

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **3 005 119**

51 Int. Cl.:

C08G 18/10	(2006.01)	C08G 18/76	(2006.01)	H01M 50/20	(2011.01)
C08G 18/12	(2006.01)	C08K 3/013	(2008.01)		
C08G 18/24	(2006.01)	C08K 3/22	(2006.01)		
C08G 18/28	(2006.01)	C08K 3/26	(2006.01)		
C08G 18/32	(2006.01)	C08K 5/00	(2006.01)		
C08G 18/42	(2006.01)	C08L 75/08	(2006.01)		
C08G 18/48	(2006.01)	H01M 50/00	(2011.01)		
C08G 18/64	(2006.01)	H01M 10/613	(2014.01)		
C08G 18/66	(2006.01)	H01M 10/625	(2014.01)		
C08G 18/73	(2006.01)	H01M 10/653	(2014.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **12.01.2021** **PCT/US2021/013032**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.08.2021** **WO21158336**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.01.2021** **E 21704341 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.12.2024** **EP 4100452**

54 Título: **Material de interfaz térmica a base de poliuretano que comprende prepolímeros de uretano terminados en silano**

30 Prioridad:

03.02.2020 US 202062969276 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
13.03.2025

73 Titular/es:

**DDP SPECIALTY ELECTRONIC MATERIALS US,
LLC (100.00%)
974 Centre Road, Bldg. 730
Wilmington, DE 19805, US**

72 Inventor/es:

**GRUNDER, SERGIO;
ARDIZZONE, FILIPPO;
SCHNEIDER, DANIEL;
LUTZ, ANDREAS y
HILLESHEIM, NINA**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 3 005 119 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Material de interfaz térmica a base de poliuretano que comprende prepolímeros de uretano terminados en silano

5 **Campo de la divulgación**

La divulgación se refiere a materiales de interfaz térmica y a su uso en vehículos alimentados por baterías.

Antecedentes

10 En comparación con los medios de transporte tradicionales, los vehículos alimentados por baterías ofrecen ventajas significativas, tales como un peso ligero, una emisión reducida de CO₂, etc.

15 El documento EP 2 546 872 A1 se refiere a una lámina de aislamiento térmico/disipación de calor que, en equipos electrónicos que tienen un componente generador de calor montado en una placa de circuito o similar, una batería secundaria, o un dispositivo general, disipa eficazmente el calor generado por el componente generador de calor o la batería secundaria.

20 El documento CN 107 903 865 A se refiere al campo técnico de los adhesivos, en particular, a un adhesivo de poliuretano monocomponente de curado por humedad que contiene un nuevo agente eliminador de agua y a un método de preparación del mismo.

25 El documento US 2013/0102738 A1 se refiere a composiciones monocomponente, reticulantes de silano que se usan como adhesivos con alta resistencia al corte por tracción y alta velocidad de curado.

El documento US 4 066 578 A se refiere a una composición de poliuretano con retardancia de llama mejorada y a un método para preparar dichas composiciones.

30 Sin embargo, para garantizar un uso óptimo de la tecnología, todavía hay que superar una serie de problemas tecnológicos. Por ejemplo, uno de los esfuerzos actuales de la industria es aumentar la autonomía de los vehículos alimentados por baterías mediante el desarrollo de baterías de mayor densidad. Y esto lleva a la necesidad de desarrollar mejores sistemas de gestión térmica para las baterías de alta densidad.

35 En vehículos alimentados por baterías, las células o módulos de la batería están conectados térmicamente a las unidades de refrigeración mediante materiales de interfaz térmica (TIM). Dichos TIM suelen estar formados por materiales poliméricos con cargas térmicamente conductoras. Para alcanzar una conductividad térmica de 2 W/m.K o superior, cargas con una conductividad térmica de 100 W/m.K o superior, tales como nitruros de boro o polvos de aluminio, pueden usarse. Sin embargo, estas cargas son costosas y abrasivas. Una alternativa más económica y no abrasiva es el trihidróxido de aluminio (ATH) y se ha demostrado que es posible obtener un TIM basado en poliuretano con una elevada carga de ATH, que tiene una alta conductividad térmica y una baja viscosidad. Sin embargo, se comprobó que cuando dicho TIM se colocaba en posición vertical en condiciones climáticas, tendía a deslizarse. Por lo tanto, todavía hay que mejorar para resolver este problema de deslizamiento.

