.0质量份中加入氧化铝溶胶(日产化学工业(株)制AS-550、氧化铝成分15.5%)2.77质量份,搅拌使其分散。

[0114] 将得到的水分散液2mL作为纺丝液,填充到在前端安装有金属喷嘴的注射器内。纤维捕集的收集器使用了直径15cm的旋转转鼓。使金属喷嘴和转鼓收集器与电压供给装置电连接。采用电压供给装置,使转鼓收集器侧接地,对金属喷嘴侧施加了20kV的电压。将金属喷嘴与转鼓收集器的距离调整为15cm。以每分4,000转使转鼓收集器旋转。通过从注射器以挤出速度1.0mL/h将纺丝液向旋转的转鼓收集器射出,从而在旋转的转鼓收集器上形成由聚乙烯醇和氧化铝溶胶制成的纤维,得到了包含氧化铝源的纤维片。

[0115] [实施例4]

[0116] 将实施例3中得到的包含氧化铝源的纤维片放入电炉内,以升温速度10℃/分升温到烧成温度1,500℃。在1,500℃下烧成5小时后,放冷,冷却到室温,从而得到了氧化铝纤维片。得到的氧化铝纤维的平均纤维直径为约240nm。

[0117] [实施例5]

[0118] 在10质量%聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)水溶液10.0质量份中加入氧化铝溶胶(日产化学工业(株)制AS-200、氧化铝成分10.8%)3.98质量份,搅拌使其分散。

[0119] 将得到的水分散液2mL作为纺丝液,填充到在前端安装有金属喷嘴的注射器内。纤维捕集的收集器使用了直径15cm的旋转转鼓。使金属喷嘴和转鼓收集器与电压供给装置电连接。采用电压供给装置,使转鼓收集器侧接地,对金属喷嘴侧施加了20kV的电压。将金属喷嘴与转鼓收集器的距离调整为15cm。以每分4,000转使转鼓收集器旋转。通过从注射器以挤出速度1.0mL/h将纺丝液向旋转的转鼓收集器射出,从而在旋转的转鼓收集器上形成由聚乙烯醇和氧化铝溶胶制成的纤维,得到了包含氧化铝源的纤维片。

[0120] [实施例6]

[0121] 将实施例5中得到的包含氧化铝源的纤维片放入电炉内,以升温速度10℃/分升温到烧成温度1,500℃。在1,500℃下烧成5小时后,放冷,冷却到室温,从而得到了氧化铝纤维片。得到的氧化铝纤维的平均纤维直径为约169nm。

[0122] [实施例7]

[0123] 制备聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)的5.0质量%水溶液,使该聚乙烯醇5.0质量%水溶液浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚乙烯醇的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为101μm。

[0124] 将得到的复合体的扫描型电子显微镜照片示于图4中。可知氧化铝纤维在一定方向上取向的状态下与聚乙烯醇形成了复合体。

[0125] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为49.5质量%(24.0体积%)。

[0126] [实施例8]

[0127] 制备聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)的10质量%水溶液,使该聚乙烯醇10质量%水溶液浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚乙烯醇的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为78μm。

[0128] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为40.0质量%(17.6体积%)。

[0129] [实施例9]

[0130] 制备聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)的5.0质量%水溶液,使该聚乙烯醇5.0质量%水溶液浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚乙烯醇的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为41μm。

[0131] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为71.5质量%(44.6体积%)。

[0132] [实施例10]

[0133] 制备聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)的10质量%水溶液,使该聚乙烯醇10质量%水溶液浸渍于实施例4中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚乙烯醇的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为69μm。

[0134] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为32.0质量%(13.1体积%)。

[0135] [实施例11]

[0136] 制备将聚氨酯乳液(第一工业制药(株)制Superflex(注册商标)300、固体成分30质量%)稀释到四分之一的水溶液(固体成分7.5质量%),使该聚氨酯乳液稀释水溶液(固体成分7.5质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚氨酯的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚氨酯的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为60μm。

[0137] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为30.8质量%(12.1体积%)。

[0138] [实施例12]

