



(10) **DE 10 2018 009 870 A1** 2020.06.25

(12)

Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2018 009 870.3**

(22) Anmeldetag: **19.12.2018**

(43) Offenlegungstag: **25.06.2020**

(51) Int Cl.: **C09J 133/06** (2006.01)

C09J 9/00 (2006.01)

C09J 7/38 (2018.01)

(71) Anmelder:

Lohmann GmbH & Co. KG, 56567 Neuwied, DE

(72) Erfinder:

**Kopf, Patrik, Dr., 56567 Neuwied, DE; Kunert,
Patrick, 56567 Neuwied, DE**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

EP

2 995 666 A1

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **Thermisch leitfähiges Klebeband**

(57) Zusammenfassung: Weichmacher- und phosphatesterfreie, thermisch leitfähige Haftklebmasse bestehend aus einem Acrylatpolymer und Aluminiumhydroxid als Füllstoff sowie Haftklebeband zumindest umfassend diese Klebmasse.

Beschreibung

[0001] Bei der vorliegenden Erfindung handelt es sich um einen thermisch leitfähigen Klebstoff und seine Verwendung in einem Klebeband sowie ein Verfahren zur Herstellung des Klebebands.

[0002] Der Klebstoff weist eine hohe thermische Leitfähigkeit und flammhemmende Eigenschaften auf, er ist im flüssigen Zustand pumpbar und beschichtbar, seine Klebkraft, sein Tack und seine Scherfestigkeit sind ausreichend hoch für die Anwendung als Haftklebeband und er ist halogenfrei und damit gut geeignet für Elektronikanwendungen. Der Klebstoff besteht aus einem Acrylsäure sowie N-Vinylcaprolactam (NVC) enthaltenden Acrylatcopolymer sowie Aluminiumhydroxid als leitfähigem Füllstoff. Er enthält keine Phosphatester und keine Weichmacher und wird im UV-Syrup-Prozess hergestellt.

Begriffsbestimmungen:

[0003] Thermische Leitfähigkeit: Die Wärmeleitfähigkeit, auch Wärmeleitzahl (λ , k oder κ) eines Festkörpers, einer Flüssigkeit oder eines Gases ist bestimmt durch die Geschwindigkeit, mit der sich die Erwärmung an einem Punkt durch den Stoff ausbreitet. Die Wärmeleitfähigkeit ist also das Vermögen eines Stoffes, thermische Energie mittels Wärmeleitung in Form von Wärme zu transportieren. Die (spezifische) Wärmeleitfähigkeit in $W/(m \cdot K)$ ist eine temperaturabhängige Materialkonstante.

[0004] Als Flammhemmung wird die Eigenschaft eines brennenden Stoffes bezeichnet, nach Entfernen der Zündquelle innerhalb kurzer Zeit selbständig zu verlöschen, d. h. nicht weiterzubrennen. Der Begriff bezieht sich hier auf die Norm FMVSS 302 in der derzeit gültigen Fassung, bei der ein Streifen zum Beispiel eines Klebebandes horizontal aufgelegt und am Ende mit einer Gasflamme entzündet wird. Als flammhemmend sollen hier die beiden Ergebnisse „nicht brennbar“ und „selbstverlöschend“ angesehen werden.

[0005] Als Klebkraft wird die Kraft bezeichnet, die notwendig ist, um einen Klebestreifen von einer definierten Oberfläche abzuziehen. Sie wird in Anlehnung an DIN EN 1939 (2003-12) gemessen, in der vier Verfahren für die Prüfung der Klebkraft von Klebebändern beschrieben werden. In der Regel wird sie an einem 25 mm breiten Klebestreifen gemessen und trägt die Einheit N (Newton)/25mm.

[0006] UV-Syrup-Prozess bedeutet, dass zur Herstellung von Acrylat-Haftklebebändern zunächst eine ausreichend viskose Lösung oder Dispersion aus kurzkettigen Acrylatpräpolymeren, Acrylatmonomeren und UV-Fotoinitiatoren hergestellt wird. Dieser „Syrup“ wird in einem kontinuierlichen Prozess zwischen zwei UV-transparente Folien beschichtet und anschließend mit UV-Licht auspolymerisiert. Dadurch entstehen Acrylathaftklebeschichten.