Sumario

45 Se proporcionan composiciones de material de interfaz térmica que comprenden: a) un prepolímero de poliuretano no reactivo, que i) es un producto de reacción de al menos un poliisocianato y al menos un compuesto que contiene grupos hidroxilo, y ii) contiene menos del 0,8 % en peso de grupos isocianato residuales; b) el 70-95 % en peso de trihidróxido de aluminio; c) el 0,15-1,5 % en peso de al menos un prepolímero de uretano terminado en silano; y d) el 1-20 % en peso de al menos un plastificante, con un peso total del material de interfaz térmica del 100 % en peso.

50 En una realización de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de poliuretano no reactivo está presente en un nivel del 1-25 % en peso, basado en el peso total de la composición.

55 En una realización adicional de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de uretano terminado en silano está presente en un nivel del 0,15-1,2 % en peso, basado en el peso total de la composición.

En otra realización adicional de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de uretano terminado en silano está presente en un nivel del 0,2-0,8 % en peso, basado en el peso total de la composición.

60 En otra realización adicional de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de uretano terminado en silano se selecciona entre productos de reacción de al menos un silano funcionalizado con isocianato con uno o más polioles, productos de reacción de al menos un silano funcionalizado con isocianato con uno o más prepolímeros terminados en hidroxilo, y productos de reacción de al menos un silano funcionalizado con un nucleófilo con uno o más prepolímeros terminados en isocianato.

En otra realización adicional de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de uretano terminado en silano tiene un peso molecular que varía de 200 a 5000.

5 En otra realización adicional de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de uretano terminado en silano tiene un peso molecular comprendido que varía de 300 a 3000.

En otra realización adicional de la composición del material de interfaz térmica, el prepolímero de uretano terminado en silano tiene un peso molecular que varía de 500 a 2000.

10 Por otra parte, en el presente documento se proporcionan artículos que comprenden la composición de material de interfaz térmica proporcionada anteriormente.

En una realización del artículo, el artículo comprende además un módulo de batería que está formado por una o más celdas de batería y una unidad de refrigeración, en donde, el módulo de batería está conectado a la unidad de refrigeración a través de la composición del material de interfaz térmica.

Descripción detallada

20 Se divulga en el presente documento una composición que comprende materiales de interfaz térmica (TIM): a) un prepolímero de poliuretano no reactivo; b) el 70-95 % en peso de trihidróxido de aluminio (ATH); c) el 0,15-1,5 % en peso de al menos un prepolímero de uretano terminado en silano; y d) el 1-20 % en peso de al menos un plastificante, con un peso total del material de interfaz térmica del 100 % en peso.

25 De acuerdo con la presente divulgación, los prepolímeros de poliuretano no reactivos usados en el presente documento son productos de reacción de al menos un poliisocianato y al menos un compuesto que contiene grupos hidroxilo. De manera adicional, los prepolímeros de poliuretano no reactivos usados en el presente documento carecen sustancialmente de grupos isocianato residuales, es decir, hay menos del 0,8 % en peso o menos del 0,4 % en peso de grupos isocianato residuales en el prepolímero.

