



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109135682 A

(43)申请公布日 2019.01.04

(21)申请号 201810907920.X

(22)申请日 2018.08.10

(71)申请人 广东工业大学

地址 510006 广东省广州市越秀区东风东
路729号

(72)发明人 戴家杰 王婷玉 黄金 唐军

(74)专利代理机构 广州粤高专利商标代理有限
公司 44102

代理人 林丽明

(51) Int. Cl.

C09K 5/06(2006.01)

C09K 5/14(2006.01)

H01L 23/427(2006.01)

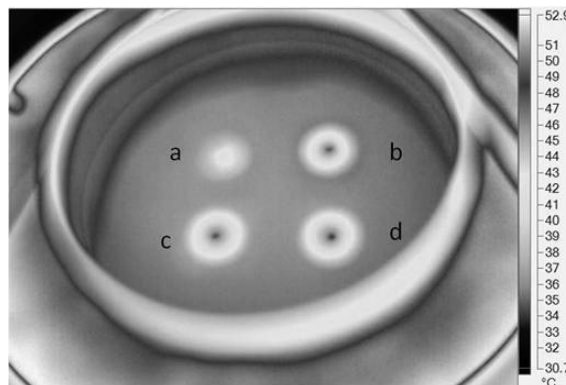
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54)发明名称

一种无机水合盐复合相变材料薄片及其制
备方法和应用

(57)摘要

本发明公开了一种无机水合盐复合相变材料薄片及其制备方法和应用,所述无机水合盐复合相变材料薄片包括薄片芯层和覆盖所述薄片芯层表面的薄片表层;所述薄片芯层为无机水合盐复合相变材料,所述无机水合盐复合相变材料由无机水合盐相变材料和导热碳材料制备得到;所述薄片表层为导热硅脂。本发明通过无机水合盐相变材料和导热碳材料制备无机水合盐复合相变材料作为薄片芯层,然后选用导热硅脂作为薄片表层,创造性地构建出无机水合盐复合相变材料薄片,该无机水合盐复合相变材料薄片提高了相变材料的密封性、导热性能和热稳定性,进行固液相变时能够避免出现泄露、相分离和过冷的问题,能够用于电子元器件被动热管理。



1. 一种无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,包括薄片芯层和覆盖所述薄片芯层表面的薄片表层;

所述薄片芯层为无机水合盐复合相变材料,所述无机水合盐复合相变材料由无机水合盐相变材料和导热碳材料制备得到;

所述薄片表层为导热硅脂。

2. 根据权利要求1所述的无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,所述导热硅脂主要含有有机硅酮和导热材料。

3. 根据权利要求1或2所述的无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,所述无机水合盐复合相变材料薄片含有如下质量分数的组分:无机水合盐复合相变材料70 % ~85 %,导热硅脂15 % ~30 %。

4. 根据权利要求3所述的无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,所述无机水合盐复合相变材料薄片含有如下质量分数的组分:无机水合盐复合相变材料80 % ~85 %,导热硅脂15 % ~20 %。

5. 根据权利要求1所述的无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,所述无机水合盐相变材料的相变温度为20~40 °C。

6. 根据权利要求1所述的无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,所述导热碳材料为碳纳米管、纳米石墨片、石墨烯、碳纤维或鳞片石墨中的一种或几种。

7. 根据权利要求1所述的无机水合盐复合相变材料薄片,其特征在于,所述无机水合盐复合相变材料含有如下质量分数的组分:无机水合盐相变材料80 % ~98 %,导热碳材料2 % ~20 %。

8. 权利要求1~7任一项所述无机水合盐复合相变材料薄片的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

S1. 利用无机水合盐相变材料和导热碳材料制备共熔混合物;

S2. 将S1.的共熔混合物混合均匀,得到无机水合盐复合相变材料;

