



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2016-0072138
(43) 공개일자 2016년06월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B29C 45/00 (2006.01) B29C 45/77 (2006.01)
B29K 507/02 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B29C 45/0013 (2013.01)
B29C 45/77 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2016-7011872
(22) 출원일자(국제) 2014년10월13일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2016년05월04일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2014/071836
(87) 국제공개번호 WO 2015/055552
국제공개일자 2015년04월23일
(30) 우선권주장
13188410.8 2013년10월14일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
쓰리엠 이노베이티브 프로퍼티즈 컴파니
미국 55133-3427 미네소타주 세인트 폴 피.오.박
스 33427 쓰리엠 센터
(72) 발명자
위벨 크리스티나
독일 87448 발텐호펜 제틀러스트라체 11
세델 로버트
독일 87435 캠프텐 프로이텐베르크 9
(74) 대리인
양영준, 조윤성, 김영

전체 청구항 수 : 총 26 항

(54) 발명의 명칭 중합체/질화붕소 배합물의 열가소성 가공에 의해 제조되는 구성 부품, 그러한 구성 부품을 제조하기 위한 중합체/질화붕소 배합물, 그러한 구성 부품을 제조하기 위한 방법 및 그의 용도

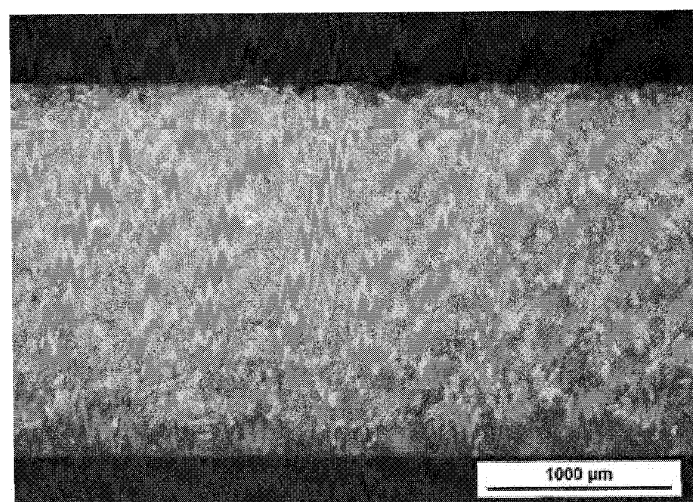
(57) 요약

본 발명은 적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품을 제조하기 위한 방법으로서, 중합체/질화붕소 배합물을 사용하여 사출 성형기에서 사출 주형에 의해 사출 성형하는 방법 단계를 포함하며, 중합체/질화붕소 배합물은 열가소성 가공가능한 중합체 재료 및 열전도성 충전제를 포함하고, 충전제는 소관-형상의 육방정 질화붕소 입자를 포함하고, 사출 성형 동안의 사출 속도는 200 mm/s 이하인, 제조 방법에 관한 것이다.

추가로, 본 발명은 그러한 방법을 사용하여 제조된 구성 부품 및 그러한 구성 부품을 제조하기 위한 중합체/질화붕소 배합물에 관한 것이다.

추가로, 본 발명은 냉각시키고자 하는 구성 부품 및 조립체의 방열을 위한 그러한 구성 부품의 용도에 관한 것이다.

대표도 - 도6a



(52) CPC특허분류

B29C 2945/76531 (2013.01)

B29C 2945/76545 (2013.01)

B29C 2945/76765 (2013.01)

B29K 2507/02 (2013.01)

명세서

청구범위

청구항 1

적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품을 제조하기 위한 방법으로서,

중합체/질화붕소 배합물을 사용하여 사출 성형기에서 사출 주형에 의해 사출 성형하는 방법 단계를 포함하며, 중합체/질화붕소 배합물은 열가소성 가공가능한 중합체 재료 및 열전도성 충전제를 포함하고, 충전제는 소판-형상의(platelet-shaped) 육방정 질화붕소 입자를 포함하고, 사출 성형 동안의 사출 속도는 200 mm/s 이하인, 제조 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 사출 속도는 175 mm/s 이하, 바람직하게는 150 mm/s 이하인, 제조 방법.

청구항 3

제2항에 있어서, 사출 속도는 125 mm/s 이하, 바람직하게는 100 mm/s 이하, 더욱 바람직하게는 80 mm/s 이하 및 특히 바람직하게는 70 mm/s 이하인, 제조 방법.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 중합체/질화붕소 배합물은 유리 섬유를 함유하지 않고,

사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 10℃ 이상 및 60℃ 이하 더 높고,

사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 30℃ 이상 및 120℃ 이하 더 낮고,

구성 부품의 평면 통과 열전도율(through-plane thermal conductivity)은 1 W/m*K 이상 및 2.5 W/m*K 미만이고, 열전도율은 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플에서 DIN EN ISO 22007-4에 따라 측정되는, 제조 방법.

청구항 5

제4항에 있어서, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 20℃ 이상 및 50℃ 이하, 바람직하게는 30℃ 이상 및 40℃ 이하 더 높고/높거나, 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 60℃ 이상 및 100℃ 이하, 바람직하게는 90℃ 이상 및 100℃ 이하 더 낮은, 제조 방법.

청구항 6

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 중합체/질화붕소 배합물은 유리 섬유를 함유하지 않고,

사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 10℃ 이상 및 60℃ 이하 더 높고,

사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 5℃ 이상 및 70℃ 이하 더 낮고,

구성 부품의 평면 통과 열전도율은 2.5 W/m*K 이상이고, 열전도율은 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플에서 DIN EN ISO 22007-4에 따라 측정되는, 제조 방법.

청구항 7

제6항에 있어서, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융

온도보다 20℃ 이상 및 50℃ 이하, 바람직하게는 20℃ 이상 및 40℃ 이하, 특히 바람직하게는 20℃ 이상 및 35℃ 이하 더 높고/높거나, 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 10℃ 이상 및 50℃ 이하, 바람직하게는 10℃ 이상 및 40℃ 이하 더 낮은, 제조 방법.

청구항 8

제1항 또는 제2항에 있어서, 중합체/질화붕소 배합물은 유리 섬유를 함유하고,

사출 성형 동안의 사출 속도는 50 mm/s 이상, 바람직하게는 70 mm/s 이상이고,

사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 10℃ 이상 및 60℃ 이하 더 높고,

사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 5℃ 이상 및 40℃ 이하 더 낮은, 제조 방법.

청구항 9

제8항에 있어서, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 20℃ 이상 및 55℃ 이하, 바람직하게는 30℃ 이상 및 55℃ 이하 더 높고/높거나, 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 10℃ 이상 및 30℃ 이하, 바람직하게는 10℃ 이상 및 25℃ 이하 더 낮은, 제조 방법.

청구항 10

제1항 내지 제9항 중 어느 한 항에 따른 방법에 의해 얻을 수 있는, 적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품.

청구항 11

적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품으로서,

중합체/질화붕소 배합물의 열가소성 가공에 의해 제조되고, 중합체/질화붕소 배합물이 열가소성 가공가능한 중합체 재료 및 열전도성 충전제를 포함하고, 충전제가 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자를 포함하는, 구성 부품.

청구항 12

제11항에 있어서, 함께 응집되어 비늘형 질화붕소 응집체(scale-like boron nitride agglomerate)를 형성하는 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자들을 포함하는, 구성 부품.

청구항 13

제12항에 있어서, 비늘형 질화붕소 응집체의 텍스처 지수(texture index)는 2.0 초과 및 바람직하게는 2.5 이상, 더욱 바람직하게는 3.0 이상 및 특히 바람직하게는 3.5 이상이고/이상이거나; 비늘형 질화붕소 응집체의 두께는 500 μm 이하, 바람직하게는 200 μm 이하, 더욱 바람직하게는 100 μm 이하, 더욱 더 바람직하게는 70 μm 이하, 훨씬 더 바람직하게는 50 μm 이하 및 특히 바람직하게는 35 μm 이하이고/이하이거나; 비늘형 질화붕소 응집체의 종횡비는 1 초과 및 바람직하게는 2 이상, 더욱 바람직하게는 3 이상 및 특히 바람직하게는 5 이상인, 구성 부품.

청구항 14

제12항 또는 제13항에 있어서, 비늘형 질화붕소 응집체는 무기 결합 상(inorganic binding phase)을 포함하는, 구성 부품.

청구항 15

제14항에 있어서, 비늘형 질화붕소 응집체는 각각의 경우에 비늘형 질화붕소 응집체의 총량을 기준으로 1% 이상, 바람직하게는 5% 이상, 더욱 바람직하게는 10% 이상, 더욱 더 바람직하게는 20% 이상 및 특히 바람직하게

는 30% 이상의 결합 상 비율을 갖는, 구성 부품.

청구항 16

제14항 또는 제15항에 있어서, 결합 상은 질화알루미늄(AlN), 산질화알루미늄, 질화티타늄(TiN), 질화규소(Si_3N_4), 및/또는 질화붕소(BN), 바람직하게는 질화알루미늄, 산질화알루미늄, 질화티타늄, 및/또는 질화규소, 더욱 바람직하게는 질화알루미늄 및/또는 산질화알루미늄 및 특히 바람직하게는 질화알루미늄을 포함하는, 구성 부품.

청구항 17

제11항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서, 구성 부품의 평면 통과 열전도율은 $1 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상, 바람직하게는 $1.2 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상, 더욱 바람직하게는 $1.5 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상 및 특히 바람직하게는 $1.8 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상이고, 열전도율은 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플에서 DIN EN ISO 22007-4에 따라 측정되는, 구성 부품.

청구항 18

제11항 내지 제17항 중 어느 한 항에 있어서, 구성 부품의 평면 내 열전도율(in-plane thermal conductivity)은 $1.5 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상, 바람직하게는 $1.8 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상, 더욱 바람직하게는 $2.2 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상 및 특히 바람직하게는 $2.7 \text{ W/m}^2\text{K}$ 이상이고, 열전도율은 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플에서 DIN EN ISO 22007-4에 따라 측정되는, 구성 부품.

청구항 19

제11항 내지 제18항 중 어느 한 항에 있어서, 질화붕소의 비율은 질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로 5 부피% 이상, 바람직하게는 10 부피% 이상, 더욱 바람직하게는 20 부피% 이상 및 특히 바람직하게는 30 부피% 이상인, 구성 부품.

청구항 20

제11항 내지 제19항 중 어느 한 항에 있어서, 질화붕소와 상이하고 열전도율을 증가시키는 적어도 하나의 충전제를 포함하는, 구성 부품.

청구항 21

제20항에 있어서, 질화붕소와 상이한 충전제는, 바람직하게는 알루미늄, 규소, 티타늄, 구리, 철 및 청동 분말, 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되는 금속 분말이거나; 또는 질화붕소와 상이한 충전제는 흑연, 팽창 흑연, 그래핀 또는 카본 블랙 형태의 탄소, 특히 바람직하게는 팽창 흑연이거나; 또는 질화붕소와 상이한 충전제는, 바람직하게는 산화알루미늄, 산화마그네슘, 질화알루미늄, 이산화규소, 탄화규소, 질화규소 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되는, 특히 바람직하게는 산화알루미늄, 산화마그네슘 및/또는 질화알루미늄인 산화물, 질화물 또는 탄화물이거나; 또는 질화붕소와 상이한 충전제는 광물 충전제이며, 바람직하게는 알루미늄노규산염, 규산알루미늄, 규산마그네슘($2\text{MgO} \cdot \text{SiO}_2$), 알루미늄산마그네슘($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), 브루사이트(brucite) (수산화마그네슘, $\text{Mg}(\text{OH})_2$), 석영, 크리스토팔라이트(cristobalite) 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되는, 구성 부품.

청구항 22

제20항 또는 제21항에 있어서, 질화붕소 및 질화붕소와 상이한 열전도성 충전제의 총 비율은 각각의 경우에 중합체/질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로 20 부피% 이상, 바람직하게는 30 부피% 이상인, 구성 부품.

청구항 23

제11항 내지 제22항 중 어느 한 항에 있어서, 유리 섬유를 포함하며, 유리 섬유의 비율은 바람직하게는 5 내지 40 부피%인, 구성 부품.

청구항 24

제11항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서, 적어도 일부분에서의 구성 부품의 벽 두께는 2 mm 이하인, 구성

부품.

청구항 25

제10항 내지 제24항 중 어느 한 항에 따른 구성 부품을 제조하기 위한 중합체/질화붕소 배합물로서,

열가소성 가공가능한 중합체 재료 및 열전도성 충전제를 포함하고, 충전제가 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자를 포함하는, 중합체/질화붕소 배합물.

청구항 26

냉각시키고자 하는 구성 부품 또는 조립체의, 바람직하게는 전자 구성 부품 또는 조립체의 방열을 위한, 제10항 내지 제24항 중 어느 한 항에 따른 구성 부품의 용도.

발명의 설명

기술 분야

- [0001] 본 발명은, 높은 평면 통과 열전도율(through-plane thermal conductivity)을 갖는 소판-형상의(platelet-shaped) 육방정 질화붕소 입자를 사용하여 중합체 배합물의 열가소성 가공에 의해 제조되는 구성 부품, 그러한 구성 부품을 제조하기 위한 중합체/질화붕소 배합물, 그러한 구성 부품을 제조하기 위한 방법, 및 방열을 위한 그러한 구성 부품의 용도에 관한 것이다.

배경 기술

- [0002] 열가소성 가공가능한 플라스틱은 다양한 응용에서 사용된다. 그러한 목적을 위해, 베이스 중합체의 특성은 추가 성분과의 배합에 의해서 종종 변경되며 그에 의해 각각의 응용에 맞추어진다.
- [0003] 예를 들어, 유기 충전제, 광물 충전제, 세라믹 충전제, 유리질 충전제, 및 금속성 충전제가, 중합체 매트릭스와 배합하기 위한 추가 성분으로서 사용될 수 있다. 충전제는, 예를 들어, 덩어리형(blocky), 구형, 소판-형상 또는 섬유질 입자, 또는 불규칙한 모폴로지(morphology)를 갖는 입자로서 존재할 수 있다. 추가 성분은, 예를 들어, 기계적 또는 전기적 특성, 열팽창계수, 또는 밀도를 변경하기 위해, 또는 열전도율을 증가시키기 위해 사용될 수 있다.
- [0004] 배합 동안, 중합체 및 추가 성분으로 이루어진 혼합 재료가 형성되는데, 이는 전형적으로 과립의 형태로 축적되며, 형상화 공정에서 추가로 가공된다. 구성 부품을 형성하기 위한 형상화는 바람직하게는 사출 성형에 의해 수행된다.
- [0005] 열전도성 중합체-기반 혼합 재료를 제조하기 위해서, 종종 단지 불량한 열전도성의 열가소성 매트릭스에 열전도성 충전제가 도입된다. 육방정 질화붕소는, 소판-형상의 입자 모폴로지를 갖는 고도로 열전도성인 충전제이며, 이는 열전도성 중합체/질화붕소 혼합 재료(중합체/질화붕소 배합물)를 제조하는 데 사용될 수 있다.
- [0006] 열가소성 가공가능한 중합체를 충전제와 배합할 때, 압출기가 일반적으로 사용된다. 예를 들어, 스크루가 재료를 수송하는 것 외에도 추가의 기능을 하는 이중 압출기가 사용된다. 각각의 응용에 따라, 상이한 실시 형태로 이송 요소, 혼합 요소, 예를 들어 혼련 블록(kneading block)과 같은 전단 요소, 및 역류(backflow) 요소가 압출기 내의 상이한 구역에서 사용될 수 있다. 혼합 요소 및 전단 요소는 중합체 용융물과 충전제의 양호한 혼합 및 균질화를 보장한다.
- [0007] 충전제는 주 호퍼(main hopper)를 통해 중합체와 함께 공급될 수 있지만 측면 공급기(side feeder)를 통해 또한 공급될 수 있다. 충전제를 측면 공급기를 통해 첨가하는 것은, 충전제가 전단에 민감한 경우에 특히 중요하다. 중합체 과립은 주 공급기를 통해 압출기의 공급 구역 내로 투입되고, 후속하여 고압 및 강한 전단 하에서 용융된다. 전단-민감성 충전제는 측면 공급기를 통해 이미 용융된 충전제에 첨가된다. 예를 들어, 유리 섬유 - 이는 기계적 보강용 충전제로서 사용될 수 있음 - 는 배합 공정의 추후 시점에서 최적으로 가능한 전단력 하에서 측면 공급으로 첨가된다.
- [0008] 전단에 덜 민감한 충전제는 추가적인 측면 공급 동안 또는 중합체와 함께 주 공급 동안 더 이른 시점에 이미 추가적인 측면 공급기를 통해 첨가될 수 있다. 전단에 덜 민감한 충전제, 또는 예를 들어 안료와 같이 완전히 균질화되어야 하는 충전제는 압출기에 더 오래 남아 있으며, 첨가된 지점으로부터, 압출기 내의 하류 균질화 및

전단 영역 전체를 통과한다.

- [0009] 예를 들어 스크루 속도 및 온도와 같은 선택된 배합 파라미터에 따라, 전단-민감성 충전제는 분해 또는 부분적인 분해를 겪을 수 있다. 유리 섬유는, 분해는 유리 섬유의 분쇄, 및 그와 관련된, 유리 섬유 배합물로 이루어진 사출 성형된 부품의 기계적 특성의 감소를 의미한다.
- [0010] 압출기의 끝에서, 배합물은 스트랜드(strand) 형태의 중합체 용융물로서 노즐을 통해 압출기를 빠져나온다. 스트랜드가 냉각 및 고화된 후에, 제립기(granulator)로 배합물 과립을 제조하는데, 배합물 과립은 성형 공정에서 추가 가공하고자 하는 것이다.
- [0011] 충전되지 않은 중합체 과립을 위한 그리고 또한 중합체 및 충전제로 이루어진 배합물 과립을 위한 한 가지 가능한 형상화 공정은 사출 성형이다. 중합체 과립 또는 배합물 과립은 사출 성형기에서 재용융되고 고압 하에 주형 내에 채워진다. 여기에서, 중합체 용융물 또는 배합물 용융물이 고화되고, 사출 성형된 구성 부품이 배출될 수 있다.
- [0012] 사출 성형에서는, 형상화와 관련하여 설계가 매우 자유로우며, 수많은 기능을 할 수 있는 복잡한 구성 부품이 사출 성형될 수 있다. 충전제를 사용함으로써, 중합체는 각각의 응용 및 수행할 기능에 적합화될 수 있다.
- [0013] 배합물에 유리 섬유를 사용함으로써 기계적으로 고도로 응력성(stressable)인 플라스틱 구성 부품을 생성할 수 있게 된다. 완성된 사출 성형된 부품의 인장 강도는 중합체 용융물이 성형되었을 때 주형이 채워진 방향으로의 인장 강도가 최고이다. 유리 섬유는 사출 성형 공정 동안 강하게 배향되게 된다. 이러한 배향으로 인해, 재료 특성, 예를 들어 기계적 특성은 사출 성형된 구성 부품에서 이방성이다.
- [0014] 열전도성 중합체/질화붕소 배합물의 제조 및 구성 부품으로의 그의 가공에 있어서, 다수의 영향 요인이 열전도율 결과에 중대한 영향을 주는 것으로 나타났다. 이러한 영향 요인에는 배합, 형상화, 샘플의 기하학적 구조, 샘플 드로잉(drawing) 및 사용되는 측정 방법이 포함된다.
- [0015] 배합 동안, 예를 들어, 공동 혼련기(co-kneading machine)(부스(Buss) 혼련기), 단축 압출기 및 이축 압출기가 사용될 수 있다. 거친 배합 또는 온화한 배합을 위한 조정은 기계 설계 및/또는 공정 파라미터를 통해 이루어질 수 있다. 상대적으로 거친 배합으로 조정하기 위해서는, 분산 요소 및, 예를 들어 혼련 블록과 같은 전단 요소 둘 모두를 사용하는 것이 가능하고; 더 온화한 배합으로 조정하기 위해서는, 예를 들어 혼련 블록에 전적으로 분배될 수 있다. 더 높은 스크루 속도는 배합물 및 배합물 내의 충전제의 비교적 더 강한 전단을 야기하는 반면, 더 낮은 스크루 속도는 배합물 및 배합물 내의 충전제의 비교적 더 약한 전단을 야기한다.
- [0016] 중합체를 질화붕소 분말, 예를 들어 분무-건조된 질화붕소 분말과 배합하여 중합체/질화붕소 배합물을 형성할 때, 30 부피% 질화붕소를 폴리아미드(PA 6)에 첨가하는 경우, 충전제의 강한 혼합 및 전단과 양호한 분산에 의한 거친 배합은 배합물의 비교적 양호한 기계적 특성을 야기하는 한편, 열전도율이 비교적 더 낮은 것으로 나타났다. 반대로, 낮은 전단 및 더 불량한 분산에 의한 온화한 배합은 비교적 더 우수한 열전도율 및 더 불량한 기계적 특성을 갖는 배합물을 야기한다.
- [0017] 후속하는 형상화가 또한 열전도율 결과에 영향을 준다. 거친 배합에 의해 제조된 중합체/질화붕소 배합물의 샘플이 열간 프레싱(hot pressing)에 의해 제조되는 경우, 사출 성형에 의해 동일한 중합체/질화붕소 배합물로부터 제조된 인장 시험 바(bar)에 대한 것보다 평면 통과 열전도율이 40% 더 높다. 열간 프레싱된 샘플의 평면 통과 열전도율 값은 2 mm의 사출 성형된 얇은 플레이트에서 측정된 것보다 최대 100% 더 높다. 온화한 배합에 의해 제조된 중합체/질화붕소 배합물을 사용하여 사출 성형에 의해서 두께가 2 mm인 얇은 플레이트가 제조되는 경우, 거친 배합에 의해 제조된 배합물로부터의 사출 성형된 2 mm 플레이트에서보다 평면 통과 열전도율이 최대 15% 더 높다.
- [0018] 게다가 샘플의 기하학적 구조가 또한 열전도율 결과에 영향을 준다. 두께가 4 mm인 사출 성형된 인장 바에 대해 측정된 평면 통과 열전도율은, 사출 성형된 2 mm 두께의 플레이트에 대해 측정된 평면 통과 열전도율보다 최대 50% 더 높다.
- [0019] 사출 성형에 있어서, 샘플 드로잉의 유형이 또한 열전도율 결과에 영향을 준다. 예를 들어, 거친 배합 및 2 mm의 얇은 플레이트의 사출 성형에 있어서, 열전도율은 게이트 부근, 샘플 중심, 및 게이트로부터 먼 곳에서 크게 상이할 수 있는 것으로 나타났다. 예를 들어, 고충전 배합물에서의 열전도율은 샘플 드로잉 위치에 따라 20%만 큼 차이가 날 수 있다. 거친 배합 및 인장 시험 바의 사출 성형에 있어서, 제1 샘플 솔더(sample shoulder) 직후 게이트 부근에서 취해진 샘플의 열전도율은 제2 샘플 솔더 전에 게이트로부터 먼 곳에서 취해진 샘플과

10%만큼 차이가 날 수 있다.