[0139] 制备将聚氨酯乳液(第一工业制药(株)制Superflex 300、固体成分30质量%)稀

释到三分之一的水溶液(固体成分10质量%),使该聚氨酯乳液稀释水溶液(固体成分10质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚氨酯的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚氨酯的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为97μm。

[0140] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为61.2质量%(32.7体积%)。

[0141] [实施例13]

[0142] 制备将聚氨酯乳液(第一工业制药(株)制Superflex 300、固体成分30质量%)稀释到二十分之一的水溶液(固体成分1.5质量%),使该聚氨酯乳液稀释水溶液(固体成分1.5质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚氨酯的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚氨酯的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为82μm。

[0143] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为84.7质量%(63.1体积%)。

[0144] [实施例14]

[0145] 在玻璃容器中加入双酚A型环氧树脂(三菱化学(株)制jER(注册商标)828)5.0质量份、苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite(注册商标)TD2131)2.8质量份、2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份和NMP(纯正化学(株)制造)70.2质量份,搅拌,制作固体成分10质量%的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分10质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100℃下加热5分钟,然后在180℃下加热1小时,从而得到了氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为52μm。

[0146] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以20℃/分升温到1,000℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为38.5质量%(18.4体积%)。

[0147] [实施例15]

[0148] 在玻璃容器中加入双酚A型环氧树脂(三菱化学(株)制jER828)5.0质量份、苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)2.8质量份、2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份和NMP(纯正化学(株)制造)148.3质量份,搅拌,制作固体成分5.0质量%的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分5.0质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100℃下加热5分钟,然后在180℃下加热1小时,从而得到了氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为51μm。

[0149] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以20℃/分升温到1,000℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为74.2质量%(50.9体积%)。

[0150] [实施例16]

[0151] 在玻璃容器中加入异氰脲酸三缩水甘油酯(日产化学工业(株)制TEPIC(注册商标)-L)5.0质量份、苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)5.2质量份、2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份和NMP(纯正化学(株)制造)193.9质量份,搅拌,制作固体成分5.0质量%的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分5.0质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100℃下加热5分钟,然后在180℃下加热1小时,从而得到了

氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为117 μm 。

[0152] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以20 $^{\circ}\text{C}$ /分升温到1,000 $^{\circ}\text{C}$,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为55.4质量%(30.9体积%)。

[0153] [实施例17]

[0154] 在玻璃容器中加入异氰脲酸三(7,8-环氧辛基)酯(日产化学工业(株)制TEPIC-FL)5.0质量份、苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)2.8质量份、2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份和NMP(纯正化学(株)制造)149.4质量份,搅拌,制作固体成分5.0质量%的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分5.0质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100 $^{\circ}\text{C}$ 下加热5分钟,然后在180 $^{\circ}\text{C}$ 下加热1小时,从而得到了氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为150 μm 。

[0155] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以20 $^{\circ}\text{C}$ /分升温到1,000 $^{\circ}\text{C}$,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为67.0质量%(42.2体积%)。

[0156] [实施例18]

[0157] 在玻璃容器中加入脂环型环氧树脂((株)大赛璐制CELLOXIDE(注册商标)21021P)5.0质量份、苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)4.1质量份、2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份和NMP(纯正化学(株)制造)172.8质量份,搅拌,制作固体成分5质量%的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分5质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100 $^{\circ}\text{C}$ 下加热5分钟,然后在180 $^{\circ}\text{C}$ 下加热1小时,从而得到了氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为113 μm 。

[0158] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计,以20 $^{\circ}\text{C}$ /分升温到1,000 $^{\circ}\text{C}$,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为85.3质量%(67.6体积%)。

[0159] [实施例19]

[0160] 在玻璃容器中加入均苯四甲酸酐(东京化成工业(株)制造)6.7质量份、对苯二胺(东京化成工业(株)制造)2.7质量份、4,4''-二氨基-对-三联苯1.6质量份和NMP(纯正化学(株)制造)89质量份,在50 $^{\circ}\text{C}$ 下加热搅拌12小时,制作固体成分11质量%的聚酰胺酸的NMP溶液。通过用NMP(纯正化学(株)制造)稀释,从而制作固体成分5.5质量%的聚酰胺酸的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分5.5质量%)浸渍于实施例6中得到的氧化铝纤维片。在100 $^{\circ}\text{C}$ 下加热1小时,然后通过氮下400 $^{\circ}\text{C}$ 下加热2小时,从而进行了聚酰胺酸的固化,得到了氧化铝纤维片和聚酰亚胺树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为80 μm 。

