

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200680028687.3

[51] Int. Cl.

C10M 169/00 (2006.01)

C09K 5/14 (2006.01)

C10M 169/06 (2006.01)

C10N 20/06 (2006.01)

H01L 23/373 (2006.01)

C10N 40/14 (2006.01)

[43] 公开日 2008 年 8 月 6 日

[11] 公开号 CN 101238202A

[51] Int. Cl. (续)

C09K 5/10 (2006.01)

[22] 申请日 2006.7.28

[21] 申请号 200680028687.3

[30] 优先权

[32] 2005. 8. 3 [33] US [31] 11/195,953

[86] 国际申请 PCT/US2006/029840 2006.7.28

[87] 国际公布 WO2007/019125 英 2007.2.15

[85] 进入国家阶段日期 2008.2.3

[71] 申请人 3M 创新有限公司

地址 美国明尼苏达州

[72] 发明人 贾弗里·T·安德森

菲利普·E·肯德尔

[74] 专利代理机构 中原信达知识产权代理有限责任
公司

代理人 郇春艳 郭国清

权利要求书 4 页 说明书 30 页

[54] 发明名称

导热油脂

[57] 摘要

本发明涉及可包含载体油、分散剂和导热颗粒的导热油脂，其中所述导热颗粒为至少三种分布的导热颗粒的混合物，所述至少三种分布的导热颗粒的每一种均具有与其他平均粒度相差因子至少为 5 的平均(D_{50})粒度。

1. 一种导热油脂，所述导热油脂包含：
0 至约 49.5 重量%的载体油；
约 0.5 至约 25 重量%的至少一种分散剂；和
至少约 49.5 重量%的导热颗粒，其中所述导热颗粒包含至少三种分布的导热颗粒的混合物，所述至少三种分布的导热颗粒的每一种均具有与其他分布相差因子至少为 5 的平均 (D_{50}) 粒度。
2. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒的每一种均具有与其他分布相差因子至少为 7.5 的平均 (D_{50}) 粒度。
3. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒的每一种均具有与其他分布相差因子至少为 10 的平均 (D_{50}) 粒度。
4. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述导热颗粒包含选自由下列材料组成的组的材料：金刚石、碳化硅、矾土、氮化硼（六方形或立方体）、碳化硼、二氧化硅、石墨、无定形碳、多晶金刚石、氮化铝、铝、氧化锌、镍、钨、银、以及它们的组合。
5. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述分散剂包含选自由下列物质组成的组的分散剂：非离子分散剂、聚合物分散剂、离子分散剂、无机分散剂、以及它们的组合。
6. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中载体油的存在量为约 0.5 至约 20 重量%。
7. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的

导热颗粒的一种具有约 0.02 至约 5 微米范围内的平均粒度。

8. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒的一种具有约 0.10 至约 50.0 微米范围内的平均粒度。

9. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒的一种具有约 0.50 至约 500 微米范围内的平均粒度。

10. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少一种分散剂包含离子分散剂和聚合物分散剂。

11. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，所述导热油脂还包含第四种分布的导热颗粒。

12. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述导热颗粒包含金刚石和碳化硅颗粒的混合物。

13. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒基本上不重叠。

14. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒具有最小的重叠。

15. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中具有最大平均 (D_{50}) 粒度的颗粒分布包含金属颗粒。

16. 根据权利要求 15 所述的导热油脂，其中所述导热颗粒包含金刚石和金属颗粒的混合物。

17. 根据权利要求 15 所述的导热油脂，其中具有中等平均 (D_{50})

粒度的颗粒分布包含碳化硅或金刚石颗粒。

18. 根据权利要求 15 所述的导热油脂，其中具有最小平均 (D_{50}) 粒度的颗粒分布包含氧化锌颗粒。

19. 根据权利要求 15 所述的导热油脂，其中具有最大平均 (D_{50}) 粒度的颗粒分布包含球形铝颗粒。

20. 一种制造导热油脂的方法，所述方法包括以下步骤：

提供载体油、分散剂和根据权利要求 1 所述的导热颗粒；

将所述载体油与分散剂混合在一起；以及

按最小至最大平均粒度的次序将所述导热颗粒混入所述载体油和分散剂混合物中。

21. 根据权利要求 20 所述的方法，其中在将所述导热颗粒混入所述载体油和分散剂混合物中之前，用分散剂预处理所述导热颗粒。

22. 一种制造导热油脂的方法，所述方法包括以下步骤：

提供载体油、分散剂和根据权利要求 1 所述的导热颗粒；

将所述导热颗粒混合在一起；

将所述载体油与分散剂混合在一起；以及

将所述混合的导热颗粒与所述载体油和分散剂混合物混合在一起。

23. 根据权利要求 22 所述的方法，其中在将所述导热颗粒混入所述载体油和分散剂混合物中之前，用分散剂预处理所述导热颗粒。

24. 一种微电子组件，所述组件包括：

基板；

连接到所述基板上的至少一个微电子热源；和

在所述至少一个微电子热源上的根据权利要求 1 所述的导热油脂。

25. 根据权利要求 24 所述的微电子组件，还包括均热器，并且所述导热油脂位于所述微电子热源和所述均热器之间。

26. 根据权利要求 25 所述的微电子组件，所述微电子组件还包括散热装置，其中导热油脂位于所述均热器和所述散热装置之间。

27. 根据权利要求 11 所述的导热油脂，其中所述导热颗粒包含选自由下列物质组成的组的材料：金刚石、碳化硅、矾土、钨、镍、氮化硼（六方形或立方体）、碳化硼、二氧化硅、石墨、无定形碳、多晶金刚石、氮化铝、铝、银、氧化锌、以及它们的组合。

28. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒的至少一种中的导热颗粒包含至少两种不同类型的导热颗粒的混合物。

29. 根据权利要求 1 所述的导热油脂，其中所述至少三种分布的导热颗粒的至少一种中的导热颗粒包含不同于其他颗粒分布中导热颗粒的类型的导热颗粒。

导热油脂

对相关申请的交叉引用

本申请是 2005 年 8 月 3 日提交的美国申请 No. 11/195,953 的部分继续申请，所述申请的公开内容以引用的方式全文并入本文中。

背景技术

本发明涉及热界面材料以及它们的使用。

计算机行业一直在不断地向更高的计算能力和速度前进。微处理器的形体尺寸正被制造得越来越小以提高计算速度。因此，就增加了功率通量，并且每单位面积的微处理器产生更多热量。当微处理器的热输出增加时，热或“热能管理”就成为一种更大的挑战。

在本行业，热能管理的一个方面被称为“热界面材料”或“TIM”，这种材料被置于热源（例如微处理器）和散热装置之间来促进热传递。此类 TIM 可以采取油脂或片状材料的形式。也使用这些热界面材料来排除微处理器和散热装置之间的任何绝缘空气。