30 De acuerdo con la presente divulgación, los poliisocianatos usados en el presente documento son isocianatos multifuncionales (por ejemplo, diisocianatos y triisocianatos) y pueden ser poliisocianatos alifáticos, alicíclicos o aromáticos. Isocianatos multifuncionales ilustrativos usados en el presente documento incluyen, sin limitación, diisocianato de etileno; diisocianato de 1,6-hexametileno (HDI); diisocianato de isoforona (IPDI); diisocianato de 4,4'-, 2,2'- y 2,4'-diciclohexilmetano (H₁₂MDI); diisocianato de norborneno; 1,3- y 1,4-bis(isocianometil)ciclohexano (incluidos sus isómeros *cis* o *trans*); diisocianato de 1,4-tetrametileno (TMXDI); diisocianato de 1,12-dodecano; diisocianato de 2,2,4-trimetilhexametileno; diisocianato de 2,2'-, 2,4'- y 4,4'-metildifenilo (MDI); MDI modificado con carbodiimida; diisocianato de 2,4- y 2,6-tolueno (TDI); diisocianato de 1,3- y 1,4-fenileno; diisocianato de 1,5-naftileno; triisocianato de 4,4',4"-trifenilmetano; poliisocianatos de polifenilpolimetileno; etc. En una realización, los poliisocianatos usados en el presente documento son poliisocianatos alifáticos. En una realización adicional, los poliisocianatos usados en el presente documento se seleccionan entre diisocianato de 1,6-hexametileno; diisocianato de isoforona; 1,3-bis(isocianatometil)ciclohexano; 1,4-bis(isocianatometil)ciclohexano; o una mezcla de dos o más de los mismos. En otra realización adicional, el poliisocianato usado en el presente documento es el diisocianato de 1,6-hexametileno.

45 Los poliisocianatos pueden tener una cantidad porcentual de NCO del 10-60 %. En determinadas realizaciones, los poliisocianatos usados en el presente documento pueden tener una funcionalidad isocianato promedio de al menos 2, o al menos 2,2, o al menos 2,4; y no superior a 4, o no superior a 3,5, o no superior a 3. En una realización adicional, el peso equivalente del poliisocianato puede ser de al menos 100, o al menos 110, o al menos 120; y puede ser no superior a 300, o no superior a 250, o no superior a 200.

50 Los compuestos que tienen grupos hidroxilo usados en el presente documento pueden contener uno o más grupos hidroxilo, tales como monoles, dioles, trioles o polioles. Ejemplos de compuestos que contienen grupos hidroxilo son, sin limitación, polioles de poliéter, polioles de poliéster, polioles de policarbonato, alcoholes, etc. En una realización, los compuestos que contienen grupos hidroxilo son poliéteres que contienen uno o más grupos hidroxilo terminales, es decir, polioles de poliéter. Polioles de poliéter ilustrativos usados en el presente documento incluyen, sin limitación, i) monoles, tales como, alcoholes alcóxilados (siendo el agente alcóxilante óxido de etileno, óxido de propileno u óxido de butileno y siendo el alcohol iniciador metanol, etanol, butanol, o alcoholes alifáticos más largos) o alcoholes a base de ácidos grasos; ii) dioles, tales como, 1,4-butanodiol; iii) polioles de poliéter a base de óxido de polietileno, óxido de polipropileno u óxido de polibutileno; etc. Los compuestos que contienen grupos hidroxilo usados en el presente documento pueden tener una funcionalidad de 1-7, o 1-5, o 1-3, o 1-2 y un peso molecular de 90-5000, o 90-3000, o 90-2000.

65 Junto con los poliisocianatos y los compuestos que contienen grupos hidroxilo, también se pueden añadir aditivos adicionales cuando se preparan los prepolímeros de poliuretano no reactivos. Estos incluyen catalizadores, extensores de cadena, agentes reticulantes, cargas, eliminadores de humedad, colorantes, etc. En particular, una serie de aminas alifáticas y aromáticas (por ejemplo, diaminobis(ciclooctano), 1,4-diazabisciclo[2.2.2]octano (DABCO), etc.), compuestos

organometálicos (por ejemplo, dilaurato de dibutilestano (DBTDL), diacetato de dibutilestano), sales de metales alcalinos de ácidos carboxílicos y fenoles (sales de calcio, magnesio, estroncio, bario, de ácido hexanoico, octanoico, nafténico, linolénico) se pueden usar como catalizadores.