Stand der Technik:

[0007] Thermisch leitfähige Klebstoffe sowie deren Verwendung in einem Haftklebeband sind in der Praxis und auch in der Literatur seit langem bekannt. So beansprucht WO 2009/131920 A1 einen thermisch leitfähigen (meth)acrylatbasierten haftklebrigen Schaum, dessen Schaumeigenschaften erzielt werden durch Zugabe von oberflächenmodifizierten Nanopartikeln.

US 2008/022709 A1 beschreibt die Herstellung eines thermisch leitfähigen Transferklebebands auf Basis eines weichmacherhaltigen monofunktionalen (Meth)Acrylatmonomers, dem ein polyfunktionaler (Meth)Acrylatmonomer als Vernetzer und Klebkraftverstärker beigegeben wurde. Zur Aushärtung des Klebstoffs wurden die beiden Seiten des Transferbandes mit unterschiedlichen Belichtungsintensitäten bestrahlt, wodurch sich unterschiedliche Klebrigkeiten auf beiden Seiten ergaben.

WO 2004/104129 A1 behandelt eine thermisch leitfähige Acrylathaftklebmasse, bei der die thermische Leitfähigkeit durch Zugabe von Aluminiumhydroxid erreicht wird. Die Klebmasse enthält kein N-Vinylcaprolactam. WO 2005/47412 A1 beansprucht einen Acrylat-Klebstoff mit einem flammhemmenden Füllstoff, bei dem der Anteil an nicht ausreagierten Monomeren nach dem Herstellungsprozess des Klebstoffs bei 2% oder weniger liegt. Die Klebmasse enthält kein N-Vinylcaprolactam.

[0008] Gegenstand der EP 2 674 464 A1 ist ein thermisch leitfähiges Klebeband auf Acrylatbasis, dessen Klebmasse im Unterschied zur erfindungsgemäßen Rezeptur N-Vinylpyrrolidon (NVP) und keine Acrylsäure sowie kein N-Vinylcaprolactam enthält.

Als nächstliegender Stand der Technik wurde WO 2018/069512 A1 identifiziert: Hierin wird ein thermisch leitfähiges Acrylathaftklebeband sowie dessen Herstellung im UV-Syrup-Prozess beschrieben. Das Band besteht aus 100 Gew.-% eines Acrylatcopolymeren, basierend auf zumindest einem Alkyl(meth)acrylat und 1 bis 20

Gewichtsteilen eines eine polare Gruppe enthaltenden Monomeren sowie 600 bis 800 Gewichtsteilen eines Metallhydroxids sowie 10 bis 50 Gew.-% eines Phosphatesters und schließlich 10 bis 50 Gew.-% eines Weichmachers. Diese Zusätze sind notwendig, um bei hohen Füllgraden die Viskosität des Syrups niedrig zu halten. Insbesondere in elektronischen Bauteilen sind aber derartige Zusätze nicht gewünscht, da durch Migration und Ausgasungen in der Anwendung das Bauteil beeinträchtigt werden kann. Und sie können sich, insbesondere im Langzeitverhalten, negativ auf klebtechnische Eigenschaften auswirken.

Beschreibung der Erfindung:

[0009] Die Erfindung ist eine thermisch leitfähige Haftklebmasse bestehend aus einem Acrylatpolymer und einem Füllstoff, wobei das Acrylatcopolymer aus folgenden Monomeren besteht: 85-98 Gewichts-% eines Alky-(meht) acrylats, insbesondere 2-Ethylhexylacrylat, 0,5 bis 5 Gewichts-% Acrylsäure, 0,5 bis 5 Gewichts-% N-Vinylcaprolactam, 0,05 bis 1 Gewichts-% eines Vernetzers, insbesondere eines multifunktionellen Acrylatmonomers, weiterhin enthaltend 0,5 bis 2 Gewichts-% eines Fotoinitators, wobei sich diese Anteile des Acrylatpolymers zu 100% addieren und die Haftklebmasse darüberhinaus Aluminiumhydroxid als Füllstoff enthält, wobei dessen Anteil, bezogen auf die Gesamtmischung, mindestens 65% beträgt. Die Mischung enthält keine Phosphatester und keine Weichmacher.