通常，TIM 用于将热源热连接至散热器（即比热源更大的导热板），这种情况下它们被称为 TIM I。也可以将 TIM 用于散热器和散热装置如冷却装置或翅式散热器之间，这种情况下 TIM 被称为 TIM II。在具体的安装中，TIM 可存在于一个位置或两个位置中。

发明内容

在一个实施例中，本发明提供了一种导热油脂，所述油脂包含 0 至约 49.5 重量%的载体油、约 0.5 至约 25 重量%的至少一种分散剂和至少约 50 重量%的导热颗粒。导热颗粒包含至少三种分布的导热颗

粒的混合物，其中该至少三种分布的导热颗粒的每一种均具有与其他分布相差因子至少为 5 的平均 (D_{50}) 粒度。

在另一个实施例中，本发明提供了一种制造本发明的导热油脂的方法，所述方法包括以下步骤：提供载体油、分散剂和导热颗粒，然后将载体油（如果存在的话）、分散剂和导热颗粒混合在一起。

在一个方面，将载体油（如果存在的话）与分散剂混合在一起，然后将导热颗粒按最小至最大平均粒度的次序混入载体油和分散剂的混合物中。在另一个方面，将导热颗粒混合在一起，然后将它们混入载体油（如果存在的话）和分散剂的混合物中。在另一个方面，在将导热颗粒混入载体油（如果存在的话）和分散剂的混合物中之前，先用分散剂将一部分或全部的导热颗粒预分散。

在另一个实施例中，本发明提供了微电子组件，该组件包括基板、连接到基板上的至少一个微电子热源和在至少一个微电子热源上的本申请所公开的导热油脂。

在一个方面，本发明提供的上述微电子组件还包括散热器和位于微电子热源和散热器之间的本申请中所公开的导热油脂。

在另一个方面，本发明提供了微电子组件，该组件包括基板、连接到基板上的至少一个微电子热源、散热器以及连接到散热器上的散热装置，其中本申请中所公开的导热油脂位于散热器和散热装置之间。

在另一个方面，本发明提供了微电子组件，该组件包括基板、连接到基板上的至少一个微电子热源、散热器、位于微电子热源和散热器之间的本申请所公开的导热油脂以及散热装置，其中导热油脂位于散热器和散热装置之间。

具体实施方式

如本文所用，

“油脂”是指在 1/s 剪切速率下和 20℃ 时具有大于 $1 \times 10^4 \text{cps}$ (10Pa.s) 的粘度并且在 1/s 剪切速率下和 125℃ 时具有小于 10^8cps 的粘度的物质。

“导热油脂”是指当按下文所述的测试方法“体积热导率”测定时具有大于 0.05W/m-K 的体积热导率的油脂。

除非另外规定，假定本文所有数字均被术语“约”修饰。由端点表述的数值范围包括包含在该范围内的所有数值（例如，1 至 5 包括 1、1.5、2、2.75、3、3.80、4 和 5）。

本发明的导热油脂 (TCG) 可包含一种或多种载体油。载体油为本发明的 TCG 提供基料或基质。可用的载体油可包括合成油或矿物油、或它们的组合，并且通常在环境温度下易流动。可用载体油的具体实例包括多羟基化合物酯、环氧化物、硅油和聚烯烃或它们的组合。

市售载体油包括二戊赤藓醇与短链脂肪酸的多羟基化合物酯 HATCOL 1106 以及三羟甲基丙烷、己二酸、辛酸和癸酸的复合多羟基化合物酯 HATCOL 3371（两者均得自 Hatco Corporation, Fords, NJ）；和得自 Hexion Specialty Chemicals, Inc., Houston TX 的脂族环氧树脂树脂 HELOXY 71。

载体油可以存在于本发明的 TCG 中的量为所述总组合物的 0 至约 49.5 重量%，并且在其他实施例中为 0 至最多约 20 或约 12 重量%。在其他实施例中，载体油可以存在的量为所述组合物的至少 2、1 或 0.5 重量%。载体油也可以包括约 0.5、1 或 2 至约 12、15 或 20 重量%的范围存在于本发明的 TCG 中。

本发明的 TCG 包含一种或多种分散剂。分散剂可以与载体油联合存在，或可以在没有载体油的情况下存在。分散剂改善了载体油（如果存在的话）中导热颗粒（下文所述）的分散性。可用的分散剂可以表征为聚合物或离子性质的。离子分散剂可以为阴离子的或阳离子的。在一些实施例中，分散剂可以为非离子的。可以使用分散剂的组合，例如离子分散剂和聚合物分散剂的组合。

可用分散剂的实例包括但不限于聚胺、磺酸酯、改性聚己酸内酯、有机磷酸酯、脂肪酸、脂肪酸的盐、聚醚、聚酯和多羟基化合物、以及例如表面改性的无机纳米级微粒等无机分散剂、或它们的任何组合。

市售分散剂包括得自 Lubrizol Corporation, Cleveland, OH 的子公司 Noveon, Inc. 的具有商品名 SOLSPERSE 24000 和 SOLSPERSE 39000 超分散剂的那些；得自 Efka Additives BV, Heerenveen, The Netherlands 的改性聚氨酯分散剂 EFKA 4046；和得自 Rhone-Poulenc, Plains Road, Granbury, NJ 的有机磷酸酯 RHODAFAC RE-610。

分散剂存在于本发明的 TCG 中的量为所述总组合物的至少 0.5 并且不超过 50 重量%，并且在其他实施例中不超过 25、10 或 5 重量%。在另一个实施例中，分散剂可以存在的量为至少 1 重量%。分散剂也可以包括约 1 至约 5 重量%的范围存在于本发明的 TCG 中。

本发明的 TCG 包含导热颗粒。可用的导热颗粒包括但不限于由以下物质制成或包含以下物质的那些：金刚石、多晶金刚石、碳化硅、矾土、氮化硼（六方形或立方体）、碳化硼、二氧化硅、石墨、无定形碳、氮化铝、铝、氧化锌、镍、钨、银、以及它们中任一个的组合。这些颗粒中的每种都是不同类型的。

可用于本发明的 TCG 中的导热颗粒为至少三种分布的导热颗粒的混合物。该至少三种分布的导热颗粒的每一种均具有同其上和/或其

下分布的平均粒度相差因子至少为 5 的平均粒度，并且在其他实施例中，至少 7.5 的因子，或至少 10 的因子，或大于 10。例如，导热颗粒的混合物可由以下物质组成：具有 0.3 微米的平均粒径 (D_{50}) 的最小颗粒分布；具有 3.0 微米的平均粒径 (D_{50}) 的中等分布；和具有 30 微米的平均粒径 (D_{50}) 的最大分布。另一个实例可以具有平均粒径 (D_{50}) 值为 0.03 微米、0.3 微米和 3 微米的平均粒径分布。

