



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110552033 A

(43)申请公布日 2019.12.10

(21)申请号 201910862538.6

(22)申请日 2019.09.12

(71)申请人 上海理工大学

地址 200093 上海市杨浦区军工路516号

(72)发明人 詹科 赵睿 汪田 李炜锴 赵斌
严雅

(74)专利代理机构 上海申汇专利代理有限公司
31001

代理人 王文颖

(51)Int.Cl.

C25D 5/54(2006.01)

C25D 3/38(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页 附图2页

(54)发明名称

一种高导热性能的铜-石墨复合材料及其制备方法

(57)摘要

本发明涉及的是一种高导热性能的铜-石墨复合材料及其制备方法。本发明运用一种“微米铆接”的方法,首先在石墨膜表面打上微孔,然后在打孔石墨膜上电镀铜。在电镀过程中,铜填满微孔,并且与上下铜层连接,微孔中的铜形成一个个铆钉,牢牢地将上下铜层固定在石墨膜表面,形成“微米铆接”结构,大大增强了铜-石墨的界面结合力,从而大大提高了铜-石墨复合材料的导热性能。同时,本发明通过改变电镀时间来控制镀层的厚度,以此改变石墨在复合材料中的体积分数,得到不同导热性能的复合材料,可以满足不同层次热管理材料的需求。

1. 一种高导热性能的铜-石墨复合材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1:将石墨膜放入NaOH溶液中清洗,去除表面油污,再将其放入HNO₃溶液中清洗,去除其表面氧化物;

步骤2:用微型打孔器在步骤1清洗后的石墨膜表面均匀地打上微孔,微孔直径为50 μ m,微孔成30 \times 30的阵列分布,微孔间距为2~8mm;

步骤3:将石墨膜放入酸性硫酸铜溶液中,采用双电极电镀,同时采用恒定电流,电镀10~120min,洗涤干燥,得到高导热性能的铜-石墨复合材料。

2. 如权利要求1所述的高导热性能的铜-石墨复合材料的制备方法,其特征在于,所述步骤3中酸性硫酸铜溶液的浓度为:硫酸铜160~220g/L、浓硫酸(98%)55.2~61.3g/L。

3. 如权利要求1所述的高导热性能的铜-石墨复合材料的制备方法,其特征在于,所述步骤3中电流密度为4A/dm²。

4. 权利要求1~3任一项所述方法制备的高导热性能的铜-石墨复合材料。

5. 如权利要求4所述的高导热性能的铜-石墨复合材料,其特征在于,所述高导热性能的铜-石墨复合材料中石墨体积分数为10~55.6%。

一种高导热性能的铜-石墨复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于复合材料制备领域,涉及一种高导热性能的铜-石墨复合材料的制备方法,具体地说,是制备一种铜包覆石墨的薄膜,并通过“微米铆接”的方法制备出高导热性能的铜-石墨复合材料。

背景技术

[0002] 由于电子工业的不断发展,有效的热管理对于电子元件变得越来越重要。因此,开发具有高导热率的热管理材料至关重要。碳材料由于其优异的导热性能,已被证明是有前途的热管理材料。这些材料不仅可以直接用于热管理应用,还可以与其他材料(如金属)结合使用,形成碳增强金属复合材料。其中,铜-石墨复合材料是一种良好的热管理材料,它的导热性可以高达 $824.291\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$,比纯铜高了近2.1倍,具有良好的应用前景。

[0003] 经对现有技术文献的检索发现,铜与石墨在制备过程中不会发生化学反应,无法形成化学键连接。碳材料与铜复合时的界面结合问题一直是研究的重点。在制备铜-石墨复合材料时,往往会采用加入第三元素形成中间层化合物的方法,以此来增强界面的结合力。Hui Xu等人在《International Journal of Minerals》Volume 25, Number 4, April 2018, Page 459发表了“Sintering behavior and thermal conductivity of nickel-coated graphite flake/copper composites fabricated by spark plasma sintering”论文,研究了通过在石墨表面镀镍来增强石墨和铜的界面结合力。但是,这种生成的化合物会直接降低复合材料的导热性,对材料的应用造成很大的影响。因此,如何增强铜-石墨界面结合力是当下研究复合材料的关键。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是提供一种高导热性能的铜-石墨复合材料及其制备方法。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明提供了一种高导热性能的铜-石墨复合材料的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

[0006] 步骤1:将石墨膜放入NaOH溶液中清洗,去除表面油污,再将其放入 HNO_3 溶液中清洗,去除其表面氧化物;

[0007] 步骤2:用微型打孔器在步骤1清洗后的石墨膜表面均匀地打上微孔,微孔直径为 $50\mu\text{m}$,微孔成 30×30 的阵列分布,微孔间距为 $2\sim 8\text{mm}$;

[0008] 步骤3:将石墨膜放入酸性硫酸铜溶液中,采用双电极电镀,确保石墨膜两面电镀均匀,同时采用恒定电流,电镀 $10\sim 120\text{min}$,洗涤干燥,得到高导热性能的铜-石墨复合材料;通过设置不同的电镀时间来控制镀层的厚度,改变石墨在复合材料中的体积分数,可得到不同导热性能的复合材料。

