



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107189091 A

(43)申请公布日 2017.09.22

(21)申请号 201610146112.7	<i>C08L 61/16</i> (2006.01)
(22)申请日 2016.03.15	<i>C08L 27/16</i> (2006.01)
(71)申请人 BGT材料有限公司	<i>C08L 61/06</i> (2006.01)
地址 英国M139PL曼彻斯特牛津道英国曼彻斯特大学光子科学研究所2.312	<i>C08L 33/00</i> (2006.01)
	<i>B32B 9/00</i> (2006.01)
	<i>B32B 9/04</i> (2006.01)
(72)发明人 张静瑜 张国兴 陈家庆 赖中平	<i>B32B 37/06</i> (2006.01)
(74)专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司 11227	<i>B32B 37/10</i> (2006.01)
代理人 王宝筠	

(51)Int.Cl.
C08J 5/18(2006.01)
C08K 3/38(2006.01)
C08L 67/02(2006.01)
C08L 81/02(2006.01)
C08L 79/08(2006.01)

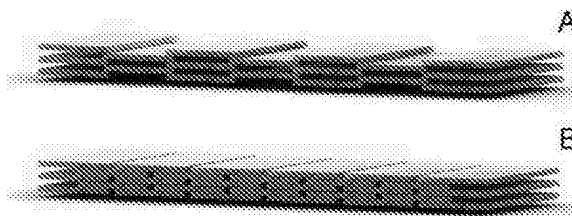
权利要求书1页 说明书4页 附图2页

(54)发明名称

六方氮化硼薄片的制造方法

(57)摘要

本发明提供一种六方氮化硼薄片的制造方法,包括步骤:a)将电介质聚合物溶解在溶剂中;b)混合六方氮化硼粉末,以形成良好混合的六方氮化硼涂布浆料;c)将所述浆料涂布于多个基材上,并在摄氏100至150度下进行干燥;d-1)对于单一的六方氮化硼薄片,通过滚压处理,将介电聚合物层由基材上剥离;d-2)对于基材上的六方氮化硼薄片,在摄氏100至250度下对所述多个基材及多个六方氮化硼薄片进行热压,用以形成多层基材。据此,六方氮化硼薄片能够展现10至40瓦/米·度(w/m.k)的导热率,这比目前使用的热管理更加显著。



1. 一种六方氮化硼薄片的制造方法, 其特征在于, 包括步骤:
 - a. 将10至80重量百分比的电介质聚合物溶解在溶剂中;
 - b. 混合20至90重量百分比的六方氮化硼粉末, 以形成良好混合的六方氮化硼涂布浆料;
 - c. 将所述浆料涂布于多个基材上, 并在摄氏100至150度下进行干燥, 在此处理步骤后, 可获得一层的六方氮化硼薄片;
 - d-1. 对于单一的六方氮化硼薄片, 通过滚压处理, 将介电聚合物层由基材上剥离;
 - d-2. 对于多个基材上的六方氮化硼薄片, 在摄氏100至250度下对所述多个基材及多个六方氮化硼薄片进行热压, 用以形成多层基材。
2. 根据权利要求1所述的六方氮化硼薄片的制造方法, 其特征在于, 所述电介质聚合物为下列聚合物的至少一种, 包括聚对苯二甲酸乙酯(PETP), 聚苯硫醚(PPS), 聚醚酰亚胺(PEI), 聚醚醚酮(PEEK), 聚醚酮(PEK), 聚酰亚胺(PI), 聚偏二氟乙烯(PVDF), 酚醛树脂或丙烯酸树脂。
3. 根据权利要求1所述的六方氮化硼薄片的制造方法, 其特征在于, 所述六方氮化硼粉末的厚度为1至500纳米, 且其尺寸为0.1至100微米。
4. 根据权利要求1所述的六方氮化硼薄片的制造方法, 其特征在于, 所述多个基材为导电层, 例如钙或铝箔。
5. 根据权利要求1所述的六方氮化硼薄片的制造方法, 其特征在于, 一导电层的厚度介于10微米至100微米。