可用于本发明的 TCG 中的导热颗粒为导致至少三模态分布的至少三种分布的导热颗粒的混合物。在这种三模态分布中，各峰之间的最小值（各峰的基线与各分布峰之间的谷的最低点之间的距离）可不超过相邻峰之间的内插值（高度）的 75%、50%、20%、10% 或 5%。在一些实施例中，三种尺寸分布基本上不重叠。“基本上不重叠”是指谷的最低点不超过相邻峰之间的内插值的 5%。在其他实施例中，三种分布仅有最小的重叠。“最小的重叠”是指谷的最低点不超过相邻峰之间的内插值的 20%。

通常，对于三模态 TCG，用于最小平均直径的平均粒度可以在约 0.02 至约 5.0 微米的范围内。通常，用于中等平均直径的平均粒度可以在约 0.10 至约 50.0 微米的范围内。通常，用于最大平均直径的平均粒度可以在约 0.5 至约 500 微米的范围内。

在一些实施例中，希望提供具有最大可能体积分率导热颗粒的 TCG，该 TCG 符合所得 TCG 的期望物理性能。例如，该 TCG 适形其所接触的表面，并且该 TCG 充分易流动使得能够轻松地应用。

考虑到这点，可以根据以下基本原则来选择导热颗粒分布。最小直径颗粒的分布应当具有小于或几乎桥接将被热连接的两个基板之间的期望间隙的直径。实际上，最大的颗粒可以桥接基板间的最小间隙。当最大直径分布的颗粒彼此接触时，颗粒间将留下间隙或空隙体积。可以有利地选择中等直径分布的平均直径以正好适合填入较大颗粒之

间的间隙或空隙内。插入中等直径分布将会在最大直径分布的颗粒与中等直径分布的颗粒之间产生一组较小的间隙或空隙，该间隙或空隙的尺寸可用于选择最小分布的平均直径。如果需要，可以类似的方式为第四、第五或更高次序组的颗粒选择期望的平均颗粒尺寸。

在至少三种分布中的每一种或任一种中，每种分布的导热颗粒可以包括相同或不同的导热颗粒。另外，每种分布的导热颗粒可以包含不同类型导热颗粒的混合物。

留下的空隙可以被看作充满了载体、分散剂和其他组分，这些成分拥有极少多余量来提供流动性。选择合适颗粒分布方面的其他指导可见于“Recursive Packing of Dense Particle Mixtures”，*Journal of Materials Science Letters*，第 21 期（2002 年），第 1249 至 1251 页。通过上述论述将会看到，连续粒度分布的平均直径将优选为完全不同的并且充分间隔开，以确保在不显著搅动先前填充颗粒的填料的情况下它们将适当填入先前填充的颗粒所留下的空隙内。

导热颗粒可以存在于本发明的 TCG 中的量按重量计为至少 50%。在其他实施例中，导热颗粒可以存在的量为至少 70%、75%、80%、85%、86%、87%、88%、89%、90%、91%、92%、93%、94%、95%、96%、97% 或 98 重量%。在其他实施例中，导热颗粒可以存在于本发明的 TCG 中的量为不超过 99%、98%、97%、96%、95%、94%、93%、92%、91%、90%、89%、88%、87%、86% 或 85 重量%。

本发明的 TCG 和 TCG 组合物也可以任选地包含添加剂，如抗负载（antiloading）剂、抗氧化剂、均化剂和溶剂（以减小涂敷粘度），例如，甲基乙基酮（MEK）、甲基异丁基酮、以及酯，如乙酸丁酯。

通常通过以下步骤制成本发明的 TCG：将分散剂和载体油混合在一起，然后按最小至最大平均粒度的次序将导热颗粒混入分散剂和载

体油的混合物中。也可以将导热颗粒彼此预混，然后加入到液体组分中。可以对混合物进行加热以便减小总粘度进而有助于得到均匀分散的混合物。在一些实施例中，在将颗粒混入分散剂和载体的混合物之前，先用分散剂预处理或预分散一部分或全部导热颗粒可能是可取的。

本发明的 TCG 可用于微电子组件，并且可用于帮助从热源（例如微电子芯或芯片）散热到散热装置。微电子组件可包括至少一个热源，例如安装在基板上的芯或基板上的叠芯、热源上的本发明的导热油脂，并且可以包括与芯热接触和物理接触的附加散热装置，例如散热器。散热器也可以为用于任何后续散热装置的热源。本发明的导热油脂可用于提供所述芯和散热装置之间的热接触。另外，本发明的 TCG 也可以用于散热装置和冷却装置之间的热接触和物理接触。在另一个实施例中，本发明的 TCG 可用于热生成装置和冷却装置之间，也就是说，在中间不使用散热器。本发明的 TCG 可用于 TIM I 和 TIM II 应用中。

实施例

体积热导率

通常使用得自 Custom Automation, Inc., Blaine, MN. 的传热测试仪，根据 ASTM D-5470-01 在 TCG 样本上测定体积热导率。传热测试仪是根据 Proposal Number 3M-102204-01 建造的，并且包括如下部件：视觉系统，其能够测量铜仪表棒间的平行性和间隙，最多测到 0.010 英寸 (0.254mm) 间隙；铜仪表棒，每个仪表棒上有 5 个电阻温度检测器 (RTD) 传感器；冷却器，其用来冷却冷的可调节压块（用于固定冷仪表棒），具有 -20 至 100°C 的操作范围，并且可以将冷却剂温度保持到 $\pm 0.02^{\circ}\text{C}$ ；25lbF 测力传感器，安装在 X-Y 微米调整位置台上；冷的可调节压块（用于固定冷仪表棒），安装在测力传感器上；热的可调节压块（用于固定热仪表棒），使用热阻元件加热并且其温度由控制器和热电偶控制，具有在热的可调节压块上添加砝码以调节

仪表棒上的触点压力从 5 至 50N 的能力；以及在一定的时间间隔测量温度、仪表棒间隙和触点压力并且计录至电子表格的部件。

按照所提供的操作程序中的概述来校准用于测量仪表棒间隙的视觉系统。用 50/50 的水和乙烯乙二醇的共混物填充冷却器。在室温下将铜仪表棒之间的间隙设定为约 550 微米。将加热器设定点置于 120 °C，并且将冷却器设定点置于 -5°C，然后让元件平衡。在平衡之后仪表棒间隙为约 400 微米。使用各仪表棒的螺丝扣使热仪表棒和冷仪表棒的表面共平面，直到三个独立的照相机中的每一个读取的各仪表棒之间的间隙落入 $\pm 3 \mu\text{m}$ 范围内为止。

将每种测试过的 TCG 样本的多余部分放置在热仪表棒表面上，并且使其在整个表面上平滑。然后闭合头部并且将其夹在适当位置，使得多余的 TCG 样本渗漏出仪表棒间隙。用纸巾或细布擦除该余量，并且清洁仪表棒的销轴，以有利于通过三台视觉照相机精确地测量间隙。在连续计录数据之前让仪表平衡约 10 分钟。使仪表棒间隙减小约 $100 \mu\text{m}$ ，多余的 TCG 样本泄漏出间隙，然后清洁。在连续计录数据之前再次让仪表平衡约 10 分钟。重复使仪表棒间隙减小约 $100 \mu\text{m}$ 增量、清洁和计录数据的这种次序，直到取得最后的读数（通常在小于 $100 \mu\text{m}$ 的仪表棒间隙时）。向后打开仪表棒一直到约 $400 \mu\text{m}$ 间隙，清洁，然后对下一个样本重复该程序。