Trotz des hohen Anteils an Füllstoff ist die Viskosität der Klebmasse vor der Beschichtung ausreichend gering, um mittels Beschichtung durch einen Spalt eine gleichmäßigen und geschlossenen Klebefilm zu erreichen. Der geschlossene Klebefilm ist wichtig, damit das Klebeband guten thermischen Kontakt zu den Bauteilen hat und über die gesamte Verklebungsfläche elektrisch isolierende Eigenschaften aufweist.

[0010] Die Herstellung des Klebebands erfolgt über einen UV-Syrup-Prozess. Dabei wird die Acrylatmischung ausschließlich aus den Monomeren zusammengesetzt, es erfolgt keine Anpolymerisation zu Präpolymeren. Durch die Verwendung von Monomeren mit geringer Viskosität und dem Verzicht auf das Präpolymer ist die Ausgangsviskosität vor der Füllung mit Aluminiumhydroxid sehr gering. Überraschenderweise hat sich außerdem gezeigt, dass bei Verwendung von mindestens 0,5 Gewichts-% Acrylsäuremonomeren die Viskosität nach Zugabe des Füllstoffs viel geringer ist, als ohne die Verwendung von Acrylsäuremonomeren. Schon geringe Mengen an Acrylsäure reichen aus, um die Viskosität stark zu senken. Zu hohe Anteile an Acrylsäure führen allerdings zu geringeren Klebkräften. Bei Verwendung im Bereich Elektronik sind hohe Anteile an Acrylsäure ohnehin störend wegen der Gefahr von Korrosion.

[0011] Weiterhin hat sich gezeigt, dass bei der Auswahl der Monomere die Verwendung von N-Vinylcaprolactam vorteilhafte Eigenschaften erzeugt. Ein Anteil von mindestens 0,5 Gewichts-% N-Vinylcaprolactam im Acrylatpolymer erhöht die Kohäsion des Klebebands und die Klebkraft. Wird der Anteil zu hoch, führt dies allerdings zu geringen Klebkräften und geringem Tack, d.h. einer geringen Anfassklebkraft.

[0012] Bei der Auswahl des Füllstoffs Aluminiumhydroxid hat es sich als vorteilhaft erwiesen, wenn der Füllstoff eine bimodale Korngrößenverteilung aufweist. Das bedeutet, dass sowohl kleine Körner, mit einer ausreichend engen Größenverteilung, als auch größere Körner, mit einer engen Größenverteilung nebeneinander vorhanden sind. Das hilft dabei, die Viskosität der Klebmasse zu verringern. Das liegt daran, dass die größeren Körner ein Gerüst bilden können, wobei sich die kleineren Körner zwischen den größeren platzieren können. Damit kann der Gesamtfüllgrad höher ausfallen, als wenn eine kontinuierliche Größenverteilung über den gesamten Größenbereich vorhanden ist. Eine bimodale Verteilung der Korngrößen wird dadurch erreicht, dass aus Siebungen entstandene Größenfraktionen weiter auseinander liegender Größen miteinander vermischt werden.

[0013] Der absolute Wert der Korngrößen wird so gewählt, dass sie mit der Schichtdicke der Klebeschicht korrespondiert, d.h. die Korngrößen sollen einerseits groß sein, damit viel Platz im Gerüst bleibt für die kleinen Körner, sie dürfen aber andererseits nicht größer sein, als die Schichtdicke. Sie müssen sogar ausreichend kleiner sein als die Schichtdicke, damit auch etwaige verbleibende Agglomerationen von zwei oder mehr großen Körnern nicht größer sind, als der Beschichtungsspalt.

[0014] Die erfindungsgemäße Zusammensetzung wird dann durch eine Rakelbeschichtung auf eine UV-A-transparente Folie in der gewünschten Schichtdicke beschichtet. Anschließend wird mit UV-A-Licht bestrahlt. Mit Hilfe der enthaltenen Fotoinitiatoren werden die Acrylatmonomere zum Acrylatcopolymer umgesetzt und man erhält ein Acrylathaftklebeband.