[0161] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计以20 $^{\circ}\text{C}$ /分升温到1,000 $^{\circ}\text{C}$,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为21.1质量%(8.9体积%)。

[0162] [实施例20]

[0163] 制备将有机硅树脂(信越化学工业(株)制KR-255、固体成分50质量%)用甲苯(东京化成工业(株)制造)稀释到五分之一的甲苯溶液(固体成分10质量%)。使该有机硅树脂稀释液(固体成分10质量%)81质量份浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片4.0质量份。在150 $^{\circ}\text{C}$ 下进行甲苯的除去和有机硅树脂的加热固化,得到了氧化铝纤维片与有机硅树脂的

复合体。以片状得到上述复合体,厚度为46 μm 。

[0164] 得到的复合体中的氧化铝纤维片含量计算为33.1质量%(21.1体积%)。

[0165] [比较例1]

[0166] 制备聚乙烯醇(平均聚合度:1,500、皂化度:99%)的15质量%水溶液,使该聚乙烯醇15质量%水溶液浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。在真空下、120℃下进行水的除去和聚乙烯醇的加热固化,得到了氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为207 μm 。

[0167] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计以10℃/分升温到500℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为8.3质量%(2.8体积%)。

[0168] [比较例2]

[0169] 在玻璃容器中加入双酚A型环氧树脂(三菱化学(株)制jER828)5.0质量份和苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)2.8质量份,通过在90℃下搅拌5分钟,从而混合。然后,用隔膜泵减压脱泡约5分钟后加入2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份,进而加热混合5分钟。将该熔液用进行了脱模处理的2张玻璃板介由100 μm 的间隔物夹持,通过在100℃下加热5分钟,然后在180℃下加热1小时,从而得到了固化的环氧树脂片材。得到的片材的膜厚为102 μm 。

[0170] [比较例3]

[0171] 在玻璃容器中加入双酚A型环氧树脂(三菱化学(株)制jER828)5.0质量份、苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)2.8质量份、2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份和NMP(纯正化学(株)制造)7.8质量份,搅拌,制作固体成分50质量%的NMP溶液。使该NMP溶液(固体成分50质量%)浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100℃下加热5分钟,然后在180℃下加热1小时,从而得到了氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为151 μm 。

[0172] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计以20℃/分升温到1,000℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为10.3质量%(4.0体积%)。

[0173] [比较例4]

[0174] 通过在玻璃容器中加入双酚A型环氧树脂(三菱化学(株)制jER828)5.0质量份和苯酚酚醛清漆树脂(DIC(株)制Phenolite TD2131)2.8质量份,在90℃下搅拌5分钟,从而混合。然后,用隔膜泵减压脱泡约5分钟后,加入2-乙基-4-甲基咪唑(关东化学(株)制造)0.050质量份,进而加热混合5分钟。使该熔液浸渍于实施例2中得到的氧化铝纤维片。通过在100℃下加热5分钟,然后在180℃下加热1小时,从而得到了氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体。以片状得到上述复合体,厚度为109 μm 。

[0175] 对于得到的复合体,通过使用热重分析计以20℃/分升温到1,000℃,从而计量复合体中的氧化铝纤维片含量。复合体中的氧化铝纤维片的含量为12.0质量%(4.7体积%)。

[0176] [2]高导热性材料的评价

[0177] [实施例21]

[0178] 对于实施例7中得到的氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体测定了热扩散率。从热扩散率到热导率的计算通过使用氧化铝的比重3,890 kg/m^3 、氧化铝的比热750 $\text{J}/\text{kg}^\circ\text{C}$ 、聚乙烯醇的比重1,250 kg/m^3 和聚乙烯醇的比热1,680 $\text{J}/\text{kg}^\circ\text{C}$,由各自的含量计算复合体的比重

和比热而进行。

[0179] [实施例22]

[0180] 对于实施例8中得到的氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体,与实施例21同样地进行了热扩散率的测定。