- 5 Adicionalmente, para obtener los prepolímeros de poliuretano no reactivos que contienen menos del 0,8 % en peso de grupos isocianato residuales, es necesario usar en la reacción una cantidad estequiométrica o una cantidad en exceso estequiométrica de los compuestos que contienen hidroxilo, es decir, la proporción entre los grupos -OH de los compuestos que contienen grupos hidroxilo y los grupos -NCO de los poliisocianatos es mayor o igual a 1. La preparación de los prepolímeros de poliuretano no reactivos incluye: mezclar el al menos un poliisocianato, el al menos
10 un compuesto que contiene grupos hidroxilo, y otros aditivos, tales como catalizadores, conjuntamente; agitar la mezcla de reacción en atmósfera de nitrógeno o al vacío a 20-80 °C durante 10-60 min; enfriar el producto de reacción a temperatura ambiente; y colocar y almacenar el producto de reacción en un recipiente hermético.

- 15 Los prepolímeros de poliuretano no reactivos usados en el presente documento pueden tener un peso molecular comprendido de 2000-50.000 g/mol, o de 3000-30.000 g/mol, o de 4000-15.000 g/mol.

De acuerdo con la presente divulgación, los prepolímeros de poliuretano no reactivos pueden estar incluidos en la composición de TIM en un nivel del 1-25 % en peso, o del 2-20 % en peso, o del 5-15 % en peso, basado en el peso total de la composición.

20 El ATH usado en el presente documento puede ser polvo de ATH monomodal o polvo de ATH con una distribución multimodal del tamaño de las partículas (por ejemplo, bimodal, trimodal y similares). Cuando se usa un polvo de ATH monomodal, el tamaño de partícula promedio puede variar de 5 a 100 µm. Y cuando se usa polvo de ATH multimodal, el tamaño de partícula promedio de las partículas más pequeñas puede ser inferior a 10 µm, mientras que el tamaño
25 de partícula promedio de las partículas más grandes puede ser superior a 50 µm. Adicionalmente, el polvo de ATH usado en el presente documento también se puede tratar en la superficie con silano, titanato, carboxilatos, etc.

De acuerdo con la presente divulgación, el polvo de ATH puede estar comprendido en la composición a un nivel del 70-95 % en peso, o del 75-90 % en peso, o del 80-85 % en peso.

30 Los prepolímeros de uretano terminados en silano son prepolímeros de uretano en los que algunos o todos los grupos isocianato están protegidos terminalmente con organosilanos. Los prepolímeros de uretano terminados en silano se pueden preparar haciendo reaccionar al menos un silano funcionalizado con isocianato con uno o más polioles, o haciendo reaccionar al menos un silano funcionalizado con isocianato con uno o más prepolímeros terminados en
35 hidroxilo, o haciendo reaccionar al menos un silano funcionalizado con un nucleófilo (por ejemplo, aminosilano, mercaptosilano, etc.) con uno o más prepolímeros terminados en isocianato. Los prepolímeros se pueden seleccionar del grupo que consiste en poliuretanos, poliureas, poliéteres, poliésteres, poli(met)acrilatos, policarbonatos, poliestirenos, poliaminas o poliamidas, ésteres de polivinilo, copolímeros de estireno/butadieno, poliolefinas, polisiloxanos y copolímeros de polisiloxano-urea/uretano. Los prepolímeros de uretano terminados en silano usados
40 en el presente documento pueden tener un peso molecular que varía de 200 a 5000, o de 300 a 3000, o de 500 a 2000.

Prepolímeros de uretano terminados en silano adecuados pueden ser cualquiera de los divulgados en el documento EP 1924621 y en las patentes de Estados Unidos con n.º 3.933.756; 5.756.751; 6.288.198; 6.545.087; 6.703.453; 6.809.170; 6.833.423; 6.844.413; 6.887.964; 6.998.459; 7.115.696; 7.465.778; 7.060.750; y 7.309.753. Los prepolímeros de uretano terminados en silano adecuados también están disponibles en el mercado. Como ejemplos, se pueden adquirir en Covestro con el nombre comercial Desmoseal™, o en Kaneka con el nombre comercial MS Polymer™, o en Momentive con el nombre comercial SPUR+*.