[0015] Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass mit der verwendeten Zusammensetzung diese Polymerisation trotz des hohen Füllstoffgehaltes praktisch quantitativ abläuft, d.h. es bleibt weniger als 1,0 Gewichts-%

bezogen auf das Klebeband an nicht-umgesetzten Monomeren zurück. Die praktisch vollständige Umsetzung der Monomere ist Voraussetzung dafür, dass man ein Klebeband erhält, das gut weiter verarbeitet werden kann (Laminieren, Stanzen, Spenden).

[0016] Als Ergebnis erhält man so aus der erfindungsgemäßen Zusammensetzung einen Klebefilm mit hoher thermischer Leitfähigkeit, hohen Klebkräften und flammhemmende Eigenschaften.

[0017] Zusätzlich kann bei der vorliegenden Erfindung das Klebeband noch eingefärbt werden. Normalerweise sind diese mit Aluminiumhydroxid gefüllten Klebebänder wegen des hohen Füllgrades weiß opak oder weiß transluzent. Es kann jedoch hilfreich sein, zusätzlich ein farbiges Klebeband zu haben. Damit können technische Merkmale wie zum Beispiel die Dicke für den Anwender unmittelbar sichtbar gemacht werden, wenn einer bestimmten Dicke oder einem Dickenbereich eine bestimmte Einfärbung zugeteilt wird. Außerdem werden in industriellen Prozessen zunehmend optische Systeme zur Erkennung von Fehlverwendung eingesetzt. Diese optischen Systeme (Kameras) können das Klebeband durch einen geeigneten Farbton besser erkennen, da sich der Kontrast zur Umgebung erhöht. Das minimiert das Fehlerrisiko bei Assemblierungsprozessen.

Beispiele

[0018] Die Erfindung soll im folgenden anhand exemplarischer Beispiele erläutert werden.

Verwendete Materialien

Material	Lieferant	Beschreibung
2-Ethylhexylacrylat	BASF SE	Acrylatmonomer, Abkürzung 2-EHA
Acrylsäure	BASF SE	Acrylatmonomer, Abkürzung AA
Vinylcaprolactam HO-Tempo	BASF SE	N-Vinylcaprolactam Acrylatmonomer, Abkürzung NVC
Laromer TPGDA	BASF SE	Tripropylenglycoldiacrylat, Monomer, Vernetzer, Abkürzung TPGDA
Omnirad 2100	IGM Resins	UV-Initiator auf Basis Benzophenon und Phosphinoxid
Apyral 20X	Nabaltec AG	Aluminiumhydroxid mit bimodaler Korngrößenverteilung, $d_{50} = 8\mu\text{m}$, $d_{90} = 80\mu\text{m}$
Martinal ON-904	Martinswerk GmbH	Aluminiumhydroxid, mittlere Korngröße $4\mu\text{m}$
Fett-Blau B 01	Clariant GmbH	Blauer Farbstoff auf Basis Anthrachinon

Messmethoden

Viskosität

[0019] Die Messung der Viskosität der Klebmassen geschieht durch eine Einpunkt-Viskositätsmessung mit dem Viskometer Brookfield RVDV-II+P. Als Spindel wird die LV-3 (63) eingesetzt. Die Umdrehungszahl pro Minute wird dabei an den Viskositätsbereich angepasst. Als Ergebnis erhält man die Viskosität einer Klebmasse in mPas.

Vor der Messung wird die Klebmasse frisch aufgerührt, so dass Acrylatteil und Füllstoff eine quasis-homogene Mischung bilden.

Klebkraft

[0020] Die Messung der Klebkraft geschieht in Anlehnung an DIN ISO 1939 in der aktuell gültigen Fassung bei Normklima (23° C, 50% rel. Luftfeuchtigkeit). Als Substrat dient Edelstahl. Eine Edelstahlplatte wird mit Benzin gereinigt und abdampfen lassen.