- [0020] 마지막으로, 측정 방법이 또한 평면 통과 열전도율 결과에 영향을 준다. 4 mm의 사출 성형된 두꺼운 플레이트에서 핫 디스크법(hot disk method)을 사용하여 평면 통과 열전도율을 측정하는 경우에, 등방성 충전제에서의 측정 결과는 2 mm의 사출 성형된 얇은 플레이트에서 레이저-플래시법(laser-flash method)을 사용한 측정에서보다 대략 15 내지 20%만큼 더 높은 반면, 소판-형상 충전제에서 핫 디스크법을 사용하면 최대 50% 더 높은 열전도율이 측정된다.
- [0021] 이러한 이유로, 열전도율 측정 결과는 배합물의 제조, 배합물 과립의 형상화, 샘플 드로잉 및 열전도율 측정이 동일한 조건 하에서 수행된 경우에 단지 직접적인 비교만 가능하다.
- [0022] 일차 입자로서 존재하며 일차 입자의 응집체로서 존재하지 않는 육방정 질화붕소 분말 입자는 이방성 열전도율을 갖는다. 잘 결정화된 질화붕소 분말은 소판-형상의 입자 모폴로지를 갖는다. 질화붕소 소판은 전형적으로 종횡비, 즉, 소판 두께에 대한 소판 직경의 비가 10 초과이다. 소판 통과 열전도율은 소판 평면 내 열전도율에 비해 낮다.
- [0023] 배합물이 열가소성 중합체 및 소판-형상의 일차 질화붕소 입자 형태의 질화붕소 분말로부터 제조되는 경우, 일차 질화붕소 입자는 주로 미세하게 분산된 형태로 존재한다. 그러한 배합물이 사출 성형되는 경우, 대다수의 소판-형상의 일차 질화붕소 입자는, 특히, 박벽화된(thin-walled) 구성 부품에서, 사출 주형의 표면에 평면-평행하게 그리고 구성 부품의 표면에 평면-평행하게 정렬된다. 소판-형상의 일차 질화붕소 입자의 정렬은, 주형 벽에 가까운 영역들과 그로부터 멀리 떨어진 영역들 사이의 사출 성형된 구성 부품의 전단율(shear rate)로 인해 일어난다. 사출 성형된 구성 부품에서의 소판-형상의 일차 질화붕소 입자의 정렬은 특성, 특히 열전도율의 이방성으로 이어진다. 중합체 배합물의 유동 방향의 (평면 내) 벽 두께가 3 mm 이하 또는 2 mm 이하인 박벽화된 구성 부품의 열전도율은 일반적으로 4배 초과로 더 크며, 구성 부품 벽을 통한 (평면 통과) 열전도율은 30 부피% 이상의 충전제 로딩률(filler loading)에서 최대 7배 이상 더 크다. 열가소성 사출 성형된 구성 부품의 열전도율의 이방성은 다수의 응용에서 유리하지 않다. 예를 들어, 하우징 벽을 통한 방열은 낮은 평면 통과 열전도율에서 마찬가지로 낮다. 사출 성형된 하우징을 사용하는 응용에서, 이러한 특성은 유리하지 않은데, 하우징 벽 내의 신속한 열 분포가 가능하지만 하우징 벽을 통한 방열은 불가능하기 때문이다. 이러한 응용을 위해서는, 특히 2차원 영역을 가로질러 열이 소산되어야 하는 경우에는 가능한 한 높은 평면 통과 열전도율이 바람직하다.
- [0024] 배합물 중 50 부피% 미만의 질화붕소 분말의 충전제 로딩률의 경우, 2 mm 이하의 벽 두께를 갖는 사출 성형된, 박벽화된 구성 부품에서의 평면 통과 열전도율에 대해 일반적으로 1 W/m*K의 값을 넘지 않는다.
- [0025] 질화붕소는 중합체 중에 열전도성 충전제로서 소판-형상의 일차 입자의 응집체 형태로 또한 사용될 수 있다. 예를 들어, 분무-건조, 아이소스태틱 프레스링(isostatic pressing), 또는 프레스링 및 후속 소결에 의해, 질화붕소 응집체를 제조하는 다양한 방법이 미국 특허 출원 공개 제2006/0 127 422 A1호, 국제특허 공개 WO 03/013 845 A1호, 미국 특허 제6,048,511호, 유럽 특허 출원 공개 EP 0 939 066 A1호, 미국 특허 출원 공개 제2002/0 006 373 A1호, 미국 특허 출원 공개 제2004/0 208 812 A1호, 국제특허 공개 WO 2005/021 428 A1호, 미국 특허 제5,854,155호 및 미국 특허 제6,096,671호에 기재되어 있다.
- [0026] 독일 특허 출원 공개 DE 10 2010 050 900 A1호는, 질화붕소 소판이 응집체 내에서 바람직한 배향을 갖는, 텍스처화된 질화붕소 응집체를 제조하기 위한 방법을 기재한다.
- [0027] 열가소성 중합체 배합물은, 예를 들어 사출 성형기에서 사출 성형함으로써 생성된다. 이 공정에서는, 배합물 과립이 사출 성형기 내에 채워지고, 용융되고 고압 하에 사출 주형 내에 채워진다. 예를 들어 충전제가 없는 저점도 폴리아미드 6(예를 들어, 슐라미드(Schulamid) 6 NV12, 독일 케르펜 소재의 에이. 슐만(A. Schulman))에서의 전형적인 사출 성형 파라미터는 250 내지 270°C의 배합물 용융물의 용융 온도, 60 내지 90°C의 사출 주형의 주형 온도 및 250 mm/s의 사출 속도이다.
- [0028] 열가소성 중합체는 전형적으로 0.3 W/m*K 미만인 매우 낮은 열전도율을 갖는다. 유리 섬유 또는 대부분의 다른 불량한 열전도성 충전제가 첨가된 열가소성 화합물도 마찬가지로 열전도율이 낮거나 거의 높지 않다. 낮은 열전도율을 갖는 중합체 용융물의 고화는 주형을 채우는 동안 단지 느리게 시작되고 채움이 완료된 후에도 계속되기 때문에, 사이클 시간을 단축시키고 경제적인 생산을 보장하기 위하여 사출 성형에서는 낮은 주형 온도가 사용된다. 낮은 주형 온도는 구성 부품에서의 결함을 피하기 위하여 그리고 긴 유동 경로를 달성하기 위하여 전형적으로 높은 사출 속도와 조합하여 사용된다. 사출 성형 동안의 낮은 주형 온도로 인해, 주형을 채우는 동안

낮은 열전도성 유리 섬유-함유 배합물 내에서 섬유가 유동 방향으로 더 강하게 배향되는 영역이 주형 벽 부근에 형성되며, 그 결과 더 높은 인장 강도가 생성된다.

[0029] 매우 낮은 열전도율을 갖는 배합물의 사출 성형 파라미터를 최적화하기 위하여, 사이클 시간을 연장시키지 않는 파라미터를 선택하는 것이 전형적으로 바람직하다. 예를 들어, 주형을 채우는 동안 문제가 있거나 사출 성형된 부품의 품질에 문제가 있다면, 배합물 용융물의 사출 속도, 사출 압력 및 용융 온도를 증가시키고, 사출 주형의 주형 온도를 낮게 유지하는 것이 바람직하다. 이러한 방식으로, 짧은 사이클 시간으로 고품질의 사출 성형된 부품을 생성하는 것이 가능하다.

[0030] 질화붕소 응집체를 함유하는 중간 및 높은 열전도성 중합체/질화붕소 배합물이 이들 표준 사출 성형 파라미터 (높은 사출 속도, 높은 용융 온도, 낮은 주형 온도)를 사용하여 가공된다면, 비교적 낮은 열전도율, 특히 낮은 평면 통과 열전도율을 갖는 구성 부품이 생성된다. 유리 섬유-함유 중간 및 높은 열전도성 중합체/질화붕소 배합물에서는, 표준 사출 성형 파라미터를 사용하여 비교적 낮은 강도가 달성된다. 이러한 경우에, 1 내지 2.5 W/m*K 미만의 평면 통과 열전도율이 중간 열전도성인 것으로 여겨지고, 2.5 W/m*K 이상의 평면 통과 열전도율이 높은 열전도성인 것으로 여겨진다.

[0031] 질화붕소 응집체를 갖는 중합체/질화붕소 배합물에서, 200 mm/s 초과와 높은 사출 성형 속도는 질화붕소 응집체의 강한 전단(shearing) 및 이에 따른 질화붕소 응집체의 응집된 단편들로의 또는 심지어는 배합물 매트릭스 내의 일차 질화붕소 입자로의 분해를 야기한다. 이는 공간 내 모든 방향으로의 사출 성형된 구성 부품의 열전도율을 낮춘다. 고-충전율의 중간 및 높은 열전도성 배합물에서, 유리 섬유는 또한 높은 사출 속도에서 강하게 전단되고 손상된다. 사용되는 사출 주형의 저온이 또한 특히 불리한데, 이는 마찬가지로 전단-민감성 충전제의 분해를 야기한다. 종종, 사출 성형기는 150°C 초과와 주형 온도를 달성할 수 없다. 게다가, 실제로 달성되는 주형 온도는 설정된 목표 온도보다 상당히 더 낮을 수 있다. 따라서, 주형 온도를 시험하기 위하여, 주형이 채워지고 있을 때 중합체 또는 중합체 배합물과 접촉된 상태의 주형의 표면에 대해 측정을 실시하는 것이 필요하다.

[0032] 중간 열전도성 및 특히 높은 열전도성 배합물의 사출 성형에서, 표준 사출 성형 파라미터의 사용은 구성 부품 표면 상에 또렷이 발생된 유동 라인을 야기한다. 이는 특히 분수 유동(fountain flow)에 기인되는데, 분수 유동은 성형된 부품의 코어 영역으로부터 표면으로 중합체 용융물을 반복해서 이송시킨다. 전형적인 주형 온도를 사용하는 중간 열전도성 및 특히 높은 열전도성 배합물의 사출 성형에서, 중합체 배합물은 급격히 고화되고, 이에 따라 유동 라인 형성의 빈도가 높아진다. 일부 경우에, 이미 고화된 표면 단편들의 접합부(fold)가 구성 부품 내로 돌출되는 것으로 관찰될 수 있었다.

[0033] 2개의 이미 고화된 표면 단편이 만나는 경우, 이들은 심지어 높은 사출 압력 및 높은 홀딩 압력 하에서도 더 이상 접합되지 않을 수 있다. 이는 사출 성형된 부품의 불량한 기계적 특성 및 불량한 표면 품질을 야기한다.

발명의 내용

[0034] 그러므로, 본 발명에 의해 다루어지는 목적은, 종래 기술의 단점을 극복하면서, 박벽화된 구성 부품에서 높은 수준의 가공 신뢰도로, 높은 평면 통과 열전도율 값 및 높은 평면 내 열전도율 값을 얻을 수 있는, 열가소성 가공가능한 중합체/질화붕소 배합물을 제공하는 것이다.

[0035] 전술한 목적은, 청구항 1에 따른 방법, 청구항 10 및 청구항 11에 따른 구성 부품, 청구항 25에 따른 중합체/질화붕소 배합물, 및 청구항 26에 따른 구성 부품의 용도에 의해 달성된다. 방법 및 구성 부품의 바람직한 또는 특히 실용적인 실시 형태가 종속 청구항 2 내지 종속 청구항 9 및 종속 청구항 12 내지 종속 청구항 24에 명시되어 있다.

[0036] 따라서, 본 발명의 요지는 적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품을 제조하기 위한 방법으로서, 중합체/질화붕소 배합물을 사용하여 사출 성형기에서 사출 주형에 의해 사출 성형하는 방법 단계를 포함하며, 중합체/질화붕소 배합물은 열가소성 가공가능한 중합체 재료 및 열전도성 충전제를 포함하고, 충전제는 소관-형상의 육방정 질화붕소 입자를 포함하고, 사출 성형 동안의 사출 속도는 200 mm/s 이하인, 방법이다.

[0037] 본 발명의 추가의 요지는 그러한 방법을 통해 얻을 수 있는, 적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품이다.

[0038] 본 발명의 추가의 요지는 적어도 일부분에서 3 mm 이하의 벽 두께를 갖는 구성 부품으로서, 본 구성 부품은 중합체/질화붕소 배합물의 열가소성 가공에 의해 제조되고, 본 구성 부품은 열가소성 가공가능한 중합체 재료 및

열전도성 충전제를 포함하고, 충전제는 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자를 포함한다.

- [0039] 본 발명의 추가의 요지는 그러한 구성 부품을 제조하기 위한 중합체/질화붕소 배합물로서, 본 중합체/질화붕소 배합물은 열가소성 가공가능한 중합체 재료 및 열전도성 충전제를 포함하고, 충전제는 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자를 포함한다.
- [0040] 본 발명의 추가의 요지는 냉각시키고자 하는 구성 부품 또는 조립체, 바람직하게는 전자 구성 부품 또는 조립체의 방열을 위한 그러한 구성 부품의 용도이다.
- [0041] 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물은 중합체/질화붕소 배합물로부터 제조된 사출 성형된, 박벽화된 구성 부품의 낮은 평면 통과 열전도율의 단점을 극복할 수 있다.
- [0042] 평면 통과 열전도율은 평면 통과 방향에서, 즉 플레이트 평면에 직각으로 측정되는 열전도율이다. 평면 내 열전도율은 평면 내 방향에서, 즉 플레이트 평면을 따라 측정되는 열전도율이다.
- [0043] 놀랍게도, 사출 성형된, 박벽화된 구성 부품의 평면 통과 열전도율이 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물에 의해 현저하게 증가될 수 있는 한편, 동시에 양호한 평면 내 열전도율이 유지되는 것으로 나타났다.
- [0044] 열전도성 충전제의 충전제 로딩률이 너무 높지 않은 중합체/질화붕소 배합물이 본 발명에 따른 구성 부품을 제조하는 데 사용될 수 있다는 것은 더욱 놀라운 것이다. 따라서, 충전된 중합체 재료의 특성을 추가로 조정하기 위하여, 추가의 첨가제 및 충전제, 예를 들어 유리 섬유를 기계적 안정성을 증가시키기 위해 첨가할 수 있어서, 대부분의 표준 열가소성 중합체에서는, 50 부피% 이하의 총 충전제 로딩률이 가능하고 TPE 중합체(열가소성 탄성중합체)에서는 70 부피% 이하로 가능하다.
- [0045] 본 발명에 따른 방법을 사용하여, 상당히 더 높은 평면 통과 열전도율이 표준 사출 성형 파라미터를 사용하여 제조된 구성 부품에서보다 중합체/질화붕소 배합물의 사출 성형된, 박벽화된 구성 부품에서 달성될 수 있는데, 여기서는 유동 라인의 발생이 상당히 감소되고 거의 결함이 없는 표면이 형성된다.
- [0046] 게다가, 유리 섬유를 함유하는 열전도성 배합물이 사용되는 경우 개선된 기계적 특성으로 이어지는 사출 성형 파라미터를 발견했다는 것이 놀라운 일이다. 본 발명에 따른 방법은 유리 섬유 전단을 감소시키고 유리 섬유를 유리하게 유동 방향으로 배향될 수 있게 한다. 본 발명에 따른 제조 방법을 사용하여, 사출 성형된 샘플의 인장 강도를 표준 사출 성형 파라미터를 사용하여 제조된 샘플과 비교하여 최대 15% 및 그 이상으로 증가시켰다.
- [0047] 열가소성 사출 성형에서는, 주형이 채워질 때 사출 성형된 부품 내에 층이 형성된다. 전형적으로, 주형이 채워지고 있는 동안에 이미 고화되는 에지 층이 있으며, 이에 따라 전체 유동 선단(flow front)을 가로질러 용융물이 주형을 채우지 못한다. 오히려, 용융물이 고화된 에지 구역들 사이에서 유동 선단으로 유동한다. 게다가, 벽에 가까운 영역들과 벽으로부터 멀어지는 영역들 사이에 전단율이 존재하며, 전단율은 벽에 가까운 아직 고화되지 않은 영역에서 최고이다. 여기서, 용융물은 코어 영역에서보다 더 느리게 주형 내로 유동한다. 벽에 가까운 영역들에서의 전단을 때문에, 예를 들어 섬유 또는 소판과 같은 이방성 충전제는 주형이 채워지고 있는 동안에 벽 표면에 평행하게 배향되게 된다. 벽에 가까운 전단을 이내에서, 유리 섬유는 그 자체가 유동 방향에 평행하게 배향된다. 소판-형상의 질화붕소 입자는 그 자체가 벽의 표면에 평면-평행하게 배향된다. 벽에 가까운 영역들과 인접하게, 코어 영역이 존재하는데, 이는 벽에 가까운 영역들 사이의 중심에 놓여진다. 코어 영역에서, 섬유 및 소판은 그 자체가 주 유동 방향에 대해 횡방향으로 배향된다.
- [0048] 각각의 층의 특징적인 발생 및 각각의 층에서의 배향 정도는 열전도율 및 강도에 관하여 구성 부품 특성의 이방성에 영향을 준다. 예를 들어, 동일한 소판-형상의 질화붕소 입자를 함유하는 중합체/질화붕소 배합물에서의 강하게 두드러진 코어 영역은 높은 평면 통과 열전도율 및 상대적으로 낮은 평면 내 열전도율을 야기한다. 동시에, 유리 섬유를 함유하는 중합체/질화붕소 배합물의 강도는 덜 강하게 두드러진 코어 영역에서보다 비교적 더 낮다. 대조적으로, 섬유의 종방향 배향이 주 유동 방향에 평행하거나, 소판-형상의 열전도성 입자에서는 벽 표면에 평면-평행한 강하게 두드러진 에지 영역들은 주 유동 방향으로의 비교적 높은 인장 강도를 그리고 비교적 높은 평면 내 열전도율을 야기한다. 높은 평면 내 열전도율 및 높은 인장 강도 두 효과 모두는 유리 섬유와 조합된 소판-형상의 열전도성 입자를 갖는 배합물에서 동시에 일어날 수 있다.
- [0049] 소판-형상의 질화붕소 입자를 갖는 중합체/질화붕소 배합물로 이루어진 본 발명에 따른 구성 부품의 경우, 놀랍게도, 사출 속도의 증가에 따라 중간 층의 두께가 증가하지 않고 오히려 감소하는 것으로 밝혀졌다. 대조적으로, 낮은 사출 속도는 두꺼운 중간 층의 발생을 야기한다. 따라서, 낮은 사출 속도를 사용함으로써, 두꺼운 중간 층이 본 발명에 따른 구성 부품 내에 생성될 수 있으며, 이는 비교적 증가된 평면 통과 열전도율을

가져온다.

[0050] 놀랍게도, 중합체/질화붕소 배합물로 이루어진 본 발명에 따른 구성 부품에서는, 사출 주형의 주형 온도가 증가될 때 중간 층의 두께가 증가되지 않고 - 당업자는 이렇게 예측했을 것임 -, 오히려 중간 층의 두께가 감소되는 것으로 밝혀졌다. 예측과는 대조적으로, 중간 층의 두께는 주형 온도가 감소할 때 증가한다. 따라서, 비교적 낮은 주형 온도에서, 평면 통과 열전도율의 유의한 증가가 검출되었다.

