



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110293229 A

(43)申请公布日 2019.10.01

(21)申请号 201910603663.5 *G22C 38/50*(2006.01)

(22)申请日 2019.07.05 *G22C 38/02*(2006.01)

(71)申请人 长飞光纤光缆股份有限公司 *B22F 3/14*(2006.01)

地址 430074 湖北省武汉市东湖新技术开发区光谷大道九号

(72)发明人 蒋鼎 白华 杭常东 蒋芳  
熊良明 罗杰 徐东

(74)专利代理机构 武汉臻诚专利代理事务所  
(普通合伙) 42233

代理人 胡星驰

(51)Int.Cl.  
*B22F 7/04*(2006.01)  
*G22C 38/12*(2006.01)  
*G22C 38/14*(2006.01)  
*G22C 38/46*(2006.01)

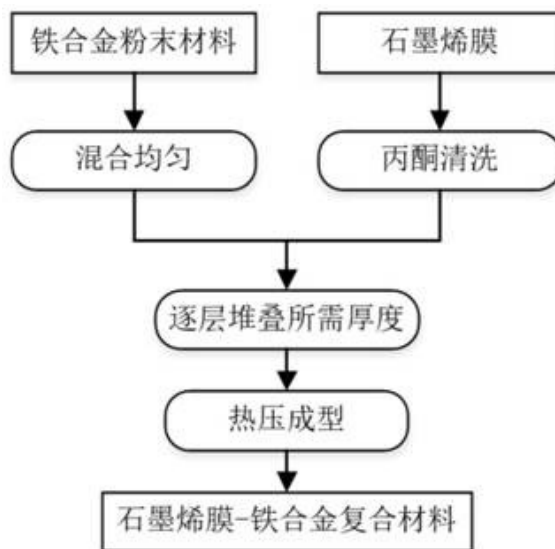
权利要求书1页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种石墨烯膜-铁合金复合材料及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种石墨烯膜-铁合金复合材料及其制备方法。所述复合材料包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为35-68%,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,抗弯强度为347-504MPa,布氏硬度在45HB以上,热导率在374-530W/(m·K),热膨胀系数为 $(5.9-7.5) \times 10^{-6}/K$ ;所述铁合金层,其含有质量分数钒0.05-0.3%、钛0.3-0.9%、以及锌0.2-1%。本发明提供的热管理材料具有高热导率、高强度、以及低膨胀系数。



1. 一种石墨烯膜-铁合金复合材料,其特征在于,包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为35-68%,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,抗弯强度为347-504MPa,布氏硬度在45HB以上,热导率在374-530W/(m·K),热膨胀系数为 $(5.9-7.5) \times 10^{-6}/K$ ;所述铁合金层,其含有质量分数钒0.05-0.3%、钛0.3-0.9%、以及锌0.2-1%。

2. 如权利要求1所述的石墨烯膜-铁合金复合材料,其特征在于,所述铁合金含有质量分数镍28-39%、碳0.02-0.03%、铬0.1-0.7%、以及硅0.4-1%。

3. 如权利要求1所述的石墨烯膜-铁合金复合材料,其特征在于,所述铁合金熔点在1050-1230℃。

4. 如权利要求1所述的石墨烯膜-铁合金复合材料,其特征在于,所述铁合金层中钛与石墨烯膜表面碳元素以共价键结合成碳化钛的形式。

5. 如权利要求1所述的石墨烯膜-铁合金复合材料,其特征在于,所述石墨烯膜层,厚度在30-50 $\mu\text{m}$ ,面内热导率为1200-1900W/(m·K)。

6. 如权利要求1所述的石墨烯膜-铁合金复合材料,其特征在于,所述铁合金层,其厚度在30-200 $\mu\text{m}$ 。

7. 如权利要求1至6任意一项所述的石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其特征在于包括以下步骤:

(1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均匀后待用;

(2) 将所述铁合金粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至所需厚度,在 $1 \times 10^{-2}$ Pa以上的真空环境下经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料。

8. 如权利要求7所述的石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)所述将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污。

9. 如权利要求7所述的石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(1)所述石墨烯膜具有均匀通孔,孔径在1至3mm之间,相邻两圆心的间距在4-10mm之间。