[0021] Der Transferfilm der Breite 25 mm und einer Länge von ca. 12 cm wird auf das Substrat aufgebracht. Die Rückseite wird mit einem überstehenden Streifen geätzter Polyesterfolie (50 μm) abgedeckt. Anschließend wird mit einer Rolle (Gewicht 5kg) zweimal über den Probestreifen gerollt (5 m/min). Der Prüfling wird 24 Stunden bei Normklima (23° C, 50% Luftfeuchtigkeit) konditioniert und anschließend wird die Kraft gemessen,

die bei einem Abzugswinkel von 180° bei einer Geschwindigkeit von 100mm/min aufgewendet werden muss, um das Klebeband vom Substrat abzulösen. Der Messwert ist der Mittelwert aus 3 Einzelwerten.

Wärmetest

[0022] Der Transferfilm wird mit einer Fläche von 25 mm x 25 mm an den Rand einer Stahlplatte (Edelstahl, gereinigt) geklebt und fest angedrückt. Die Rückseite wird mit einem Streifen Polyesterfolie (Dicke 100µm) abgedeckt, so dass der Streifen nach unten hängt.

[0023] Nach einer Wartezeit von 20 min bei Raumtemperatur wird der Prüfling senkrecht in einen Umlufttrockenschrank gehängt und mit 1 kg Gewicht belastet. Die Starttemperatur beträgt 40°C. Nach 30 min Wartezeit wird die Temperatur um 0.5 Kelvin pro Minute bis auf 200°C erhöht.

[0024] Es wird diejenige Temperatur registriert, bei der der Transferfilm durch die Gewichtsbelastung von der Stahlplatte abfällt. Hält der Prüfling auch noch bei 200°C wird der Messwert als > 200°C angegeben. Der Messwert ist der Mittelwert aus 3 Prüflingen.

Spezifische Wärmeleitfähigkeit

[0025] Die Messung der spezifischen Wärmeleitfähigkeit erfolgte in Anlehnung an ASTM D 5470-12 nach der stationären Zylindermethode. Der Probendurchmesser betrug 30mm, die Probendicke entsprach der Klebebanddicke, also 250µm. Die Kontaktflächen wurden unter einem Druck von 10 bar auf die Probe gedrückt.

[0026] Als Ergebnis erhält man die effektive spezifische Wärmeleitfähigkeit in Watt pro Meter und Kelvin.

Entflammbarkeit

[0027] Die Entflammbarkeit wurde nach FMVSS 302 geprüft.

Beispiele

Beispiel 1:

[0028] 100 Teile 2-EHA, 2.8 Teile AA, 1.8 Teile NVC und 0.2 Teile TPGDA werden gemischt. In diese Mischung werden 280 Teile Apyral 20X im Dissolver (Dispermat TU, Fa. VMA-Getzmann, mit Dissolverscheibe, 1.000 Umdrehungen pro Minute) eindispersiert. Dabei wird das Apyral 20X nach und nach zugegeben, um eine gute Benetzung zu erreichen. Anschliessend werden in die Mischung noch 0.2 Teile Omnirad 2100 eingerührt.

[0029] In den folgenden Stunden setzt sich der Füllstoff mehr und mehr auf dem Boden ab. Vor der Messung der Viskosität und auch vor der Beschichtung der Klebmasse wird diese mittels Flügelrührer so kräftig aufgerührt, dass wieder eine quasi-homogene Dispersion von flüssiger Phase (Monomermischung plus Fotoinitator) und fester Phase (Füllstoff Aluminiumhydroxid) entsteht. Dieser Zustand kann auch durch permanentes Rühren mit dem Flügelrührer aufrecht erhalten werden.

[0030] Die Viskosität der Mischung beträgt 8000 mPas (Brookfield Viskosimeter, 30 Umdrehungen pro Minute).

[0031] Diese aufgerührte Mischung wird beschichtet auf eine transparente silikonisierte Polyesterfolie (Dicke 100µm), so dass eine Schichtdicke von 250µm entsteht. Anschließend wird die Schicht durch eine transparente silikonisierte Polyesterfolie (Dicke 50µm) abgedeckt. Der Verbund wird auf ein Transportband gelegt und unter UV-Lampen mit UV-A-Strahlung bestrahlt (Lampen: Niederdruck Quecksilber Fluoreszenzlampen, Emission im Bereich 350 bis 400 nm, Philips Actinic BL TL-K 40W/10-R SLV). Die gemessene Dosis zwischen den beiden Folien beträgt 1275 mJ/cm², gemessen mit dem Messgerät Power Puck II.