[0051] 놀랍게도, 유리 섬유-함유 중합체/질화붕소 배합물에서 그리고 약 120 mm/s의 중간 사출 속도 및 높은 주형 온도를 사용하여, 높은 강도가 달성될 수 있는 것으로 또한 밝혀졌다. 이는 높은 주형 온도에서, 중간 층이 더 강하게 두드러지고 이에 따라 인장 강도가 떨어질 것으로 예측되어야 했기 때문에 놀라운 일이다.

도면의 간단한 설명

[0052] 도 1은 게이트를 갖는 $80 \times 80 \times 2$ mm³ 치수의 얇은, 사출 성형된 플레이트, 및 열전도율 값(평면 내 열전도율 및 평면 통과 열전도율)이 계산되는 평면 내 방향 및 평면 통과 방향을 나타낸다.

도 2a 및 도 2b는 평면 통과 열전도율 및 평면 내 열전도율을 측정하는 데 사용되는 샘플을 나타낸다. 도 2a는 도 1의 사출 성형된 플레이트의 중심으로부터 제조되고 평면 통과 열전도율을 측정하는 데 사용된 $10 \times 10 \times 2$ mm³ 치수의 샘플을 나타낸다. 도 2b는 평면 내 열전도율을 측정하기 위한 샘플의 제조를 나타낸다. 먼저, 순간 접착제(instant glue)를 사용하여 접착시켜 치수 $10 \times 10 \times 2$ mm³인 샘플들의 플레이트 스택을 제조하였는데, 이 경우 치수가 $80 \times 80 \times 2$ mm³인 사출 성형된 플레이트로 이루어진 상기 샘플들을 제조하였다. 플레이트 스택으로부터, 평면 통과 방향에 평행하게 그리고 사출 성형된 플레이트의 유동 방향에 직각으로 샘플을 제조한다. 이러한 샘플에서, 평면 내 열전도율을 결정한다.

도 3a 및 도 3b는 실시예 및 참고예로부터의 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물에 사용되는 질화붕소 응집체의 SEM 이미지를 나타낸다. 도 3a는 500 μm 미만의 체 분획에서의 질화붕소 응집체의 개관 이미지(overview image)를 나타낸다. 도 3b는 두께가 30 μm인 응집체의 파쇄된 표면을 나타낸다.

도 4는, 예를 들어 유리 섬유와 같은 섬유질 충전제를 함유하는 중합체/질화붕소 배합물로 이루어진 사출 성형된 얇은 플레이트의 3층 모델을 나타낸다. 벽에 가까운 2개의 층(a)에서, 섬유는 주 유동 방향에 평행하게 정렬된다. 벽에 가까운 상기 층들이 강하게 두드러진다면, 유동 방향으로 높은 인장 강도를 달성하는 것이 가능하다. 중간 층(b)에서, 섬유는 주 유동 방향에 대해 횡방향으로 배향된다. 중간 층은 유동 방향으로의 샘플의 강도에 거의 기여하지 않는다.

도 5는, 예를 들어 텍스처화된 비늘형(scale-like) 질화붕소 응집체와 같은 소판-형상의 높은 열전도성 충전제를 함유하는 배합물로 이루어진 사출 성형된 얇은 플레이트의 3층 모델을 나타낸다. 벽에 가까운 2개의 층(a)에서, 소판은 주 유동 방향에 평행하게 그리고 구성 부품 표면에 평면-평행하게 정렬된다. 상기 층들이 강하게 두드러지는 경우, 높은 평면 내 열전도율을 달성하는 것이 가능하다. 중간 층(b)에서, 소판-형상의 충전제 입자는 주 유동 방향에 직각으로 배향된다. 중간 층이 강하게 두드러지는 경우, 높은 평면 통과 열전도율이 달성될 수 있다.

도 6a는 실시예 번호 8로부터의 2 mm의 사출 성형된 얇은 플레이트의 단면 폴리시(polish)의 광학 현미경 이미지를 나타낸다. 사출 주형을 채우는 동안의 중합체 배합물의 주 유동 방향은 좌측에서 우측으로 진행된다. 샘플의 코어 영역 내의 비늘형 질화붕소 응집체의 대다수는 실질적으로 플레이트 표면에 직각으로 그리고 주 유동 방향에 직각으로 배향된다. 비늘형 질화붕소 응집체의 이러한 배열을 갖는 코어 영역은 매우 크고 구성 부품의 표면까지 부분적으로 연장된다. 코어 영역은 구성 부품의 부피의 70%를 초과하여 차지한다. 전체 샘플에서, 비늘형 질화붕소 응집체의 70% 초과는 45° 이상의 각도로 구성 부품의 표면을 향해 배향된다. 50 부피%의 비늘형 질화붕소 응집체를 함유하는 PA6 샘플은 평면 통과 열전도율이 4.1 W/m*K이다.

도 6b는 도 6a로부터의 비늘형 질화붕소 응집체의 배향의 개략도이다.

도 7a는 실시예 번호 11로부터의 2 mm의 사출 성형된 얇은 플레이트의 단면 폴리시의 광학 현미경 이미지를 나타낸다. 사출 주형을 채우는 동안의 중합체 배합물의 주 유동 방향은 좌측에서 우측으로 진행된다. 샘플의 코어 영역 내의 비늘형 질화붕소 응집체의 대다수는 실질적으로 플레이트 표면에 직각으로 그리고 주 유동 방향에 직각으로 배향된다. 코어 영역은 구성 부품의 부피의 대략 50%를 차지한다. 전체 샘플에서, 비늘형 질화붕소 응집체의 약 50%는 45° 이상의 각도로 구성 부품의 표면을 향해 배향된다. 50 부피%의 비늘형 질화붕소 응집체를 함유하는 PA6 샘플은 평면 통과 열전도율이 3.3 W/m*K이다.

도 7b는 도 7a로부터의 비늘형 질화붕소 응집체의 배향의 개략도이다.

도 8a는 실시예 번호 12로부터의 2 mm의 사출 성형된 얇은 플레이트의 단면 폴리시의 광학 현미경 이미지를 나타낸다. 사출 주형을 채우는 동안의 중합체 배합물의 주 유동 방향은 좌측에서 우측으로 진행된다. 샘플의 코어 영역 내의 비늘형 질화붕소 응집체의 작은 비율이 플레이트 표면에 직각으로 그리고 주 유동 방향에 직각으로 배향된다. 코어 영역은 상대적으로 작고 구성 부품의 부피의 약 10 내지 25% 이하를 차지한다. 전체 샘플에서, 비늘형 질화붕소 응집체의 70% 초과는 45° 이하의 각도로 구성 부품의 표면을 향해 배향된다. 50 부피%의 비늘형 질화붕소 응집체를 함유하는 PA6 샘플은 평면 통과 열전도율이 3.0 W/m*K이다.

도 8b는 도 8a로부터의 비늘형 질화붕소 응집체의 배향의 개략도이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

- [0053] 상기에 이미 설명된 바와 같이, 평면 통과 열전도율은 평면 통과 방향에서, 즉, 플레이트 평면에 직각으로 측정되는 열전도율이다. 평면 내 열전도율은 평면 내 방향에서, 즉 플레이트 평면을 따라 측정되는 열전도율이다.
- [0054] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물의 평면 통과 열전도율은 바람직하게는 1 W/m*K 이상, 더욱 바람직하게는 1.2 W/m*K 이상, 더욱 더 바람직하게는 1.5 W/m*K 이상 및 특히 바람직하게는 1.8 W/m*K 이상이다. 열전도율은 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플에서 DIN EN ISO 22007-4에 따라 측정된다.
- [0055] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물의 평면 내 열전도율은 바람직하게는 1.5 W/m*K 이상, 더욱 바람직하게는 1.8 W/m*K 이상, 더욱 더 바람직하게는 2.2 W/m*K 이상 및 특히 바람직하게는 2.7 W/m*K 이상이다.
- [0056] 평면 내 열전도율을 측정하기 위해, 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플을 겹쳐서 쌓고 함께 접촉시킨다. 그렇게 제조된 플레이트 스택으로부터, 평면 통과 방향에 평행하게 그리고 사출 성형된 플레이트의 유동 방향에 직각으로, 치수 $2 \times 10 \times 10$ mm인 2 mm의 얇은 샘플을 제조한다. 그렇게 제조된 2 mm 두께의 샘플에서 DIN EN ISO 22007-4에 따라 평면 내 열전도율이 측정된다.
- [0057] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물의 평면 통과 열전도율은, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열전도율보다, 바람직하게는 0.8 W/m*K 이상, 더욱 바람직하게는 1 W/m*K 이상, 더욱 더 바람직하게는 1.3 W/m*K 이상 및 특히 바람직하게는 1.6 W/m*K 이상 더 높다.
- [0058] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물의 평면 내 열전도율은, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열전도율보다, 바람직하게는 1.3 W/m*K 이상, 더욱 바람직하게는 1.6 W/m*K 이상, 더욱 더 바람직하게는 2.0 W/m*K 이상 및 특히 바람직하게는 2.5 W/m*K 이상 더 높다.
- [0059] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물 중의 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자 또는 질화붕소 응집체 형태의 질화붕소의 비율은, 중합체/질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로, 바람직하게는 5 부피% 이상, 더욱 바람직하게는 10 부피% 이상, 더욱 더 바람직하게는 20 부피% 이상 및 특히 바람직하게는 30 부피% 이상이다.
- [0060] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물 중의 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자 또는 질화붕소 응집체 형태의 질화붕소의 비율은, 중합체/질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로, 바람직하게는 70 부피% 이하, 더욱 바람직하게는 60 부피% 이하 및 특히 바람직하게는 50 부피% 이하이다.
- [0061] 열가소성 가공가능한 중합체가 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물을 위한 중합체로서 사용된다. 이들은 특히 열가소성 재료인, 폴리아미드(PA), 폴리페닐렌 설파이드(PPS), 폴리카르보네이트(PC), 폴리프로필렌(PP), 열가소성 탄성중합체(TPE), 열가소성 폴리우레탄 탄성중합체(TPU), 및 폴리에테르 에테르 케톤(PEEK), 액정 중합체(LCP), 및 폴리옥시메틸렌(POM)이다. 열가소성 가공가능한 듀로플라스틱(duroplastic) 성형 재료가 또한 중합체로서 사용될 수 있다. 게다가, 열가소성 가공가능한 고무, 예를 들어 합성 고무가 또한 사용될 수 있다.
- [0062] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물은 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자를 함유하는데, 이는 응집되지 않은 일차 입자로서 존재하거나 심지어는 질화붕소 응집체의 형태일 수 있다. 잘 결정화된 육방정 질화붕소 분말이 응집되지 않은 소판-형상의 육방정 일차 질화붕소 입자로 사용된다. 잘 결정화된 육방정 질화붕소 분말의 평균 입자 크기 d_{50} 은 바람직하게는 3 내지 50 μm 이지만, 더 큰 소판이 또한 사용될 수 있다. 상이한 입자 크기들을 갖는 상이한 육방정 질화붕소 분말들의 혼합물이 마찬가지로 사용될 수 있다. 질화붕소 분말

의 평균 입자 크기(d_{50})의 측정은 전형적으로 레이저 회절(습식 측정, 마스터사이저(Mastersizer) 2000, 말번(Malvern))에 의해 수행된다. 응집되지 않은 질화붕소 입자가 사용되는 경우, 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자의 종횡비, 즉 소판 두께에 대한 소판 직경의 비는 바람직하게는 10 이상이다. B_2O_3 가 없는 질화붕소 분말, 및 최대 0.5 중량%의 낮은 B_2O_3 함량을 갖는 질화붕소 분말이 사용될 수 있지만, 최대 10 중량% 및 그 이상의 더 높은 B_2O_3 함량을 갖는 질화붕소 분말이 또한 사용될 수 있다. 또한, 분말형 또는 과립형 질화붕소의 혼합물을 사용하는 것이 가능하다.

[0063] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물의 바람직한 실시 형태에서, 소판-형상의 육방정 질화붕소 입자는 비늘형 질화붕소 응집체 형태로 사용된다. 이들 질화붕소 응집체는 소판-형상의 육방정 일차 질화붕소 입자들을 포함하는 응집체인데, 그러한 입자들은 함께 응집되어 비늘형 질화붕소 응집체를 형성한다. 이러한 질화붕소 응집체는 비늘형 질화붕소 응집체 또는 질화붕소 플레이크(flake)로 또한 지칭될 수 있다. 이러한 질화붕소 플레이크는, 영문 문헌에서 "플레이키 질화붕소 입자"(flaky boron nitride particle)로 종종 지칭되는, 응집되지 않은 소판-형상의 일차 질화붕소 입자와는 구별되어야 한다. 비늘형 질화붕소 응집체의 구조는 다수의 개별 질화붕소 소판으로부터 구축된다. 이러한 응집체 내의 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들은 서로를 향해 무작위로 배향되지 않는다. 비늘형 질화붕소 응집체는 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들을 포함하는데, 입자들의 소판 평면은 서로 평행하게 정렬된다. 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들은 바람직하게는 일차 질화붕소 입자들의 소판 평면이 서로에 대해 실질적으로 평행하게 정렬되도록 하는 방식으로 함께 응집된다. 비늘형 질화붕소 응집체는 이방성 특성을 갖는데, 이러한 응집체 내의 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들이 서로에 대해 무작위로 배향되지 않기 때문이다.

[0064] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체 내의 소판-형상의 일차 질화붕소 입자의 정렬 정도는 텍스처 지수(texture index)에 의해 특징지어질 수 있다. 소판-형상의 일차 질화붕소 입자의 완전 등방성 정렬을 갖는, 즉, 임의의 특정 방향에 대한 선호를 갖지 않는 육방정 질화붕소(hBN)의 텍스처 지수는 1이다. 텍스처 지수는 샘플 내의 배향 정도에 따라 상승하며, 즉, 더 많은 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들이 겹쳐서 또는 그들의 기부 표면에서 서로 평행하게 정렬되거나, 또는 더 많은 일차 질화붕소 입자들의 소판 평면들이 서로 평행하게 정렬된다. 본 발명에 따른 구성 부품에 사용되는 이방성 비늘형 질화붕소 응집체의 텍스처 지수는 바람직하게는 2.0 초과, 더욱 바람직하게는 2.5 이상, 더욱 더 바람직하게는 3.0 이상 및 특히 바람직하게는 3.5 이상의 값이다. 비늘형 응집체의 텍스처 지수는 또한 5.0 이상 및 10.0 이상의 값을 가질 수 있다. 비늘형 질화붕소 응집체의 텍스처 지수는 바람직하게는 200 이하의 값, 더욱 바람직하게는 50 이하의 값이다. 텍스처 지수는 X-선 회절법(X-ray diffractometry)에 의해 결정된다. 이를 위하여, X-선 회절 다이어그램을 측정함으로써 (002) 및 (100) 회절 리플렉스(reflex)의 강도의 비를 결정하고, 이것을 이상적인 비-텍스처화된 hBN 샘플에 대한 상응하는 비로 나눈다. 이러한 이상적인 비는 JCPDS 데이터로부터 결정할 수 있으며, 이는 7.29이다.

[0065] 따라서, 질화붕소 응집체의 텍스처 지수(TI)는 하기 식에 따라 계산할 수 있다

$$TI = \frac{I_{(002), \text{ 샘플}} / I_{(100), \text{ 샘플}}}{I_{(002), \text{ 이론}} / I_{(100), \text{ 이론}}} = \frac{I_{(002), \text{ 샘플}} / I_{(100), \text{ 샘플}}}{7.29}$$

[0066]

[0067] 이는 질화붕소 응집체의 X-선 회절 다이어그램의 (002) 및 (100) 회절 리플렉스의 강도의 비 $I_{(002)}/I_{(100)}$ 를 수치 7.29로 나눈 것이다. 질화붕소 응집체의 텍스처 지수는 질화붕소 응집체 충전분(fill)에 대해 측정된다. 측정은 20°C에서 수행된다.

[0068] (비늘형 응집체의 상부 또는 하부 표면의 면적을 기준으로) 약 3.5 cm^2 의 크기를 갖는 큰 비늘형 개별 응집체에서 텍스처 지수를 결정하는 경우, 100 이상 약 500 이하의 매우 큰 값이 텍스처 지수에 대해 얻어질 수 있다. 큰 비늘형 응집체에서 측정되는 이러한 값은 비늘형 질화붕소 응집체에서의 일차 입자들의 매우 강한 정렬의 증거이다. 바람직하게는 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물에 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체에서 텍스처 지수를 측정할 때 (이는 상기에 이미 기재된 바와 같이 응집체 충전분에 대해 수행됨), X-선 회절 측정을 위한 샘플 캐리어에서 부분적 정적 정렬이 일어난다. 따라서, 1 mm 이하의 크기를 갖는 더 작은 비늘형 응집체에서 얻어지는 텍스처 지수 값은 개별 비늘형 응집체 내의 일차 입자들의 상응하는 배향보다 항상 더 낮다.

- [0069] 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 및 구성 부품에서, 바람직하게는 사용되는 이방성 비늘형 질화붕소 응집체는 평균 응집체 직경(d_{50})이 1000 μm 이하, 더욱 바람직하게는 500 μm 이하, 더욱 더 바람직하게는 300 μm 이하 및 특히 바람직하게는 200 μm 이하이다. 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 및 구성 부품에 사용되는 이방성 비늘형 질화붕소 응집체의 평균 응집체 직경(d_{50})은 바람직하게는 20 μm 이상, 더욱 바람직하게는 30 μm 이상, 더욱 더 바람직하게는 50 μm 이상 및 특히 바람직하게는 100 μm 이상이다. 평균 응집체 직경(d_{50})은 레이저 회절(습식 측정, 마스터사이즈 2000, 말번)에 의해 결정될 수 있다. 평균 응집체 직경은, 응집체 제조에 사용된 일차 질화붕소 입자의 평균 입자 크기보다 2배 이상 더 크고, 바람직하게는 3배 이상 더 크다. 평균 응집체 직경은, 응집체 제조에 사용된 일차 질화붕소 입자의 평균 입자 크기보다 10배 또는 또한 50배 이상 더 클 수 있다. 이방성 비늘형 질화붕소 응집체에서 일차 입자의 평균 입자 크기(d_{50})는 50 μm 이하, 바람직하게는 30 μm 이하, 더욱 바람직하게는 15 μm 이하, 더욱 더 바람직하게는 10 μm 이하 및 특히 바람직하게는 6 μm 이하이다.
- [0070] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체의 두께는 500 μm 이하, 바람직하게는 200 μm 이하, 더욱 바람직하게는 100 μm 이하, 더욱 더 바람직하게는 70 μm 이하, 훨씬 더 바람직하게는 50 μm 이하 및 특히 바람직하게는 35 μm 이하이다. 그러한 두께는 1 μm 이상, 더욱 바람직하게는 2 μm 이상, 더욱 더 바람직하게는 3 μm 이상 및 특히 바람직하게는 5 μm 이상이다. 이방성 비늘형 질화붕소 응집체의 두께는 디지털 정밀 게이지(digital precision gauge) 또는 주사 전자 현미경(SEM)을 사용하여 결정될 수 있다.
- [0071] 종횡비, 즉, 비늘형 질화붕소 응집체의 응집체 두께에 대한 응집체 직경의 비는 주사 전자 현미경(SEM) 이미지를 사용하여 응집체의 직경 및 두께를 측정함으로써 결정될 수 있다. 비늘형 응집체의 종횡비는 1 초과의 값, 바람직하게는 2 이상의 값, 더욱 바람직하게는 3 이상의 값 및 특히 바람직하게는 5 이상의 값을 갖는다.
- [0072] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체는 고밀도의 질화붕소 응집체이다.
- [0073] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체 내의 개별 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들 사이에 직접 접촉 지점이 존재하며, 이는 일차 질화붕소 입자로부터 구축된, 질화붕소 응집체 내에 연속적인 열 전도 경로를 생성한다.
- [0074] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물에 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체는, 상부 및 하부 측상의 표면들이 분쇄에 의해서가 아니라 형상화 공정에 의해서 직접적으로 생성되었다. 이러한 표면들은 이하에서 "형상화된 표면"으로 지칭된다. 파쇄 또는 분쇄 단계에 의해 생성되는, 응집체의 거친 쪽의 표면(파쇄된 표면)과는 대조적으로, 형상화된 표면은 비교적 매끄럽다. 비늘형 질화붕소 응집체의 표면은 실질적으로 평탄하며(평면이며), 그의 상부 면과 하부 면은 실질적으로 서로 평행하다.
- [0075] 비늘형 질화붕소 응집체의 총 표면적 중 형상화된 표면의 비율은 원형 밀면을 갖는 소판 또는 비늘 형상을 가정하면 (응집체의 직경이 그의 높이와 동일한 경우) 평균 33% 이상이고, 이는 정사각형 밀면을 갖는 소판 또는 비늘 형상을 가정하면 (응집체가 정육면체 형상인 경우) 마찬가지로 33% 이상이다. 높은 종횡비를 갖는 비늘형 질화붕소 응집체의 경우, 총 표면적 중 형상화된 표면의 비율은 상당히 더 높으며; 3.0 초과의 종횡비를 갖는 응집체의 경우, 비율은 전형적으로 60 내지 95%이고; 매우 큰 응집체의 경우, 비율은 훨씬 더 클 수 있다. 응집체를 등골게 함으로써, 또는 심지어 체분리(sieving) 또는 스크리닝 공정의 결과로서, 총 표면적 중 형상화된 표면의 비율이 감소될 수 있으나, 비율은 일반적으로 항상 10% 이상, 바람직하게는 20% 이상이다.
- [0076] 총 표면적 중 형상화된 표면의 비는 SEM 이미지를 분석함으로써 결정될 수 있다. 그렇게 함에 있어서, 응집체 직경 및 두께에 대해 계산된 값을 사용하여 종횡비를 결정한다. 이들 값으로부터, 총 표면적 중 형상화된 표면의 비율을 하기와 같이 계산한다:
- [0077]
$$\text{형상화된 표면의 비율} [\%] = ((2 * \text{단부면}) / \text{총 표면적}) * 100$$
- [0078] 여기서,
- [0079]
$$\text{단부면} = \text{응집체 직경} * \text{응집체 직경}$$
- [0080]
$$\text{총 표면적} = 2 * \text{단부면} + 4 * \text{측면}$$
- [0081]
$$\text{측면} = \text{응집체 두께} * \text{응집체 직경}$$
- [0082] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물에 바람직하게 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체는 높은 응집체 안정성을 나타낸다. 높은 응집체 안정성을 갖는 질화붕소 응집체는, 중합체가 질화붕소 충전제와 함께

배합될 때, 특히 그러한 중합체가 높은 충전제 로딩률을 가질 때 일어나는 것과 같은 고전단력의 영향 하에서조차도 단지 부분적으로만 일차 입자 또는 응집체 단편으로 분해된다. 부분적인 분해에도 불구하고, 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물의 유리한 특성, 특히 이방성 비가 유지된다.

