



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108598051 A

(43)申请公布日 2018.09.28

(21)申请号 201810526832.5

(22)申请日 2018.05.29

(66)本国优先权数据

201810320022.4 2018.04.11 CN

(71)申请人 杭州牛墨科技有限公司

地址 310016 浙江省杭州市江干区九环路9号4号楼4楼444室

(72)发明人 杨新 汪丰礼

(74)专利代理机构 北京国贝知识产权代理有限公司 11698

代理人 丛芳

(51)Int.Cl.

H01L 23/373(2006.01)

C01B 32/194(2017.01)

B82Y 30/00(2011.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种高导热的石墨烯碳纳米浆料及其制备方法

(57)摘要

本发明提供了一种导热的石墨烯碳纳米浆料及其制备方法,包括步骤(1)用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;(2)利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;(3)在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合30-120分钟;(4)将功能化的石墨烯分散液与有机溶剂、助剂、纳米二氧化硅粒子充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。用本发明的石墨烯碳纳米浆料制得的导热膜,测量导热系数为 $1800\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$,表现出优异的导热特性,并且是良好的远红外发热源材料。

1. 一种高导热的石墨烯碳纳米浆料,其特征在于,其由以下步骤制备得到:

(1) 用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;

(2) 利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;

(3) 在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合30-120分钟;

(4) 按重量份计,将3-5份含有0.12%~0.15%功能化纯石墨烯的功能化石墨烯分散液,与20-30份有机溶剂,4-8份的助剂和补足至80份的纳米二氧化硅粒子采用三维混合技术,通过公转和自转产生的剪切力,实现充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。

2. 根据权利要求1所述的高导热的石墨烯碳纳米浆料,其特征在于,所述高分散纳米二氧化硅的制备方法包括:

步骤a,将硅酸四乙酯加入到无水乙醇中,保持搅拌;

步骤b,加入催化剂稀盐酸,继续搅拌15~20小时;

步骤c,将胶体溶液进行真空干燥得到纳米二氧化硅粒子。

3. 根据权利要求1所述的高导热的石墨烯碳纳米浆料,其特征在于,步骤(2)中的偶联剂为硅烷偶联剂A171,A172,A151中的一种。

4. 根据权利要求1所述的高导热的石墨烯碳纳米浆料,其特征在于,步骤(4)中的有机溶剂为乙醇、丙酮、乙二醇、卡必醇中的一种或几种。

5. 一种高导热的石墨烯碳纳米浆料的制备方法,具体步骤如下:

(1) 用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;

(2) 利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;

(3) 在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合30-120分钟;

(4) 按重量份计,将3-5份含有0.12%~0.15%功能化纯石墨烯的功能化石墨烯分散液,与20-30份有机溶剂,4-8份的助剂和补足至80份的纳米二氧化硅粒子采用三维混合技术,通过公转和自转产生的剪切力,实现充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。

6. 根据权利要求5所述的高导热的石墨烯碳纳米浆料的制备方法,其特征在于,所述高分散纳米二氧化硅的制备方法包括:

步骤a,将硅酸四乙酯加入到无水乙醇中,保持搅拌;

步骤b,加入催化剂稀盐酸,继续搅拌15~20小时;

步骤c,将胶体溶液进行真空干燥得到纳米二氧化硅粒子。

7. 根据权利要求5所述的高导热的石墨烯碳纳米浆料的制备方法,其特征在于,步骤(2)中的偶联剂为硅烷偶联剂A171,A172,A151中的一种。

8. 根据权利要求5所述的高导热的石墨烯碳纳米浆料的制备方法,其特征在于,步骤(4)中的有机溶剂为乙醇、丙酮、乙二醇、卡必醇中的一种或几种。

一种高导热的石墨烯碳纳米浆料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于新材料制备技术领域,具体涉及一种高导热的石墨烯碳纳米浆料及其制备方法。

背景技术

[0002] 近几年来各种芯片尺寸进一步缩小,功率增加,热量集中在小尺寸芯片内,导致芯片的热密度更高,当结温的变化势必引起内部电子和空穴浓度、禁带宽度和载流子迁移率等微观参数的变化,从而使芯片加速老化及使用寿命缩短等一系列问题,甚至会引起芯片失效。因此,采用新的高导热复合材料是势在必行的

[0003] 石墨烯是一种由碳原子以 sp^2 杂化轨道组成的六角形并呈蜂巢晶格的薄膜,是只有一个碳原子厚度的二维材料。石墨烯一直被认为是假设性的结构,无法在常温下单独稳定存在,直至2004年才在实验室中从石墨中成功分离得到并证实其可以单独存在。石墨烯是目前发现的最薄、强度最大、导电、导热性能最强的新型纳米材料,被称为“黑金”、“新材料之王”,有科学家预言石墨烯将“彻底改变21世纪”,正掀起一场颠覆性的新材料产业革命。导热作为石墨烯材料的一项基本物理性能,导热率甚至高达 $5300W/m \cdot k$ 。石墨烯所具有的快速导热与散热特性使得石墨烯成为极佳的散热材料,可用于智能手机、平板电脑、大功率节能LED、卫星电路、激光武器等设备的散热。

[0004] 由于石墨烯的高力学性能、高导热性能和低热膨胀性能,被认为是一种非常有前途的增强体。但石墨烯在基体材料中的分散性比较差,且石墨烯的片与片之间范德华力较大,很容易出现团聚现象,使其难溶于水及其它常用的有机溶剂,进而限制了石墨烯的进一步研究与应用。