[0032] Daraus erhält man einen geschlossenen, klebrigen Transferfilm der Dicke 250 µm.

Beispiel 2:

[0033] 100 Teile 2-EHA, 2.8 Teile AA, 1.8 Teile NVC und 0.2 Teile TPGDA werden gemischt. In diese Mischung werden 180 Teile Martinal ON-904 im Dissolver (Dispermat TU, Fa. VMA-Getzmann, mit Dissolverscheibe,

1000 Umdrehungen pro Minute) eindispersiert. Dabei wird das Martinal ON-904 nach und nach zugegeben, um eine gute Benetzung zu erreichen.

[0034] Abschliessend werden in die Mischung noch 0.2 Teile Omnirad 2100 eingerührt. Mit dem Wiederaufrühren wird so verfahren, wie in Beispiel 1.

[0035] Die Viskosität der Mischung beträgt 13000 mPas (Brookfield Viskosimeter, 30 Umdrehungen pro Minute).

[0036] Diese aufgerührte Mischung wird mit einer Schichtdicke von 250µm beschichtet und mit UV-A-Licht auspolymerisiert wie in Beispiel 1. Man erhält einen geschlossenen, klebrigen Transferfilm der Dicke 250 µm.

Beispiel 3:

[0037] 100 Teile 2-EHA, 1.8 Teile NVC und 0.2 Teile TPGDA werden gemischt. In diese Mischung werden 280 Teile Apyral 20X im Dissolver (Dispermat TU, Fa. VMA-Getzmann, mit Dissolverscheibe, 1000 Umdrehungen pro Minute) eindispersiert. Dabei wird das Apyral 20X nach und nach zugegeben, um eine gute Benetzung zu erreichen. Abschliessend werden in die Mischung noch 0.2 Teile Omnirad 2100 eingerührt.

[0038] Die Viskosität der Mischung ist größer als 30000 mPas. Sie liegt außerhalb der verwendeten Meßmethode. Dies deutet schon darauf hin, dass die Mischung nicht beschichtbar ist. Beim Beschichtungsversuch entstehen dann auch Löcher und Streifen in der Schicht, das heißt, die Mischung ist wegen der hohen Viskosität nicht beschichtbar.

Beispiel 4:

[0039] 100 Teile 2-EHA, 12 Teile AA, 1.8 Teile NVC und 0.2 Teile TPGDA werden gemischt. In diese Mischung werden 300 Teile Apyral 20X im Dissolver (Dispermat TU, Fa. VMA-Getzmann, mit Dissolverscheibe, 1000 Umdrehungen pro Minute) eindispersiert. Dabei wird das Apyral 20X nach und nach zugegeben, um eine gute Benetzung zu erreichen. Abschliessend werden in die Mischung noch 0.2 Teile Omnirad 2100 eingerührt. Mit dem Wiederaufrühren wird so verfahren, wie in Beispiel 1.

[0040] Die Viskosität der Mischung beträgt 11300 mPas (Brookfield Viskosimeter, 30 Umdrehungen pro Minute).

[0041] Diese aufgerührte Mischung wird mit einer Schichtdicke von 250µm beschichtet und mit UV-A-Licht auspolymerisiert wie in Beispiel 1. Man erhält einen geschlossenen, klebrigen Transferfilm der Dicke 250 µm.

Beispiel 5:

[0042] 100 Teile 2-EHA, 2.8 Teile AA, 9.5 Teile NVC und 0.2 Teile TPGDA werden gemischt. In diese Mischung werden 300 Teile Apyral 20X im Dissolver (Dispermat TU, Fa. VMA-Getzmann, mit Dissolverscheibe, 1000 Umdrehungen pro Minute) eindispersiert. Dabei wird das Apyral 20X nach und nach zugegeben, um eine gute Benetzung zu erreichen. Abschliessend werden in die Mischung noch 0.2 Teile Omnirad 2100 eingerührt. Mit dem Wiederaufrühren wird so verfahren, wie in Beispiel 1.

[0043] Die Viskosität der Mischung beträgt 900 mPas (Brookfield Viskosimeter, 30 Umdrehungen pro Minute).