- [0083] 응집체의 안정성은, 예를 들어, 초음파 실험에서, 동시에 레이저 입도분석(granulometry)에 의해 응집체 크기를 측정하면서, 시험될 수 있는데, 이러한 실험에서는 초음파의 영향으로 인해 응집체가 시간 경과에 따라 해체된다. 응집체의 해체를 시간 경과에 따른 응집체 크기의 변화를 통해 기록하며, 여기서, 응집체의 안정성에 따라 상이한 곡선이 형성된다. 연한 응집체는 기계적으로 더 안정한 응집체보다 더 빨리 해체된다.
- [0084] 응집체 안정성을 측정하기 위해, 200 μm 미만의 질화붕소 응집체를 부수고, 체분리하여 100 μm 미만의 미세분을 제거한다. 그렇게 얻은 100 내지 200 μm 의 체 분획에 대해, 레이저 입도분석기(분산 유닛 하이드로(Hydro) 2000S를 갖는 마스터사이저 2000, 독일 헤렌베르크 소재의 말번)에 의해 응집체 안정성을 결정한다. 이를 위해, 물 중 습윤제로 이루어진 용액(10 L의 증류수 중 2 mL의 헥숨제(G 530 스펠픽스(Spülfix), 독일 메밍엔 소재의 부질-베르크 바그너 게엠베하 운트 코. 카게(BUZIL-Werk Wagner GmbH & Co. KG)) 및 0.375 mL의 임벤티(Imbentin)(폴리에틸렌 글리콜 알킬 에테르)의 혼합물)을 분산 매체로서 사용한다. 스냅-온(snap-on) 캡을 갖는 바이알(8 mL)에서, 6 mL의 분산 매체를 사용하여 10 내지 20 mg의 응집체를 진탕에 의해 분산시킨다. 피펫을 사용하여 샘플로부터 현탁액을 취하고, 레이저 차폐율(laser obscuration)이 5%(명시된 범위: 5 내지 30 %)에 도달할 때까지 레이저 입도분석기의 습식 셀(wet cell) 내로 적하한다. 측정은 초음파 없이 시작하고, 매 15초마다 초음파를 사용한 추가 측정을 실시하는데, 여기서 분산 유닛의 초음파 출력(이는 장치 소프트웨어를 통해 0 내지 100%의 값으로 설정될 수 있음)은 각각의 경우에 최대 출력의 5%로 설정된다. 총 10회의 측정을 실시한다. 측정 시에, 분산 유닛의 교반기는 1750 RPM에서 작동한다. 10회의 측정 후의 d_{90} 값과 최초 측정의 d_{90} 값의 비율을 (100을 곱하여 퍼센트로 나타내어) 응집체 안정성의 척도로서 사용한다. 본 명세서에 기재된 측정 방법은 이하에서 "초음파법"으로 또한 지칭된다.
- [0085] 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 및 본 발명에 따른 구성 부품에 바람직하게 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체에 대한 응집체 안정성은 바람직하게는 40% 이상, 더욱 바람직하게는 50% 이상 및 특히 바람직하게는 60% 이상이다. 이 경우에, 응집체 안정성은 상기에 기재된 초음파법을 사용하여 결정된다.
- [0086] 바람직하게는 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 및 본 발명에 따른 구성 부품에 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체의 비표면적(BET)은 바람직하게는 20 m^2/g 이하, 더욱 바람직하게는 10 m^2/g 이하이다.
- [0087] 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 및 본 발명에 따른 구성 부품에 바람직하게 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체는, 응집되지 않은 질화붕소 분말과는 대조적으로, 부울 수 있으며 투입이 용이하다.
- [0088] 동일한 비율의 질화붕소를 사용할 때, 응집되지 않은 질화붕소 분말을 사용하는 경우보다 비늘형 질화붕소 응집체를 갖는 본 발명에 따른 구성 부품에서 더 높은 열전도율 값을 달성할 수 있다. 비늘형 질화붕소 응집체를 사용함으로써, 중합체/질화붕소 배합물에서 그리고 그로부터 제조되는 구성 부품에서, 응집되지 않은 질화붕소 분말을 사용하는 것보다 더 높은 충전제 로딩률을 달성할 수 있다.
- [0089] 비늘형 질화붕소 응집체를 제조하기 위해서, 선택적으로 결합 상(binding phase) 원료와 혼합된, 일차 질화붕소 입자 또는 비정질 질화붕소 형태의 질화붕소 출발 분말을 형상화 단계에서 비늘형 응집체로 가공하고, 후속하여 열처리 단계, 고온 어닐링(annealing)을 거치고, 필요하다면, 얻어진 비늘형 응집체를 후속하여 분쇄 및/또는 분획화한다.
- [0090] 비늘형 질화붕소 응집체의 형상화는 건조하거나 축축한 분말 혼합물을 일축 압축 또는 롤러 압밀에 의해서 압밀 함으로써 달성된다.
- [0091] 형상화를 위해, 질화붕소 출발 분말, 또는 질화붕소 출발 분말과 결합 상 원료로 이루어진 분말 혼합물을 바람직하게는 2개의 대향 회전(counter-rotating) 롤러들 사이에서 압축한다. 롤러들 사이의 간극에서, 접촉력은 롤 간극 길이 1 cm당 0.5 kN 이상, 바람직하게는 1 kN 이상, 더욱 바람직하게는 2 kN 이상, 더욱 더 바람직하게는 3 kN 이상, 훨씬 더 바람직하게는 5 kN 이상, 가장 바람직하게는 7 kN 이상 및 특히 바람직하게는 10 kN 이상으로 설정한다. 롤러들의 접촉력은 이방성 비늘형 질화붕소 응집체의 밀도에 영향을 준다. 높은 접촉력에 의해, 질화붕소 원료의 일부가 비정질로 되고, 이는 후속 고온 어닐링 동안 재결정화된다. 미세구조화된 롤러를 사용할 때, 이방성 비늘형 질화붕소 응집체가 또한 제조될 수 있다.

- [0092] 제조된 응집체의 잔류 수분은 추가적인 온도 처리 또는 질화 전에 대략 100℃에서 건조하여 제거할 수 있다.
- [0093] 비늘형 응집체로 압밀된 재료는 열처리 단계, 고온 어닐링을 거친다. 비늘형 응집체가 결합 상 원료의 첨가 없이 오직 질화붕소 출발 분말, 즉, 일차 질화붕소 입자 또는 비정질 질화붕소만을 사용하여 제조되는 경우, 비늘형 응집체의 고온 어닐링은 1600℃ 이상, 바람직하게는 1800℃ 이상의 온도에서 수행된다.
- [0094] 필요하다면, 얻어지는 비늘형 응집체는 후속하여 또한 추가로 분쇄 및/또는 분획화될 수 있다.
- [0095] 압밀 동안의 접촉력을 증가시키고 열처리 동안의 온도를 증가시킴으로써, 이방성 비늘형 질화붕소 응집체의 안정성이 증가되며, 이방성 비늘형 질화붕소 응집체를 사용하는 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물로부터 제조된 2 mm 두께의 얇은 플레이트에서 측정된 열전도율이 마찬가지로 증가된다.
- [0096] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체를 제조할 때, 추가의 첨가제가 없이 질화붕소 분말을 사용하고 이방성 비늘형 질화붕소 응집체로 가공할 수 있다. 바람직하게는 육방정 질화붕소 분말 및 다른 분말로 이루어진 혼합물을 사용하여, 질화붕소와 제2 상으로 이루어진 이방성 비늘형 혼합 응집체("질화붕소 하이브리드 플레이크")를 제조한다. 이방성 비늘형 혼합 응집체를 제조하기 위해 육방정 질화붕소 분말에 추가로 첨가되는 분말은 무기 결합상을 제조하기 위한 결합 상 원료일 수 있다. 이방성 비늘형 혼합 응집체에서, 육방정 일차 질화붕소 입자들은 제2 상으로서의 무기 결합 상에 의해 서로 연결된다.
- [0097] 이방성 비늘형 질화붕소 혼합 응집체의 무기 결합 상은 하나 이상의 탄화물, 붕화물, 질화물, 산화물, 수산화물, 금속 또는 탄소를 포함한다.
- [0098] 결합 상이 없는 이방성 비늘형 질화붕소 응집체에서와 같이, 소판-형상의 일차 질화붕소 입자는 이러한 비늘형 혼합 응집체에서 무작위로 배향되지 않는다. 비늘형 질화붕소 혼합 응집체는 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들을 포함하는데, 입자들의 소판 평면은 서로 평행하게 정렬된다. 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들은 바람직하게는 일차 질화붕소 입자들의 소판 평면이 서로에 대해 실질적으로 평행하게 정렬되도록 하는 방식으로 함께 응집된다. 비늘형 질화붕소 혼합 응집체는 이방성 특성을 갖는데, 이러한 응집체 내의 소판-형상의 일차 질화붕소 입자들이 서로에 대해 무작위로 배향되지 않기 때문이다.
- [0099] 결합 상은 일차 질화붕소 입자들 사이의 이방성 비늘형 질화붕소 혼합 응집체 (질화붕소 하이브리드 플레이크) 내에 위치하지만, 이는 또한, 적어도 부분적으로는, 질화붕소 하이브리드 플레이크의 표면 상에 위치할 수 있거나 또는 표면적의 대부분을 덮을 수 있다. 결합 상은 질화붕소 하이브리드 플레이크 내의 일차 질화붕소 입자들을 결합시켜서, 결합제가 없는 응집체와 비교하여 기계적으로 더 안정한 응집체를 얻을 수 있게 한다.
- [0100] 이방성 비늘형 질화붕소 혼합 응집체는 각각의 경우에 비늘형 질화붕소 응집체의 총량을 기준으로 바람직하게는 1% 이상, 더욱 바람직하게는 5% 이상, 더욱 더 바람직하게는 10% 이상, 훨씬 더 바람직하게는 20% 이상 및 특히 바람직하게는 30% 이상의 결합 상 비율을 갖는다.
- [0101] 무기 결합 상을 갖는 비늘형 질화붕소 응집체의 고온 어닐링은 1000℃ 이상의 온도에서 수행된다.
- [0102] 추가로 바람직한 실시 형태에서, 이방성 비늘형 혼합 응집체의 무기 결합 상은 하나 이상의 질화물 및/또는 산질화물을 포함한다. 질화물 또는 산질화물은 바람직하게는 알루미늄 원소, 규소 원소, 티타늄 원소 및 붕소 원소의 화합물이다.
- [0103] 이러한 질화붕소 혼합 응집체는 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체, 또는 질화물 결합 상을 갖는 이방성 질화붕소 응집체로 또한 지칭될 수 있다.
- [0104] 결합 상에 함유된 질화물 및 산질화물은 바람직하게는 질화알루미늄(AlN), 산질화알루미늄, 질화티타늄(TiN), 질화규소(Si₃N₄) 및 질화붕소(BN), 더욱 바람직하게는 질화알루미늄, 산질화알루미늄, 질화티타늄 및/또는 질화규소, 더욱 더 바람직하게는 질화알루미늄 및/또는 산질화알루미늄이다. 결합 상은 특히 바람직하게는 질화알루미늄을 함유한다.
- [0105] 결합 상의 질화물 및 산질화물은 비정질, 부분 결정질 또는 완전 결정질일 수 있다. 결합 상은 바람직하게는 완전 결정질인데, 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 및 본 발명에 따른 구성 부품에서 더 높은 열전도율 값을 달성할 수 있게 하기 때문이다.
- [0106] 질화물 및/또는 산질화물을 함유하는 결합 상은, 예를 들어, 산화붕소(B₂O₃), 산화알루미늄(Al₂O₃), 이산화규소(SiO₂), 이산화티타늄(TiO₂), 산화이트륨(Y₂O₃), 산화마그네슘(MgO), 산화칼슘(CaO) 및 희토류 금속 산화물과 같

은 산화물 상을 추가로 또한 함유할 수 있다.

- [0107] 게다가, 결합 상은 추가로 봉산염, 예를 들어 봉산알루미늄 또는 봉산칼슘을 또한 함유할 수 있다. 추가로, 결합 상은 불순물, 예를 들어, 탄소, 금속 불순물, 원소 봉소, 봉화물, 탄화봉소, 또는 예를 들어, 탄화규소와 같은 다른 탄화물을 또한 함유할 수 있다.
- [0108] 결합 상 내의 질화물 및 산질화물의 비율은 결합 상의 총량을 기준으로 바람직하게는 50 중량% 이상, 특히 바람직하게는 80 중량% 이상이다.
- [0109] 결합 상은 바람직하게는 질화알루미늄, 질화규소 또는 질화티타늄 또는 이들의 혼합물을, 결합 상의 총량을 기준으로 50 중량% 이상의 비율로 함유한다. 결합 상은 특히 바람직하게는 질화알루미늄을, 결합 상의 총량을 기준으로 바람직하게는 90 중량% 이상의 비율로 함유한다.
- [0110] 금속 분말이 바람직하게는 이방성의 질화물-결합된 질화봉소 응집체의 질화물 결합 상을 제조하기 위한 결합 상 원료로서 사용되며, 이러한 금속 분말은 직접적인 질화에 의해서 상응하는 금속 질화물 또는 산질화물, 또는 금속 질화물 및 산질화물의 혼합물로 전환된다. 사용되는 금속 분말은 바람직하게는 알루미늄, 규소 또는 티타늄 분말 또는 이들의 혼합물이다. 특히 바람직하게는 알루미늄 분말이 사용된다. 질화 단계에서, 금속은 상응하는 금속 질화물로 전환된다. 산질화물, 또는 금속 질화물 및 산질화물의 혼합물이 질화 동안 또한 형성될 수 있다.
- [0111] 환원제와 조합된 금속 화합물이 이방성의 질화물-결합된 질화봉소 응집체의 질화물 결합 상을 제조하기 위한 결합 상 원료로서 또한 사용될 수 있으며, 이때 질화물 결합 상은 환원-질화를 통해 제조된다. 사용되는 금속 화합물은 바람직하게는 알루미늄 원소, 규소 원소 및 티타늄 원소의 화합물, 바람직하게는 예를 들어, 산화알루미늄(Al_2O_3), 수산화알루미늄($Al(OH)_3$), 베마이트($AlOOH$), 이산화규소(SiO_2) 및 이산화티타늄(TiO_2)과 같은 산화물 및/또는 수산화물이다. 사용되는 금속 화합물은 또한 봉산염, 예를 들어 봉산알루미늄일 수 있다. 탄소 및 수소뿐만 아니라, 예를 들어 폴리비닐 부티랄(PVB), 멜라민 및 메탄과 같은 유기 화합물이 환원제로서 사용될 수 있다. 예를 들어 수소 또는 메탄과 같은 가스상 물질이 환원제로서 사용된다면, 이러한 물질이 질화 분위기에 첨가된다. 또한, 환원에 필요한 환원제가 금속 화합물에 이미 존재할 수 있으며, 따라서, 예를 들어 알루미늄 아이소프로폭사이드, 테트라에틸오르토실리케이트 또는 티타늄 아이소프로폭사이드를 결합제 원료로서 사용하는 경우, 추가적인 환원제의 사용이 불필요하다. 질화 단계에서, 금속 화합물은 상응하는 금속 질화물로 전환된다. 질화 동안 산질화물, 또는 금속 질화물 및 산질화물의 혼합물이 또한 형성될 수 있으며; 마찬가지로, 결합 상은 미반응 산화물의 잔류물을 여전히 함유할 수 있다.
- [0112] 질화봉소를 제조하기 위한 반응물이 이방성의 질화물-결합된 질화봉소 응집체의 질화물 결합 상을 제조하기 위한 결합 상 원료로서 또한 사용될 수 있다. 질화봉소를 제조하기 위한 반응물은, 예를 들어 봉산(H_3BO_3) 및 산화봉소(B_2O_3)와 같은 산화물 봉소 공급원을, 예를 들어 탄소 또는 수소 또는 유기 화합물, 예를 들어 폴리비닐 알코올(PVA), 폴리비닐 부티랄(PVB), 멜라민 및 메탄과 같은 환원제와 조합하여 함유할 수 있다. 예를 들어 수소 또는 메탄과 같은 가스상 물질이 환원제로서 사용된다면, 이러한 물질이 질화 분위기에 첨가된다. 원소 봉소, 탄화봉소 및 트라이메틸 보레이트와 같은 실질적으로 산소가 없는 봉소 공급원이 또한 질화봉소를 생성하기 위한 반응물로서 사용될 수 있다. 질화 단계에서는, 이러한 원료가 육방정 질화봉소로 전환된다.
- [0113] 이방성의 질화물-결합된 질화봉소 응집체의 질화물 결합 상을 제조하는 데 사용되는 결합 상 원료가 또한 질화물 재료일 수 있는데, 이는 질화 분위기에서의 열처리 동안 고화된다. 질화물 재료는 알루미늄 또는 규소의 질화물 및/또는 산질화물 화합물일 수 있지만, 질화티타늄 및 희토류 질화물이 또한 사용될 수 있으며; 마찬가지로, 사이알론으로 이루어진 군으로부터의 화합물이 사용될 수 있다. 예를 들어 산화이트륨, 산화알루미늄, 산화마그네슘, 산화칼슘, 산화규소 및 희토류 산화물과 같은 액체 상이 소결 보조제로서 사용될 수 있다.
- [0114] 열거된 상이한 결합 상 원료들의 혼합물을 사용하는 것이 또한 가능하다.
- [0115] 육방정 질화봉소, 비정질 질화봉소, 부분 결정질 질화봉소 및 이들의 혼합물이 이방성 비늘형 질화봉소 응집체를 제조하기 위한 질화봉소 출발 분말로서 사용될 수 있다.
- [0116] 사용되는 질화봉소 분말의 평균 입자 크기 d_{50} 은 0.5 내지 50 μm , 바람직하게는 0.5 내지 15 μm , 더욱 바람직하게는 0.5 내지 5 μm 일 수 있다. 예를 들어, 평균 입자 크기가 1 μm , 3 μm , 6 μm , 9 μm 및 15 μm 인 육방정 질화봉소 분말이 사용될 수 있지만, 최대 50 μm 의 더 큰 평균 입자 크기가 또한 가능하다. 상이한 입자

크기를 갖는 상이한 육방정 질화붕소 분말의 혼합물이 마찬가지로 사용될 수 있다.