50 De acuerdo con la presente divulgación, el al menos un prepolímero de uretano terminado en silano puede estar incluido en la composición de TIM en un nivel del 0,15-1,5 % en peso, o del 0,15-1,2 % en peso, o del 0,2-0,8 % en peso, basado en el peso total de la composición.

La composición de TIM divulgada en el presente documento comprende además el 1-20 % en peso, o el 2-15 % en peso, o el 3-10 % en peso de al menos un plastificante, basado en el peso total de la composición. Los plastificantes son bien conocidos en la técnica y está dentro de la capacidad de un experto en la técnica el seleccionar los plastificantes adecuados en función de parámetros tales como la compatibilidad y las propiedades deseadas de la composición final (por ejemplo, la viscosidad).

60 En general, los plastificantes adecuados incluyen derivados éster de dichos ácidos y anhídridos tales como el ácido adipico, ácido azelaico, ácido benzoico, ácido cítrico, ácidos diméricos, ácido fumárico, ácido isobutírico, ácido isoftálico, ácido láurico, ácido linoleico, ácido maleico, anhídrido maleico, ácido melísico, ácido mirístico, ácido oleico, ácido palmítico, ácido fosfórico, ácido ftálico, ácido ricinoleico, ácido sebácico, ácido esteárico, ácido succínico, ácido 1,2-benzenodicarboxílico, y similares, y mezclas de los mismos. También son adecuados los aceites epoxidados,
65 derivados de glicerol, derivados de parafina, derivados de ácido sulfónico, y similares, y mezclas de los mismos y con los derivados mencionados. Ejemplos específicos de tales plastificantes incluyen adipato de dietilhexilo, adipato de

heptilnonilo, adipato de diisodecilo, poliésteres de ácido adípico, adipato de dicaprilato, azelato de dimetilo, dibenzoato de dietilenglicol y dibenzoato de dipropilenglicol, dibenzoato de polietilenglicol, benzoato de monoisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, glicolato de metil (o etil, o butil) ftalil etilo, citrato de trietilo, fumarato de dibutilo, diisobutirato de 2,2,4-trimetil-1,3-pentanodiol, laurato de metilo, linoleato de metilo, maleato de di-n-butilo, trimelitato de tricaprilo, trimelitato de heptilnonilo, trimelitato de triisodecilo, trimelitato de triisononilo, miristato de isopropilo, oleato de butilo, palmitato de metilo, fosfato de tricresilo, ftalato de dimetilo, ftalato de dietilo, ftalato de dibutilo, ftalato de diisobutilo, ftalato de di-2-etilhexilo, ftalato de octildecilo, ftalato de diisodecilo, ftalato de heptilnonilo, ftalato de diundecilo, ftalato de ditridecilo, ftalato de dicitlohexilo, ftalato de difenilo, ftalatos de butilbencilo, tales como el éster n-butilbencílico del ácido o-ftálico, ftalato de isodecibencilo, ftalato de alquil (C7/C9) bencilo, ftalato de dimetoxietilo, ftalato de 7-(2,6,6,8-tetrametil-4-oxa-3-oxo-nonil) bencilo, sebacato de di-2-etilhexilo, ricinoleato de butilo, sebacato de dimetilo, estearato de metilo, succinato de dietilo, el éster butil fenilmetílico del ácido 1,2-benzenodicarboxílico, aceite de linaza epoxidado, triacetato de glicerol, cloroparafinas con de un 40 % a un 70 % de Cl, o,p-tolueno sulfonamida, N-etil-p-tolueno sulfonamida, N-ciclohexil-p-tolueno sulfonamida, resina de formaldehído-sulfonamida, y mezclas de los mismos. Otros plastificantes adecuados conocidos por los expertos en la técnica son el aceite de ricino, condensado aromático de petróleo, terfenilos parcialmente hidrogenados, plastificantes de silicona, tales como los ésteres de dimeticona copoliol, ésteres de dimeticonol, carboxilatos de silicona, ésteres Guerbet y similares, solos o mezclados con otros plastificantes.