10. 如权利要求7所述的石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其特征在于,步骤(2)所述真空热压条件如下:热压温度1050-1230℃;热压压力为40-80MPa;热压保压时间为0.5-3小时。

## 一种石墨烯膜-铁合金复合材料及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于铁合金为基体的复合材料领域,更具体地,涉及一种石墨烯膜-铁合金复合材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 随着电子工业技术的不断发展,电子元器件的设计与生产不断向小型化、集成化、轻量化、高效化的方向发展,导致其工作过程热密度不断增大,这就对所使用的热管理材料的导热性、强度及膨胀性能提出了更高的要求。

[0003] 现有的热管理材料中,W/Si、Mo/Si和SiC/Al复合材料虽然具有良好的导热和热膨胀性能,但其密度高且导热性能已经不能满足高速发展的电子工业的要求。金刚石/Al复合材料的热导率能达到500-600W/(m·K),但此时金刚石的体积分数一般达到60%左右,由于金刚石硬度大且高价格贵,这使得该种材料难以加工且成本高。石墨片/Al复合材料加工性能较好,且当体积分数达到80-90%时,面内热导率能达到600-783W/(m·K)。但是,由于体积分数过高,使得材料制备变得十分困难且材料的力学性能较低。针对应用于IGBT的散热材料而言,需要同时兼顾它的导热性、机械强度及热膨胀性能。因此,热管理用金属基复合材料急需更合适的增强体材料。人工合成石墨烯膜面内热导率可高达1200-1900W/(m·K),并且已经实现商业化并成功应用于手机和电脑的散热。

[0004] 然而现有的热管理材料中,石墨烯膜与铝、铜等金属不反应,界面结合力较差,不易形成一个整体容易分层,导致热导率不高。另外,材料的抗弯强度性能无法达到IGBT要求的350MPa以上,导致散热组件疲劳断裂。因此有必要开发高强度的热管理材料。

### 发明内容

[0005] 针对现有技术的以上缺陷或改进需求,本发明提供了一种石墨烯膜-铁合金复合材料及其制备方法,其目的在于采用铁合金与石墨烯膜复合,从而在保证材料的热导率的同时,加强机械性能,满足IGBT的要求,由此解决现有的热管理材料界面结合力较差易分层和强度、硬度差的技术问题。

[0006] 为实现上述目的,按照本发明的一个方面,提供了一种石墨烯膜-铁合金复合材料,其包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为35-68%,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,抗弯强度为347-504MPa,布氏硬度在45HB以上,热导率可达530W/(m·K),热膨胀系数为 $(5.9-7.5) \times 10^{-6}/K$ ;所述铁合金层,其含有质量分数钒0.05-0.3%、钛0.3-0.9%、以及锌0.2-1%。

[0007] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,其所述铁合金含有质量分数镍28-39%、碳0.02-0.03%、铬0.1-0.7%、以及硅0.4-1%。

[0008] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,其所述铁合金熔点在1050-1230℃。

[0009] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,所述铁合金层中钛与石墨烯膜表面碳元素以共价键结合成碳化钛的形式。

[0010] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,其所述石墨烯膜层,厚度在30-50 $\mu\text{m}$ ,面内热导率为1200-1900W/(m·K)。

[0011] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料,其所述铁合金层,其厚度在30-200 $\mu\text{m}$ 。

[0012] 按照本发明的另一个方面,提供了一种所述石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其包括以下步骤:

[0013] (1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均匀后待用;

[0014] (2) 将所述铁合金粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至所需厚度,在 $1 \times 10^{-2}$ Pa以上的真空环境下经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料。

[0015] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其步骤(1)所述将石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污。

[0016] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其步骤(1)所述石墨烯膜具有均匀通孔,孔径在1至3mm之间,相邻两圆心的间距在4-10mm之间。

[0017] 优选地,所述石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,其步骤(2)所述真空热压条件如下:热压温度1050-1230 $^{\circ}\text{C}$ ;热压压力为40-80MPa;热压保压时间为0.5-3小时。