每 7 至 8 秒用仪表计录一次数据。数据包含时间/日期时间戳、样本名称、施加在仪表棒间隙中 TCG 上的力、各单个仪表棒间隙读数、以及 10 个 RTD 传感器各自的温度读数。将文件下载到电子表格中用于分析。在分析中，对在给定间隙计录的最后 10 个数据点取平均值，然后用这些平均值进行计算。

使用铜的已知体积热导率、铜棒的尺寸和 RTD 温度传感器的位置计算出流经 TCG 样本的功率。通常，计算显示流下热仪表棒的瓦

特数稍微不同于流下冷仪表棒的瓦特数；对这两个值取平均用于扩展至 TCG 样本的计算。从温度对 RTD 传感器位置的图线外推还得出各仪表棒表面的温度。

然后用功率、三个单独仪表棒间隙的平均值、穿过仪表棒间隙的温差、以及热/冷仪表棒的横截面积来计算温度梯度、功率通量，然后计算出那些条件下 TCG 样本的热阻抗。

对于 TCG 样本在其中测试过的每个仪表棒间隙都完成这些计算，用结果所得的热阻抗和平均间隙数据作图。使用电子表格软件作出适合数据的图线，体积热导率计算为线的斜率的倒数。然后用 y 轴截距和斜率来计算 $100\text{ }\mu\text{m}$ 仪表棒间隙时的热阻抗。

粘度

在 Rheometrics RDA3 粘度计 (TA Instruments, Newcastle, DE) 上产生所选样本上的粘度数据。用一次性的 1 英寸 (25.4mm) 直径平行板以 log 扫描模式运行粘度计，始于 0.5/s 初始剪切速率，取 5 个点/十 (10/s)，一直到 1000/s 剪切速率。对于一次运行，将间隙设定为 0.5mm，然后降至 0.25mm 以在一些样本进行第二次运行；在其他样本上只设定在 0.25mm 的间隙运行。如下表所显示，将各次运行的温度控制在 125°C 或 25°C 。将粘度计录为 1.25/s 剪切速率下的 mPa.s。

研磨工序

将约略 40cc 的 0.5mm 直径的氧化钇稳定的氧化锆小珠（得自 Tosoh, Hudson, OH 或得自 Toray Ceramics, George Missbach & Co., Atlanta, GA）放入 Hockmeyer HM-1/16 微型磨（“Hockmeyer 磨”）(Hockmeyer Equipment Corp., Harrison, NJ) 的篮中。将期望的 MEK 和分散剂 (SOLSPERSE) 加入到研磨室中，然后用空气搅拌器搅拌至少 4 分钟，以将分散剂溶解到溶剂中。将金刚石颗粒称入室内，然后将

内容物再另外搅拌一分钟以浸湿金刚石颗粒。然后以 Hockmeyer 的避免飞溅的最大速度研磨所得混合物。将所得浆料倒入聚乙烯容器中，使溶剂蒸发，直到不能根据气味察觉出溶剂为止。研磨的组合物的详细内容显示如下。

金刚石粒度 (D ₅₀) (微米)	研磨时间 (分钟)	研磨装料		
		甲基乙基酮 (g)	SOLSPERSE 24000 (g)	金刚石颗粒 (g)
0.25	20	280	54	900
0.50	15	280	27	900
1.00	10	255	16.5	1100

术语表

名称	描述	来源
BYK 361	聚丙烯酸酯共聚物均化剂	BYK-Chemie USA, Wallingford, CT
2,2'-二吡啶基乙烯二水杨基亚胺	螯合剂	Alfa Aesar, Ward Hill, MA
DP 1	具有 0.25 μm 的 D ₅₀ 和 0.50 μm 的 D ₅₀ 的金刚石颗粒	Tomei Diamond, Englewood Cliffs, NJ
DP 2	具有除了 0.25 或 0.50 μm 的 D ₅₀ 之外的金刚石颗粒	National Diamond Research Company, Chesterfield, MI
乙烯二水杨基亚胺	螯合剂	Strem Chemicals, Newburyport, MA
F180 SiC	具有 80 μm 的 D ₅₀ 粒度的碳化硅颗粒	Washington Mills Electro Mineral Corp., Niagara Falls, NY
GAFAC RE 610 (现在为 RHODAFAC RE-610)	离子分散剂	Rhone-Poulenc, Granbury, NJ
G Dia. (1.5) G Dia. (3.0) G Dia. (30)	分别为 1.5、3.0 和 30 μm 直径的金刚石	Diamond Innovation, Worthington, OH
H Dia. (0.25) H Dia. (2-3) H Dia. (20-30)	分别为 0.25、2 至 3 和 20 至 30 μm 直径的金刚石	河南恒翔金刚石磨料有限公司, 中国郑州

名称	描述	来源
GC 20000	具有 0.3 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation, Nagoya, JP
GC 8000	具有 1.0 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 6000	具有 2.0 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 4000	具有 3.0 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 2000	具有 9 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 1200	具有 13.5 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 700	具有 18 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 600	具有 20 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC 400	具有 35 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
GC F320	具有 29 μm 的 D_{50} 的碳化硅颗粒	Fujimi Corporation
HATCOL 1106	二戊赤藓醇与短链脂肪酸的多羟基化合物酯（载体油）	HATCOL Corporation, Fords, NJ
HATCOL 2300	季戊四醇与短链脂肪酸的复合多羟基化合物酯（载体油）	HATCOL Corporation
HATCOL 2930	三苯六甲酸酐与异癸醇的二酯（载体油）	HATCOL Corporation
HATCOL 2949	二聚物酸与 2-乙基己醇的二酯（载体油）	HATCOL Corporation
HATCOL 2999	季戊四醇与短链脂肪酸的多羟基化合物酯（载体油）	HATCOL Corporation
HATCOL 3165	二戊赤藓醇与短链脂肪酸的多羟基化合物酯（载体油）	HATCOL Corporation
HATCOL 3371	三羟甲基丙烷、己二酸、辛酸与癸酸的复合多羟基化合物酯（载体油）	HATCOL Corporation
HATCOL 5150	二戊赤藓醇与短链脂肪酸的多羟基化合物酯（载体油）	HATCOL Corporation
HELOXY 71	脂族环氧酯树脂（载体油）	Hexion Specialty Chemicals, Inc., Houston, TX
HELOXY 505	脂族环氧酯树脂（载体油）	Hexion Specialty Chemicals, Inc.
IRGANOX 1010	抗氧化剂	Ciba Specialty Chemicals, Tarrytown, NY
KADOX 911 (0.1) KADOX 930 (0.3)	分别为 0.1 和 0.3 μm 直径的氧化锌	Horsehead Corporation, Monaca, PA
硬脂酸锂	脂肪酸盐（离子分散剂）	Baerlocher USA, Cincinnati, OH
镍 (<5) 镍 (-400 目)	分别为 <5 μm 直径的球形镍粉和 <35 μm 直径的镍粉。	Novamet, Wykoff, New Jersey