六方氮化硼薄片的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种六方氮化硼薄片的制造方法,能够展现10至40瓦/米·度(w/m.k)的导热率,这比目前使用的热管理更加显著。

背景技术

[0002] 增加电路密度且现代电子学的小型化能高效除热并散热,对以往的电子设备及系统更是使其可靠运转的关键。因此,此行业可适用于各种热管理应用的新型导热材料,且具迫切需要。如果这样的材料可具电绝缘性,将更有益,因为它们能够直接应用于电子电路上。

[0003] 不幸的是,大部分具经济效益且可行的绝缘材料具低导热性,这严重限制了它们的应用,无法作为高效散热器。

[0004] 已经知道的是,大量的六方氮化硼(hBN)具有其它材料中最高基面的热导率(在室温下高达400瓦/米·度),并几乎与银相匹配。在六方氮化硼中,最近的兴趣在于研究用于热管理应用的石墨烯电绝缘性。除了优良的介电性能,几个原子层的六方氮化硼晶体表现出大量价值,并预计可超过高导热值。可考虑将具有异常高导热性的六方氮化硼的电绝缘特性罕见的组合,用于最有希望的下一代热管理材料候选材料。然而,将多层的六方晶氮化硼晶体用于实际应用上,需要使导热层具可挠性或共形表面,并在较佳方性的导热通道内具有较小的热结。这些需求可通过获取具有六方氮化硼晶体的多个薄片(最好是单层),而被实现。之前的石墨烯薄片具有相对高的热导率(高达100瓦/米·度),证明该石墨烯薄片具完美的涂料特性。不幸的是,这样的石墨烯薄片的潜在热管理应用数量被它们的高导电率限制。另一方面,六方氮化硼薄片可预期提供高导热性及优良的电绝缘性组合,而成为电子工业的典范。

发明内容

[0005] 本发明的主要目的是提供一种六方氮化硼薄片的制造方法,能够展现10至40瓦/米·度(w/m.k)的导热率,这比目前使用的热管理更加显著。

[0006] 本发明的次要目的是提供一种六方氮化硼薄片的制造方法,该六方氮化硼薄片的导热率可随着渐增的质量密度而提升,为开启微调六方氮化硼薄片热性能的方式。

[0007] 为了获致上述目的,本发明所提供的一种六方氮化硼薄片的制造方法,包括步骤:

[0008] a)将10至80重量百分比的电介质聚合物溶解在溶剂中;

[0009] b)混合20至90重量百分比的六方氮化硼粉末,以形成良好混合的六方氮化硼涂布浆料;

[0010] c)将所述浆料涂布于多个基材上,并在摄氏100至150度下进行干燥,在此处理步骤后,可获得一层的六方氮化硼薄片;

[0011] d-1)对于单一的六方氮化硼膜片,通过滚压处理,将介电聚合物层由水批中的基材上剥离;

[0012] d-2)对于多个基材上的六方氮化硼膜片,在摄氏100至250度下对所述多个基材及多个六方氮化硼薄片进行热压,用以形成多层基材。

[0013] 有关本发明的具体实施方式及其技术特点和功效,下文将配合图式说明如下。

附图说明

[0014] 图1A是六方氮化硼薄片的光学影像示意图,其中,对比度的垂直变化是源于充电及1微米的比例尺;

[0015] 图1B是六方氮化硼薄片的光学影像剖视图,其中,比例尺为1微米;

[0016] 图2显示出不同质量密度值 ρ 的六方氮化硼薄片,在温度函数T下被测量的热导率 κ ;

[0017] 图3显示出六方氮化硼薄片的热导率 κ 对应密度函数,在摄氏80度温度下进行测量,其中,颜色灰阶由图上左至右深浅不同的个别曲线代表在不同数值下接触热导率的模拟结果;

[0018] 图4为低密度样本A及高密度样本B用于数值仿真的薄片模型示意图,其中,一单一六方氮化硼薄片为一具横向尺寸1微米 \times 1微米,且厚度为10纳米的固体块。