S3. 将S2.的无机水合盐复合相变材料制成薄片,在薄片表面均匀覆盖导热硅脂,得到无机水合盐复合相变材料薄片。

9. 根据权利要求8所述的制备方法,其特征在于,步骤S1.和/或S2.的温度条件45~55 °C。

10. 权利要求1~7任一项所述无机水合盐复合相变材料薄片在电子元器件被动热管理中的应用。

一种无机水合盐复合相变材料薄片及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及相变材料技术领域,更具体地,涉及一种无机水合盐复合相变材料薄片及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 随着电子电路集成程度的提高和电子设备的小型化,电子元器件单位面积上的散热量越来越大,可能导致电子元器件温度过高,电子芯片和设备过热会降低设备效率甚至使设备损坏。电子元器件最高工作温度为70~120℃,为符合人体工程学,手持类电子产品表面温度不得超过40℃。相变材料在相变时能保持稳定的温度,同时能吸收或者释放大量的潜热。将相变材料用于电子元器件被动热管理,可保持电子元器件处于适宜的工作温度,防止它由于过热而损坏。

[0003] 相变材料可分为无机、有机相变材料。与有机相变材料相比,无机相变材料具有相变潜热高、导热系数较大和价格低廉等优点。但固液相变时泄露、相分离和过冷的问题一直制约着无机相变材料的发展,现有的无机相变材料难以适用于电子元器件被动热管理。

[0004] 因此,需要开发出固液相变时能够避免发生泄露、相分离和过冷的无机相变材料。

发明内容

[0005] 本发明为克服上述现有技术所述的无机相变材料进行固液相变时发生泄漏、相分离和过冷的缺陷,提供一种无机水合盐复合相变材料薄片,提供的无机水合盐复合相变材料薄片进行固液相变时能够避免出现泄露、相分离和过冷的问题,能够用于电子元器件被动热管理。

[0006] 本发明的另一目的在于,提供上述无机水合盐复合相变材料薄片的制备方法。

[0007] 本发明的还一目的在于,提供上述无机水合盐复合相变材料薄片在电子元器件被动热管理中的应用。

[0008] 为解决上述技术问题,本发明采用的技术方案是:

一种无机水合盐复合相变材料薄片,包括薄片芯层和覆盖所述薄片芯层表面的薄片表层;所述薄片芯层为无机水合盐复合相变材料,所述无机水合盐复合相变材料由无机水合盐相变材料和导热碳材料制备得到;所述薄片表层为导热硅脂。

[0009] 无机水合盐复合相变材料内导热碳材料相互连接形成网状结构,网状结构具有较大的比表面积,能将无机水合盐相变材料包覆均匀。表层油性导热硅脂全面包覆无机水合盐相变材料薄片,有效形成油包水体系,导热碳材料和导热硅脂对无机水合盐相变材料形成里外两层包覆,提高了相变材料的密封性,使无机水合盐相变材料发生固液相变时不易泄露。

[0010] 而且,导热碳材料相互连接形成导热网络,导热网络的形成有利于热量连续传导;表层导热硅脂具有粘性,有利于电子元器件与薄片之间连接,同时,导热硅脂的高导热性能将多余的热量快速地从电子元器件导入无机水合盐复合相变材料,无机水合盐复合相变材

料吸热发生相变,维持恒定的相变温度范围,达到热管理的目的。同时,在一定程度上避免过冷现象。

[0011] 并且,无机水合盐复合相变材料作为薄片芯层,薄片状符合浅盘法,有利于避免相分离,提高无机水合盐复合相变材料的热稳定性。另外,上述薄片的形状可以与电子元器件的体积大小相适应,便于实际使用。

[0012] 综上,发明人通过无机水合盐相变材料和导热碳材料制备无机水合盐复合相变材料作为薄片芯层,然后选用导热硅脂作为薄片表层,创造性地构建出无机水合盐复合相变材料薄片,该无机水合盐复合相变材料薄片提高了相变材料的密封性、导热性能和热稳定性,进行固液相变时能够避免出现泄露、相分离和过冷的问题,能够用于电子元器件被动热管理。

[0013] 优选地,所述无机水合盐复合相变材料薄片的厚度为1~2 mm。

[0014] 优选地,所述导热硅脂主要含有有机硅酮和导热材料。

[0015] 所述导热硅脂可选用商用导热硅脂。所述导热硅脂常用于功率放大器、晶体管、电子管、CPU等电子元器件的导热及散热。目的是,保证电子仪器、仪表等的电气性能的稳定。优选地,所述导热材料为银粉。优选地,所述导热硅脂主要含有有机硅酮、耐热优异的材料和导热优异的材料。