名称	描述	来源
OX-50 (0.04)	40 纳米直径的二氧化硅	Degussa Corporation, Parsippany, NJ
PEG 二硬脂酸酯	具有约 930 的数均分子量的聚乙烯乙二醇二硬脂酸酯（载体油/聚合物分散剂）	Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI
RHODAFAC RE610	聚合物分散剂	Rhone-Poulenc, Granbury, NJ
SOLPLUS 520	聚合物分散剂	Lubrizol Corporation, Cleveland, OH 的子公司 Noveon, Inc.
SOLSPERSE 16000	聚合物分散剂	Lubrizol Corporation, Cleveland, OH 的子公司 Noveon, Inc.
SOLSPERSE 24000	聚合物分散剂	Noveon, Inc.
SOLSPERSE 39000	聚合物分散剂	Noveon, Inc.
Sph. Al (3.0-4.5) Sph. Al (17-30)	分别为 3.0 至 4.5 和 17 至 30 μm 直径的球形铝粉	Alfa Corp., Ward Hill, MA
T Dia. (0.25)	0.25 μm 直径的金刚石	Tomei Corporation of America, Englewood Cliffs, NJ
TONE 305	得自己内酯与三羟甲基丙烷的加成反应的多羟基化合物（载体油）	The Dow Chemical Company, Midland, MI
钨 (1-5) 钨 (-325 目)	分别为 1 至 5 和 <50 μm 直径的钨粉。	Alfa Corp., Ward Hill, Massachusetts
WA 30000	具有 0.25 μm 的 D_{50} 的氧化铝	Fujimi Corporation
WA6000 (2.0)	2.0 μm 直径的矾土细粒	Fujimi Corporation, Nagoya, Japan
WA 4000	具有 3.0 μm 的 D_{50} 的氧化铝	Fujimi Corporation
WA 500	具有 30 μm 的 D_{50} 的氧化铝	Fujimi Corporation

离子分散剂“磺化二（戊烷二己内酯）”如下制备：向配有机械搅拌器和真空的反应器中加入 25 克（0.476 当量）得自 Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI 的 1,5-戊二醇、54.3 克（0.476 当量）得自 Aldrich Chemical Co. 的己内酯和 8.0 克（0.054 当量）得自 DuPont Chemicals, Wilmington, DE. 的间苯二甲酸二甲酯-5-磺酸钠。搅拌反应器内容物，并且在 115mm 汞柱的真空下加热至 170℃。反应在 4 小时后完成，然后用红外光谱分析样本。最终产品为具有 1342 的理论磺化当量的透明低粘度液体。

非离子无机分散剂“iC8 改性的二氧化硅纳米级微粒”如下制备：将 61.42 克 BS1316 异辛基三甲氧基硅烷 (Wacker Silicones Corp., Adrian, MI)、1940 克 1-甲氧基-2-丙醇和 1000 克 NALCO 2326 胶态二氧化硅合并并在 1 加仑的玻璃广口瓶中。摇动混合物以确保混合，然后放在 80℃ 的烘箱中过夜。然后在通流烘箱 (flow through oven) 中在 150℃ 干燥，产生白色粒状固体。

磺化多羟基化合物离子分散剂“HIMOD”如下制备：给配有机机械搅拌器、氮吹扫和蒸馏设备的反应器装入间苯二甲酸二甲酯-5-磺酸钠 (42.6 克, 0.144 摩尔, 得自 DuPont Chemicals, Wilmington, DE)、具有 400 的分子量的聚乙二醇 (115.1 克, 0.288 摩尔, 得自 Union Carbide Chemical and Plastics Co., Inc. (现在为 The Dow Chemical Company, Midland, MI)) 和具有 425 的分子量的聚丙二醇 (122.3 克, 0.288 摩尔, 得自 Aldrich Chemical Co., Milwaukee, WI) 和二甲苯 (75 克)。将反应器慢慢加热至 220℃ 约 1 小时, 以移除二甲苯。然后向反应器中加入乙酸锌 (0.2 克) 并且将温度保持在 220℃ 4 小时, 伴随甲醇自反应中蒸馏出来。将温度降至约 160℃, 并且向所得混合物施加 0.2 托 (SI) 真空 30 分钟。在氮气下将内容物冷却至 120℃, 产生无色透明的多羟基化合物。测定出 OH 当量为 310g/摩尔 OH, 并且发现理论磺化当量为 1882 克聚合物/摩尔磺化物。

离子分散剂“TCPA HATCOL 3371”如下制备：向配有机机械搅拌器和氮吹扫的反应器中加入 45 克 (0.0241 当量) HATCOL 3371 和 3.4 克 (0.0121 当量) 四氯邻苯二甲酸酐。搅拌反应器内容物, 并且在持续氮吹扫下加热至 150℃。反应在 4 小时后完成, 然后用红外光谱分析样本。最终产品为具有 18,127 的理论酸当量的褐色低粘度液体。

离子分散剂“TONE 305 TCPA”如下制备：向配有机机械搅拌器和氮吹扫的反应器中加入 10 克 (0.1 当量) 得自 Dow Chemical Company

的 Tone 305 和 1.0 克 (0.00355 当量) 得自 Aldrich Chemical 的四氯邻苯二甲酸酐。搅拌反应器内容物, 并且在持续氮吹扫下加热至 105 °C。反应在 4 小时后完成, 然后用红外光谱分析样本。最终产品为具有 3,100 的理论酸当量的透明低粘度液体。

样本制备

除了具体实例中所注之外, 将分散剂或分散剂的混合物称入表面皿中。将任何其他表面活性成分 (如果存在的话) 也称到表面皿上。将载体油 (如果存在的话) 加入到分散剂中, 然后用金属刮刀搅拌混合物直到分散剂完全混入载体油中。然后按次序 (从最小粒度分布开始) 将导热颗粒加入到分散剂和载体油的混合物中。在添加下一个分布的导热颗粒之前, 用金属刮刀将各导热颗粒分布分散入分散剂和载体油的混合物中。如果需要, 在烘箱 (110°C) 中加热导热油脂组合物以减小组合物的粘度, 以有利于混合导热颗粒和/或后续添加导热颗粒。将所得的导热油脂转移到带盖的玻璃瓶中并且储存在其中。

在预分散导热颗粒的情况下, 计算出要负载到细小导热颗粒分布上的分散剂的量。然后确定制剂必需的剩余分散剂的量并且称到表面皿上。其余步骤与上述的那些相同。

实例 1 至 64

实例 1 至 64 的组合物示于表 1。实例 A 至 N 和 65 至 74 的组合物示于表 2。表 3 示出得自为所选实例进行体积热导率和热阻抗测定的数据。表 4 示出所选实例的粘度数据。