De manera adicional, hasta el 10 % en peso, o el 1-10 % en peso, o el 2-7 % en peso, o el 2-5 % en peso, de carbonato cálcico precipitado puede añadirse a la composición de TIM. Sin desear quedar ligado a ninguna teoría particular, se cree que la adición del carbonato cálcico precipitado opcional puede mejorar la antisedimentación del ATH.

Además, las composiciones de TIM divulgadas en el presente documento pueden comprender opcionalmente otros aditivos adecuados, tales como, catalizadores, estabilizantes, promotores de la adhesión, cargas, colorantes, etc. Dichos aditivos opcionales pueden estar presentes en un nivel de hasta el 10 % en peso, o hasta el 8 % en peso, o hasta el 5 % en peso, basado en el peso total de la composición de TIM.

Como demuestran los siguientes ejemplos, cuando se coloca verticalmente, el TIM sin prepolímero de uretano terminado en silano tiende a deslizarse tras la exposición a las condiciones climáticas, mientras que la adición a la composición de TIM de más del 0,1 % en peso de prepolímero de uretano terminado en silano resuelve el problema de deslizamiento. Asimismo, se demuestra que sin plastificante, el TIM era demasiado viscoso para ser útil.

También se divulgan en el presente documento sistemas de baterías en los que una placa o unidad de refrigeración se acopla a un módulo de batería (formado por una o más celdas de batería) a través de la composición de TIM descrita anteriormente, de modo se puede conducir calor entre ellos. En una realización, los sistemas de baterías son los utilizados en los vehículos alimentados por baterías.

Ejemplos

Materiales

- HDI - diisocianato de 1,6-hexametileno (HDI) obtenido en Covestro con el nombre comercial Desmodur™ H;
- Monol - monol iniciado con alcohol graso C₁₂-C₁₄ totalmente propoxilado (con óxido de propileno) (PM 935 g/mol, Número OH: 60,4, peso equivalente: 927) obtenido en Dow, Inc.;
- Poliol - polioli de óxido de polipropileno (funcionalidad: 2, PM: 1000 g/mol) obtenido en Dow Inc.;
- Catalizador - dilaurato de dibutilestano (DBTDL) obtenido en Evonik con el nombre comercial DABCO™ T-12;
- STP - un prepolímero de uretano alifático terminado en silano obtenido en Covestro con el nombre comercial Desmoseal™ S XP 2636;
- Plastificante - trioleato de trimetilolpropano;
- ATH - trihidróxido de aluminio de distribución bimodal, con el tamaño de partícula promedio de las partículas pequeñas inferior a 10 µm y el tamaño de partícula promedio de las partículas grandes superior a 50 µm;
- Poliol de poliéster -1 - polioli de poliéster con un punto de fusión de 65 °C obtenido en Evonik con el nombre comercial Dynacol™ 7381;
- Poliol de poliéster-2 - polioli de poliéster con un punto de fusión de 45 °C de Perstorp;
- Prepolímero de uretano-poliéster - un producto de reacción de diisocianato de 4,4'-metildifenilo con un polioli de poliéster (Poliol de poliéster 1) en presencia de ftalato de diisononilo;
- Silano - viniltrimetoxisilano.

Prepolímeros de poliuretano no reactivos

Los prepolímeros de poliuretano no reactivos Pre-1 y Pre-2 se prepararon tal como sigue: mezclando todos los componentes enumerados en la tabla 1, excepto el catalizador, en un reactor; calentando el reactor a 60 °C; añadiendo el catalizador a la mezcla; agitando la mezcla durante 45 min a 80 °C en atmósfera de nitrógeno y, a continuación, durante 10 min al vacío; enfriando el producto de reacción incoloro a temperatura ambiente; y transfiriendo el producto a un recipiente. El peso molecular promedio en masa (Mw) y el índice de polidispersidad (PDI) de Pre-1 y Pre-2 se midieron mediante cromatografía de permeación en gel (GPC) utilizando un dispositivo Viscotek GPCmax de Malvern

Panalytical.

