



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102628115 A

(43) 申请公布日 2012.08.08

(21) 申请号 201210095598.8

(22) 申请日 2012.04.01

(71) 申请人 昆明理工大学

地址 650093 云南省昆明市五华区学府路  
253 号

(72) 发明人 蔡晓兰 蒋太炜 陈亚光 王开军

(51) Int. Cl.

*C22C 9/00* (2006.01)

*C22C 1/05* (2006.01)

*C22C 1/10* (2006.01)

权利要求书 1 页 说明书 3 页

(54) 发明名称

一种碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及一种碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,属于复合材料的制备技术领域。该复合材料由质量分数 0.5%~10% 的碳纳米管和 85%~99.4% 的纯铜粉以及 0.1~5% 的助剂作为原料,按高能球磨制备粉末→还原退火→压制成形→真空烧结→得到碳纳米管增强铜基复合材料的工艺流程,制得具有高强度、高硬度等性能的铜基复合材料。采用转数为 200~1000 转/分的卧式高能球磨机球磨,干法一步合成,省去对碳纳米管的处理工序,以及对粉体进行超声和干燥的工序。本方法制备时间短,制备量大,解决了碳纳米管在铜基复合材料中均匀分散的问题,且工艺简单,易于实现工业化生产。

1. 一种碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,其特征在于具体步骤如下:

(1)将复合材料 0.5 ~ 10wt% 的碳纳米管、85 ~ 99.4wt% 的铜粉以及 0.1 ~ 5wt% 的助剂,放入球磨机中进行球磨,选择保护气体作为球磨气氛以防止球磨过程中粉体氧化;

(2)将球磨后的粉料在 200℃ ~ 500℃ 的温度下进行退火,退火时间为 0.5 ~ 3 小时;

(3)将退火后的粉末在 100 ~ 1000Mp 的压力下进行压制,保压时间为 10 ~ 30 分钟;

(4)将步骤(3)中得到的压胚在真空度为  $10^{-2}$  ~  $6 \times 10^{-2}$  Pa、温度在 600 ~ 950℃ 的条件下处理 1 ~ 5 小时,烧结后随炉冷却到室温,得到碳纳米管增强铜基复合材料。

2. 根据权利要求书 1 所述的碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,其特征在于:所述碳纳米管的平均直径为 40 ~ 60nm,平均长度为 5 ~ 15  $\mu$  m。

3. 根据权利要求书 1 所述的碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,其特征在于:所述铜粉为铜重量百分含量  $\geq 99.5\%$  的铜粉,平均粒度为小于 100 目。

4. 根据权利要求书 1 所述的碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,其特征在于:所述助剂为硬脂酸、硬脂酸锌、聚乙烯、棕榈酸、硬脂酸铝中的一种或几种的任意混合物。

5. 根据权利要求书 1 所述的碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,其特征在于:所述球磨选用的保护气体为氩气。

6. 根据权利要求书 1 所述的碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,其特征在于:所述球磨使用的介质为不锈钢球,球料质量比为 5 ~ 50:1,球磨机转速 200 ~ 1000 转/分,球磨时间为 1 ~ 10 小时。

## 一种碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法,属于复合材料的制备技术领域。

### 背景技术

[0002] 碳纳米是一种具有特殊结构(径向尺寸为纳米量级,轴向尺寸为微米量级、管子两端基本上都封口)的一维量子材料。它不仅具有密度小、稳定性好的特征,而且还具有良好的力学性能和电学性能,是一种理想的增强体,并且由于碳纳米管的体积远小于常规纤维,所以在作为金属及增强体时,不会破坏基体的连续性,这些都为制备高性能复合材料奠定了良好的基础。在金属基复合材料领域中,铜基复合材料被广泛用作电子元件材料、滑动材料、触头材料、热交换材料、引线框架材料等。

[0003] 目前公知的碳纳米管增强铜基复合材料的制备方法一般是先对碳纳米管进行改性镀铜或者镀镍,然后在采用粉末冶金法制备碳纳米管增强铜基复合材料。

[0004] 在申请号为 CN 101619426A 名称为“碳纳米管增强铜基复合材料”的制备方法中采用了机械球磨法将碳纳米管断裂成所需要的碳纳米晶须,并对碳纳米晶须进行酸洗烘干然后在再制备混合均匀的碳纳米晶须与铜粉的复合粉末,本发明与其相比,在制粉工艺上更加节省时间,没有废酸的产生,保护环境,缩短了生产周期。

### 发明内容

[0005] 本发明的目的在于提供一种制备碳纳米管增强铜基复合材料的方法,省去了对碳纳米管的处理工序,以及对粉体进行超声和干燥的工序,制备时间短,制备量大,解决了碳纳米管在铜基复合材料中均匀分散的问题。

[0006] 本发明的技术方案是:碳纳米管、纯铜粉以及助剂作为原料,按高能球磨制备粉末→退火→压制成形→真空烧结→得到碳纳米管增强铜基复合材料的工艺流程,制得具有高强度、高硬度等性能的铜基复合材料。具体按照以下步骤完成:

(1)将复合材料 0.5 ~ 10wt% 的碳纳米管、85 ~ 99.4wt% 的铜粉以及 0.1 ~ 5wt% 的助剂,放入球磨机中进行球磨,选择保护气体作为球磨气氛以防止球磨过程中粉体氧化;