具体实施方式

[0019] 本发明一较佳实施例的一种六方氮化硼薄片的制造方法,包括步骤:

[0020] a)将10至80重量百分比的电介质聚合物溶解在溶剂中。较佳的是,所述电介质聚合物为下列聚合物的至少一种,包括聚对苯二甲酸乙酯(PETP),聚苯硫醚(PPS),聚醚酰亚胺(PEI),聚醚醚酮(PEEK),聚醚酮(PEK),聚酰亚胺(PI),聚偏二氟乙烯(PVDF),酚醛树脂或丙烯酸树脂。

[0021] b)混合20至90重量百分比的六方氮化硼(hBN)粉末,以形成良好混合的六方氮化硼涂布浆料。较佳的是,所述六方氮化硼粉末的厚度为1至500纳米,且其尺寸为0.1至100微米。

[0022] c)将所述浆料涂布于多个基材上,并在摄氏100至150度下进行干燥,在此处理步骤后,可获得一层的六方氮化硼薄片。

[0023] d-1)对于单一的六方氮化硼薄片,通过滚压处理,将介电聚合物层由基材上剥离。

[0024] d-2)对于多个基材上的六方氮化硼薄片,在摄氏100至250度下对所述多个基材及多个六方氮化硼薄片进行热压,用以形成多层基材。

[0025] 较佳的是,所述多个基材为导电层,例如钙或铝箔。

[0026] 较佳的是,一导电层的厚度是介于10微米至100微米。

[0027] 请参阅图1A及图1B,所述薄膜的顶部及剖面光学影像图分析透露出六方氮化硼薄膜的主要横向尺寸约为10纳米,具约为1微米的平均厚度。所述光学影像图亦显示六方氮化硼粉末如何构建散热通道,以展示其高导热性。图1A显示在六方氮化硼粉末之间的侧向触点,而图1B显示出六方氮化硼粉末非晶堆栈的剖视图,这可确保热量可被散热至所有方向。

[0028] 所研究的薄片的热传导率 κ 是使用下列公式计算

$$[0029] \quad \kappa = \alpha \rho C_p, \quad (1)$$

[0030] 这里的 α 是内面的热扩散, ρ 是指材料质量密度,而 C_p 是比热。这三个参数是在实验

中被单独确认。

[0031] 热扩散 α 作为温度 T 的函数可通过可商业系统(耐驰LFA 457)的激光闪光法进行测定。为了测量内面的热扩散率,特定的样本架已被使用,其可容纳被切成直径22毫米圆形的单一六方氮化硼薄膜样本。所述样本背面的直径约为5毫米,且被一激光束以闪光加热。在时间函数下的热扩散是沿着薄片的顶部周缘,被一红外线检测器由样本中心的5至6毫米内被检测。为了避免不必要的反射,所述样本及样本保持器已经被喷涂上石墨漆。在测量期间,激光闪光系统的样本是以30毫升/分流量的氮气连续清洗。所述样本的比热 C_p 可使用蓝宝石作为参考样本,以差示扫描量热计(耐驰DSC 404 F3)进行测定。所述质量密度 ρ 可通过加权该样本的已知尺寸,以精密电子天平进行量秤。

[0032] 为了评估薄膜组合物的效果,我们测得四个六方氮化硼薄片在温度函数 T 下的热传导率 κ ,具有不同的质量密度 ρ 。如图2所示,该质量密度 ρ 分别为1.58、1.60、1.64、1.65克/立方厘米(g/cm^3),热导率是弱度依赖于温度,且可随着密度的增加而增加。所述热导率的观察值落在10至20瓦/米·度($w/m.k$)之间,这当然是一个工业相关值。

[0033] 为了更好了解该材料密度在热导率上的影响,我们研究了在质量密度值 ρ 上的 κ 于室温下的依赖度。薄片样本的密度是以两种不同的方式来控制:(i)利用不同厚度的六方氮化硼薄片(仅限制 ρ 的变化可以用这种方式来实现),和(ii):利用额外的辊子压缩变化所述六方氮化硼薄片。这两种方法都在热传导率上具有相同的效果。本研究的合并结果显示于图3。类似的数据显示于图2,所述热导率倾向于随着六方氮化硼薄片的密度增加而增加。