表 1

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 1	HATCOL 1106 (0.32); HATCOL 3371(0.32)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.12) (0.3)	GC 4000 (2.97) (3.0)	GC 400 (3.92) (35)
实例 2	HATCOL 1106 (0.37); HATCOL 3371 (0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.97) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
实例 3	HATCOL 1106 (0.42); HATCOL 3371 (0.42)	SOLSPERSE 39000 (0.35)	--	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.91) (3.0)	GC 400 (3.84) (35)
实例 4	HATCOL 3371 (1.60)	SOLSPERSE 39000 (0.90)	--	GC 20000 (5.28) (0.3)	GC 4000 (7.40) (3.0)	GC 400 (9.81) (35)
实例 5	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
实例 6	HATCOL 3371 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.35)	--	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.90) (3.0)	GC 400 (3.82) (35)
实例 7	-	SOLSPERSE 39000 (1.10)	--	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.90) (35)
实例 8	HATCOL 1106 (0.37); HATCOL 3371 (0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
实例 9	HATCOL 1106 (0.37); HATCOL 3371 (0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	HIMOD (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 10	HATCOL 3371 (0.75)	SOLSPERSE 39000 (0.18)	GAFAC RE 610 (0.18)	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.87) (35)
实例 11	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
实例 12	HATCOL 3371 (0.57)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	TCPA HATCOL 3371 (0.27)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.90) (35)
实例 13	HATCOL 1106 (0.37); HATCOL 3371 (0.37)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	硬脂酸锂 (0.09)	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
实例 14	HATCOL 3371 (0.15)	SOLSPERSE 39000 (0.08)	2,2'-二吡啶基乙烯二水 杨基亚胺 (0.02)	GC 20000 (0.50) (0.3)	GC 4000 (0.70) (3.0)	GC 400 (0.93) (35)
实例 15	HATCOL 3371 (0.15)	SOLSPERSE 39000 (0.08)	乙烯二水杨基亚胺 (0.02)	GC 20000 (0.49) (0.3)	GC 4000 (0.69) (3.0)	GC 400 (0.92) (35)
实例 16	HATCOL 3371 (0.16)	SOLSPERSE 39000 (0.09)	BYK 361 (0.03)	GC 20000 (0.53) (0.3)	GC 4000 (0.74) (3.0)	GC 400 (0.98) (35)
实例 17	HELOXY 71 (0.83)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	--	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.87) (35)
实例 18	HELOXY 71 (0.94)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	--	WA 30000 (2.09) (0.25)	WA 4000 (3.00) (3.0)	WA 500 (3.83) (30)
实例 19	HATCOL 3371 (0.94)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	--	WA 30000 (2.07) (0.25)	WA 4000 (2.90) (3.0)	WA 500 (3.83) (30)
实例 20	TONE 305 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.35)	--	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.90) (3.0)	GC 400 (3.83) (35)

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 21	TONE 305 (0.75)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	磺化二(戊烷二己内酯) (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
实例 22	TONE 305 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	TCPA 改性的 TONE 305 (0.09)	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.90) (3.0)	GC 400 (3.83) (35)
实例 23	TONE 305 (0.85)	SOLSPERSE 39000 (0.26)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.07) (0.3)	GC 4000 (2.91) (3.0)	GC 400 (3.85) (35)
实例 24	TONE 305 (0.75)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.08) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
实例 25	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.94) (3.0)	GC 400 (3.90) (35)
实例 26	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.92) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
实例 27	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.88) (35)
实例 28	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	磺化戊二醇己内酯 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 4000 (2.93) (3.0)	GC 400 (3.89) (35)
实例 29	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC (3.88) (80)
实例 30	HATCOL 1106 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC (3.89) (80)
实例 31	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.94) (9.0)	F180 SiC (3.88) (80)

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 32	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 1200 (2.93) (13.5)	F180 SiC (3.89) (80)
实例 33	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	PEG 二硬脂酸酯 (0.09)	GC 20000 (2.10) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC (3.88) (80)
实例 34	HATCOL 3371 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	iC8 改性的二氧化硅纳 米级微粒 (0.01)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC (3.89) (80)
实例 35	HATCOL 1106 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	GAFAC RE 610 (0.09)	GC 20000 (2.09) (0.3)	GC 2000 (2.93) (9.0)	F180 SiC 3.88 (80)
实例 36	--	SOLSPERSE 39000 (0.80)	--	DP 1 (2.16) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.04) (30)
实例 37	HATCOL 2300 (0.25)	SOLSPERSE 39000 (0.55)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
实例 38	HATCOL 2300 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.14) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.03) (30)
实例 39	HATCOL 2930 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.18) (0.25)	DP 2 (3.05) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
实例 40	HATCOL 3165 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.15) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
实例 41	HATCOL 3371 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 1 (2.18) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 42	HATCOL 3371 (0.83)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	--	GC 20000 (2.09)	GC 4000 (2.92)	GC 400 (3.89)
实例 43	HELOXY 71 (0.74)	SOLSPERSE 39000 (0.36)	--	DP 1 (2.10) (0.25)	DP 2 (2.93) (6.0)	DP 2 (3.89) (60)
实例 44 (1)	HELOXY 71 (0.52)	SOLSPERSE 39000 (0.28)	--	DP 2 (0.83) (0.1)	DP 2 (1.43) (1.0)	DP 2 (2.53) (9.0)
实例 45	HELOXY 71 (1.08)	SOLSPERSE 39000 (0.92)	--	DP 1 (5.40) (0.25)	DP 2 (7.58) (6.0)	DP 2 (10.0) (60)
实例 46	HATCOL 1106 (1.15)	SOLSPERSE 24000 (0.13)	--	DP 1 (3.55) (0.25)	DP 2 (6.50) (3.0)	DP 2 (11.0) (30)
实例 47 (2)	HATCOL 1106 (0.51)	SOLSPERSE 24000 (0.31)	--	DP 1 (2.54) (0.25)	DP 2 (4.66) (3.0)	DP 2 (7.94) (30)
实例 48 (2)	HATCOL 1106 (0.35)	SOLSPERSE 24000 (0.46)	--	DP 1 (2.53) (0.25)	DP 2 (4.67) (3.0)	DP 2 (7.96) (30)
实例 49	HATCOL 1106 (0.51)	SOLSPERSE 39000 (0.46)	--	DP 1 (2.39) (0.25)	DP 2 (4.69) (3.0)	DP 2 (7.94) (30)
实例 50 (2)	HATCOL 1106 (0.73)	SOLSPERSE 24000 (0.21)	--	DP 2 (2.14) (1.0)	DP 2 (2.99) (6.0)	DP 2 (3.97) (30)
实例 51 (2)	HELOXY 71 (0.74)	SOLSPERSE 24000 (0.21)	--	DP 2 (2.12) (1.0)	DP 2 (2.96) (6.0)	DP 2 (3.98) (30)
实例 52 (2)	HATCOL 1106 (0.74)	SOLSPERSE 24000 (0.25)	--	DP 1 (2.10) (0.5)	DP 2 (2.98) (6.0)	DP 2 (4.00) (45)