[0018] 总体而言,通过本发明所构思的以上技术方案与现有技术相比,由于锌、钛、钒等元素的加入,降低了合金的熔点,使制备更加容易;另外,各种元素的加入可以很好的与石墨反应,提高了石墨烯膜与铁的结合力、增强了低温流动性;并且,石墨烯膜钻孔,让铁合金粉末填充其中,使两种材料结合更好,同时也提高了复合材料的硬度和抗弯强度。本发明提供的热管理材料具有高热导率、高强度、低膨胀系数。

## 附图说明

[0019] 图1为本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法流程图;

[0020] 图2为本发明实施例2中石墨烯膜-铁合金复合材料的纵切面电子显微镜图;

[0021] 图3为本发明实施例2中石墨烯膜-铁合金复合材料的横切面电子显微镜图。

## 具体实施方式

[0022] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合实施例,对本发明进行进一步详细说明。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明,并不用于限定本发明。此外,下面所描述的本发明各个实施方式中所涉及到的技术特征只要彼此之间未构成冲突就可以相互组合。

[0023] 本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料,具有层状结构,包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为35-68%;

[0024] 所述石墨烯膜层,厚度在30-50 $\mu\text{m}$ ,面内热导率为1200-1900W/(m·K);

[0025] 铁合金层含有质量分数钒(V)0.05-0.3%、钛(Ti)0.3-0.9%、以及锌(Zn)0.2-1%。所述铁合金在熔点在1050-1230 $^{\circ}\text{C}$ ,在较低的温度区间1050-1100 $^{\circ}\text{C}$ 具有较好的流动性,石墨烯膜复合时,能在较低的加工温度下,形成稳定而牢固的结合力,从而提高整体石墨烯膜-铁合金复合材料的机械加工性能,其厚度在30-200 $\mu\text{m}$ 。虽然铁的机械加工性能强于

通常所使用的热管理材料金属基,如硅、铝。然而铁的热导率较普通,虽然可以通过与石墨烯膜复合从而改善热导率,但是这样也意味着石墨烯膜占比上升,复合难度增加,整体的机械加工性能提高不理想。因此采用铁合金平衡热管理材料金属基各项性能,从而提高石墨烯膜和金属基的浸润性、界面结合力度,使得热管理材料的机械加工性能和热性能满足要求。优选方案的用作热管理材料金属基的铁合金,还应当具备较低的熔点和较佳的加工性能,从而降低生产过程中的能耗和对生产设备的要求。

[0026] 所述铁合金层中钛与石墨烯膜表面碳元素以共价键结合成碳化钛的形式。

[0027] 优选方案,所述铁合金含有质量分数镍(Ni) 28-39%、碳(C) 0.02-0.03%、铬(Cr) 0.1-0.7%、以及硅(Si) 0.4-1%。

[0028] 镍能提高铁合金的强度,而又保持良好的塑性和韧性,通过共价键合的方式使得复合材料具有较好的加工性能;镍对酸碱有较高的耐腐蚀能力,在高温下有防锈和耐热能力,减少石墨烯膜层在金属复合过程中的氧化损耗;铬在高温下与石墨烯膜表面碳元素反应生成碳化铬( $\text{Cr}_3\text{C}_2$ ),共价键的存在使两者结合更紧密,同时还能显著提高强度、硬度和耐磨性,帮助复合材料获得良好的加工性能;硅能显著提高铁合金的弹性极限,屈服点和抗拉强度并能在高温下与石墨烯膜表面碳元素反应形成碳化硅(SiC),两者以共价键形式存在提高界面结合力。

[0029] 所述石墨烯膜-铁合金复合材料,抗弯强度347-504MPa,布氏硬度45HB以上,热导率达530W/(m·K),热膨胀系数在 $(5.9-7.5) \times 10^{-6}/\text{K}$ 之间。

[0030] 本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料的制备方法,包括以下步骤:

[0031] (1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均有后待用。

[0032] 优选地,所述石墨烯膜具有均匀通孔,孔径在1至3mm之间,相邻两圆心的间距在4-10mm之间。

[0033] (2) 将所述铁合金粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至所需厚度,在 $1 \times 10^{-2}\text{Pa}$ 以上的真空环境下经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料;热压温度1050-1230 $^{\circ}\text{C}$ ;热压压力为40-80MPa;热压保压时间为0.5-3小时。

[0034] 以下为实施例:

[0035] 实施例1

[0036] 本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料,具有层状结构,包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为35%;