[0181] [实施例23]

[0182] 对于实施例9中得到的氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体,与实施例21同样地进行了热扩散率的测定。

[0183] [实施例24]

[0184] 对于实施例10中得到的氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体,与实施例21同样地进行了热扩散率的测定。

[0185] [实施例25]

[0186] 对于实施例11中得到的氧化铝纤维片与聚氨酯树脂的复合体测定了热扩散率。从热扩散率到热导率的计算通过使用氧化铝的比重 $3,890\text{kg/m}^3$ 、氧化铝的比热 $750\text{J/kg}^\circ\text{C}$ 、聚氨酯树脂的比重 $1,200\text{kg/m}^3$ 和聚氨酯树脂的比热 $1,900\text{J/kg}^\circ\text{C}$,由各自的含量计算复合体的比重和比热而进行。

[0187] [实施例26]

[0188] 对于实施例12中得到的氧化铝纤维片与聚氨酯树脂的复合体,与实施例25同样地进行了热扩散率的测定。

[0189] [实施例27]

[0190] 对于实施例13中得到的氧化铝纤维片与聚氨酯树脂的复合体,与实施例25同样地进行了热扩散率的测定。

[0191] [实施例28]

[0192] 对于实施例14中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体测定了热扩散率。从热扩散率到热导率的计算通过使用氧化铝的比重 $3,890\text{kg/m}^3$ 、氧化铝的比热 $750\text{J/kg}^\circ\text{C}$ 、环氧树脂的比重 $1,400\text{kg/m}^3$ 和环氧树脂的比热 $1,400\text{J/kg}^\circ\text{C}$,由各自的含量计算复合体的比重和比热而进行。

[0193] [实施例29]

[0194] 对于实施例15中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体,与实施例28同样地进行了热扩散率的测定。

[0195] [实施例30]

[0196] 对于实施例16中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体,与实施例28同样地进行了热扩散率的测定。

[0197] [实施例31]

[0198] 对于实施例17中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体,与实施例28同样地进行了热扩散率的测定。

[0199] [实施例32]

[0200] 对于实施例18中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体,与实施例28同样地进行了热扩散率的测定。

[0201] [实施例33]

[0202] 对于实施例19中得到的氧化铝纤维片与聚酰亚胺树脂的复合体测定了热扩散率。从热扩散率到热导率的计算通过使用氧化铝的比重 $3,890\text{kg/m}^3$ 、氧化铝的比热 $750\text{J/kg}^\circ\text{C}$ 、聚酰亚胺的比重 $1,420\text{g/m}^3$ 和聚酰亚胺的比热 $1,100\text{J/kg}^\circ\text{C}$ ，由各自的含量计算复合体的比重和比热而进行。

[0203] [实施例34]

[0204] 对于实施例20中得到的氧化铝纤维片与有机硅树脂的复合体测定了热扩散率。从热扩散率到热导率的计算通过使用氧化铝的比重 $3,890\text{kg/m}^3$ 、氧化铝的比热 $750\text{J/kg}^\circ\text{C}$ 、有机硅树脂的比重 $2,100\text{g/m}^3$ 和有机硅树脂的比热 $1,200\text{J/kg}^\circ\text{C}$ ，由各自的含量计算复合体的比重和比热而进行。

[0205] [比较例5]

[0206] 对于比较例1中得到的氧化铝纤维片与聚乙烯醇的复合体，与实施例21同样地进行了热扩散性的测定。

[0207] [比较例6]

[0208] 对于比较例2中得到的环氧树脂片，测定了热扩散率。从热扩散率到热导率的计算中使用了环氧树脂的比重 $1,400\text{kg/m}^3$ 、比热 $1,400\text{J/kg}^\circ\text{C}$ 。

[0209] [比较例7]

[0210] 对于比较例3中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体，与实施例28同样地进行了热扩散性的测定。

[0211] [比较例8]

[0212] 对于比较例4中得到的氧化铝纤维片与环氧树脂的复合体，与实施例28同样地进行了热扩散性的测定。

[0213] 在表1、2和3中示出与纤维平行方向的热导率(4处的平均值)、与纤维成直角方向的热导率(4处的平均值)、片材厚度方向的热导率(8处的平均值)以及与纤维平行方向的热导率对于与纤维成直角方向的热导率之比。