- [0117] 사용되는 질화붕소 분말의 평균 입자 크기(d_{50})의 측정은 전형적으로 레이저 회절(습식 측정, 마스터사izer 2000, 말번)에 의해 수행된다.
- [0118] B_2O_3 이 없는 질화붕소 분말, 및 최대 0.5 중량%의 더 낮은 B_2O_3 함량을 갖는 질화붕소 분말이 사용될 수 있지만, 최대 10 중량% 이상의 더 높은 B_2O_3 함량을 갖는 질화붕소 분말이 또한 사용될 수 있다. 또한, 분말형 또는 과립형 질화붕소의 혼합물을 사용하는 것이 가능하다. 결합 상 원료는 고체 또는 액체 또는 페이스트상(paste-like) 형태로 존재할 수 있다.
- [0119] 질화붕소 출발 분말과 결합 상 원료의 혼합은, 예를 들어 믹싱 드럼, V-믹서, 드럼 후프 믹서, 진동 밀(vibrating mill) 또는 아이리히(Eirich) 믹서 내에서 수행될 수 있다. 후속 밀링 단계(예를 들어, 크로스 비터 밀, 텀블링 밀, 교반기 볼 밀)에서 균질성이 추가로 증가될 수 있다. 분말 혼합물은 건조하거나 축축할 수 있다. 마찬가지로, 프레스 보조제, 및 필요하다면, 윤활 보조제를 첨가할 수 있다. 예를 들어 후속하는 과립 제조가 분무-건조 또는 빌드-업 과립화(build-up granulation)를 통해 수행되는 경우, 혼합은 또한 습윤 상태로 수행될 수 있다.
- [0120] 비늘형 응집체로 압밀된 재료는 후속하여 질화 분위기에서 1600°C 이상, 바람직하게는 1800°C 이상의 온도에서 고온 어닐링을 거친다. 질화 분위기는 바람직하게는 질소 및/또는 암모니아를 포함한다. 질화 분위기는 바람직하게는 아르곤을 추가로 함유한다. 최대 온도를 달성한 후에, 최대 수 시간 또는 수 일의 체류 시간이 유지될 수 있다. 온도 처리는 연속식 방법 또는 배치식 방법으로 수행될 수 있다.
- [0121] 질화 분위기에서의 온도 처리로 인해, 질화물 결합 상이 제2 상으로서 형성되며, 이는 일차 질화붕소 입자들을 서로 연결시킨다. 질화 단계로 인해, 일차 입자의 결정화도가 증가할 수 있으며, 이는 일차 입자 성장을 수반한다.
- [0122] 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 혼합 응집체 내의 결합 상에서, 질화 동안 미반응된 잔여 원료는 바람직하게는 10% 이하, 더욱 바람직하게는 5% 이하, 더욱 더 바람직하게는 3% 이하 및 특히 바람직하게는 2% 이하이다. 산소에 의한 오염은 바람직하게는 10% 이하, 더욱 바람직하게는 5% 이하, 더욱 더 바람직하게는 2% 이하 및 특히 바람직하게는 1% 이하이다.
- [0123] 고온 처리 전에, 비늘형 응집체로 압밀된 재료는 바람직하게는 700°C 이상의 온도에서 질화 분위기에서 추가의 온도 처리를 거치며, 이러한 제1 온도 처리의 온도는 고온 처리의 온도보다 낮다. 이러한 사전 질화의 질화 분위기는 바람직하게는 질소 및/또는 암모니아를 포함한다. 질화 분위기는 바람직하게는 아르곤을 추가로 함유한다.
- [0124] 온도 처리의 온도 및 지속 시간을 증가시킴으로써, 비늘형 질화붕소 혼합 응집체에 함유된 일차 질화붕소 입자에서 결정화도가 증가하며, 존재하는 일차 질화붕소 입자의 산소 함량 및 비표면적이 감소한다.
- [0125] 비늘형 질화붕소 응집체의 목표 응집체 크기를 달성하기 위해서, 체분리, 분쇄 체분리 및 스크리닝과 같은 통상적인 단계가 수행될 수 있다. 미세분이 함유된 경우, 먼저 제거될 수 있다. 체분리의 대안으로서, 응집체의 규정된 분쇄가 또한 시브 그레이터(sieve grater), 분급기 밀(classifier mill), 구조화된 롤러 크러셔(structured roller crusher) 또는 커팅 휠(cutting wheel)을 사용하여 달성될 수 있다. 예를 들어 볼 밀에서의 밀링이 또한 가능하다. 수 밀리미터 내지 수 센티미터 크기의 응집체가, 추가의 공정 단계에서, 규정된 응집체 크기로 가공된다. 이를 위하여, 예를 들어, 상이한 메시 크기를 갖는 표준 시판용 체, 및 진동 체에서의 체분리 보조제(sieving aid)가 사용될 수 있다. 다단계 체분리/분쇄 체분리 공정이 유리한 것으로 입증되었다.
- [0126] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체는, 그의 제조 후에, 추가의 처리를 거칠 수 있다. 이러한 경우에, 예를 들어, 하기의 가능한 처리들 중 하나 이상이 수행될 수 있다:
- [0127] - 스팀 처리
- [0128] - 실온에서 또는 온도의 영향 하에서, 캐리어 또는 반응 가스를 사용한, 실란, 티타네이트 또는 다른 유기금속 화합물에 의한 표면 개질. 이러한 표면 개질은 또한 질화물-결합된 비늘형 응집체의 경우에 질화물 결합 상의 내가수분해성을 증가시킨다.
- [0129] - 중합체, 예를 들어 폴리에틸렌 글리콜(PEG), 폴리비닐 알코올(PVA), 폴리비닐 부티랄(PVB), 폴리비닐 피롤리

돈(PVP), 공중합체, 아크릴레이트, 오일 또는 카르복실산에 의한 표면 개질.

- [0130] - 졸-겔 시스템, 예를 들어 베마이트 졸 또는 SiO_2 졸에 의한, 또는 수용성 유리 또는 나노입자 또는 표면-개질된 나노입자 또는 이들의 혼합물에 의한 침윤.
- [0131] - 수용성 또는 에탄올-가용성 중합체에 의한 침윤. 질화붕소 응집체는, 예를 들어, 실리콘, 에폭시 또는 폴리우레탄 수지와 같은 수지로 침윤될 수 있으며, 수지는 배합 전에 또는 중에 경질화제에 의해 경질화될 수 있거나 또는 온도-경질화될 수 있다.
- [0132] - 질화물-결합된 비늘형 응집체의 경우에, 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체의 표면 산화를 야기하는, 산소 하에서의 온도 처리. 예를 들어, 표면의 TiO_2 를 갖는 응집체는 질화티타늄(TiN)을 함유하는 결합 상을 사용하여 500°C 초과에서 공기 중 산화에 의해 제조될 수 있고; 표면의 SiO_2 는 질화규소(Si_3N_4)를 함유하는 결합 상을 사용하여 제조될 수 있고, 표면의 산화알루미늄(Al_2O_3)은 질화알루미늄(AlN)을 함유하는 결합 상을 사용하여 제조될 수 있다. AlN 을 결합 상으로서 함유하는 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체의 경우에, 공기 중 온도 처리는, 바람직하게는 500°C 이상의 온도에서, 더욱 바람직하게는 700°C 내지 1200°C 의 온도에서 및 특히 바람직하게는 700°C 내지 1000°C 의 온도에서 수행될 수 있다.
- [0133] 열거된 표면 처리는 또한 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체와, 예를 들어, 일차 질화붕소 입자와 같은 다른 질화붕소 충전제의 혼합물에 대해 수행될 수 있다.
- [0134] 또한, 열거된 처리들 중 몇몇을 임의의 순서대로 조합할 수 있다. 예를 들어, 처리는 유동층 방법으로 수행될 수 있다.
- [0135] 열거된 처리를 사용하여, 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 내의 비늘형 질화붕소 응집체에 대한 중합체 매트릭스의 개선된 커플링을 달성할 수 있다.
- [0136] 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체는 탁월한 기계적 안정성을 나타낸다. 질화붕소 응집체는 (가능하다면, 단지 최소한의 해체만으로) 충전, 수송, 투입, 배합, 즉, 중합체/질화붕소 배합물로의 질화붕소 응집체의 추가적인 가공, 및 사출 성형에 의한 후속 성형을 견뎌내야만 하기 때문에, 질화붕소 응집체의 기계적 안정성이 중요하다. 배합 동안 질화붕소 응집체가 해체된다면, 중합체/질화붕소 배합물의 유동학적 특성이 악화되고 그러한 배합물로부터 제조된 구성 부품에서, 특히 사출 성형된 얇은 플레이트에서 평면 통과 방향의 열전도율이 감소하는 위험이 존재한다. 일차 질화붕소 입자를 사용하여 제조된 중합체 배합물과 유사한 수준까지 평면 통과 방향의 열전도율이 낮아지는 정도로 질화붕소 응집체가 분해되는 위험이 있다.
- [0137] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체 및 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체의 경우, 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물에서의 열전도율은, 소관-형상의 일차 질화붕소 입자를 사용하여 제조된 중합체/질화붕소 배합물에서만 방향에 의존적이지 않다. 이방성 비늘형 질화붕소 응집체 및 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체는 다수의 큰 크기의 중합체 용융물과의 배합 공정을 견디었을 정도로 높은 강도를 나타낸다.
- [0138] 놀랍게도, 중합체/질화붕소 배합물의 평면 통과 열전도율은, 본 발명에 따른 제조 방법을 사용한 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체를 사용한 경우, 표준 사출 성형 파라미터를 사용한 응집되지 않은 소관-형상 질화붕소를 사용한 경우와 비교하여, 30 부피%의 충전제 로딩률에 대해 약 2배 그리고 50 부피%의 충전제 로딩률에 대해 약 4배 증가될 수 있다.
- [0139] 놀랍게도, 2 mm의 얇은 사출 성형된 플레이트의 평면 통과 열전도율은, 본 발명에 따른 제조 방법을 사용한 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체를 사용한 경우, 표준 사출 성형 파라미터를 사용한 경우, 특히 온화한 배합 파라미터를 사용한 경우와 비교하여, 30 부피%의 충전제 로딩률에 대해 약 40% 그리고 50 부피%의 충전제 로딩률에 대해 약 100% 증가될 수 있다.
- [0140] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체 및 무기 결합 상을 갖는 비늘형 질화붕소 응집체는 벽 두께가 약 2 mm인 얇은 플레이트의 배합 및 사출 성형에 사용하기에 충분히 안정하다. 얇은 플레이트의 벽 두께가 추가로 감소되어 응집체의 훨씬 더 높은 안정성이 필요한 경우, 각각의 경우에 무기 결합 상을 갖는 비늘형 질화붕소 응집체 내의 결합 상의 비율을 증가시킴으로써 안정성 요건에 맞게 조정될 수 있다.
- [0141] 무기 결합 상을 갖는 비늘형 질화붕소 응집체의 안정성을 조정하거나 증가시킴으로써, 마모성 제2 충전제를 갖는 혼합물이 또한 가능하다는 것이 또한 유리하다. 질화붕소 응집체와 마모성 제2 충전제의 혼합물에서, 통상적인 질화붕소 응집체는 분해된다. 본 발명에 따른 사용되는 질화붕소 응집체에서, 분해는, 유리한 열전도율

특성이 유지될 정도로 감소된다.

- [0142] 무기 결합 상을 갖는 비늘형 질화붕소 응집체의 안정성은, 특히, 충전제 함량이 높은 경우 - 열가소성 가공 동안의 용융물 점도가 높고 이에 따라 충전제의 높은 전단이 발생함 - 에, 결합 상의 비율을 증가시킴으로써 조정될 수 있고, 이에 따라 높은 충전제 함량 또는 높은 충전제 혼합물 함량의 가공이 가능하다는 것이 더욱 유리하다.
- [0143] 이방성 비늘형 질화붕소 응집체 및 무기 결합 상을 갖는 비늘형 질화붕소 응집체의 안정성을 조정할 수 있기 때문에, 열전도성 충전제의 마모성과 각각의 응용에 적합한 안정성 사이의 양호한 타협점에 도달할 수 있다.
- [0144] 추가의 바람직한 실시 형태에서, 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물은, 소관-형상의 육방정 질화붕소 입자 또는 질화붕소 응집체 형태의 질화붕소에 더하여, 질화붕소와 상이하며 열전도율을 증가시키는 열전도성 충전제로서 적어도 하나의 충전제를 추가로 또한 함유할 수 있다. 이러한 추가적인 충전제는 이하에서 제2 충전제로 또한 지칭된다.
- [0145] 그러한 제2 충전제의 열전도율은 전형적으로 $5 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ 이상, 바람직하게는 $8 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ 이상이다.
- [0146] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물 중 질화붕소 응집체 또는 소관-형상의 육방정 질화붕소 입자 형태의 질화붕소 및 제2 충전제의 전체 비율은, 각각의 경우에 중합체/질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로, 바람직하게는 20 부피% 이상, 더욱 바람직하게는 30 부피% 이상이다. 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물 중 질화붕소 응집체 또는 소관-형상의 육방정 질화붕소 입자 형태의 질화붕소 및 제2 충전제의 전체 비율은, 각각의 경우에 중합체/질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로, 바람직하게는 70 부피% 이하, 더욱 바람직하게는 60 부피% 이하이다. 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물 중 질화붕소 응집체 또는 소관-형상의 육방정 질화붕소 입자 형태의 질화붕소 및 제2 충전제의 전체 비율은, 각각의 경우에 중합체/질화붕소 배합물의 총 부피를 기준으로, 특히 바람직하게는 50 부피% 이하이다.
- [0147] 바람직하게는 알루미늄, 규소, 티타늄, 구리, 철 및 청동 분말 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되는, 금속 분말 및 합금이 제2 충전제로서 사용될 수 있다.
- [0148] 사용되는 제2 충전제는 또한 흑연, 팽창 흑연, 그래핀 또는 카본 블랙 형태의 탄소일 수 있으며, 팽창 흑연이 특히 바람직하다.
- [0149] 게다가, 사용되는 제2 충전제는 세라믹 충전제, 예를 들어, 산화물, 질화물 및 탄화물일 수 있는데, 이는 바람직하게는 산화알루미늄, 산화마그네슘, 질화알루미늄, 이산화규소, 탄화규소, 질화규소 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택되며, 특히 바람직하게는 산화알루미늄, 산화마그네슘 및/또는 질화알루미늄이다.
- [0150] 사용되는 제2 충전제는 또한 광물 충전제일 수 있는데, 이는 바람직하게는 알루미늄노규산염, 규산알루미늄, 규산마그네슘($2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$), 알루미늄산마그네슘($\text{MgO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$), 브루사이트(brucite)(수산화마그네슘, $\text{Mg}(\text{OH})_2$), 석영, 크리스토팔라이트(cristobalite), 및 이들의 혼합물을 포함하는 군으로부터 선택된다. 사용되는 알루미늄노규산염 또는 규산알루미늄은, 예를 들어 키아나이트(Al_2SiO_5) 및/또는 멀라이트($3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$)일 수 있다.
- [0151] 제2 충전제들의 조합이 또한 가능하다. 열전도성 충전제로서 이방성의 질화물-결합된 질화붕소 응집체, 알루미늄노규산염 및 팽창 흑연의 조합이 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물에서 특히 유리한 것으로 입증되었다.
- [0152] 제2 충전제는 미립자 형태로 존재하는 것이 바람직하다. 제2 충전제 입자의 형상은 불규칙형, 덩어리형 또는 구형, 또는 소관-형상일 수 있다. 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물 중의 소관-형상의 제2 충전제의 비율은 바람직하게는 10 부피% 이하, 더욱 바람직하게는 5 부피% 이하이다.
- [0153] 제2 충전제는 바람직하게는 입자 직경 또는 소관 직경이 $0.5 \mu\text{m}$ 이상, 더욱 바람직하게는 $1 \mu\text{m}$ 이상, 더욱 더 바람직하게는 $2 \mu\text{m}$ 이상 및 특히 바람직하게는 $5 \mu\text{m}$ 이상이다.
- [0154] 제2 충전제는 분말, 바람직하게는 응집된 분말로서 존재한다. 제2 충전제의 응집은, 예를 들어 아이리히 믹서에서, 롤러 압밀 또는 빌드-업 과립화를 통해 수행될 수 있다. PVA 용액이 과립화제로서 사용될 수 있다. 배합 동안, 제2 충전제 과립은 바람직하게는 투입 전에 압출기에서 질화붕소 충전제와 혼합된다. 제2 충전제 과립은, 제2 충전제 과립과 질화붕소 충전제를 혼합하기 전에 건조된다. 제2 충전제의 과립화는 배합 동안의 균일한 투입을 용이하게 한다.

- [0155] 질화붕소 응집체 또는 일차 질화붕소 입자와 제2 충전제의 충전제 조합을 사용하는 경우, 이방성 비늘형 질화붕소 응집체가 바람직하게는 제2 충전제와의 조합으로 사용된다.
- [0156] 전체 부피 중 동일한 비율의 충전제를 사용하는 각각의 경우에, 비늘형 질화붕소 응집체와 제2 충전제의 충전제 조합을 갖는 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물의 열전도율은 제2 충전제만 단독으로 사용하여 제조된 중합체 배합물에서보다 높다.
- [0157] 놀랍게도, 비늘형 질화붕소 응집체와 제2 충전제의 조합은, 충전제 조합을 사용하여 제조된 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물에서 달성된 열전도율 값이 상응하는 비율의 질화붕소 응집체 및 제2 충전제로 개별적으로 충전된 중합체 재료에 대한 열전도율 값(각각의 경우에 충전되지 않은 베이스 중합체의 열전도율을 제함)을 합친 경우에 예상되는 것보다 더 높음을 나타낸다. 이는 평면 내 열전도율 및 평면 통과 열전도율 둘 모두에 해당한다.
- [0158] 바람직하게 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체에 더하여, 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물은 또한 일차 질화붕소 입자를 함유할 수 있다. 마찬가지로, 일차 질화붕소 입자는 질화붕소 응집체와 제2 충전제의 충전제 조합을 사용하여 제조되는 중합체/질화붕소 배합물에 추가로 사용될 수 있다. 사용되는 일차 질화붕소 입자는 질화붕소 분말일 수 있지만, 또한 배합 동안 일차 입자로 대부분 또는 완전히 분해되는, 예를 들어, 분무 건조된 질화붕소 응집체와 같은 덜 안정한 질화붕소 응집체일 수 있다. 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물 중의 추가적인 일차 질화붕소 입자의 비율은 바람직하게는 20 부피% 이하, 특히 바람직하게는 10 부피% 이하이다.
- [0159] 질화붕소 응집체, 또는 질화붕소 응집체와 5 W/m²K 이상의 열전도율을 갖는 제2 충전제에 더하여, 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물은, 예를 들어, 활석과 같이 5 W/m²K 미만의 더 낮은 열전도율을 갖는, 질화붕소와 상이한 추가적인 충전제를 또한 함유할 수 있다.
- [0160] 열전도성 충전제에 더하여, 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물은, 예를 들어, 기계적 또는 전기적 특성 또는 열팽창계수를 조정하는 것과 같은 다른 기능을 하는 추가적인 첨가제 및 충전제를 또한 함유할 수 있다. 이것에서, 충전제는, 예를 들어, 덩어리형, 구형, 소판-형상, 섬유질 입자, 또는 불규칙한 모폴로지를 갖는 입자로서 존재할 수 있다.
- [0161] 특히 유리 섬유가 기계적 특성, 특히 강도를 개선하기 위해 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물에 추가적인 충전제로서 사용될 수 있다. 그렇게 함에 있어서, 표준 시판용 유리 섬유가 열가소성 중합체를 보강하기 위해 사용될 수 있다. 유리 섬유는 또한 표면 개질제를 함유할 수 있다. 예를 들어, 유리 섬유의 직경은 14 μm일 수 있고, 유리 섬유의 길이는 4.5 mm일 수 있다. 다른 직경 및 길이가 또한 가능하다. 실란화(silanization)가 표면 개질로서 수행될 수 있지만, 다른 표면 개질이 또한 가능하다.
- [0162] 중합체/질화붕소 배합물 중의 유리 섬유의 함량은 바람직하게는 5 내지 40 부피%이다.
- [0163] 본 발명에 따른 구성 부품 및 중합체/질화붕소 배합물을 제조하기 위해서, 상이한 비율의 이방성 비늘형 질화붕소 응집체들의 혼합물이 또한 사용될 수 있다.
- [0164] 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물은 임의의 일반적인 배합 집합체(compounding aggregate)를 사용하여, 배합에 의해 제조될 수 있다. 이는, 특히, 단축 압출기, 이축 압출기, 접선형 또는 교합형 동방향 회전 또는 대향 회전 유전형 롤러 압출기, 그루브드 배럴 압출기(grooved barrel extruder), 핀-타입 압출기(pin-type extruder), 캘린더링(calendering), 부스 공동 혼련기, 전단 롤러 압출기 및 사출 형성기를 포함한다. 이축 압출기에서의 배합이 바람직하다.
- [0165] 배합에 사용되는 중합체는 분말 형태로 또는 과립 형태로 존재할 수 있다. 배합 집합체에 혼합물이 공급되기 전에, 중합체는 건조 형태로 질화붕소 응집체와, 또는 질화붕소 응집체 및 추가의 충전제와 예비 혼합될 수 있다. 대안적으로, 질화붕소 응집체 및 선택적인 추가의 충전제를 중합체 용융물에 첨가하는 것은, 충전제와 중합체를 먼저 예비 혼합하지 않고서, 측면 공급기를 통해 수행될 수 있다. 게다가, 마스터 배치(master batch), 즉 높은 충전제 함량을 갖는 중합체 배합물이 제조될 수 있으며, 마스터 배치의 과립 혼합물이 사출 성형기에서 사출 성형될 수 있다.
- [0166] 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물의 배합은 바람직하게는 가능한 한 온화한 조건 하에서 수행된다. 압출기의 전달 속도(delivery rate)는 바람직하게는 최대 전달 속도의 50% 이하로 설정되어야 한다. 스크루 속도는 바람직하게는 300 RPM 이하이어야 한다. 측면 공급기를 통해 질화붕소 응집체를 첨가한 후에, 단지 이송 요소

및 혼합 요소만이 이축 압출기의 스크루 내에 설치되고 혼련 블록, 전단 요소 또는 역류 요소는 설치되지 않는 것이 바람직하다.