[0016] 优选地,所述无机水合盐复合相变材料薄片含有如下质量分数的组分:无机水合盐复合相变材料70 % ~85 %,导热硅脂15 % ~30 %。

[0017] 导热硅脂的添加量需要满足一定的要求。用量过少,导热硅脂不能对薄片整体形成有效的外部包覆,未包覆到的地方会造成泄露,也不能够与电子元器件紧密连接;用量过多,将导致相变材料所占比例减少,热管理均温性能不佳。同时过多的导热硅脂不易定型,使得薄片结构不稳定。

[0018] 合适用量的导热硅脂在满足对薄片整体的包覆的同时,还有利于薄片与电子元器件的紧密连接和有效热管理。

[0019] 优选地,所述无机水合盐复合相变材料薄片含有如下质量分数的组分:无机水合盐复合相变材料80 % ~85 %,导热硅脂15 % ~20 %。

[0020] 优选地,所述无机水合盐相变材料的相变温度为20~40 °C。

[0021] 熔点为0~60 °C的常用水合盐都可适用,通过二元或者多元共混,能够得到相变温度为20~40 °C的无机水合盐相变材料,进行有效热管理。四水硝酸钙与六水硝酸镁共融混合,能够得到相变温度为30 °C的相变材料。

[0022] 优选地,所述无机水合盐相变材料为十二水磷酸氢二钠或三水硝酸锂中的一种或两种。

[0023] 十二水磷酸氢二钠的相变温度为35.5 °C。十二水磷酸氢二钠的潜热较高,相变温度适宜,是一种很有潜力的用于电子元器件热管理的无机相变材料。

[0024] 三水硝酸锂的相变温度为30 °C。

[0025] 优选地,所述导热碳材料为碳纳米管、纳米石墨片、石墨烯、碳纤维或鳞片石墨中的一种或几种。

[0026] 优选地,所述无机水合盐复合相变材料含有如下质量分数的组分:无机水合盐相变材料80 % ~98 %,导热碳材料2 %~20 %。

[0027] 优选地,所述无机水合盐复合相变材料含有如下质量分数的组分:无机水合盐相变材料90%~98%,导热碳材料2%~10%。

[0028] 上述无机水合盐复合相变材料薄片的制备方法也在本发明的保护范围之内,所述制备方法包括如下步骤:

S1. 利用无机水合盐相变材料和导热碳材料制备共熔混合物;

S2. 将S1.的共熔混合物混合均匀,得到无机水合盐复合相变材料;

S3. 将S2.的无机水合盐复合相变材料制成薄片,在薄片表面均匀覆盖导热硅脂,得到无机水合盐复合相变材料薄片。

[0029] 优选地,步骤S1.和/或S2.的温度条件45~55℃。

[0030] 优选地,步骤S2.中混合均匀包括超声分散和搅拌。

[0031] 上述制备方法具体包括如下步骤:

M1. 将质量为80~98份的相变材料,质量为2~20份的多孔碳材料置于试管中,混合均匀;

M2. 将上述混合物置于 50 ± 5 ℃的水浴中加热至完全熔化,形成共熔混合物;

M3. 将共熔混合物超声分散 1 ± 0.1 h;

M4. 再将混合物置于磁力搅拌器中,水浴温度 50 ± 5 ℃,搅拌处理 1 ± 0.1 h,自然冷却后得到水合盐复合相变材料。

[0032] M5. 取质量为70~85份的水合盐复合相变材料,在 500 ± 50 kg/cm³压强下压成厚度1~2毫米的薄片,再取质量为15~30份的导热硅脂均匀涂覆薄片表面。由此可制得用于电子元器件被动热管理的相变材料薄片。