[0009] 优选地,所述步骤3中酸性硫酸铜溶液的浓度为:硫酸铜 $160\sim 220\text{g/L}$ 、浓硫酸(98%) $55.2\sim 61.3\text{g/L}$ 。

- [0010] 优选地,所述步骤3中电流密度为 $4\text{A}/\text{dm}^2$ 。
- [0011] 本发明还提供了上述方法制备的高导热性能的铜-石墨复合材料。
- [0012] 优选地,所述高导热性能的铜-石墨复合材料中石墨体积分数为10~55.6%。
- [0013] 本发明的有益效果是:
- [0014] 本发明运用一种“微米铆接”的方法,首先在石墨膜表面打上微孔,然后在打孔石墨膜上电镀铜。在电镀过程中,铜填满微孔,并且与上下铜层连接,微孔中的铜形成一个个铆钉,牢牢地将上下铜层固定在石墨膜表面,形成“微米铆接”结构,大大增强了铜-石墨的界面结合力,从而大大提高了铜-石墨复合材料的导热性能。同时,本发明通过改变电镀时间来控制镀层的厚度,以此改变石墨在复合材料中的体积分数,得到不同导热性能的复合材料,可以满足不同层次热管理材料的需求。

附图说明

- [0015] 图1是本发明的石墨膜电镀10、15、20、50、113min后样品的XRD图;
- [0016] 图2是本发明的石墨膜电镀113min后的表面以及截面微孔的SEM照片;a为表面,b为微孔截面;
- [0017] 图3是本发明的石墨膜电镀10、15、20、50、113min后样品的导热测试图。

具体实施方式

[0018] 下面结合具体实施例,进一步阐述本发明。应理解,这些实施例仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。此外应理解,在阅读了本发明讲授的内容之后,本领域技术人员可以对本发明作各种改动或修改,这些等价形式同样落于本申请所附权利要求书所限定的范围。

[0019] 结合本发明的内容提供以下实例,具体制备步骤如下:

[0020] (1) 对石墨膜表面进行预处理:

[0021] 本发明选用苏州市达昇电子材料有限公司生产的DSN5025型号石墨膜,该石墨膜具有良好的导热性能,将石墨膜裁成直径25cm的圆片,放入15g/L NaOH溶液中浸泡1min,去除表面油污,再将石墨膜放入25% HNO_3 溶液中浸泡1min,去除表面氧化物;

[0022] (2) 在石墨膜表面打上微孔:

[0023] 用微型打孔器在石墨膜表面均匀地打上直径为 $50\mu\text{m}$ 的微孔,微孔成 30×30 的阵列分布,微孔间距为5mm;

[0024] (3) 对石墨膜进行铆接电镀:

[0025] 电镀液成分为:硫酸铜220g/L、浓硫酸(98%)61.3g/L;将石墨膜放入酸性硫酸铜溶液中,采用双电极电镀的方法,确保石墨膜两面电镀均匀,并使用恒流模式,设置电流密度为 $4\text{A}/\text{dm}^2$,电镀时间为10、15、20、50、113min,得到复合材料中石墨体积分数分别为55.6%、45.5%、38.5%、20%、10%;

[0026] (4) 样品电镀结束后用去离子水、无水乙醇浸泡,然后烘干;

[0027] (5) 对样品进行导热测试:采用激光闪射法测试样品的导热性能,使用仪器为耐驰激光热导仪,型号为LFA-467。

[0028] 图1为石墨膜电镀10、15、20、50、113min后样品的XRD图,图中清晰地显示出铜和石

墨的衍射峰；

[0029] 图2为石墨膜电镀113min后的SEM照片,照片a清晰地显示了样品电镀铜后的表面形貌,照片b清晰地显示了电镀铜后微孔截面的形貌,可以清楚地看到“铆接”结构;

[0030] 图3为石墨膜电镀10、15、20、50、113min后样品的导热测试图,测试结果表明,通过该方法制备的铜-石墨复合材料具有良好的导热性能,并且随着石墨体积分数的增加,复合材料的导热性能也有所提高,可以满足不同层次热管理材料的需求。

