



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104046833 A

(43) 申请公布日 2014. 09. 17

(21) 申请号 201410271788. X

(22) 申请日 2014. 06. 18

(71) 申请人 南昌航空大学

地址 330000 江西省南昌市红谷滩新区丰和南大道 696 号

(72) 发明人 董应虎 龙涛 张瑞卿 叶志国 陈庆军 甘海潮

(74) 专利代理机构 南昌洪达专利事务所 36111 代理人 刘凌峰

(51) Int. Cl.

C22C 9/00 (2006. 01)

C22C 26/00 (2006. 01)

C22C 1/02 (2006. 01)

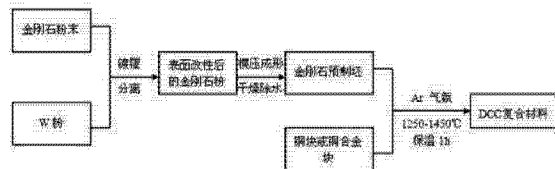
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种高导热性能的金刚石 / 铜复合材料及其制备方法

(57) 摘要

一种高导热性能的金刚石 / 铜复合材料及其制备方法,属于金属材料领域。复合材料由铜或铜合金、金刚石颗粒、过渡层组成,其中铜或铜合金体积分数为 38%-49%,金刚石颗粒与过渡层所占体积分数 62%-51%,金刚石的粒径范围为 80 μm-130 μm。制备工艺流程:金刚石的预处理、盐浴镀覆、预制坯的制备、无压熔渗制备复合材料。本发明的优点:可以直接近终成形制备出具有高体积分数高导热性能的金刚石 / 铜复合材料,并且复合材料的致密度高、组织分布均匀、界面厚度可控、导热率很高,该工艺设备简单、可操作性强、能耗成本低廉、可实现批量生产,具有高导热性能,可应用于热管理或电子封装领域。



1. 一种高导热性能的金an石 / 铜复合材料,其特征在於:复合材料包括铜或铜合金、金刚石颗粒、过渡层,其中过渡层内层为 WC 与 W_2C 相外层为 W 相的结构。

2. 根据权利要求 1 所述的一种高导热性能的金an石 / 铜复合材料,其特征在於:所述金刚石颗粒的粒度为 $80\ \mu\text{m}$ - $130\ \mu\text{m}$,金刚石与过渡层体积分数为 62%-51%,铜或铜合金体积分数为 38%-49%。

3. 一种权利要求 1 所述的高导热性能的金an石 / 铜复合材料的制备方法,其特征在於制备方法步骤如下:

(1) 金刚石表面预处理,将金刚石颗粒表面净化、除油、粗化处理;

(2) 金刚石表面盐浴镀 W,将预处理后的金刚石粉末与 W 粉按质量比 1:5 混合均匀,将混合粉体置于氧化铝坩埚的底部并压实,然后在混合粉体上面盖上一层质量比为 1:1 的 NaCl 与 KCl 的混合盐并压实,最后盖上盖子将坩埚置于箱式电阻炉中加热, 1100°C - 1200°C 保温 30-120min,其中升温速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$,最后溶解基盐、分离出改性后的金刚石颗粒;

(3) 金刚石预制坯的制备,将表面改性后的金刚石颗粒添加质量比为 1-3% 的粘结剂,充分混合均匀,粘结剂质量百分浓度为 5-8%,在压片机上压成预制坯,再在氩气保护气氛下脱水脱脂得到多孔金刚石预制坯,最后将适量的铜或铜合金块置于预制坯上方一起放入氩气气氛炉子加热到 1250°C - 1450°C ,保温 60min-90min,其中升温速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$,随炉冷却,得到金刚石 / 铜复合材料。

混合粉体置于氧化铝坩埚的底部并压实,然后在混合粉体上面盖上一层 NaCl 与 KCl 的混合盐并压实,其 NaCl 与 KCl 的质量比为 1:1,最后盖上盖子将坩埚置于箱式电阻炉中加热 1100℃ -1200℃ 保温 30-120min,其中升温速率为 5℃ /min,最后溶解基盐、分离出改性后的金刚石颗粒。