[0033] 本发明同时保护上述无机水合盐复合相变材料薄片在电子元器件被动热管理中的应用。

[0034] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

本发明通过无机水合盐相变材料和导热碳材料制备无机水合盐复合相变材料作为薄片芯层,然后选用导热硅脂作为薄片表层,创造性地构建出无机水合盐复合相变材料薄片,该无机水合盐复合相变材料薄片提高了相变材料的密封性、导热性能和热稳定性,进行固液相变时能够避免出现泄露、相分离和过冷的问题,能够用于电子元器件被动热管理。

附图说明

[0035] 图1为实施例1~2及对比例1~2制得的薄片的模拟热管理测试结果图。图中,a为对比例1制得的薄片;b为实施例1制得的薄片;c为对比例2制得的薄片;d为实施例2制得的薄片。

具体实施方式

[0036] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步的说明。

[0037] 实施例中的原料均可通过市售得到;

除非特别说明,本发明采用的试剂、方法和设备为本技术领域常规试剂、方法和设备。

[0038] 实施例1

一种无机水合盐复合相变材料薄片,其原料组成及制备方法如下:

本实施例中水合盐为单组分水合盐,具体为十二水磷酸氢二钠。导热碳材料为碳纳米管。

[0039] 将单组分水合盐分析纯4.9 g和导热碳材料0.1 g混合得到混合物,将混合物摇匀后水浴加热至完全熔化,然后置于超声清洗器中1 h,再置于磁力搅拌器上搅拌1 h,自然冷却后得到无机水合盐复合相变材料。

[0040] 取0.26 g制好的无机水合盐复合相变材料,压成薄片2 mm,再取0.05 g导热硅脂均匀涂覆薄片表面。由此可制得用于电子元器件热管理的无机水合盐复合相变材料薄片。

[0041] 实施例2

与实施例1不同的是,本实施例的导热碳材料为纳米石墨片。

[0042] 实施例3

与实施例1不同的是,本实施例的导热硅脂的质量为0.06 g。

[0043] 实施例4

与实施例1不同的是,本实施例的导热硅脂的质量为0.11 g。

[0044] 实施例5

与实施例1不同的是,本实施例的导热硅脂的质量为0.18g。

[0045] 对比例1

与实施例1不同的是,本对比例不采用无机水合盐复合相变材料。

[0046] 对比例2

与实施例1不同的是,本实施例的导热碳材料为膨胀石墨。

[0047] 测试与表征

1. 差示扫描量热测试

测试仪器TA Instruments Q20,测试条件氮气保护下加热速率为10°C/min;

2. 熔冻实验

熔冻实验的操作步骤;

将水合盐复合相变材料置于试管中,再将多路温度测试仪(Agilent 34970A)的温度探头置于试管中合适位置,随后将试管置于50°C水浴中加热直至样品熔化,再将试管移至20°C水浴中冷却至样品凝固,可得到熔冻曲线。重复熔冻200次,发现样品仍维持良好的相变特征。

[0048] 3. 模拟热管理实验

将制好的薄片进行模拟热管理实验,使用红外相机(FLUKE TiX640)记录结果。记录温度维持在37~39 °C的时间。

[0049] 将涂覆了导热硅脂的水合盐复合相变材料及对比例置于玻璃皿上,将玻璃皿放入55°C水浴中加热,同时用红外相机(FLUKE TiX640)拍摄测试样品表面温度变化过程。

[0050] 4. 密封性测试

在模拟热管理实验时,观察有无泄露。

[0051] 5. 稳定性测试

稳定性(相分离)是通过熔冻实验验证的,循环200次后仍维持良好的相变特征即说明了水合盐复合相变材料未变质(也就是没有相分离)。

[0052] 测试结果

通过差示扫描量热法实验和熔冻实验,测得实施例1的无机水合盐复合相变材料的相变潜热为174.8J/g,相变温度为33.44℃,过冷度为4℃。实施例2复合相变材料的相变潜热为202.9J/g,相变温度34.72℃,过冷度0.4℃。另外,测试对比例2制得的复合相变材料,得知相变潜热为192J/g,相变温度33.89℃,过冷度12℃,其中过冷度较差,可能是膨胀石墨的原因。