[0044] Diese aufgerührte Mischung wird mit einer Schichtdicke von 250µm beschichtet und mit UV-A-Licht auspolymerisiert wie in Beispiel 1. Der erhaltene, geschlossene Transferfilm zeigt nur einen geringen Tack (Anfassklebkraft).

Beispiel 6:

[0045] 100 Teile 2-EHA, 2.8 Teile AA, 1.8 Teile NVC und 0.2 Teile TPGDA werden gemischt. In diese Mischung werden 280 Teile Apyral 20X im Dissolver (Dispermat TU, Fa. VMA - Getzmann, mit Dissolverscheibe, 1000 Umdrehungen pro Minute) eindispersiert. Dabei wird das Apyral 20X nach und nach zugegeben, um eine gute Benetzung zu erreichen. Anschliessend werden als blauer Farbstoff 0,05 Teile Fett-Blau B 01 hinzugegeben und innig verrührt. Abschliessend werden in die Mischung noch 0.2 Teile Omnirad 2100 eingerührt. Mit dem Wiederaufrühren wird so verfahren, wie in Beispiel 1.

[0046] Die Viskosität der Mischung beträgt 9500 mPas (Brookfield Viskosimeter, 30 Umdrehungen pro Minute).

[0047] Diese aufgerührte Mischung wird beschichtet auf eine transparente silikonisierte Polyesterfolie (Dicke 100µm), so dass eine Schichtdicke von 250µm entsteht. Anschließend wird die Schicht durch eine transparente silikonisierte Polyesterfolie (Dicke 50µm) abgedeckt. Der Verbund wird auf ein Transportband gelegt und unter UV-Lampen mit UV-A-Strahlung bestrahlt (Lampen: Niederdruck Quecksilber Fluoreszenzlampen, Emission im Bereich 350 bis 400 nm, Philips Actinic BL TL-K 40W/10-R SLV). Die gemessene Dosis zwischen den beiden Folien beträgt 1700 mJ/cm², gemessen mit dem Messgerät Power Puck II.

[0048] Daraus erhält man einen blauen, klebrigen Transferfilm der Dicke 250 µm.

Tabelle 1: Zusammensetzungen

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4	Beispiel 5	Beispiel 6
Anteile am Acrylatteil						
2-EHA	95,22 %	95,22 %	97,8 %	87,58 %	88,72 %	95,17 %
AA	2,7 %	2,7 %		10,5 %	2,5 %	2,7 %
NVC	1,7 %	1,7%	1,8 %	1,56 %	8,42 %	1,7 %
TPGDA	0,19 %	0,19 %	0,20 %	0,18 %	0,18 %	0,19 %
Omnirad 2100	0,19 %	0,19 %	0,20 %	0,18 %	0,18 %	0,19 %
Fett-Blau B 01						0,05 %
Anteil des Aluminiumhydroxid, bezogen auf die Gesamtmischung aus Acrylat, Fotoinitiator und Füllstoff						
Aluminiumhydroxid	72,7 %	63,2 %	73,3 %	72,4 %	72,7 %	72,7 %

Tabelle 2: Messergebnisse

	Beispiel 1	Beispiel 2	Beispiel 3	Beispiel 4	Beispiel 5	Beispiel 6
Viskosität vor Beschichtung	8000 mPas	13000 mPas	>30000 mPas	9800 mPas	11300 mPas	9500 mPas
Klebkraft	20 N/25mm	12 N/25mm	-	14 N/25mm	4 N/25mm	18 N/25mm
Wärmetest	> 200°C	> 200°C	-	-	-	> 200°C
Spez. Wärmeleitfähigkeit	1.0 W/(m·K)	0.67 W/(m·K)		0.94 W/(m·K)	0.83 W/(m·K)	0,95 W/(m·K)
Entflammbarkeit	Nicht entflammbar	Nicht entflammbar	-	-	-	Nicht entflammbar

[0049] In der Tabelle sind Beispiel 1 und Beispiel 6 erfindungsgemäß. Eine hohe spezifische Wärmeleitfähigkeit geht einher mit hohen Klebkräften.