[0034] 在对不同密度的薄片进行系统性的光学影像检验后,我们的结论是,密度变化的主要原因在于堆栈的六方氮化硼薄片之间存在的空隙大小。二个具有不同密度的薄片是显示于图4中。因此,我们的归纳出通过更多的空隙,可造成热路径中的不连续性,并降低热导率。

[0035] 为了证实我们的建议,我们建立多个具空隙的薄片的热流模式。我们使用ABAQUS 2011进行数值模拟,定义元分析软件包。为了探索有效导热性及六方氮化硼薄片密度之间的关系,我们通过下列方程式模拟控制稳态热传:

$$[0036] \quad \rho C_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\kappa(T) \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\kappa(T) \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left(\kappa(T) \frac{\partial T}{\partial z} \right) + Q, \quad (2)$$

[0037] 其中, Q 是热通量,且 $\partial T / \partial t = 0$ (稳态传热)。所述模型系统是利用ABAQUS组件类型DC2D8进行评估,且如图4所示,是以1微米 \times 1微米的横向尺寸及10纳米厚度的导热介质的有序堆栈固体块的条带表示。为了模拟六方氮化硼薄片,所述固体块的热传导率是选择在室温下390瓦/米·度($w/m.k$)。为了改变仿真薄片的有效密度,我们调整了相邻固块间的堆栈区域,如图4样本A.B所示。此外,考虑到堆栈薄片之间的不完善热接触,有限的接触热导率已被引入至所述模型中。所述最终模拟结果通过在 10^5 至 10^6 瓦/米 2 ·度($w/m^2.k$)范围中的接触热导率来变化实验数据进行相互匹配。所述六方氮化硼薄片的所得有效热传导率 κ_{eff} 是使用傅立叶定律计算:

$$[0038] \quad \kappa_{eff} = q \frac{L}{\Delta T}, \quad (3)$$

[0039] 这里的 q 表示通过所述薄片的截面总净热流, L 为所述薄片条带的总长度,而 ΔT 表示所述条带热端及冷端之间的温度差。

[0040] 所述数值模拟的结果是通过图3中的实线显示。各曲线代表在所述堆栈的薄片之间具不同接触热阻的薄片有效热导率。所述仿真仅显示与实验数据定性一致,因为我们的模型较简易。一个更精确的模拟将不得不考虑薄片的尺寸分布及在填充密度上的接触电导依赖性。然而,我们最初的假设为该热传导率是被所述薄片内部存在的空隙限制,这已通过此一简单的模型被证实。此外,所述接触热导率粗略估计为 10^6 瓦/米²·度(w/m².k)序列。在所述有接触热导率上没有的数据仍可适用于此一系统,但一近似于石墨烯/六方氮化硼接口公开大约为 $7 \cdot 10^6$ 瓦/米²·度(w/m².k),此幅度顺序高于我们的仿真预估。最可能的解释是,所述六方氮化硼薄片的表面被溶剂残留物污染,这又降低了横跨薄片至薄片接口的导热率。

[0041] 最后,我们证明了六方氮化硼油墨可用于制造具有高达20瓦/米·度(w/m.k)的热导率的薄片。在上述实施例中,这比目前在热管理中所使用的材料效果更显著。我们还证明有效导热率可通过改变薄片填充密度来做调整。我们还通过改进薄片至薄片接口的质量来证明一用于增加热传导的潜在方法。要达到电绝缘,六方氮化硼薄片有可能开启了一新的途径,并可作为先进的热管理材料。

[0042] 虽然本发明已通过上述的实施例公开如上,然而其并非用以限定本发明,任何本领域技术人员,在不脱离本发明的精神和范围内,当可作些许的更动与润饰,因此本发明的专利保护范围以权利要求发明权利要求内容为准。