[0053] 可见,实施例中的无机水合盐复合相变材料薄片中的无机水合盐复合相变材料具有较高的相变潜热,相变温度为35℃左右,过冷度较低,能够避免过冷的问题。而且,通过稳定性测试发现,实施例1~2中的无机水合盐复合相变材料具有良好的稳定性,能够避免相分离;制成薄片后,进一步提高稳定性,进一步避免相分离的问题。

[0054] 另外,通过制成薄片并用导热硅脂包覆,提高了相变材料的密封性和导热性能,进行固液相变时能够避免出现泄露的问题。

[0055] 进行模拟热管理实验,实施例1~2及对比例1~2的结果如图1所示。另外,实施例1~5及对比例1~2的模拟热管理的时间如表1所示。

[0056] 从表中可知,实施例1~5均表现出良好的热管理性能,其中实施例1~4优于实施例5;且实施例1~3优于实施例4。而对比例1仅仅使用导热硅脂,可见导热硅脂不具有热管理性能。对比例2的热管理表现优异,只是对比例2存在过冷的问题。

[0057] 表1 实施例1~5及对比例1~2的模拟热管理实验结果

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	对比例 1	对比例 2
模拟热管理	220s	240s	230s	210s	180s	11s	220s

显然,本发明的上述实施例仅仅是为清楚地说明本发明所作的举例,而并非是对本发明的实施方式的限定。对于所属领域的普通技术人员来说,在上述说明的基础上还可以做出其它不同形式的变化或变动。这里无需也无法对所有的实施方式予以穷举。凡在本发明的精神和原则之内所作的任何修改、等同替换和改进等,均应包含在本发明权利要求的保护范围之内。

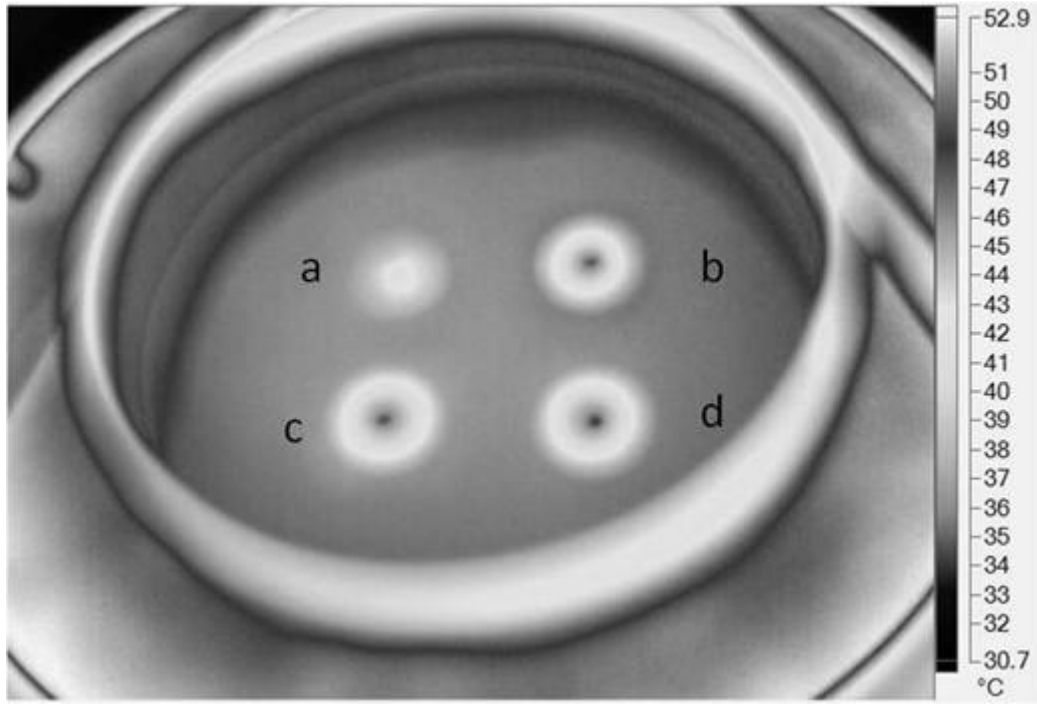


图1