[0214] [表1]

[0215]

		实施例 21	实施例 22	实施例 23	实施例 24	实施例 25	实施例 26	实施例 27
导热性片厚度 (μm)		101	78	41	69	60	97	82
氧化铝纤维含量 (质量%)		49.5	40.0	71.5	32.0	30.8	61.2	84.7
热导度 (W/mK)	纤维平行方向	16.3	10.0	21.8	8.2	8.3	19.7	25.3
	纤维直角方向	7.1	5.3	9.3	5.7	4.2	6.6	13.2
	片材厚度方向	1.5	0.9	0.5	1.4	0.7	0.7	3.2
	平行方向/正交方向之比	2.3	1.9	2.3	1.4	2.0	3.0	1.9

[0216] [表2]

[0217]

		实施例 28	实施例 29	实施例 30	实施例 31	实施例 32	实施例 33	实施例 34
导热性片厚度	(μm)	52	51	117	150	113	80	46
氧化铝纤维含量	(质量%)	38.5	74.2	55.4	67.0	85.3	21.1	33.1
热导度 (W/mK)	纤维平行方向	7.9	21.5	10.6	9.4	12.5	6.7	8.4
	纤维直角方向	4.8	12.5	5.0	2.8	6.3	2.7	5.1
	片材厚度方向	0.4	0.9	0.5	0.2	0.7	0.9	0.4
	平行方向/正交方向之比	1.7	1.7	2.1	3.4	2.0	2.5	1.6

[0218] [表3]

[0219]

		比较例 5	比较例 6	比较例 7	比较例 8
导热性片厚度	(μm)	207	102	151	109
氧化铝纤维含量	(质量%)	8.3	0.0	10.3	12.0
热导度 (W/mK)	纤维平行方向	2.5	0.9	1.9	2.7
	纤维直角方向	1.0	1.2	2.0	1.4
	片材厚度方向	0.7	0.2	0.4	0.6
	平行方向/正交方向之比	2.5	0.7	0.9	2.0

[0220] 可知实施例21~34中测定的沿着氧化铝纤维的平行方向的热导率高达6.7至25.3W/mK。沿着氧化铝纤维的平行方向的热导率为与氧化铝纤维正交的方向、片材厚度方向的热导率的1.4倍以上,显示出导热性的各向异性。另一方面,比较例5~8中测定的热导率在所有的方向上都低达3W/mK以下。