TABLA 1

	Pre-1	Pre-2
Formulación		
HDI (% en peso)	10,9	10,47
Monol (% en peso)	57,31	57,77
Poliol (% en peso)	31,46	31,71
1,4-butanodiol (% en peso)	0,28	-
Catalizador (% en peso)	0,05	0,05
Propiedades		
Viscosidad (45 °C, CP4/20, arriba/abajo Newtoniano) (Pa.s)	4	3
NCO (%)	0	0
Mw	4000	4200
PDI	1,5	1,3

5 Ejemplos comparativos CE1-CE5 y ejemplos E1-E7*Preparación de muestras*

- 10 En cada uno de los ejemplos comparativos CE1-CE5 y los ejemplos E1-E7, se añadieron todos los componentes enumerados en la tabla 2 (primero los componentes líquidos y luego los sólidos) en una mezcladora planetaria o en una centrífuga asimétrica doble, se mezcló durante unos 30 minutos al vacío, y el TIM resultante (en forma de pasta) se transfirió a cartuchos, cubos o bidones para su almacenamiento.

Conductividad térmica

- 15 La conductividad térmica de la pasta de TIM obtenida en cada muestra se midió según la norma ASTM 5470, utilizando un probador TIM de ZFW Stuttgart. La medición se realizó en modo Spaltplus entre 1,8-1,2 mm de espesor y se registró la conductividad térmica absoluta λ (W/m.K).

20 *Fuerza de presión*

- La fuerza de presión de la pasta de TIM en cada muestra se midió con un tensiómetro (Zwick). La pasta de TIM de cada muestra se colocó sobre una superficie metálica. Se colocó un pistón de aluminio de 40 mm de diámetro sobre la pasta de muestra y ésta se comprimió hasta alcanzar 5 mm (espesor inicial). A continuación, la pasta de muestra se comprimió adicionalmente hasta un espesor de 0,3 mm con una velocidad de 1 mm/s y se registró la curva de deflexión de la fuerza. La fuerza (N) a 0,5 mm de espesor se registró como la fuerza de presión.
- 25

Viscosidad

- 30 La viscosidad se midió mediante reología rotacional en un reómetro con geometría de placa-placa (placas paralelas de 25 mm de diámetro) a 23 °C. Se aplicó una velocidad de cizallamiento de 0,001 a 20 1/s y se registró la viscosidad a 10 1/s. La viscosidad inicial se midió directamente tras la aplicación del TIM, mientras que la viscosidad tras 7 días de cambio climático es la viscosidad del TIM después de haber sido expuesto durante 7 días a la condición de cambio climático, en el que cada ciclo tardaba 12 horas en completarse y consistía en 4 horas a -40 °C (humedad no controlada), 4 horas para ajustar la temperatura a 80 °C, y 4 horas a 80 °C con un 80 % en peso de humedad relativa.
- 35

Prueba de deslizamiento

- 40 Durante la prueba de deslizamiento, el TIM de cada muestra se colocó entre dos sustratos (un sustrato de acero con revestimiento electrónico y un sustrato de vidrio), mientras que el espesor del TIM comprimido se controló con espaciadores a aproximadamente 3 mm. A continuación, las muestras intercaladas se expusieron en un ángulo de 20° durante 4 semanas a la condición de cambio climático en una cámara climática. Posteriormente, se observó el deslizamiento y la formación de grietas de la muestra.

- 45 Como lo demuestran en el presente documento los ejemplos E1-E7, mediante la adición del 0,25 % en peso o más de

STP, el TIM no presenta grietas visibles y presenta menos de 1 mm de deslizamiento. De manera adicional, como lo demuestra el ejemplo comparativo CE4, la ausencia de plastificante hacía que la composición de TIM tuviera una viscosidad demasiado elevada para ser útil.