[0007] 3) 金刚石预制坯的制备:将表面改性后的金刚石颗粒添加质量比为 1-3% 的 PVA(聚乙烯醇) 粘结剂,充分混合均匀,粘结剂质量百分溶度为 5-8%,在压片机上压成预制坯,再在氩气保护气氛下脱水脱脂得到多孔金刚石预制坯,最后将适量的铜或铜合金块置于预制坯上方一起放入氩气气氛炉子加热到 1250℃ -1450℃,保温 60min-90min,其中升温速率为 5℃ /min,随炉冷却,得到致密的金刚石 / 铜复合材料。其工艺流程如图 1 所示

本发明制备的 DCC 复合材料,与现有的工艺和电子封装材料相比优点有:

金刚石 / 铜复合材料结合了金刚石高的热导率、高硬度、低热膨胀系数以及铜的高导热导电、良好的塑性等优点,使 DCC 复合材料在电子封装、热管理应用领域有着巨大发展潜力。

[0008] 通过盐浴法对金刚石表面改性,使表面形成 W₂C、WC、W 的过渡层,该过渡层既能改善两相相容性提高结合力又能降低界面热阻,从而提高了复合材料的致密度和热导率。

[0009] 采用盐浴法金刚石表面改性,再模压法近终成型结合无压熔渗制备复合材料的方法,设备简单、可操作性强、后续加工少、耗能成本低、为批量工业化生产提高了可能。

附图说明

[0010] 图 1 为本发明实施的工艺流程图。

具体实施方式

[0011] 以下结合附图说明对本发明的实施例作进一步详细描述,但本实施例并不用于限制本发明,凡是采用本发明的相似结构及其相似变化,均应列入本发明的保护范围。

[0012] 如图 1 所示,实施例 1:1300℃ 下制备金刚石 / 铜复合材料。

[0013] 1) 将金刚石平均粒度为 105 μ m 的颗粒表面净化、除油预处理;

2) 金刚石表面盐浴镀 W:将预处理后的金刚石粉末与 W 粉按质量比 1:5,加入适量的酒精在混料机均匀混合 5h,将混合粉体置于氧化铝坩埚的底部并压实,然后在混合粉体上面盖上一层 NaCl 与 KCl 的混合盐并压实,其 NaCl 与 KCl 的质量比为 1:1,最后盖上盖子将坩埚置于箱式电阻炉中加热 1150℃ 保温 120min,其中升温速率为 5℃ /min,最后溶解基盐、分离出改性后的金刚石颗粒。金刚石表面钨镀层与钨的碳化物层厚度为 3 μ m。

[0014] 3) 金刚石预制坯的制备:将表面改性后的金刚石颗粒添加质量比为 1-3% 的聚乙烯醇(PVA) 粘结剂,充分混合均匀,粘结剂质量百分溶度为 5-8%,再将粉末放入模腔,在压片机上压制压力 6KN 保压时间为 2min 压成预制坯,将预制坯置于干燥箱干燥 5h,再在氩气保护气氛炉下加热 400℃ 保温 30min 脱水脱脂得到多孔金刚石预制坯,最后将适量的纯度为 99.999% 的铜块置于预制坯上方一起放入氩气气氛炉子加热到 1300℃,保温 60min,其中升温速率为 5℃ /min,随炉冷却,得到致密的金刚石 / 铜复合材料。

[0015] 实施例 2:1400℃ 下制备金刚石 / 铜复合材料。

[0016] 1) 将金刚石平均粒度为 105 μ m 的颗粒表面净化、除油预处理;