[0221] 附图标记的说明

[0222] 1 电压供给装置

[0223] 2 金属喷嘴

[0224] 3 转鼓型收集器

[0225] 4 纺丝距离

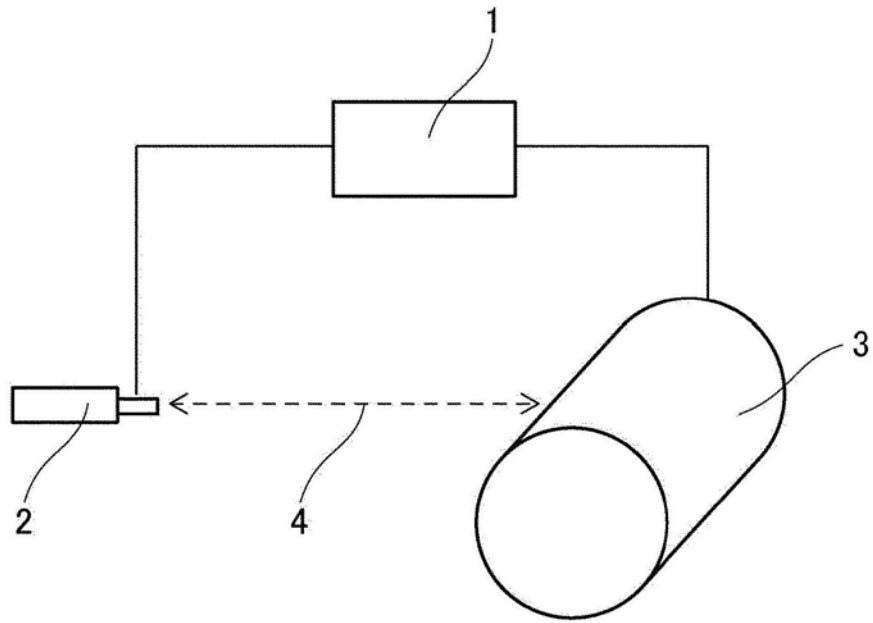


图1