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 53 (2)	HELOXY 71 (0.76)	SOLSPERSE 24000 (0.24)	--	DP 1 (2.10) (0.5)	DP 2 (2.97) (6.0)	DP 2 (3.98) (45)
实例 54 (2)	HELOXY 71 (0.63)	SOLSPERSE 24000 (0.04)	--	DP 1 (2.25) (0.25)	DP 2 (3.08) (3.0)	DP 2 (4.05) (30)
实例 55	HELOXY 71 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.16)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.06) (3.0)	DP 2 (4.05) (30)
实例 56	HELOXY 71 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.15)	--	DP 1 (1.78) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.63) (30)
实例 57	HELOXY 71 (0.55)	SOLSPERSE 39000 (0.15)	--	DP 1 (1.90) (0.25)	DP 2 (3.02) (3.0)	DP 2 (4.28) (30)
实例 58	HATCOL 2949 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.17) (0.25)	DP 2 (3.02) (3.0)	DP 2 (4.03) (30)
实例 59	HATCOL 2300 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.02) (3.0)	DP 2 (4.02) (30)
实例 60	HATCOL 2999 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.16) (0.25)	DP 2 (3.04) (3.0)	DP 2 (4.01) (30)
实例 61	HATCOL 5150 (0.64)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.19) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.03) (30)
实例 62	HELOXY 505 (0.63)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	DP 1 (2.14) (0.25)	DP 2 (3.03) (3.0)	DP 2 (4.04) (30)
实例 63	HELOXY 71 (0.78)	SOLSPERSE 39000 (0.17)	--	GC 8000 (2.12)	GC 2000 (2.98)	F180 SiC (3.96)

示例	载体油 (g)	分散剂 (g)	分散剂 (g)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)	颗粒 (g) (D ₅₀ , μm)
实例 64	HELOXY 71 (0.70)	SOLSPERSE 39000 (0.20)	--	DP 1 (1.91) (0.25)	GC 4000 (2.67)	GC 700 (3.54)

(1) 实例 44 包含第 4 级导热颗粒：DP 2，（4.41 克），（60 μm）。

(2) 实例 46 至 48 和 50 至 54 使用根据上述研磨工序和样本制备所制备的 0.25、0.50 或 1.0 μm 的预分散金刚石颗粒。

实例 A 至 N 和 65 至 74

除了下文所注之外，将各组分分别称入表面皿中并且如下混合。最初通过用金属刮刀搅拌使二氧化硅、抗氧化剂、分散剂和载体油与细小和中等的导热颗粒合并，直到各成分的组合成为匀和一致的共混物。然后加入最大的颗粒，并且再次用金属刮刀搅拌/搓捏表面皿的内容物，直到复合物成为匀和一致的共混物。如果需要，在烘箱（110℃）中加热导热油脂组合物以减小组合物的粘度，以有利于混合导热颗粒和/或后续添加导热颗粒。将所得的导热油脂转移到带盖的玻璃瓶中并且储存在其中。

除了制备约 16.5 克抗氧化剂、二氧化硅、分散剂和载体流体的预混物之外，某些样本的制备与上文相同。用金属刮刀搅拌混合物，直到各成分的组合成为匀和一致的共混物。然后在干净的表面皿上通过搅拌合并约 0.824 克预混物与细小和中等的导热颗粒，随后合并最大的颗粒。某些样本与预混组合物描述于下文。

“预混物 A”组分	添加至共混物(g)		“预混物 B”组分	添加至共混物(g)
HATCOL 1106	9.10		HATCOL 1106	8.49
SOLSPERSE 39000	5.50		SOLSPERSE 16000	5.52
RHODAFAC RE610	1.83		RHODAFAC RE610	1.84
IRGANOX 1010	0.0076		IRGANOX 1010	0.159
胶态二氧化硅	0.025		胶态二氧化硅	0.479
总重:	16.4626		总重:	16.488

使用预混物 A 制备实施例 J、K、L 和 I。使用预混物 B 制备实施例 65、67 和 71 以及实施例 M 和 N。

表 2

实施例	载体油(g)	分散剂(g)	分散剂(g)	抗氧化剂 (g) 二氧化硅(g)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)
实例 I	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	WA500 (5.24) (30)
实例 J	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	KADOX 911 (1.30) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	GC F320 (5.24) (29)

实施例	载体油(g)	分散剂(g)	分散剂(g)	抗氧化剂 (g) 二氧化硅(g)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)
实例 A	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0075) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	GC600 (5.24) (20)
实例 B	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0081) OX-50 (0.028)	KADOX 930 (1.31) (0.3)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	GC600 (5.24) (20)
实例 C	HATCOL 1106 (0.52)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0077) OX-50 (0.027)	KADOX 930 (1.29) (0.3)	Sph. Al (2.59) (3-4.5)	GC600 (5.18) (20)
实例 65	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0080) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	WA6000 (2.62) (2.0)	Sph. Al (5.24) (17-30)
实例 66	HATCOL 1106 (0.52)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0090) OX-50 (0.027)	KADOX 930 (1.29) (0.3)	GC6000 (2.59) (2.0)	Sph. Al (5.18) (17-30)
实例 67	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0079) OX-50 (0.023)	KADOX 911 (1.31)) (0.1)	GC6000 (2.62) (2.0)	Sph. Al (5.24) (17-30)

实施例	载体油(g)	分散剂(g)	分散剂(g)	抗氧化剂 (g) 二氧化硅(g)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)
实例 K	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	T Dia. (1.30) (0.25)	G Dia, (2.62) (3.0)	G Dia. (5.24) (30)
实例 D	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0087) OX-50 (0.024)	T Dia. (1.31) (0.25)	G Dia. (2.62) (3.0)	G Dia. (5.24) (30)
实例 E	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0077) OX-50 (0.026)	H Dia. (1.31) (0.25)	H Dia. (2.62) (2-3)	H Dia. (5.24) (20-30)
实例 68	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0080) OX-50 (0.022)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	G Dia. (2.62) (1.5)	Sph. Al (5.24) (3-4.5)
实例 69	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0076) OX-50 (0.022)	KADOX 930 (1.31) (0.3)	G Dia. (2.62) (3.0)	Sph. Al (5.24) (17-30)
实例 70	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0092) OX-50 (0.023)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	G Dia. (2.62) (1.5)	Sph. Al (5.24) (17-30)