[0050] Beispiel 2 hat wegen des geringeren Füllstoffanteils eine geringere spezifische Wärmeleitfähigkeit. Wegen der ohnehin schon hohen Viskosität ist der Füllstoffanteil nicht erhöhbar, somit ist auch die spezifische Wärmeleitfähigkeit begrenzt.

[0051] Beispiel 3 ist nicht beschichtbar. Durch die fehlende Acrylsäure ist die Viskosität der Mischung zu hoch, so dass eine gleichmäßige Beschichtung, frei von Löchern und Streifen, nicht möglich ist.

[0052] Beispiel 4 enthält einen zu hohen Anteil an Acrylsäure, wodurch die Klebkraft des erhaltenen Transferfilms gering ist.

[0053] Beispiel 5 enthält einen zu hohen Anteil an N-Vinylcaprolactam. Dadurch leidet die Klebkraft, der Transferfilm zeigt wenig Anfassklebkraft (Tack).

[0054] Beispiel 6 ist eine erfindungsgemäße Variante, die blau eingefärbt ist. Trotz der Einfärbung zeigt das Beispiel hohe Klebkräfte und hohe spezifische Wärmeleitfähigkeit.

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- WO 2009/131920 A1 [0007]
- US 2008022709 A1 [0007]
- WO 2004/104129 A1 [0007]
- WO 2005/47412 A1 [0007]
- EP 2674464 A1 [0008]
- WO 2018/069512 A1 [0008]

Zitierte Nicht-Patentliteratur

- DIN EN 1939 [0005]
- DIN ISO 1939 [0020]

Patentansprüche

1. Thermisch leitfähige Haftklebmasse bestehend aus einem Acrylatpolymer und einem Füllstoff, wobei das Acrylatcopolymer aus folgenden Monomeren besteht:
85-98 Gewichts-% eines Alky- (meht) acrylats, insbesondere 2-Ethylhexylacrylat,
0,5 bis 5 Gewichts-% Acrylsäure,
0,5 bis 5 Gewichts-% N-Vinylcaprolactam,
0,05 bis 1 Gewichts-% eines Vernetzers, insbesondere eines multifunktionellen Acrylatmonomers,
und 0,5 bis 2 Gewichts-% eines Fotoinitators, wobei sich diese Anteile des Acrylatpolymers zu 100% addieren und Aluminiumhydroxid als Füllstoff, wobei dessen Anteil, bezogen auf die Gesamtmischung mindestens 65% beträgt.
2. Thermisch leitfähige Haftklebmasse nach Anspruch 1, wobei das Aluminiumhydroxid eine bimodale Korngrößenverteilung aufweist.
3. Thermisch leitfähige Haftklebmasse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, wobei zusätzlich ein Farbstoff im Bereich 0,01 bis 0,5 Gewichts-% , bezogen auf die gesamte Haftklebmasse, enthalten ist.
4. Thermisch leitfähige Haftklebmasse nach einem der vorangegangenen Ansprüche, wobei die Mischung keine Phosphatester und keine Weichmacher enthält.
5. Verfahren zur Herstellung eines thermisch leitfähigen Klebebandes umfassend
 - a) Herstellung einer Mischung aus Acrylatmonomeren und Aluminiumhydroxid, wobei der Masseanteil des Aluminiumhydroxid an der Gesamtmischung größer als 65% beträgt und die Mischung einen Fotoinitiator im Bereich 0,05 bis 1 Gewichts-%, bezogen auf das Acrylatpolymers, enthält,
 - b) Auftragen dieser Mischung zwischen 2 Folien zum Erhalt einer bahnförmigen Ausformung, die beidseitig abgedeckt ist,
 - c) Vernetzung dieser Mischung mit Hilfe von UV-A-Licht zu einem haftklebrigen Flächengebilde.
6. Klebeband, bestehend zumindest aus einer thermisch leitfähigen Haftklebmasse nach einem der vorangegangenen Ansprüche.
7. Klebeband nach den Ansprüchen 5 und 6, wobei die Wärmeleitfähigkeit zwischen 0,8 W/(m·K) und 1,5 W/(m·K) und die Klebkraft auf Stahl größer als 16 N/25mm beträgt und das Klebeband flammhemmend ist.

Es folgen keine Zeichnungen