(2)将球磨后的粉料在 200℃ ~ 500℃ 的温度下进行退火,退火时间为 0.5 ~ 3 小时;

(3)将退火后的粉末在 100 ~ 1000Mp 的压力下进行压制,保压时间为 10 ~ 30 分钟;

(4)将步骤(3)中得到的压胚在真空度为  $10^{-2}$  ~  $6 \times 10^{-2}$  Pa、温度为 600 ~ 950℃ 的条件下处理 1 ~ 5 小时,烧结后随炉冷却到室温,得到碳纳米管增强铜基复合材料。

[0007] 所述碳纳米管的平均直径为 40 ~ 60nm,平均长度为 5 ~ 15  $\mu$ m。

[0008] 所述铜粉为铜重量百分含量  $\geq 99.5\%$  的铜粉,平均粒度为小于 100 目。

[0009] 所述助剂为硬脂酸、硬脂酸锌、聚乙烯、棕榈酸、硬脂酸铝中的一种或几种的任意混合物。

[0010] 所述球磨选用的保护气体为氩气。

[0011] 所述球磨使用的介质为不锈钢球,球料质量比为 5 ~ 50:1,球磨机转速 200 ~ 1000 转 / 分,球磨时间为 1 ~ 10 小时。

[0012] 本发明具有的有点和积极效果:在工艺上比较简单,不需处理碳纳米管,无废酸、废碱产生,能在较短的时间内使碳纳米管均匀分散在铜基中,并与铜基紧密结合,整个流程简单,制备周期短,资源利用率高,可以广泛应用于工业化生产。

### 具体实施方式

[0013] 以下结合实施例对本发明做进一步描述,但本发明不限于以下保护范围。

[0014] 实施例 1:

本实施例制备碳纳米管增强铜基复合材料的具体步骤经过如下:

(1)将 2.0g 的碳纳米管(平均直径为 40nm,平均长度为 10  $\mu$ m)、194g 铜粉(铜重量百分含量为 99.5% 的铜粉,平均粒度为小于 100 目)以及 4.0g 的硬脂酸,放入球磨机中进行球磨,选择氩气体作为球磨气氛以防止球磨过程中粉体氧化;球磨使用的介质为不锈钢球,球料比为 10:1 (质量比),球磨机转速 800 转 / 分,球磨时间为 5 小时;

(2) 将球磨后的粉料在 300 $^{\circ}$ C 的温度下进行退火,退火时间为 2 小时;

(3) 将退火后的粉末在 1000Mp 的压力下进行压制,保压时间为 10 分钟;

(4)将步骤(3)中得到的压胚在真空度为  $10^{-2}$ Pa、温度在 950 $^{\circ}$ C 的条件下处理 2 小时,烧结后随炉冷却到室温,得到碳纳米管增强铜基复合材料。材料的致密度为 93.6%,布氏硬度为 81.9HB,抗拉强度为 136Mpa。

[0015] 实施例 2:

本实施例制备碳纳米管增强铜基复合材料的具体步骤经过如下:

(1) 将 1g 的碳纳米管(平均直径为 50nm,平均长度为 5  $\mu$ m)、198.8g 的纯铜粉(铜重量百分含量为 99.8% 的铜粉,平均粒度为小于 100 目)以及 0.2g 的助剂(助剂为硬脂酸锌、聚乙烯的任意比例混合物),放入球磨机中进行球磨,选择氩气体作为球磨气氛以防止球磨过程中粉体氧化;球磨使用的介质为不锈钢球,球料比为 5:1 (质量比),球磨机转速 200 转 / 分,球磨时间为 10 小时。

[0016] (2) 将球磨后的粉料在 200 $^{\circ}$ C 的温度下进行退火,退火时间为 3 小时;

(3) 将退火后的粉末在 800Mp 的压力下进行压制,保压时间为 20 分钟;

(4) 将步骤(3)中得到的压胚在真空度为  $6 \times 10^{-2}$ Pa、温度在 800 $^{\circ}$ C 的条件下处理 1 小时,烧结后随炉冷却到室温,得到碳纳米管增强铜基复合材料。材料的致密度为 90.65%,布氏硬度为 104HB,抗拉强度为 92Mpa。

[0017] 实施例 3:

本实施例制备碳纳米管增强铜基复合材料的具体步骤经过如下:

(1) 将 20.0g 的碳纳米管(平均直径为 60nm,平均长度为 15  $\mu$ m)、170.0g 的纯铜粉(铜重量百分含量为 99.5% 的铜粉,平均粒度为小于 100 目)以及 10.0g 的助剂(助剂为聚乙烯、棕榈酸、硬脂酸铝的任意比例混合物),放入球磨机中进行球磨,选择氩气体作为球磨气氛以防止球磨过程中粉体氧化;球磨使用的介质为不锈钢球,球料比为 50:1(质量比),球磨机转速 1000 转 / 分,球磨时间为 1 小时。

[0018] (2) 将球磨后的粉料在 500 $^{\circ}$ C 的温度下进行退火,退火时间为 0.5 小时;

(3) 将退火后的粉末在 100Mp 的压力下进行压制,保压时间为 30 分钟;

(4) 将步骤(3)中得到的压胚在真空度为  $3 \times 10^{-2}$ Pa、温度在 600℃的条件下处理 5 小时,烧结后随炉冷却到室温,得到碳纳米管增强铜基复合材料。材料的致密度为 93.68%,布氏硬度为 82.6HB,抗拉强度为 137Mpa。