- [0167] 배합 집합체에서 균질화시킨 후에, 충전된 중합체 용융물을 과립화시킨다. 중합체/질화붕소 배합물의 과립화는, 예를 들어 스트랜드 과립화, 수중 과립화, 고온 펠렛화 또는 저온 펠렛화를 통해 수행될 수 있다. 배합물을 가공하는 방법들의 조합이 또한 가능하다. 과립 형태로 얻어진 중합체/질화붕소 배합물을, 예를 들어, 사출 성형과 같은 형상화 방법을 통해 추가로 가공하여 구성 부품을 형성할 수 있다.
- [0168] 본 발명에 따른 구성 부품은 중합체/질화붕소 배합물을 열가소성 가공하여 제조된다. 중합체/질화붕소 배합물은, 예를 들어 사출 성형, 압출, 캘린더링, 또는 사출 스탬핑(injection stamping)에 의해, 바람직하게는 사출 성형 또는 압출에 의해 임의의 원하는 형상으로 형상화될 수 있다. 사출 성형에 의한 가공이 특히 바람직하다. 이를 위해서, 예를 들어, 마스터 배치로부터의 배합물 과립 또는 배합물 과립 혼합물을 유압식으로 또는 전기기계식으로 구동되는 펠렛화 유닛에서 용융시킬 수 있으며, 필요하다면, 또한 노즐을 빠져나갈 때까지 추가적인 충전제 또는 중합체와 균질화시킬 수 있다. 후속 주입 단계 동안, 용융물은 사출 성형기의 폐쇄된 주형 내로 주입될 수 있다. 그렇게 함에 있어서, 고전적인 사출 주형 및 핫 러너 시스템(hot runner system)을 갖는 주형 둘 모두가 사용될 수 있다. 공동이 완전히 채워진 후에, 구성 부품이 완전히 고화될 때까지 홀딩 압력을 일정하게 유지할 수 있다. 냉각 시간이 경과한 후에, 주형을 개방하고 구성 부품을 배출시킬 수 있다. 배출은, 결국, 사출 성형기의 배출 유닛에 의해, 또는 로봇 팔과 같은 다른 제거 방식에 의해 수행될 수 있다.
- [0169] 상기에 설명된 바와 같이, 본 발명에 따른 구성 부품은 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물을 사용하여 사출 성형기에서 사출 주형에 의해 사출 성형하는 방법 단계를 포함하며, 사출 속도는 200 mm/s 이하인, 방법으로 제조된다. 사출 속도는 바람직하게는 175 mm/s 이하 및 특히 바람직하게는 150 mm/s 이하이다.
- [0170] 유리 섬유를 함유하지 않고 평면 통과 열전도율이 중간 열전도성 범위에 놓인, 즉 1 내지 2.5 W/m*K 미만의 범위인 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 속도는 200 mm/s 이하, 바람직하게는 175 mm/s 이하, 더욱 바람직하게는 150 mm/s 이하, 더욱 더 바람직하게는 125 mm/s 이하, 훨씬 더 바람직하게는 100 mm/s 이하, 가장 바람직하게는 80 mm/s 이하 및 특히 바람직하게는 70 mm/s 이하이다.
- [0171] 유리 섬유를 함유하지 않고 평면 통과 열전도율이 1 내지 2.5 W/m*K 미만의 범위에 놓인 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도에 대해, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 10°C 이상, 더욱 바람직하게는 20°C 이상 및 특히 바람직하게는 30°C 이상 더 높은 온도가 선택된다. 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 바람직하게는 60°C 이하, 더욱 바람직하게는 50°C 이하 및 특히 바람직하게는 40°C 이하 더 높다.
- [0172] 유리 섬유를 함유하지 않고 열전도율이 1 W/m*K 내지 2.5 W/m*K 미만의 범위인 배합물에 대한 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 바람직하게는 30°C 이상, 더욱 바람직하게는 60°C 이상 및 특히 바람직하게는 90°C 이상 더 낮도록 설정된다. 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 바람직하게는 120°C 이하 및 특히 바람직하게는 100°C 이하 더 낮다.
- [0173] 예를 들어, 저점도 폴리아미드 6을 갖고 열전도율이 1 W/m*K 내지 2.5 W/m*K 미만의 범위인 유리 섬유-무함유 배합물에서, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 바람직하게는 229°C 이상, 더욱 바람직하게는 239°C 이상, 더욱 더 바람직하게는 249°C 이상이다. 게다가, 폴리아미드 6을 갖는 배합물 용융물의 용융 온도는 바람직하게는 279°C 이하, 더욱 바람직하게는 269°C 이하, 더욱 더 바람직하게는 259°C 이상이다. 사출 주형의 주형 온도는 바람직하게는 160°C 이하, 더욱 바람직하게는 130°C 이하, 더욱 더 바람직하게는 110°C 이하이며, 이는 바람직하게는 70°C 이상, 더욱 바람직하게는 90°C 이상이다. 폴리아미드 6은 용점이 219°C이며; DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때의 폴리아미드 6에 대한 열 변형 온도는 190°C이다.
- [0174] 유리 섬유를 함유하지 않고 평면 통과 열전도율이 2.5 W/m*K 이상의 높은 열전도성 범위에 있는 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 성형 동안의 사출 속도는 200 mm/s 이하, 바람직하게는 175 mm/s 이하, 더욱 바람직하게는 150 mm/s 이하, 더욱 더 바람직하게는 125 mm/s 이하, 훨씬 더 바람직하게는 100 mm/s 이하, 가장 바람직하게는 80 mm/s 이하 및 특히 바람직하게는 70 mm/s 이하이다.
- [0175] 유리 섬유를 함유하지 않고 평면 통과 열전도율이 2.5 W/m*K 이상의 높은 열전도성 범위에 있는 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도에 대해, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 바람직하게는 10°C 이상, 더욱 바람직하게는 20°C 이상 더 높은 온도가 선택된다. 사출 성형

기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 바람직하게는 60℃ 이하, 더욱 바람직하게는 50℃ 이하, 더욱 더 바람직하게는 40℃ 이하 및 특히 바람직하게는 35℃ 이하 더 높다.

[0176] 유리 섬유를 함유하지 않고 열전도율이 2.5 W/m·K 이상인 배합물에 대한 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 바람직하게는 5℃ 이상, 더욱 바람직하게는 10℃ 이상 더 낮도록 설정된다. 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 바람직하게는 70℃ 이하, 더욱 바람직하게는 50℃ 이하 및 특히 바람직하게는 40℃ 이하 더 낮다.

[0177] 예를 들어, 저점도 폴리아미드 6을 갖고 열전도율이 2.5 W/m·K 이상인 유리 섬유-무함유 배합물에서, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 바람직하게는 229℃ 이상, 더욱 바람직하게는 239℃ 이상이다. 게다가, 폴리아미드 6을 갖는 배합물 용융물의 용융 온도는 바람직하게는 279℃ 이하, 더욱 바람직하게는 269℃ 이하, 더욱 더 바람직하게는 254℃ 이하이다. 사출 주형의 주형 온도는 바람직하게는 185℃ 이하 및 더욱 바람직하게는 180℃ 이하이며; 이는 바람직하게는 120℃ 이상, 더욱 바람직하게는 140℃ 이상 및 특히 바람직하게는 150℃ 이상이다.

[0178] 유리 섬유를 함유하지 않는 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 평면 통과 열전도율 범위를 결정하기 위한 예비 샘플을 먼저 제조하는 것이 가능하다.

[0179] 유리 섬유-무함유 중합체/질화붕소 배합물의 평면 통과 열전도율 범위를 결정하기 위한 예비 샘플의 제조는 바람직하게는 하기 단계들로 수행된다:

[0180] 1) 마스터 배치를 생성하는 단계

[0181] a) 충전제로서 질화붕소 응집체를 함유하는 중합체 배합물을 마스터 배치로서 생성한다. 마스터 배치 중의 충전제 농도는 최대 50 부피%이고 또한 특히 저점도 중합체에서 더 높을 수 있다. 배합은 각각의 중합체에 대해 제조업체에 의해 권장되는 온도 프로파일을 사용하여 수행된다. 배합은 충전제를 위한 측면 공급기를 갖는 이축 압출기에서 수행된다. 이축 압출기의 스크루 구성에서는, 단지 이송 및 혼합 요소만이 충전제가 첨가되는 지점의 하류측에 사용되는데, 이는 충전제가 이축 스크루로부터 방출될 때까지 가능한 한 약한 전단을 겪게 하기 위함이다. 배합 동안, 압출기의 전달 속도는 바람직하게는 최대 전달 속도의 50% 이하로 설정된다. 스크루 속도는 300 RPM으로 설정된다. 과립화는 슈레더(shredder) 내의 수조를 따라 또는 수중에서, 고온 펠렛화를 통해 수행될 수 있다.

[0182] b) 기계적 특성을 개선하기 위해 유리 섬유가 사용되는 경우, a)에서 질화붕소 응집체 충전제에 대해 기재된 절차에 따라 유리 섬유 충전제에 대해 마스터 배치를 생성한다.

[0183] c) 질화붕소 응집체 및 선택적으로 존재하는 유리 섬유에 더하여 다른 충전제가 또한 사용되는 경우, a)에서 기재된 절차에 따라 이들 충전제에 대해 추가의 마스터 배치를 생성한다.

[0184] 2) 과립 혼합물을 생성하는 단계

[0185] 단계 1에서 생성된 마스터 배치들을 텀블링 믹서 내에서 2분 동안 이들을 혼합함으로써 원하는 조성의 비로 함께 균질화한다. 생성된 혼합물의 양은 5 kg 이하이다.

[0186] 3) 사출 성형하는 단계

[0187] 높은 열전도성 배합물에 대해 상기 언급된 파라미터를 사용하여, 과립 혼합물을 사출 성형기에서 사출 성형하여 2 mm의 얇은 플레이트를 형성한다.

[0188] 4) 열전도율을 측정하는 단계

[0189] 사출 성형된 플레이트의 중심으로부터 2*10*10 mm 샘플을 제조한다. DIN EN ISO 22007-4에 따라 플래시법을 사용하여 이 샘플에 대해 평면 통과 열전도율의 측정을 수행한다.

[0190] 기계적 특성을 개선하기 위해 유리 섬유를 추가로 함유하는 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 성형 동안의 사출 속도는 200 mm/s 이하, 바람직하게는 175 mm/s 이하 및 특히 바람직하게는 150 mm/s 이하이다. 유리 섬유를 함유하는 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 속도는 바람직하게는 50 mm/s 이상, 더욱 바람직하게는 70 mm/s 이상이다.

- [0191] 기계적 특성을 개선하기 위해 유리 섬유를 추가로 함유하는 중합체/질화붕소 배합물의 경우, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도에 대해, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 10℃ 이상, 더욱 바람직하게는 20℃ 이상 및 특히 바람직하게는 30℃ 이상 더 높은 온도가 선택된다. 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 용융 온도보다 바람직하게는 60℃ 이하, 더욱 바람직하게는 55℃ 이하 더 높다.
- [0192] 유리 섬유를 함유하는 배합물에 대한 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 바람직하게는 5℃ 이상, 더욱 바람직하게는 10℃ 이상 더 낮도록 설정된다. 사출 주형의 주형 온도는, DIN EN ISO 75-1/-2에 따라 0.45 MPa에서 측정할 때, 열전도성 충전제가 없는 중합체 재료의 열 변형 온도보다 바람직하게는 40℃ 이하, 더욱 바람직하게는 30℃ 이하 및 특히 바람직하게는 25℃ 이하 더 낮다.
- [0193] 예를 들어, 저점도 폴리아미드 6을 갖는 유리 섬유-무함유 배합물에서, 사출 성형기 내의 배합물 용융물의 용융 온도는 바람직하게는 229℃ 이상, 더욱 바람직하게는 239℃ 이상, 더욱 더 바람직하게는 249℃ 이상이다. 게다가, 폴리아미드 6을 갖는 배합물 용융물의 용융 온도는 바람직하게는 279℃ 이하, 더욱 바람직하게는 274℃ 이하이다. 사출 주형의 주형 온도는 바람직하게는 185℃ 이하, 더욱 바람직하게는 180℃ 이하이며; 이는 바람직하게는 150℃ 이상, 더욱 바람직하게는 160℃ 이상 및 특히 바람직하게는 165℃ 이상이다.
- [0194] 본 발명에 따른 제조 방법을 사용하여 최대 5 W/m²K 및 그 이상의 평면 통과 열전도율 값이 얻어질 수 있다.
- [0195] 놀랍게도, 평면 통과 열전도율이 각각 1 내지 2.5 W/m²K 미만 및 2.5 W/m²K 이상인 중간 및 높은 열전도율을 갖는 배합물에 대한 사출 성형 파라미터를 발견하였는데, 이러한 파라미터에서 본 발명에 따라 바람직하게 사용되는 비늘형 질화붕소 응집체의 분해가 낮으며, 추가적으로 특히 두드러진 배향이 평면 통과 방향으로 일어난다. 따라서, 전형적인 표준 파라미터를 사용하여 사출 성형함으로써 제조된 사출 성형된 부품과 비교하여, 평면 통과 열전도율이 최대 100%를 초과하여 상당히 증가한다.
- [0196] 본 발명에 따른 구성 부품은 냉각시키고자 하는 구성 부품 또는 조립체, 바람직하게는 전자 구성 부품 또는 조립체의 방열을 위해 사용된다.
- [0197] 본 발명에 따른 구성 부품은 박벽화된 부분을 포함하며, 그를 통해, 냉각시키고자 하는 구성 부품 또는 조립체의 열이 소산될 수 있다. 구성 부품의 박벽화된 부분은 두께가 3 mm 이하, 바람직하게는 2 mm 이하이다. 본 발명에 따른 구성 부품은, 예를 들어, 형상화 방법으로서의 사출 성형 또는 압출에 의해서, 예를 들어, 두께가 3 mm 이하, 바람직하게는 2 mm 이하인 얇은 플레이트로서 존재할 수 있다. 본 발명에 따른 구성 부품은 또한 전기 전도성 또는 전기 절연성일 수 있다. 형상화 동안 또는 후속 가공 단계에서, 얇은 플레이트 형태의 전도성 및 비전도성 층으로 이루어진 라미네이트(laminate)를 제조하는 것이 또한 가능한데, 여기서는, 적어도, 얇은 플레이트의 전기 절연 층을 본 발명에 따른 중합체/질화붕소 배합물을 사용하여 제조하였다.
- [0198] 예를 들어 사출 성형에 의한 형상화 후에, 본 발명에 따른 구성 부품에는 코팅이 또한 제공될 수 있으며; 예를 들어, 금속화될 수 있다. 전도체 경로를 제공하는 것이 또한 가능하다.
- [0199] 본 발명에 따른 구성 부품은 균일하거나 불균일한 벽 두께를 갖는 평탄하거나 굴곡진 플레이트로서 존재할 수 있다. 본 발명에 따른 구성 부품의 표면은 매끄럽거나 텍스처화될 수 있다.
- [0200] 본 발명에 따른 구성 부품은 전자 구성 부품을 위한 캐리어 플레이트로서 역할을 할 수 있거나, 또는 하나의 구성 부품으로부터 다른 구성 부품으로 열을 전달할 수 있다. 본 발명에 따른 구성 부품은 필름 또는 박벽화된 튜브로서 또한 존재할 수 있다. 본 발명에 따른 구성 부품은 실질적으로 박벽화된 하우징, 마운팅 또는 연결 요소 또는 튜브의 박벽화된 필수 부품으로서 또한 존재할 수 있다. 게다가, 본 발명에 따른 구성 부품은 냉각 요소, 하우징, 마운팅, 연결 요소 또는 튜브의 일 부품으로서의 냉각 핀(cooling fin)으로서 존재할 수 있으며, 여기서 마운팅은 예를 들어, 램프 소켓(lamp socket)일 수 있다. 더 복잡한 구성 부품에서, 본 발명에 따른 구성 부품은, 플레이트로서, 플레이트들의 스택의 일부일 수 있으며, 이 플레이트들의 스택 내의 플레이트는 냉각 핀으로서 역할을 할 수 있다.
- [0201] 실시예 및 참고예
- [0202] 중합체를 질화붕소 응집체 또는 충전제 혼합물과 배합하기 위해서, ZSE 18 MAXX 이축 압출기(독일 누렘부르크 소재의 라이스트리츠(Leistritz))를 사용한다. 2가지의 상이한 스크루 구성을 사용하는데, 그 중 하나는 2개의 혼합 요소 및 6개의 혼련 블록을 갖는 비교적 거친 "표준" 스크루 구성(스크루 구성 1)이고, 다른 하나는 3개의

혼합 요소를 가지며 혼련 블록은 갖지 않는 더 온화한 "소프트" 스크루 구성(스크루 구성 2)이다. 스크루 속도는 300 RPM 및 900 RPM으로 설정한다. 폴리아미드 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12)을 중합체로서 사용한다. 배합 동안, 중합체 용융물을 265℃로 가열한다. 처리량을 모든 시험에서 6 kg/h로 설정한다. 중합체를, 주 공급기를 통해 공급한다. 충전제(질화붕소 응집체) 또는 충전제 혼합물(질화붕소 응집체와 제2 충전제)을, 측면 공급기를 통해 공급한다.

[0203] 충전제-함유 중합체 용융물을 2개의 3 mm 노즐을 통해 배출하고, 스트랜드의 형태로 냉각하고, 슈레더에서 가공하여 과립을 형성한다. 사출 성형을 통해, 과립으로부터 80 × 80 mm의 밀면을 갖는 2 mm의 얇은 플레이트를 제조한다.

[0204] 2 mm 두께의 플레이트를 사출 성형할 때, 게이트는 샘플의 전체 폭을 가로질러 연장된다. 이는 1 내지 1.8 mm, 바람직하게는 1.3 내지 1.7 mm의 두께를 가져야 한다. 후속 예에서, 게이트의 두께는 1.3 mm이다.

[0205] 실시예 1:

[0206] 실시예 1a:

[0207] 4000 g의 알루미늄 페이스트 스타파 알루미늄(STAPA ALUPOR) SK I-NE/70(독일 하르텐슈타인 소재의 에카르트(Eckart)) 및 7000 g의 질화붕소 분말 보로니드(BORONID)(등록상표) S1-SF(독일 소재의 이에스케이 세라믹스 게엠베하 운트 코. 카게(ESK Ceramics GmbH & Co. KG); 레이저 회절(마스터사izer 2000, 말변, 습식 측정)에 의해 측정된 평균 입자 크기 $d_{50} = 3 \mu\text{m}$)를 롤러 블록 상의 PE 드럼 내에서 그라인딩 볼을 사용하여 20시간 동안 균질화시킨다. 분말 혼합물을 롤러 콤팩터 RC 250*250(독일 램사이트 소재의 파우텍(Powtec))에 중량 측정식 투입(gravimetric dosing)을 통해 8 kg/h로 투입한다. 비어 있는 채로 작동될 때 매끄러운 스테인리스 강 롤러들이 접촉되게 하는 방식으로 롤러 콤팩터를 변경한다. 롤러들에 75 kN의 접촉력 - 이는 롤러 간극 길이 1 cm 당 3 kN에 상응함 - 을 가하고, 롤러 속도를 20 RPM으로 설정한다. 이에 의해, 두께가 30 μm 이고 직경이 최대 수 센티미터인 질화붕소 하이브리드 플레이크가 생성된다. 롤러에 들러붙은 그린(green)(즉, 압밀되었지만 아직 온도 처리되지 않은) 질화붕소 하이브리드 플레이크를 스크레이퍼로 떼어낸다. 압밀 후에, 체분리하여 200 μm 미만의 미세분을 제거하고, PE 드럼 내에서의 4000 g의 알루미늄 페이스트 및 7000 g의 질화붕소 분말 S1의 다음의 원료 균질화 동안 공급한다. 총 55 kg의 질화붕소 하이브리드 플레이크가 제조될 때까지 이 공정을 반복한다. 공기의 배제 하에 300℃에서 80% 질소 및 20% 아르곤의 분위기에서 질화붕소 하이브리드 플레이크를 결합해제(debind)시키고, 질화붕소 하이브리드 플레이크 내의 알루미늄 부분을 800℃에서 80% 질소 및 20% 아르곤의 분위기에서 5시간의 체류 시간 동안 대부분 AlN으로 전환시킨다. 후속하여 80% 질소 및 20% 아르곤의 분위기에서 2시간 동안 2050℃에서 고온 어닐링을 수행한다.

[0208] 어닐링 후에, 알칼리 용융(alkaline melt fusion) 및 ICP-OES(아르코스(Arcos), 독일 클레베 소재의 스펙트로(Spectro))에 의해 측정된 질화붕소 하이브리드 플레이크 중의 총 알루미늄 비율은 24.6 중량%이다. 37 중량%의 질화알루미늄 비율이 질화붕소 하이브리드 플레이크 중의 알루미늄 비율로부터 계산된다.

[0209] 유리 알루미늄 함량(aluminum-free content)은 0.35 중량%이다. 유리 알루미늄 함량은 실온에서 16시간 동안 2 M HCl에 의한 추출에 의해 측정된다. 추출로부터의 투명한 상청액으로부터, ICP-OES(아르코스, 독일 클레베 소재의 스펙트로)를 사용하여 용액의 알루미늄 함량을 결정한다. 탄소 함량은 0.05%이며; 이는 유도로(induction furnace) 내에서의 산소 중 연소 및 후속으로의 CO₂의 IR 측정(CS200, 독일 뮌헨글라트바흐(Mönchengladbach) 소재의 레코(LECO))에 의해 간접적으로 측정한다.