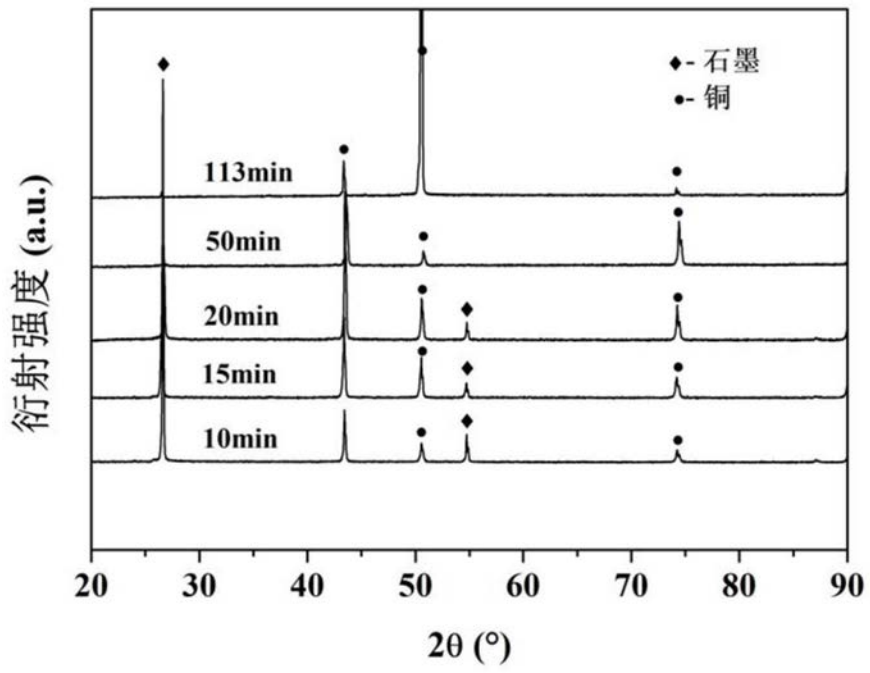


图1

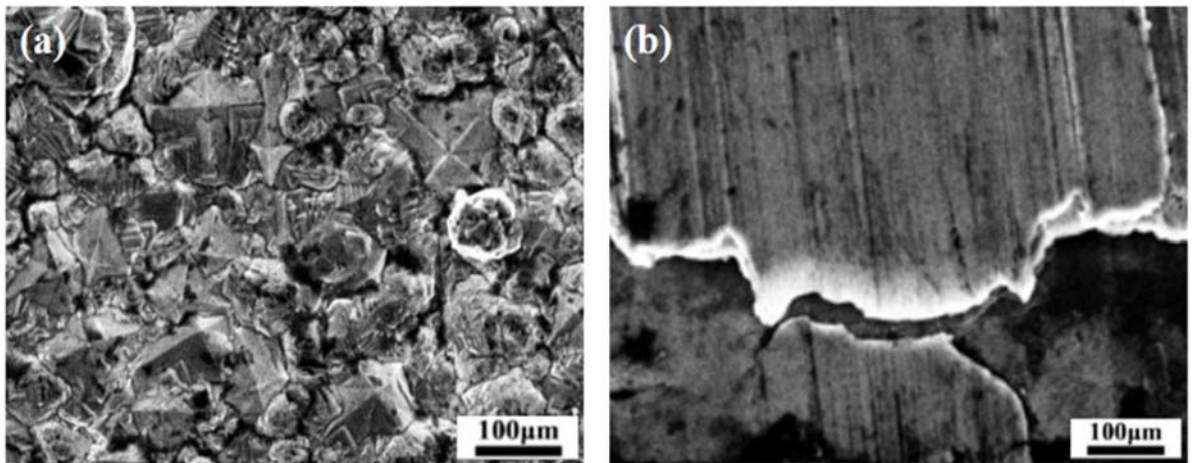


图2

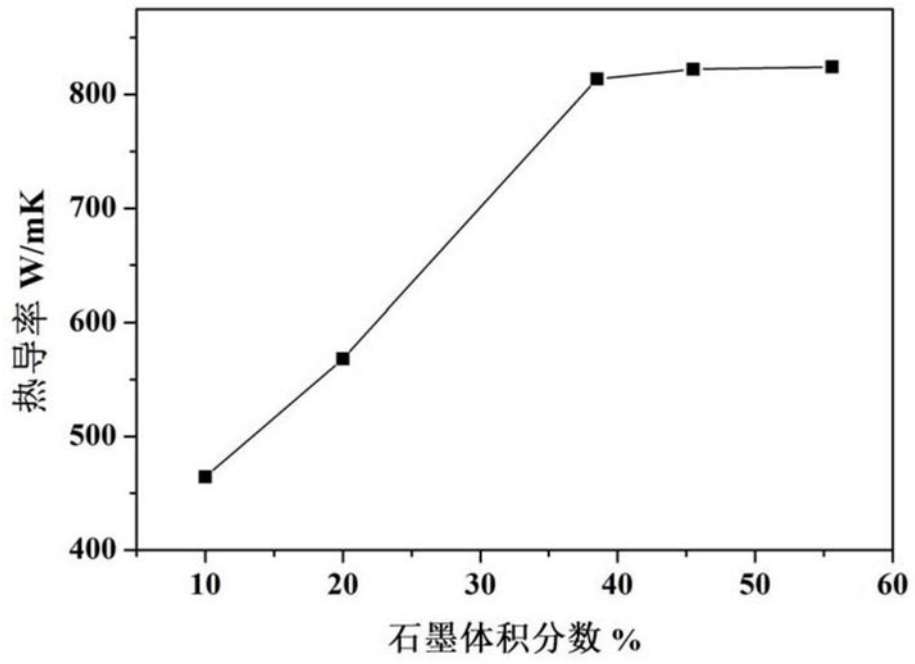


图3