2) 金刚石表面盐浴镀 W :将预处理后的金刚石粉末与 W 粉按质量比 1:5,加入适量的酒精在混料机上均匀混合 5h,将混合粉体置于氧化铝坩埚的底部并压实,然后在混合粉体上面盖上一层 NaCl 与 KCl 的混合盐并压实,其 NaCl 与 KCl 的质量比为 1:1,最后盖上盖子将坩埚置于箱式电阻炉中加热 1150℃保温 120min,其中升温速率为 5℃ /min,最后溶解基盐、分离出改性后的金刚石颗粒。金刚石表面钨镀层与钨的碳化物层厚度为 3 μ m。

[0017] 3) 金刚石预制坯的制备 :将表面改性后的金刚石颗粒添加质量比为 1-3% 的聚乙烯醇(PVA) 粘结剂,充分混合均匀,粘结剂质量百分溶度为 5-8%,再将粉末放入模腔,在压片机上压制压力 6KN 保压时间为 2min 压成预制坯,将预制坯置于干燥箱干燥 5h,再在氩气保护气氛炉下加热 400℃保温 30min 脱水脱脂得到多孔金刚石预制坯,最后将适量的纯度为 99.999% 的铜块置于预制坯上方一起放入氩气气氛炉子加热到 1400℃,保温 60min,其中升温速率为 5℃ /min,随炉冷却,得到致密的金刚石 / 铜复合材料。

[0018] 实施例 3: 形成 1 μ m 镀层后,1300℃下制备金刚石 / 铜复合材料。

[0019] 1) 将金刚石平均粒度为 105 μ m 的颗粒表面净化、除油预处理 ;

2) 金刚石表面盐浴镀 W :将预处理后的金刚石粉末与 W 粉按质量比 1:5,加入适量的酒精在混料机上均匀混合 5h,将混合粉体置于氧化铝坩埚的底部并压实,然后在混合粉体上面盖上一层 NaCl 与 KCl 的混合盐并压实,其 NaCl 与 KCl 的质量比为 1:1,最后盖上盖子将坩埚置于箱式电阻炉中加热 1150℃保温 10min,其中升温速率为 5℃ /min,最后溶解基盐、分离出改性后的金刚石颗粒。金刚石表面钨镀层与钨的碳化物层厚度为 1 μ m。

[0020] 3) 金刚石预制坯的制备 :将表面改性后的金刚石颗粒添加质量比为 1-3% 的聚乙烯醇(PVA) 粘结剂,充分混合均匀,粘结剂质量百分溶度为 5-8%,再将粉末放入模腔,在压片机上压制压力 6KN 保压时间为 2min 压成预制坯,将预制坯置于干燥箱干燥 5h,再在氩气保护气氛炉下加热 400℃保温 30min 脱水脱脂得到多孔金刚石预制坯,最后将适量的纯度为 99.999% 的铜块置于预制坯上方一起放入氩气气氛炉子加热到 1300℃,保温 60min,其中升温速率为 5℃ /min,随炉冷却,得到致密的金刚石 / 铜复合材料。

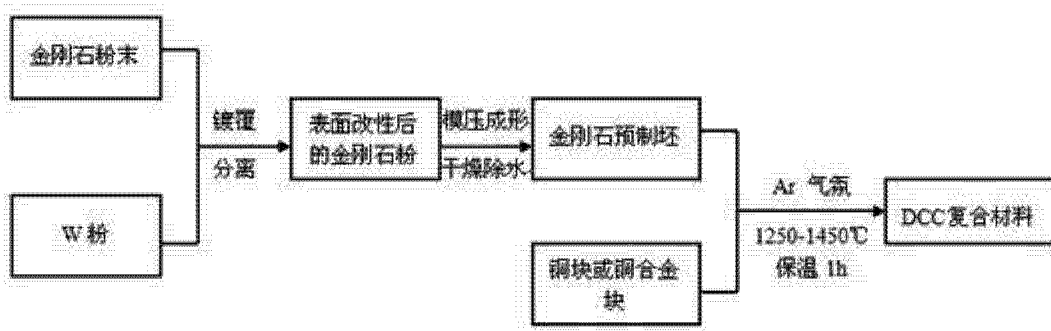


图 1