发明内容

[0005] 本发明针对上述问题,提供了一种高导热的石墨烯碳纳米浆料及其制备方法,具体步骤如下:

[0006] (1) 用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;

[0007] (2) 利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;

[0008] (3) 在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合30-120分钟;

[0009] (4) 按重量份计,将3-5份含有0.12%~0.15%功能化纯石墨烯的功能化石墨烯分散液,与20-30份有机溶剂,4-8份的助剂和补足至80份的纳米二氧化硅粒子采用三维混合技术,通过公转和自转产生的剪切力,实现充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。

[0010] 优选地,所述高分散纳米二氧化硅的制备方法包括:

[0011] 步骤a,将硅酸四乙酯加入到无水乙醇中,保持搅拌;

[0012] 步骤b,加入催化剂稀盐酸,继续搅拌15~20小时;

- [0013] 步骤c,将胶体溶液进行真空干燥得到纳米二氧化硅粒子。
- [0014] 优选地,步骤(2)中的偶联剂为硅烷偶联剂A171,A172,A151中的一种;
- [0015] 优选地,步骤(4)中的有机溶剂为乙醇、丙酮、乙二醇、卡必醇中的一种或几种。
- [0016] 本发明的有益效果是:将高分散的纳米二氧化硅粒子与石墨烯制备复合浆料,提高石墨烯材料的分散性,扩大其在导电、导热材料方面的应用范围;而由于石墨烯为极薄的二维片层结构,做为增强材料分布于材料体系中,可以有效的与基体发生作用,形成平面与网状互联的增强体系,可提高导热材料的品质。

具体实施方式

[0017] 下面通过实施例对本发明进行具体描述,本实施例只用于对本发明做进一步的说明,不能理解为对本发明保护范围的限制,本领域的技术人员根据上述发明的内容做出一些非本质的改变和调整均属本发明的保护范围。

[0018] 实施例1

[0019] (1)用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;

[0020] (2)利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;

[0021] (3)在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合30分钟;

[0022] (4)按重量份计,将3份含有0.12%功能化纯石墨烯的功能化石墨烯分散液,与20份有机溶剂,4份的助剂和补足至80份的纳米二氧化硅粒子采用三维混合技术,通过公转和自转产生的剪切力,实现充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。

[0023] 其中,所述高分散纳米二氧化硅的制备方法包括:

[0024] 步骤a,将硅酸四乙酯加入到无水乙醇中,保持搅拌;

[0025] 步骤b,加入催化剂稀盐酸,继续搅拌15小时;

[0026] 步骤c,将胶体溶液进行真空干燥得到纳米二氧化硅粒子。

[0027] 步骤(2)中的偶联剂为硅烷偶联剂A171;步骤(4)中的有机溶剂为乙醇

[0028] 实施例2

[0029] (1)用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;

[0030] (2)利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;

[0031] (3)在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合60分钟;

[0032] (4)按重量份计,将4份含有0.13%功能化纯石墨烯的功能化石墨烯分散液,与25份有机溶剂,6份的助剂和补足至80份的纳米二氧化硅粒子采用三维混合技术,通过公转和自转产生的剪切力,实现充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。

[0033] 其中,所述高分散纳米二氧化硅的制备方法包括:

[0034] 步骤a,将硅酸四乙酯加入到无水乙醇中,保持搅拌;

[0035] 步骤b,加入催化剂稀盐酸,继续搅拌18小时;

[0036] 步骤c,将胶体溶液进行真空干燥得到纳米二氧化硅粒子。

[0037] 步骤(2)中的偶联剂为硅烷偶联剂A171;步骤(4)中的有机溶剂为丙酮。

[0038] 实施例3

- [0039] (1) 用凝胶-溶胶法制备高分散的纳米二氧化硅粒子;
- [0040] (2) 利用偶联剂对氧化石墨烯进行改性,通过偶联剂与石墨烯反应得到功能化石墨烯,功能化石墨烯经超声处理后分散在丁基卡必醇分散液中,形成功能化石墨烯分散液;
- [0041] (3) 在搅拌的状态下向石墨烯醇溶液中加入纳米二氧化硅粒子,混合30-120分钟;
- [0042] (4) 按重量份计,将5份含有0.15%功能化纯石墨烯的功能化石墨烯分散液,与30份有机溶剂,8份的助剂和补足至80份的纳米二氧化硅粒子采用三维混合技术,通过公转和自转产生的剪切力,实现充分混合均匀,得到高导热的石墨烯碳纳米浆料。
- [0043] 其中,所述高分散纳米二氧化硅的制备方法包括:
- [0044] 步骤a,将硅酸四乙酯加入到无水乙醇中,保持搅拌;
- [0045] 步骤b,加入催化剂稀盐酸,继续搅拌20小时;
- [0046] 步骤c,将胶体溶液进行真空干燥得到纳米二氧化硅粒子。
- [0047] 步骤(2)中的偶联剂为硅烷偶联剂A151中的一种;
- [0048] 步骤(4)中的有机溶剂为卡必醇中的一种或几种。
- [0049] 将上述实施例1-3所制备到的高导热的石墨烯碳纳米浆料与聚酰亚胺膜进行交叉堆叠并碳化后,制得石墨烯导热膜,测量导热系数为 $1800\text{W}/\text{m}\cdot\text{k}$,表现出优异的导热特性。将该导热膜用于远红外发热源进行测试,可将其15秒内升温至300摄氏度,具有持续的发热功能,并且远红外光波稳定,是良好的远红外发热源材料。
- [0050] 以上所述,仅为本发明的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应以所述权利要求的保护范围为准。