实施例	载体油(g)	分散剂(g)	分散剂(g)	抗氧化剂 (g) 二氧化硅(g)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)
实例 71	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0079) OX-50 (0.023)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	H Dia. (2.62) (2-3)	Sph. Al (5.24) (17-30)
实例 M	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0080) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.30) (0.1)	H Dia. (2.62) (2-3)	H Dia. (5.24) (20-30)
实例 L	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 39000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.0013)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	G Dia. (5.24) (30)
实例 N	HATCOL 1106 (0.45)	SOLSPERSE 16000 (0.27)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0004) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (1.31) (0.1)	Sph. Al (2.62) (3-4.5)	H Dia. (5.24) (20-30)
实例 72	HATCOL 1106 (0.35)	SOLSPERSE 16000 (0.17)	RHODAFAC RE-610 (0.06)	IRGANOX 1010 (0.0066) OX-50 (0.018)	KADOX 911 (0.583) (0.1)	G Dia. (1.18) (3.0)	镍 (7.64) (-400 目)
实例 73	HATCOL 1106 (0.16)	SOLSPERSE 16000 (0.09)	RHODAFAC RE-610 (0.04)	IRGANOX 1010 (0.0027) OX-50 (0.0085)	KADOX 911 (0.310) (0.1)	GC4000 (0.572) (3.0)	钨 (8.81) (-325 目)

实施例	载体油(g)	分散剂(g)	分散剂(g)	抗氧化剂 (g) 二氧化硅(g)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)	颗粒 (g) D ₅₀ (μ)
实例 74	HATCOL 1106 (0.16)	SOLSPERSE 16000 (0.09)	RHODAFAC RE-610 (0.04)	IRGANOX 1010 (0.0042) OX-50 (0.010)	KADOX 911 (0.300) (0.1)	G Dia. (0.62) (3.0)	钨 (8.77) (-325 目)
实例 F	HATCOL 1106 (0.42)	SOLSPERSE 16000 (0.28)	RHODAFAC RE-610 (0.09)	IRGANOX 1010 (0.0077) OX-50 (0.024)	KADOX 911 (0.789) (0.1)	Sph. 镍 (4.16) (<5)	H Dia. (4.23) (20-30)
实例 G	HATCOL 1106 (0.29)	SOLSPERSE 16000 (0.19)	RHODAFAC RE-610 (0.06)	IRGANOX 1010 (0.0070) OX-50 (0.015)	KADOX 911 (0.538) (0.1)	钨 (6.24) (1-5)	GC600 (2.66) (20)
实例 H	HATCOL 1106 (0.28)	SOLSPERSE 16000 (0.19)	RHODAFAC RE-610 (0.06)	IRGANOX 1010 (0.0048) OX-50 (0.015)	KADOX 911 (0.539) (0.1)	钨 (6.07) (1-5)	H Dia. (2.84) (20-30)

表 3

实例	体积热导率 (W/m-K)	100 μ m 样本棒间隙时的热阻抗 (°C-cm ² /W)
1	3.71	0.497
2	3.50	0.542
3	2.86	0.555
4	4.18	0.518
5	3.53	0.476
6	3.21	0.602
7	4.19	0.355
8	3.74	0.520
9	3.42	0.548
10	3.84	0.431

实例	体积热导率 (W/m-K)	100 μ m 样本棒间隙时的热阻抗 ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$)
11	4.24	0.444
12	3.52	0.425
13	3.71	0.528
14	3.78	0.464
15	3.77	0.532
16	3.58	0.555
17	4.24	0.644
18	3.86	0.547
19	3.15	0.482
20	3.54	0.616
21	3.62	0.622
22	4.10	0.608
23	3.71	0.638
24	3.91	0.580
25	3.95	0.545
26	3.93	0.63
27	3.44	0.605
28	3.44	0.604
29	4.45	0.652
30	3.49	0.628
31	3.84	0.625
32	3.65	0.582
33	3.28	0.507
34	3.01	0.569
35	3.63	0.595
36	5.01	0.409
37	4.92	0.389
38	4.58	0.451
39	3.71	0.464
40	4.47	0.514
41	4.23	0.451
42	2.73	0.412
43	3.52	0.662
44	5.88	0.491
45	5.62	0.519

实例	体积热导率 (W/m-K)	100 μ m 样本棒间隙时的热阻抗 ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$)
46	4.35	0.473
47	6.31	0.421
48	6.80	0.388
49	6.12	0.395
50	3.18	0.821
51	3.33	0.728
52	2.78	0.871
53	2.96	0.839
54	4.11	0.535
55	4.00	0.403
56	5.22	0.351
57	4.92	0.372
58	2.44	0.398
59	3.35	0.514
60	3.62	0.562
61	3.56	0.596
62	4.18	0.501
63	4.24	0.644
64	2.73	0.412
实例 I	3.94	0.374
实例 J	4.78	0.275
实例 A	4.64	0.327
实例 B	4.59	0.336
实例 C	3.80	0.411
实例 65	4.81	0.323
实例 66	5.06	0.310
实例 67	6.12	0.261
实例 K	4.96	0.277
实例 D	5.05	0.315
实例 E	4.61	0.322
实例 68	5.50	0.280
实例 69	5.31	0.306
实例 70	5.27	0.263
.		

实例	体积热导率 (W/m-K)	100 μ m 样本棒间隙时的热阻抗 ($^{\circ}\text{C}\cdot\text{cm}^2/\text{W}$)
实例 71	5.16	0.288
实例 72	3.30	0.395
实例 73	4.32	0.404
实例 74	3.94	0.404
实例 M	5.08	0.304
实例 L	4.27	0.346
实例 N	4.88	0.325
实例 F	3.23	0.377
实例 G	3.24	0.405
实例 H	3.40	0.405
CE 1	2.49	0.766
CE 2	2.54	0.665
CE 3	3.44	0.383
CE 4	3.39	0.344

CE 1 = ShinEtsu G751, 样本 1

CE 2 = ShinEtsu G751, 样本 2

CE 3 = Dow Corning TC5022

CE 4 = ShinEtsu G751, 样本 3

表 4

实例	0.5mm 间隙 η (mPa.s), 在 25 $^{\circ}\text{C}$ 的温 度和 1.25/s 的剪切速率下	0.25 和 0.5mm 平均间隙 η (mPa.s), 在 125 $^{\circ}\text{C}$ 的温和 1.25/s 的 剪切速率下	0.25mm 间隙 η (mPa.s), 在 125 $^{\circ}\text{C}$ 的 温和 1.25/sec 的剪切 速率下
26	--	4.4E +04	5.8E + 04
28	--	1.1E + 06	1.0E + 06
30	2.7E + 06	--	1.3E + 04
31	--	9.2E + 04	7.9E + 04
32	--	2.5E + 04	3.8E + 04
35	--	--	1.7E + 04
43	--	4.2E + 04	2.9E + 04
44	--	--	2.4E + 05
45	4.4E + 06	--	--
CE	1.2E + 06	4.3E + 05	3.1E + 05

CE = ShinEtsu G751

在不脱离本发明的范围和精神的前提下，对本发明的可预见的修改和更改对于本领域内的技术人员将显而易见。本发明不应限于为了示例目的在本申请中所阐述的实施例。