[0037] 所述石墨烯膜层,厚度在30 $\mu\text{m}$ ,面内热导率为1900W/(m·K);

[0038] 所述铁合金层其厚度在200 $\mu\text{m}$ ,成分配比(质量分数)如下:

[0039] 钒(V) 0.3%、钛(Ti) 0.5%、以及锌(Zn) 0.2%、镍(Ni) 34%、碳(C) 0.02%、铬(Cr) 0.7%、以及硅(Si) 0.4%,剩余为铁(Fe)。

[0040] 所述石墨烯膜-铁合金复合材料按照如下方法制备:

[0041] (1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均匀后待用。

[0042] (2) 将石墨烯膜等间距的钻60个直径为2mm的孔,然后将所述铁合金粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至厚度12mm,经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料;热压温度1160℃;热压压力为40MPa;热压保压时间为0.5小时。

[0043] 由万能试验机测定,所述石墨烯膜-铁合金复合材料抗弯强度468MPa,布氏硬度为48HB,经NEZSCH LFA 467测定所述石墨烯膜-铁合金复合材料热导率374W/(m·K),热膨胀系数为 $5.9 \times 10^{-6}/K$ 。

[0044] 实施例2

[0045] 本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料,具有层状结构,包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为50%;

[0046] 所述石墨烯膜层,厚度在40 $\mu$ m,面内热导率为1500W/(m·K);

[0047] 所述铁合金层其厚度在50 $\mu$ m,成分配比(质量分数)如下:

[0048] 钒(V)0.1%、钛(Ti)0.9%、以及锌(Zn)0.7%、镍(Ni)28%、碳(C)0.025%、铬(Cr)0.4%、以及硅(Si)1%,剩余为铁(Fe)。各种成分均以粉末的形式存在。

[0049] 所述石墨烯膜-铁合金复合材料按照如下方法制备:

[0050] (1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均匀后待用。

[0051] (2) 将石墨烯膜等间距的钻50个直径为2mm的孔,然后将所述铁合金加粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至厚度12mm,经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料;热压温度1050℃;热压压力为80MPa;热压保压时间为3小时。

[0052] 由万能试验机测定,所述石墨烯膜-铁合金复合材料抗弯强度347MPa,布氏硬度为46HB,经NEZSCH LFA 467测定所述石墨烯膜-铁合金复合材料热导率434W/(m·K),热膨胀系数为 $6.3 \times 10^{-6}/K$ 。

[0053] 实施例3

[0054] 本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料,具有层状结构,包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为68%;

[0055] 所述石墨烯膜层,厚度在50 $\mu$ m,面内热导率为1200W/(m·K);

[0056] 所述铁合金层其厚度在120 $\mu$ m,成分配比(质量分数)如下:

[0057] 钒(V)0.05%、钛(Ti)0.5%、以及锌(Zn)1%、镍(Ni)39%、碳(C)0.03%、铬(Cr)0.1%、以及硅(Si)0.6%,剩余为铁(Fe)。各种成分均以粉末的形式存在。

[0058] 所述石墨烯膜-铁合金复合材料按照如下方法制备:

[0059] (1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均匀后待用。

[0060] (2) 将石墨烯膜等间距的钻40个直径为2mm的孔,然后将所述铁合金粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至厚度12mm,经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料;热压温度1230℃;热压压力为50MPa;热压保压时间为1小时。

[0061] 由万能试验机测定,所述石墨烯膜-铁合金复合材料抗弯强度388MPa,布氏硬度为47HB,经NEZSCH LFA 467测定所述石墨烯膜-铁合金复合材料热导率466W/(m·K),热膨胀

系数为 $7.5 \times 10^{-6}/K$ 。

[0062] 实施例4

[0063] 本发明提供的石墨烯膜-铁合金复合材料,具有层状结构,包括石墨烯膜层和铁合金层,石墨烯膜的体积分数为68%;

[0064] 所述石墨烯膜层,厚度在 $40\mu m$ ,面内热导率为 $1500W/(m \cdot K)$ ;

[0065] 所述铁合金层其厚度在 $80\mu m$ ,成分配比(质量分数)如下:

[0066] 钒(V) 0.3%、钛(Ti) 0.9%、以及锌(Zn) 0.7%、镍(Ni) 34%、碳(C) 0.02%、铬(Cr) 0.4%、以及硅(Si) 0.6%,剩余为铁(Fe)。各种成分均以粉末的形式存在。

[0067] 所述石墨烯膜-铁合金复合材料按照如下方法制备:

[0068] (1) 原料预处理:将所述石墨烯膜表面清洗干净干燥待用,具体方法为将石墨烯膜用丙酮超声清洗数次,以除去石墨烯膜表面的油污或脏污;将按照配方表制得的铁合金粉末材料混合均匀后待用。

[0069] (2) 将石墨烯膜等间距的钻40个直径为2mm的孔,然后将所述铁合金粉末与石墨烯膜在模具中逐层堆叠至厚度12mm,经真空热压加工制成所述石墨烯膜-铁合金复合材料;热压温度 $1160^{\circ}C$ ;热压压力为80MPa;热压保压时间为3小时。

[0070] 由万能试验机测定,所述石墨烯膜-铁合金复合材料抗弯强度504MPa,布氏硬度为50HB,经NEZSCH LFA 467测定所述石墨烯膜-铁合金复合材料热导率 $530W/(m \cdot K)$ ,热膨胀系数为 $6.3 \times 10^{-6}/K$ 。

[0071] 本领域的技术人员容易理解,以上所述仅为本发明的较佳实施例而已,并不用以限制本发明,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,均应包含在本发明的保护范围之内。

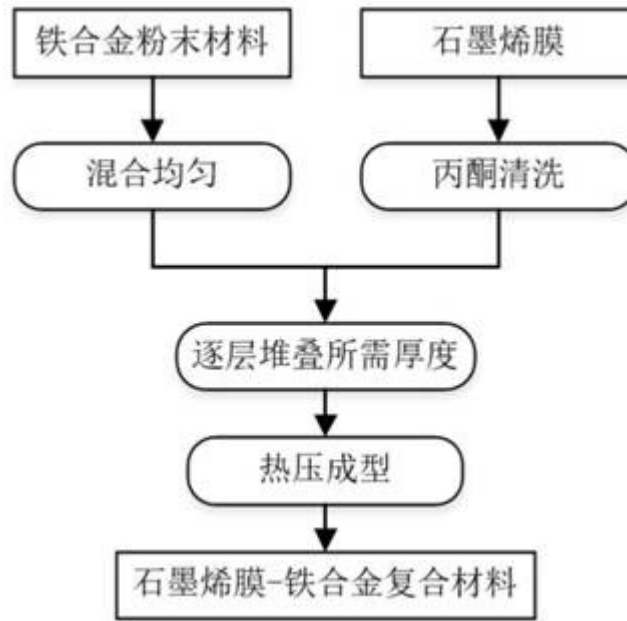


图1



图2



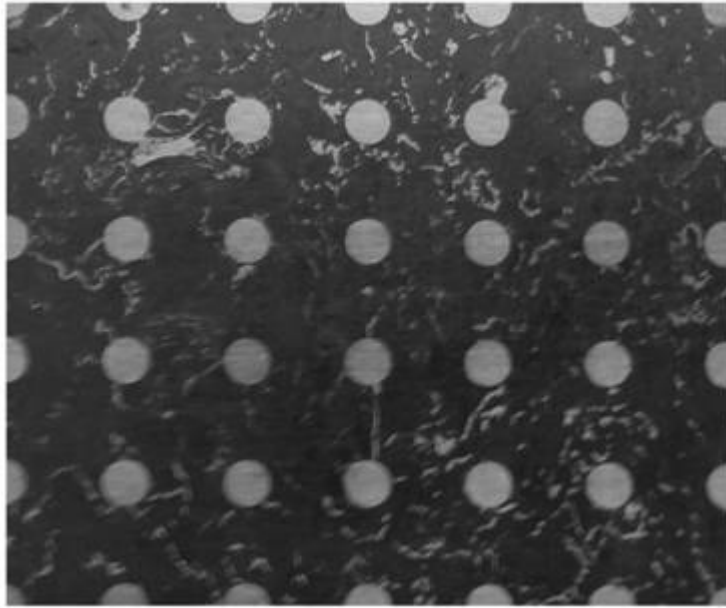


图3