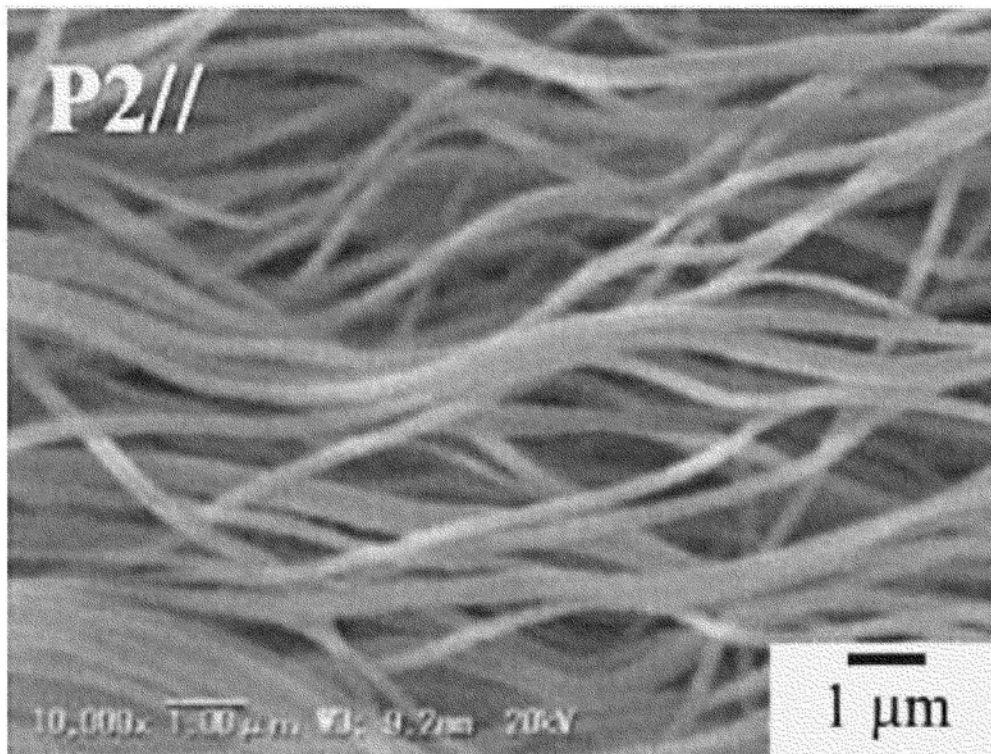


图2

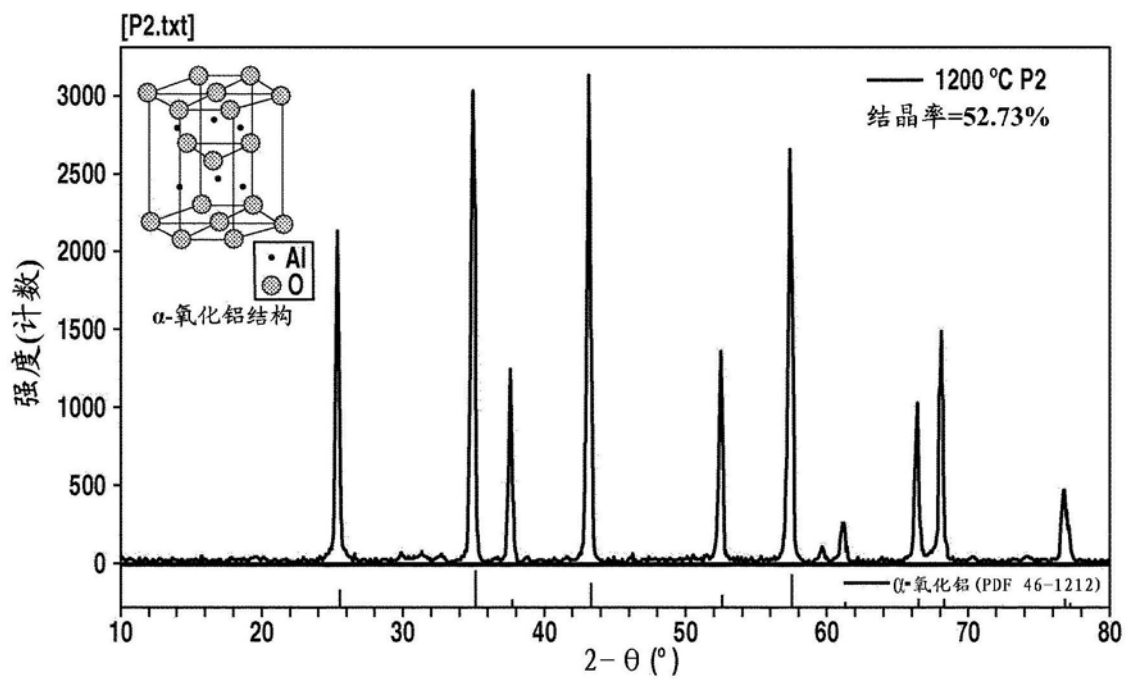


图3

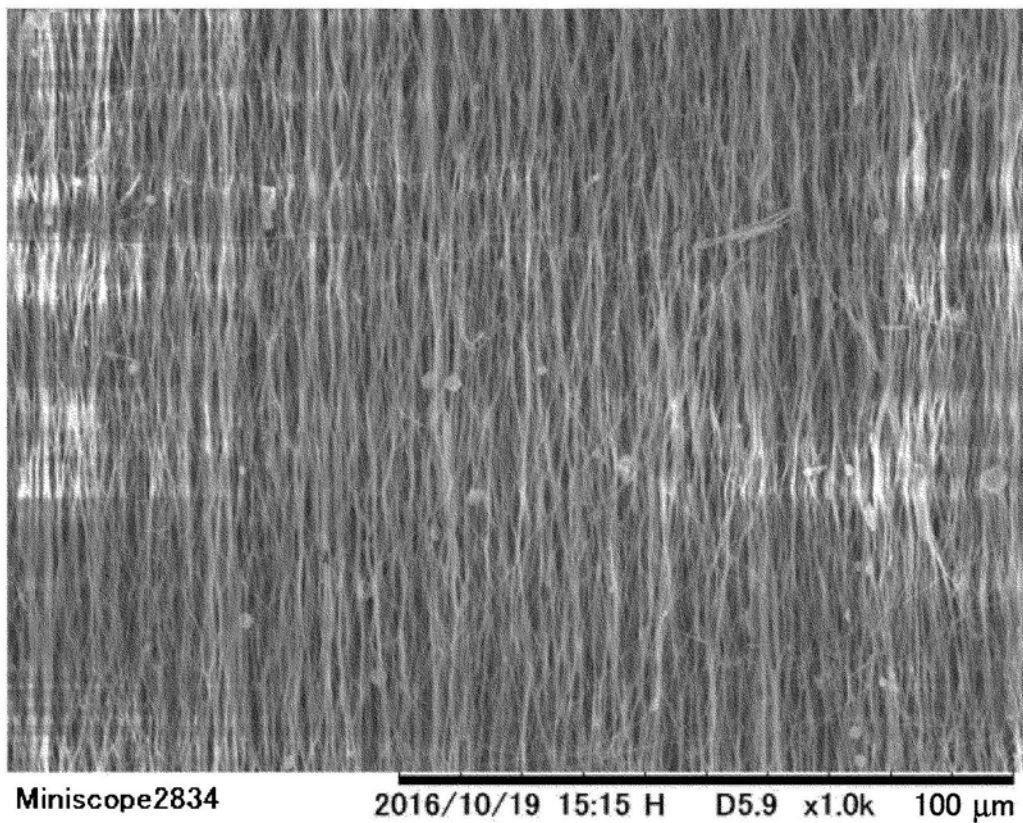


图4