[0210] 질소 흡착 및 5점 BET 방법 - 쿨터(Coulter) SA 3100 머신(미국 소재의 쿨터)을 사용함 - 에 의해 ISO 18757에 따라 비표면적을 측정하였다. 측정하기 전에, 샘플을 360분 동안 300℃에서 진공 중에서 소성한다. 비표면적은 6.8 m²/g이다.

[0211] 샘플로부터의 산소를 탄소와 반응시키고, 발생하는 CO₂의 함량을 IR 분광기(TCH 600, 독일 뮌헨글라트바흐 소재의 레코)에 의해 결정하는, 캐리어 가스 열간 추출에 의해 산소 함량을 간접적으로 결정하였다. 산소 함량은 0.15%이다.

[0212] X-선 회절법으로, 단지 질화붕소 상 및 질화알루미늄 상만을 검출하는 것이 가능하였다.

[0213] 질화붕소 하이브리드 플레이크를 진동 스크린에서 고무 볼을 사용하여 체분리함으로써 분쇄한다. 5 mm, 2 mm,

1 mm 및 500 μm 의 순서대로 체가 사용된다.

- [0214] 500 μm 미만의 체 분획에서 얻은 질화붕소 하이브리드 플레이크는 레이저 회절(마스터사이어 2000, 말번, 습식 측정)에 의해 측정된 평균 입자 크기(d_{50})가 192 μm 이다. 질화붕소 하이브리드 플레이크의 두께는 30 μm 이다. 두께는 디지털 정밀 게이지를 사용하여 결정한다.
- [0215] 질화붕소 하이브리드 플레이크 충전분에 대해 측정된 텍스처 지수는 20.6이다.
- [0216] 제조된 질화붕소 하이브리드 플레이크로부터, 200 μm 미만의 분획을 부수고, 체분리하여 100 μm 미만의 미세 분을 분리한다. 그렇게 얻은 질화붕소 하이브리드 플레이크의 100 내지 200 μm 의 체 분획에 대해 초음파법을 사용하여 응집체 안정성을 결정한다. 질화붕소 하이브리드 플레이크에 대해 결정된 응집체 안정성은 75%이다.
- [0217] 500 μm 미만의 체 분획에서, 제조된 질화붕소 하이브리드 플레이크의 SEM 개관 이미지(도 3a)는 응집체의 평탄한 표면을 명확하게 나타낸다. 이러한 표면은 (2개의 회전하는, 대향 이동 롤러들 사이에서 압축하는) 형상화 법에 의해서 후속 분쇄 없이 직접 제조된 형상화된 표면이다. 도 3b는 30 μm 의 두께를 갖는 응집체의 파쇄된 표면, 상기 응집체의 평탄한 형상화된 표면 및 추가적인 응집체의 평탄한 형상화된 표면을 나타낸다.
- [0218] 실시예 1b:
- [0219] 이축 압출기(독일 누렘부르크 소재의 라이스트리츠 ZSE 18 MAXX)에서, 폴리아미드 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12, 독일 케르펜 소재의 에이. 술만)을 중합체로서 중량 측정식 주 공급으로 첨가하고, 실시예 1a)로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 중량 측정식 측면 공급으로 첨가한다. 소프트 스크루 구성 2를 사용한다. 스크루 속도를 300 RPM으로 설정하고 6 kg/h의 처리량으로 작동하는데, PA 6을 주 공급으로 3.05 kg/h로 투입하고 500 μm 미만의 체 분획으로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급으로 2.95 kg/h로 투입한다. 얻어진 배합물을 2개의 3 mm 노즐을 통해 채널링하고, 수조 내의 냉각 섹션에 통과시키고, 슈레딩하여 과립을 형성한다. 배합물 중의 질화붕소 하이브리드 플레이크의 비율은 30 부피%이다.
- [0220] 실시예 1c:
- [0221] 실시예 1b)로부터의 배합물 과립을 사출 성형기(크라우스 마파이(Krauss Maffei) KM 80-220 C2)에서 사출 성형하여 치수가 $80 \times 80 \times 2 \text{ mm}^3$ 인 2 mm의 얇은 플레이트를 형성한다. 가소화 동안의 스크루 속도는 80 RPM이다. 사출 성형 동안의 사출 속도는 20 mm/s이고, 사출 압력은 780 bar이고, 홀딩 압력은 260 bar이고, 사출 주형의 주형 온도는 90°C이고, 배합물 용융물의 용융 온도는 250°C이다.
- [0222] 두께가 2 mm인 디스크-형상의 사출 성형된 샘플에서 열전도율을 측정하고, 평면 통과 열전도율을 측정하기 위한 샘플을, 두께가 2 mm인 사출 성형된 플레이트(치수 $2 \times 80 \times 80 \text{ mm}^3$)의 중심으로부터 $2 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ 의 치수로 제조한다. 평면 통과 열전도율 측정을 위한 샘플의 두께는 사출 성형에 의한 플레이트 두께에 상응한다. 평면 내 열전도율을 측정하기 위하여, 사출 성형된 2 mm의 얇은 플레이트들의 플레이트 스택을 순간 접착제를 사용하여 함께 접착시키고, 그렇게 제조된 플레이트 스택으로부터, 평면 통과 방향에 평행하고 사출 성형된 샘플들의 유동 방향에 직각이 되게 치수가 $2 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ 인 2 mm의 얇은 플레이트를 제조한다. 이러한 샘플에 대해 평면 내 열전도율을 결정한다.
- [0223] 열전도율을 측정하기 위하여, 레이저-플래시법을 사용하는데, DIN EN ISO 22007-4에 따라 나노플래시(Nanoflash) LFA 447(독일 젤브 소재의 네츠쉬(Netzsch))을 사용하여 수행한다. 측정은 22°C에서 수행한다.
- [0224] 열 확산율 a , 비열 용량 c_p 및 밀도 D 에 대한 값을 측정하여 열전도율(TC)을 결정하는데, 하기 식에 따라 이들 값으로부터 계산한다:
- [0225]
$$TC = a * c_p * D.$$
- [0226] a 및 c_p 는, 치수 $10 \times 10 \times 2 \text{ mm}^3$ 을 갖는, 상기에 기재된 바와 같이 제조된 샘플에 대해 나노플래시 LFA 447(독일 젤브 소재의 네츠쉬)을 사용하여 측정한다. 정밀하게 형상화된 샘플을 칭량하고 그의 기하학적 치수를 결정함으로써 밀도를 계산한다. 표준 피로세라ם(Pyrocera) 9606을 측정에 사용한다.
- [0227] 표 1은 열전도율 측정의 결과 및 사출 성형 파라미터를 나타낸다.
- [0228] 충전되지 않은 중합체 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12)에 대한, 즉 치수가 $80 \times 80 \times 2 \text{ mm}^3$ 인 사출 성형된 얇은 플레이트에 대해 결정된 열전도율은 0.26 W/m*K이다.

- [0229] 실시예 2:
- [0230] 실시예 1에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 70 mm/s이다. 사출 압력은 700 bar이고, 홀딩 압력은 230 bar이다.
- [0231] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0232] 실시예 3:
- [0233] 실시예 1에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 120 mm/s이다. 사출 압력은 765 bar이고, 홀딩 압력은 255 bar이다.
- [0234] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0235] 실시예 4:
- [0236] 실시예 1에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 주형 온도가 150℃이다. 사출 압력은 820 bar이고, 홀딩 압력은 260 bar이다.
- [0237] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0238] 실시예 5:
- [0239] 실시예 1에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 120 mm/s이고 주형 온도가 150℃이다. 사출 압력은 640 bar이고, 홀딩 압력은 255 bar이다.
- [0240] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0241] 실시예 6:
- [0242] 실시예 1에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조를 수행한다. 실시예 1에 따라 배합을 수행하는데, 여기서는 1.84 kg/h의 PA 6을 주 공급기를 통해 투입하고, 500 μm 미만의 체 분획으로부터의 4.16 kg/h의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급기를 통해 투입한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 70 mm/s이고 주형 온도가 150℃이다. 사출 압력은 1270 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다.
- [0243] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0244] 실시예 7:
- [0245] 실시예 6에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 6에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 120 mm/s이다.
- [0246] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0247] 실시예 8:
- [0248] 실시예 6에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 6에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 주형 온도가 175℃이다.
- [0249] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0250] 실시예 9:
- [0251] 실시예 6에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 6에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 120 mm/s이고 주형 온도가 175℃이다.

- [0252] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0253] 실시예 10:
- [0254] 실시예 6에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 6에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 20 mm/s이고, 주형 온도가 175℃이고, 용융 온도가 265℃이다. 사출 압력은 1300 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다.
- [0255] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0256] 실시예 11:
- [0257] 실시예 6에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 6에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 175℃이고 주형 온도가 265℃이다. 사출 압력은 1300 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다.
- [0258] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0259] 실시예 12:
- [0260] 실시예 6에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 6에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 120 mm/s이고, 주형 온도가 175℃이고, 용융 온도가 265℃이다. 사출 압력은 1290 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다.
- [0261] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0262] 실시예 13:
- [0263] 이축 압출기(독일 누렘부르크 소재의 라이스트리츠 ZSE 18 MAXX)에서, 폴리아미드 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12, 독일 케르펜 소재의 에이. 술만)을 중합체로서 중량 측정식 주 공급으로 첨가하고, 실시예 1a)로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 중량 측정식 측면 공급으로 첨가한다. 소프트 스크루 구성 2를 사용한다. 스크루 속도를 300 RPM으로 설정하고 6 kg/h의 처리량으로 작동하는데, PA 6을 주 공급으로 1.84 kg/h로 투입하고 500 μm 미만의 체 분획으로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급으로 4.16 kg/h로 투입한다. 그렇게 제조된 PA 6 배합물 중의 질화붕소 하이브리드 플레이크의 비율은 50 부피%이다. 알루미늄노규산염 부피가 50%인 제2 PA 6 배합물을 제조한다. 이를 위하여, 이축 압출기에서, 1.44 kg/h의 PA 6을 주 공급으로 투입하고, 평균 입자 크기 d₅₀이 6.3 μm인 알루미늄노규산염 트레필(Trefil) 1360-400(독일 프레헨 소재의 콰즈베르케(Quarzwерke)) 4.56 kg/h를 측면 공급으로 투입한다. 알루미늄노규산염은 밀도가 3.6 g/cm³이고, 열전도율이 14 W/m·K이다. X-선 회절법에 따르면, 알루미늄노규산염의 주된 상은 키아나이트(Al₂SiO₅)이다.
- [0264] 얻어진 배합물 각각을 2개의 3 mm 노즐을 통해 채널링하고, 수조 내의 냉각 섹션에 통과시키고, 개별적으로 슈레딩하여 배합물 과립을 형성한다.
- [0265] 질화붕소 하이브리드 플레이크를 갖는 얻어진 배합물 과립 및 알루미늄노규산염을 갖는 얻어진 배합물 과립을 10 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 40 부피% 알루미늄노규산염이 배합물 과립 혼합물 내에 존재하도록 하는 방식으로 혼합한다. 이 혼합비는 질화붕소 하이브리드 플레이크를 갖는 배합물 과립 16 중량% 및 알루미늄노규산염을 갖는 배합물 과립 84 중량%에 상응한다. 후속하여, 배합물 과립 혼합물을 사출 성형기(크라우스 마파이 KM 80-220 C2)에서 사출 성형하여 치수가 80 × 80 × 2 mm³인 2 mm의 얇은 플레이트를 형성한다. 사출 속도는 120 mm/s이고, 주형 온도는 80℃이고, 용융 온도는 250℃이다. 사출 압력은 1800 bar이고, 홀딩 압력은 1000 bar이다.
- [0266] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0267] 실시예 14:

- [0268] 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조, 배합 및 사출 성형을 실시예 13에 따라 수행하는데, 여기서는 개별 배합물 각각으로부터의 배합물 과립 혼합물을 20 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 30 부피% 알루미늄규산염이 PA 6 배합물에서 얻어지도록 하는 방식으로 혼합한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0269] 실시예 15:
- [0270] 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 실시예 13에 따라 수행하는데, 여기서는 개별 배합물 각각으로부터의 배합물 과립 혼합물을 30 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 20 부피% 알루미늄규산염이 얻어지도록 하는 방식으로 혼합한다. 실시예 13에 기재된 바와 같이 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 70 mm/s이고 주형 온도가 175℃이다. 사출 압력은 1300 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0271] 실시예 16:
- [0272] 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 실시예 13에 따라 수행하는데, 여기서는 개별 배합물 각각으로부터의 배합물 과립 혼합물을, 그것이 40 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 10 부피% 알루미늄규산염을 함유하도록 얻어지는 방식으로 혼합한다. 실시예 13에 따라 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 70 mm/s이고 주형 온도가 175℃이다. 사출 압력은 1300 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.
- [0273] 실시예 17:
- [0274] 이축 압출기(독일 누렘부르크 소재의 라이스트리츠 ZSE 18 MAXX)에서, 폴리아미드 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12, 독일 케르펜 소재의 에이. 술만)을 중합체로서 중량 측정식 주 공급으로 첨가하고, 실시예 1a)로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 중량 측정식 측면 공급으로 첨가한다. 소프트 스크루 구성 2를 사용한다. 스크루 속도를 300 RPM으로 설정하고 6 kg/h의 처리량으로 작동하는데, PA 6을 주 공급으로 1.84 kg/h로 투입하고 500 μm 미만의 체 분획으로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급으로 4.16 kg/h로 투입한다. 그렇게 제조된 PA 6 배합물 중의 질화붕소 하이브리드 플레이크의 비율은 50 부피%이다. 유리 섬유 부피가 50%인 제2 PA 6 배합물을 제조한다. 이를 위하여, 이축 압출기에서, 2.05 kg/h의 PA 6을 주 공급으로 투입하고, 3.95 kg/h의 유리 섬유를 측면 공급으로 투입한다. 사용되는 유리 섬유는 직경이 14 μm이고 섬유 길이가 4.5 mm인 열가소성 중합체를 보강하기 위한 표준 시판용 유리 섬유이다. 잔류 수분은 0.1% 미만이다. 유리 섬유를 실란 화하며, 실란 함량은 0.65 중량%이다.
- [0275] 얻어진 배합물 각각을 2개의 3 mm 노즐을 통해 채널링하고, 수조 내의 냉각 섹션에 통과시키고, 개별적으로 슈레딩하여 배합물 과립을 형성한다.
- [0276] 질화붕소 하이브리드 플레이크를 갖는 얻어진 배합물 과립 및 유리 섬유를 갖는 얻어진 배합물 과립을 20 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 30 부피% 유리 섬유가 배합물 과립 혼합물 내에 존재하도록 하는 방식으로 혼합한다. 이 혼합비는 질화붕소 하이브리드 플레이크를 갖는 배합물 과립 43 중량% 및 유리 섬유를 갖는 배합물 과립 57 중량%에 상응한다. 후속하여, 배합물 과립 혼합물을 사출 성형기(크라우스 마파이 KM 80-220 C2)에서 사출 성형하여 치수가 80 × 80 × 2 mm³인 2 mm의 얇은 플레이트를 형성한다. 사출 속도는 120 mm/s이고, 주형 온도는 175℃이고, 용융 온도는 265℃이다. 가소화 동안의 스크루 속도는 80 RPM이고, 사출 압력은 1300 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다. 열전도율을 측정하기 위해 2 mm의 얇은 플레이트를 사용한다.
- [0277] 인장 강도를 측정하기 위하여, 인장 바(총 샘플 폭 20 mm, 시험 폭 10 mm, 총 샘플 길이 170 mm, 시험 길이 80 mm, 샘플 두께 4 mm)를 사출 성형한다. 사출 속도는 120 mm/s이고, 주형 온도는 175℃이고, 용융 온도는 265℃이다. 가소화 유닛의 스크루 속도는 80 RPM이고, 사출 압력은 1300 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다. DIN EN ISO 527에 따라 인장 강도를 결정한다.
- [0278] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과뿐만 아니라 인장 강도도 나타낸다.
- [0279] 실시예 18:
- [0280] 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조, 배합 및 사출 성형을 실시예 17에 따라 수행하는데, 여기서는 개별 배합물 각각으로부터의 배합물 과립 혼합물을 30 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 20 부피% 유리 섬유가 얻어지도록 하는 방식으로 혼합한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성

형 파라미터 및 열전도를 측정의 결과뿐만 아니라 인장 강도도 나타낸다.

[0281] 실시예 19:

[0282] 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조, 배합 및 사출 성형을 실시예 17에 따라 수행하는데, 여기서는 개별 배합물 각각으로부터의 배합물 과립 혼합물을 40 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크 및 10 부피% 유리 섬유가 얻어지도록 하는 방식으로 혼합한다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도를 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도를 측정의 결과뿐만 아니라 인장 강도도 나타낸다.

[0283] 실시예 20:

[0284] 이축 압출기(독일 누렘부르크 소재의 라이스트리츠 ZSE 18 MAXX)에서, 폴리아미드 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12, 독일 케르펜 소재의 에이. 술만)을 중합체로서 중량 측정식 주 공급으로 첨가하고, 실시예 1a)로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 중량 측정식 측면 공급으로 첨가한다. 소프트 스크루 구성 2를 사용한다. 스크루 속도를 300 RPM으로 설정하고 6 kg/h의 처리량으로 작동하는데, PA 6을 주 공급으로 1.84 kg/h로 투입하고 500 μ m 미만의 체 분획으로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급으로 4.16 kg/h로 투입한다. 그렇게 제조된 PA 6 배합물 중의 질화붕소 하이브리드 플레이크의 비율은 50 부피%이다. 유리 섬유 부피가 50%인 제2 PA 6 배합물을 제조한다. 이를 위하여, 이축 압출기에서, 2.05 kg/h의 PA 6을 주 공급으로 투입하고, 3.95 kg/h의 유리 섬유를 측면 공급으로 투입한다. 실시예 17에 사용된 것들과 같은 표준 시판용 유리 섬유를 사용한다. 알루미늄노규산염 부피가 50%인 제3 PA 6 배합물을 제조한다. 이를 위하여, 이축 압출기에서, 1.44 kg/h의 PA 6을 주 공급으로 투입하고, 4.56 kg/h의 알루미늄노규산염(실시예 17로부터의 것)을 측면 공급으로 투입한다.

[0285] 얻어진 배합물들을 2개의 3 mm 노즐을 통해 채널링하고, 수조 내의 냉각 섹션에 통과시키고, 개별적으로 슈레딩하여 배합물 과립을 형성한다.

[0286] 얻어진 배합물 과립들을 20 부피% 질화붕소 하이브리드 플레이크, 15 부피% 유리 섬유 및 15 부피% 알루미늄노규산염이 배합물 과립 혼합물 내에 존재하도록 하는 방식으로 혼합한다. 이 혼합비는 질화붕소 하이브리드 플레이크를 갖는 배합물 과립 38 중량%, 알루미늄노규산염을 갖는 배합물 과립 36 중량% 및 유리 섬유를 갖는 배합물 과립 26 중량%에 상응한다. 후속하여, 배합물 과립 혼합물을 사출 성형기(크라우스 마파이 KM 80-220 C2)에서 사출 성형하여 치수가 $80 \times 80 \times 2$ mm인 2 mm의 얇은 플레이트를 형성한다. 사출 속도는 120 mm/s이고, 주형 온도는 175°C이고, 용융 온도는 265°C이다. 가소화 동안의 스크루 속도는 80 RPM이고, 사출 압력은 1100 bar이고, 홀딩 압력은 425 bar이다. 열전도를 측정하기 위해 2 mm의 얇은 플레이트를 사용한다.

[0287] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도를 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도를 측정의 결과를 나타낸다.

[0288] 참고예 1:

[0289] 이축 압출기(독일 누렘부르크 소재의 라이스트리츠 ZSE 18 MAXX)에서, 폴리아미드 PA 6(술라미드(등록상표) 6 NV 12, 독일 케르펜 소재의 에이. 술만)을 중합체로서 중량 측정식 주 공급으로 첨가하고, 실시예 1a)로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 중량 측정식 측면 공급으로 첨가한다. 표준 스크루 구성 1을 사용한다. 스크루 속도를 300 RPM으로 설정하고 6 kg/h의 처리량으로 작동하는데, PA 6을 주 공급으로 3.05 kg/h로 투입하고 500 μ m 미만의 체 분획으로부터의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급으로 2.95 kg/h로 투입한다. 얻어진 배합물을 2개의 3 mm 노즐을 통해 채널링하고, 수조 내의 냉각 섹션에 통과시키고, 슈레딩하여 과립을 형성한다. 배합물 중의 질화붕소 하이브리드 플레이크의 비율은 30 부피%이다.

[0290] 얻어진 배합물 과립들을 사출 성형기(엔겔 e-모션(Engel e-motion))에서 사출 성형하여 치수가 $80 \times 80 \times 2$ mm인 2 mm의 얇은 플레이트를 형성한다. 사출 속도는 250 mm/s이고, 주형 온도는 90°C이고, 용융 온도는 275°C이다.

[0291] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도를 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도를 측정의 결과를 나타낸다.