Tabla 2

	CE1	CE2	CE3	CE4	CE5	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7
Formulación												
Pre-1 (% en peso)	9	8,7	-	14,2	9,0	8,95	8,7	8,7	8,7	-	-	8,7
Pre-2 (% en peso)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	8,7	8,7	-
STP (% en peso)	-	-	0,5	0,5	0,1	0,25	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0
Plastificante (% en peso)	5,5	6,3	14,2	-	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5	5,0
ATH (% en peso)	82	82	82	82	82	82	82	82	82	82	82	82
Prepolímero uretano-poliéster (% en peso)	0,3	-	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	-	-	0,3	0,3	0,3
Poliol de poliéster 1 (% en peso)	-	-	-	-	-	-	-	0,3	-	-	-	-
Poliol de poliéster 2 (peso)	-	-	-	-	-	-	-	-	0,3	-	-	-
Silano (% en peso)	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-
Carbonato cálcico precipitado (% en peso)	2,2	2	2	2	2,1	2	2	2	2	2	3	2
Óxido de calcio (% en peso)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	-	1
Propiedades												
Conductividad térmica λ (W/m.K)	2,34	2,02	2,08	2,11	2,31	2,25	2,26	2,14	2,24	2,52	2,39	2,63
Fuerza de presión a 0,5 mm (N)	690	468	260	1767	729	888	903	683	789	727	854	1052
Viscosidad inicial a 10 1/s (Pa.s)	455	238	148	1714	804	654	665	887	641	803	887	1065
Viscosidad tras 7 días de cambio climático a 10 1/s (Pa.s)	597	347	497	1325	797	1070	629	1243	754	1008	1608	No medible
Deslizamiento	> 70 mm	> 70 mm	< 1 mm	< 1 mm	> 50mm	< 1 mm	< 1 mm	< 1 mm	< 1 mm	< 1 mm	< 1 mm	< 1 mm
Grietas	No	No	Sí	No	No	No	No	No	No	No	No	No

REIVINDICACIONES

1. Una composición de material de interfaz térmica que comprende:
 - 5 a) un prepolímero de poliuretano no reactivo, que i) es un producto de reacción de al menos un poliisocianato y al menos un compuesto que contiene grupos hidroxilo, y ii) contiene menos del 0,8 % en peso de grupos isocianato residuales;
 - b) el 70-95 % en peso de trihidróxido de aluminio;
 - 10 c) el 0,15-1,5 % en peso de al menos un prepolímero de uretano terminado en silano; y
 - d) el 1-20 % en peso de al menos un plastificante,con un peso total del material de interfaz térmica del 100 % en peso.
- 15 2. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 1, en donde, el prepolímero de poliuretano no reactivo está presente en un nivel del 1-25 % en peso, basado en el peso total de la composición.
3. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 1, en donde, el prepolímero de uretano terminado en silano está presente en un nivel del 0,15-1,2 % en peso, basado en el peso total de la composición.
- 20 4. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 3, en donde, el prepolímero de uretano terminado en silano está presente en un nivel del 0,2-0,8 % en peso, basado en el peso total de la composición.
5. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 1, en donde, el prepolímero de uretano terminado en silano se selecciona entre productos de reacción de al menos un silano funcionalizado con isocianato con uno o
25 más polioles, productos de reacción de al menos un silano funcionalizado con isocianato con uno o más prepolímeros terminados en hidroxilo, y productos de reacción de al menos un silano funcionalizado con un nucleófilo con uno o más prepolímeros terminados en isocianato.
6. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 1, en donde, el prepolímero de uretano terminado en silano tiene un peso molecular que varía de 200 a 5000.
- 30 7. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 6, en donde, el prepolímero de uretano terminado en silano tiene un peso molecular que varía de 300 a 3000.
8. La composición de material de interfaz térmica de la reivindicación 7, en donde, el prepolímero de uretano terminado en silano tiene un peso molecular que varía de 500 a 2000.
- 35 9. Un artículo que comprende la composición de material de interfaz térmica de acuerdo con la reivindicación 1.
- 40 10. El artículo de la reivindicación 9, que comprende además un módulo de batería formado por una o más celdas de batería y una unidad de refrigeración, en donde, el módulo de batería está conectado a la unidad de refrigeración a través de la composición del material de interfaz térmica.