[0292] 참고예 2:

[0293] 참고예 1에 따라 배합을 수행하는데, 여기서는 1.84 kg/h의 PA 6을 주 공급기를 통해 투입하고, 4.16 kg/h의 질화붕소 하이브리드 플레이크를 측면 공급기를 통해 투입한다. 실시예 1에 따른 질화붕소 하이브리드 플레이크

를 사용한다. 참고예 1에 따라 사출 성형을 수행한다.

[0294] 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과를 나타낸다.

[0295] 참고예 3:

[0296] 실시예 17에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 17에 따라 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 40 mm/s이고, 주형 온도가 80℃이고, 용융 온도가 250℃이다. 사출 압력은 820 bar이고, 홀딩 압력은 500 bar이다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과뿐만 아니라 인장 강도도 나타낸다.

[0297] 참고예 4:

[0298] 실시예 18에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 18에 따라 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 40 mm/s이고, 주형 온도가 80℃이고, 용융 온도가 250℃이다. 사출 압력은 900 bar이고, 홀딩 압력은 480 bar이다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과뿐만 아니라 인장 강도도 나타낸다.

[0299] 참고예 5:

[0300] 실시예 19에 따라 질화붕소 하이브리드 플레이크의 제조 및 배합을 수행한다. 실시예 19에 따라 사출 성형을 수행하지만, 사출 속도가 40 mm/s이고, 주형 온도가 80℃이고, 용융 온도가 250℃이다. 사출 압력은 1000 bar이고, 홀딩 압력은 410 bar이다. 실시예 1에 기재된 바와 같이 열전도율 측정을 수행한다. 표 1은 사출 성형 파라미터 및 열전도율 측정의 결과뿐만 아니라 인장 강도도 나타낸다.

[0301] [표 1]

실시예	비늘형 질화붕소 응집체	알루미늄규 산염	유리 섬유	사출 속도	용융 온도	주형 온도	평면 통과 열전도율	평면 내 열 전도율	인장 강도
번호	[부피%]	[부피%]	[부피%]	[mm/s]	[°C]	[°C]	[W/m²K]	[W/m²K]	[Mpa]
1	30	0	0	20	250	90	1.7	3.6	n.d.
2	30	0	0	70	250	90	1.5	3.7	n.d.
3	30	0	0	120	250	90	1.4	3.7	n.d.
4	30	0	0	20	250	150	1.5	3.7	n.d.
5	30	0	0	120	250	150	1.3	3.3	n.d.
6	50	0	0	70	250	150	4.0	5.2	n.d.
7	50	0	0	120	250	150	3.8	4.0	n.d.
8	50	0	0	70	250	175	4.1	5.0	n.d.
9	50	0	0	120	250	175	3.9	6.9	n.d.
10	50	0	0	20	265	175	3.7	6.0	n.d.
11	50	0	0	70	265	175	3.3	8.1	n.d.
12	50	0	0	120	265	175	3.0	7.8	n.d.
13	10	40	0	120	250	80	1.9	2.9	n.d.
14	20	30	0	120	250	80	2.3	3.9	n.d.
15	30	20	0	70	250	175	2.6	5.1	n.d.
16	40	10	0	70	250	175	2.8	5.8	n.d.
17	20	0	30	120	265	175	1.3	1.8	123
18	30	0	20	120	265	175	1.8	3.1	89
19	40	0	10	120	265	175	2.4	5.5	63
20	20	15	15	120	265	175	1.8	3.5	n.d.

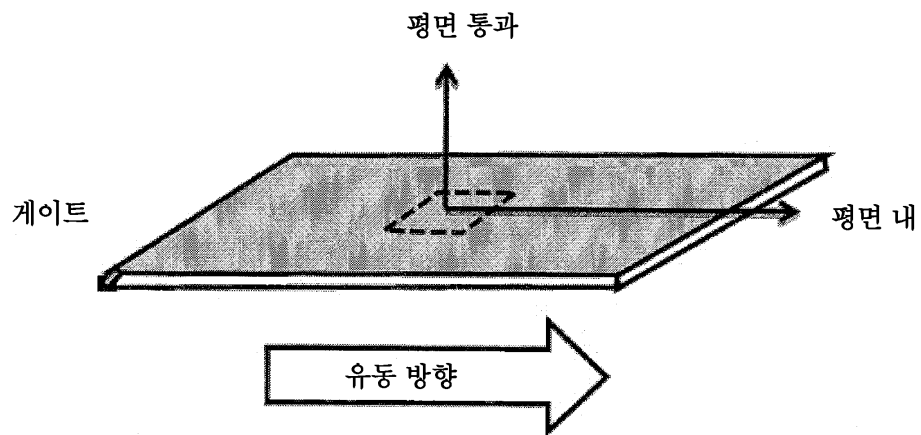
참고예	비늘형 질화붕소 응집체	알루미늄규 산염	유리 섬유	사출 속도	용융 온도	주형 온도	평면 통과 열전도율	평면 내 열 전도율	인장 강도
번호	[부피%]	[부피%]	[부피%]	[mm/s]	[°C]	[°C]	[W/m²K]	[W/m²K]	[Mpa]
1	30	0	0	250	275	90	1.2	2.9	n.d.
2	50	0	0	250	275	90	2.6	4.9	n.d.
3	20	0	30	40	250	80	n.d.	n.d.	113
4	30	0	20	40	250	80	n.d.	n.d.	79
5	40	0	10	40	250	80	n.d.	n.d.	55

*) n.d.: 결정되지 않음

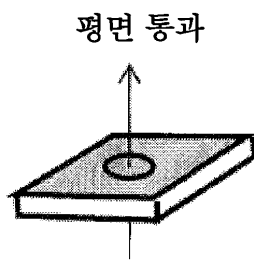
[0302]

도면

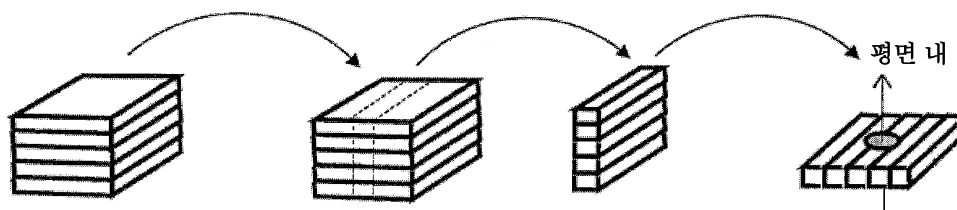
도면1



도면2a



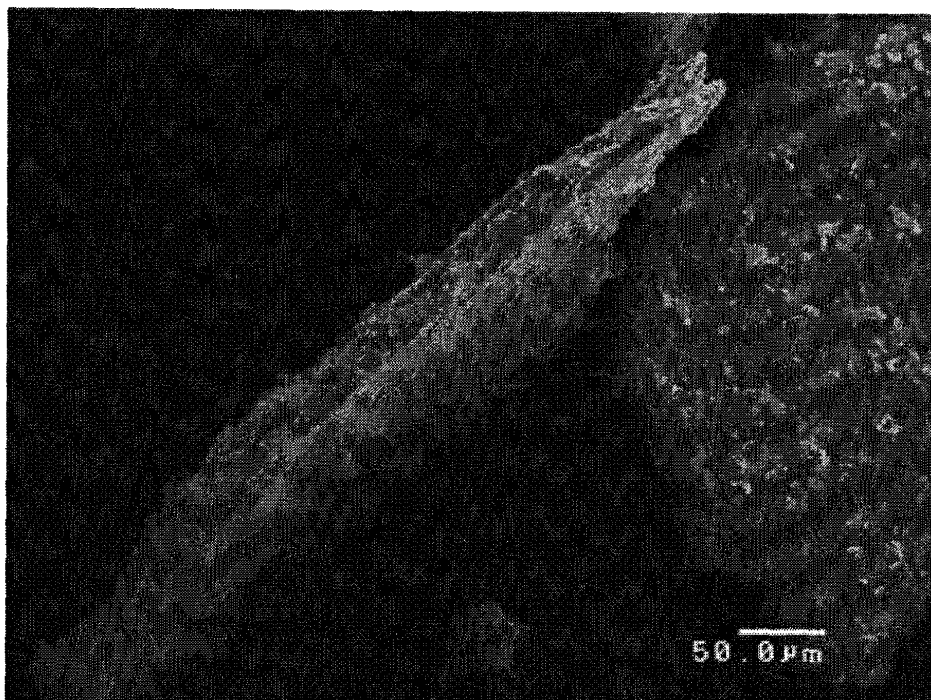
도면2b



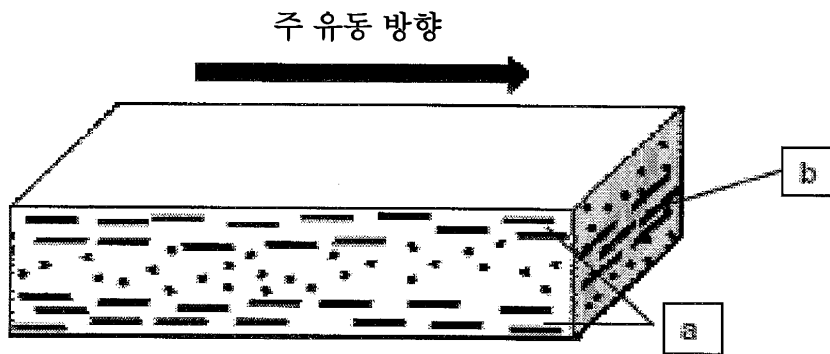
도면3a



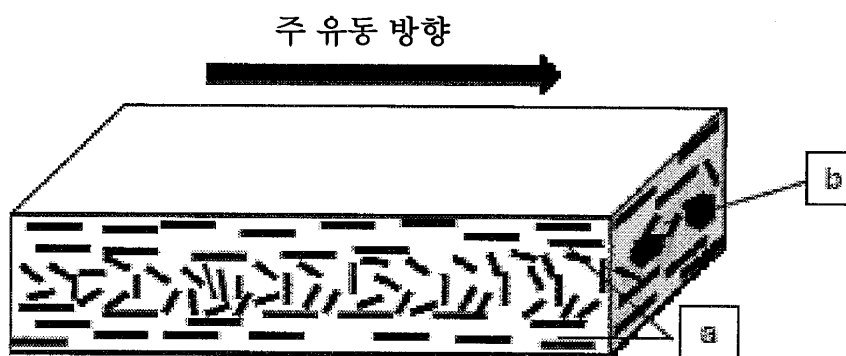
도면3b



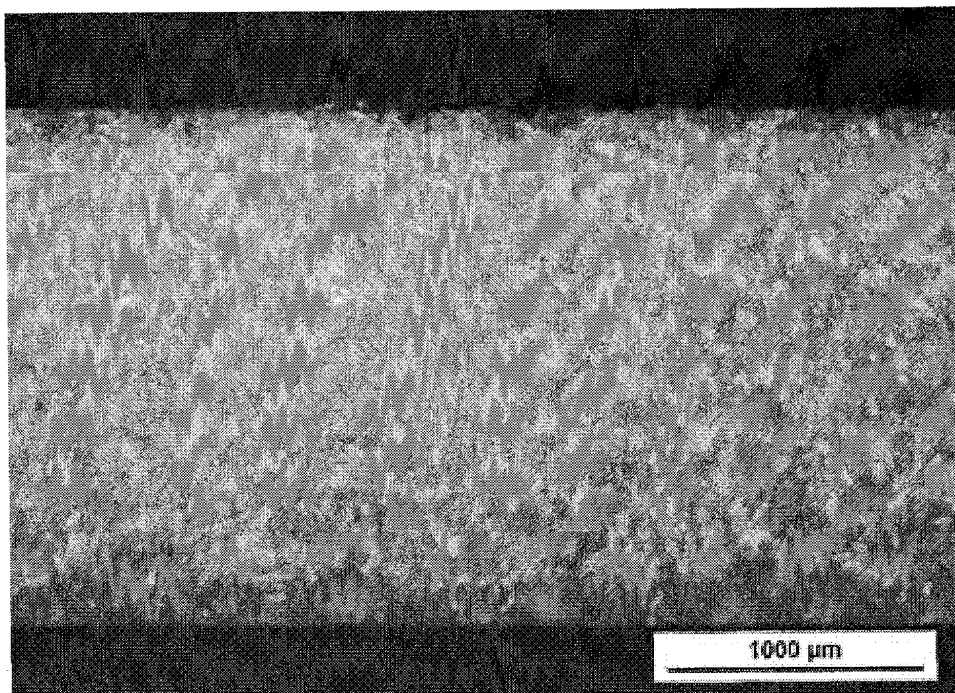
도면4



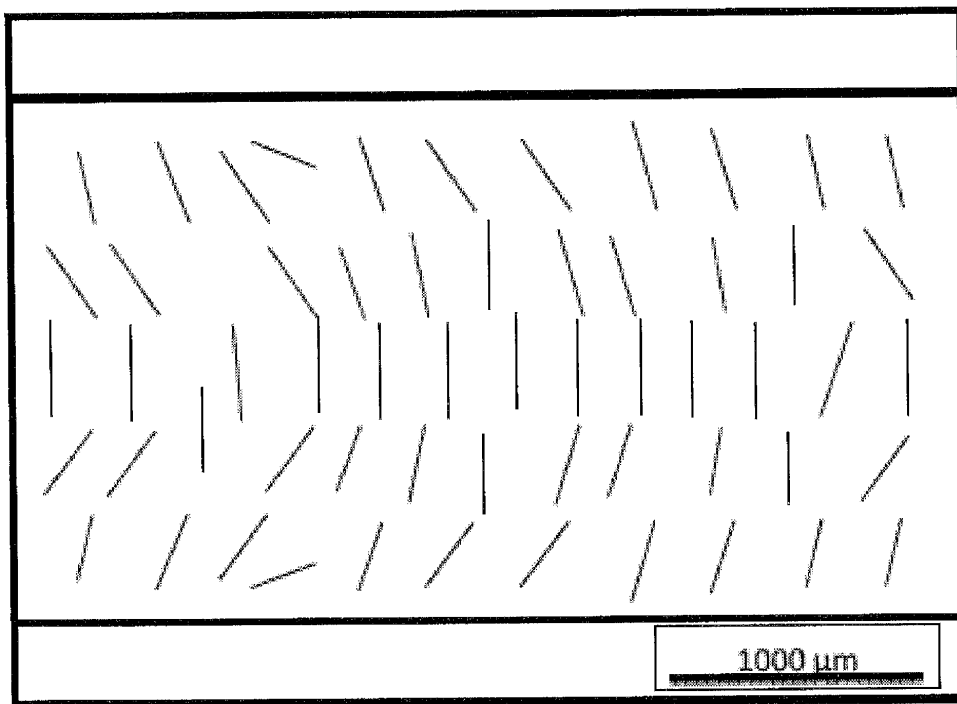
도면5



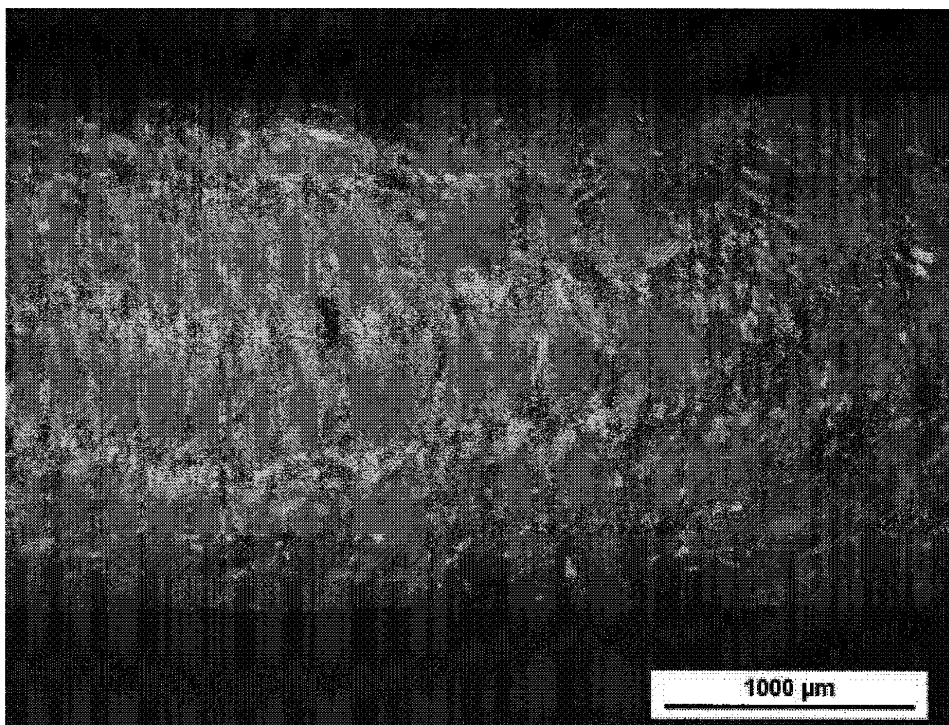
도면6a



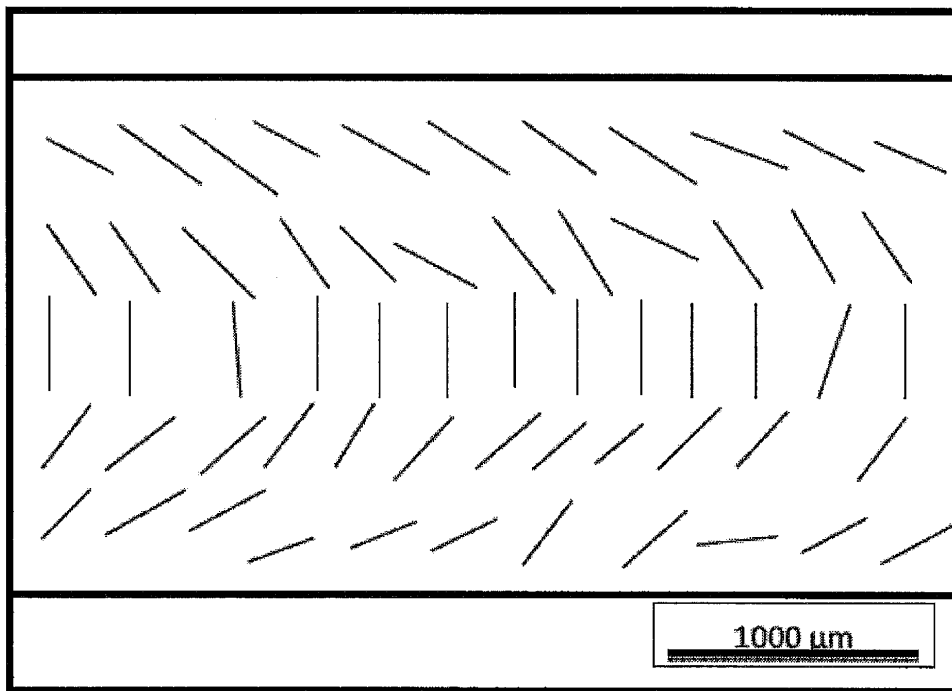
도면6b



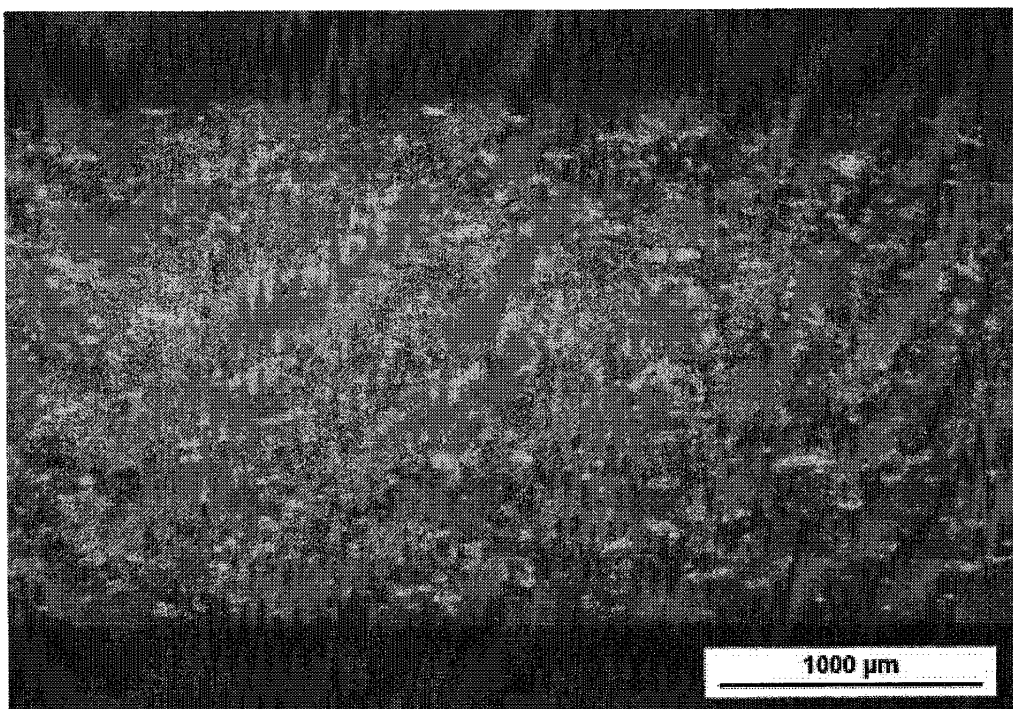
도면7a



도면7b



도면8a



도면8b