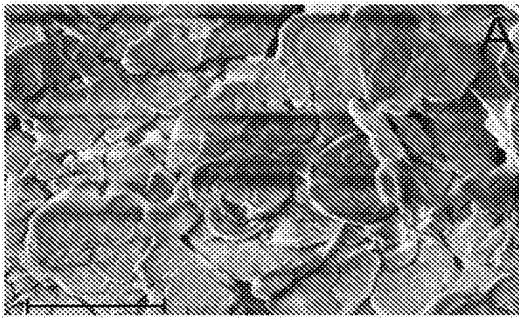


图1A

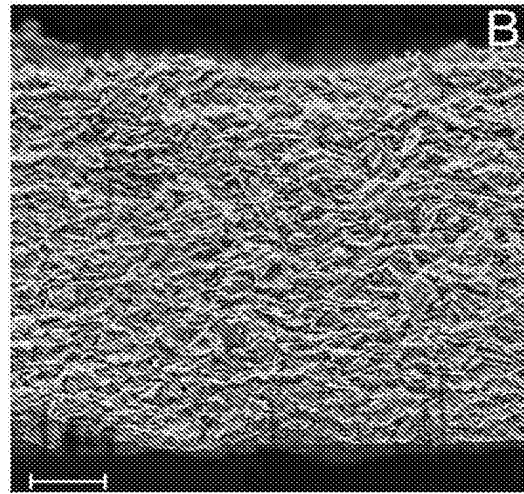


图1B

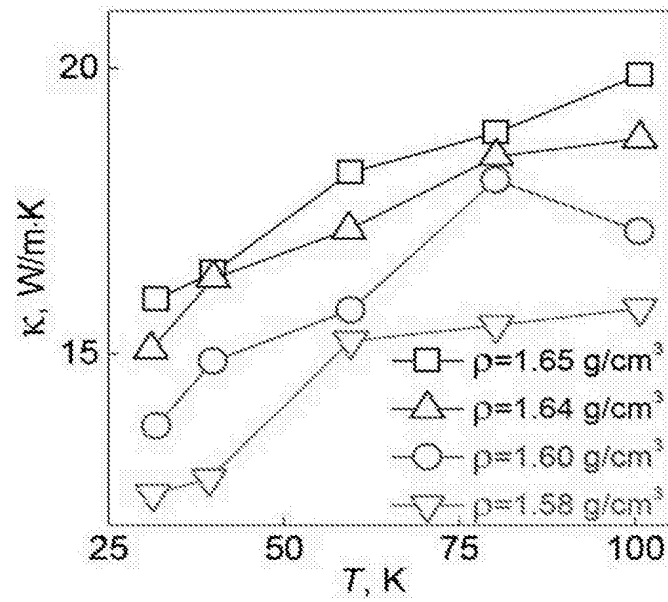


图2

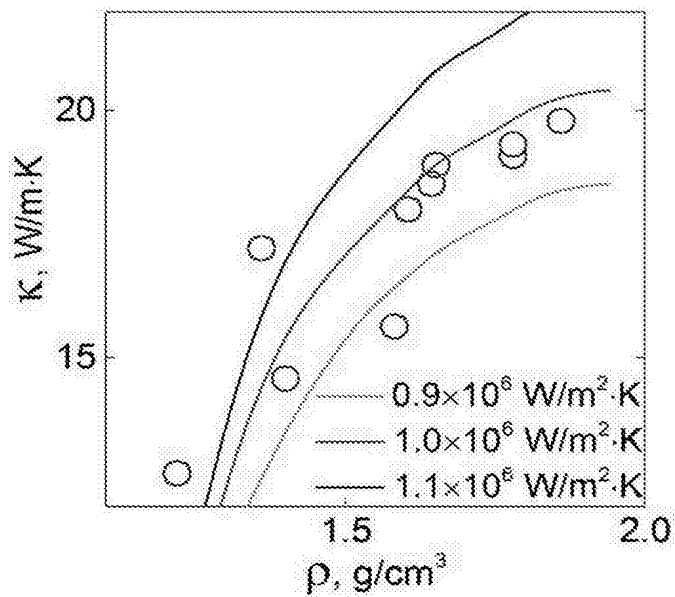


图3

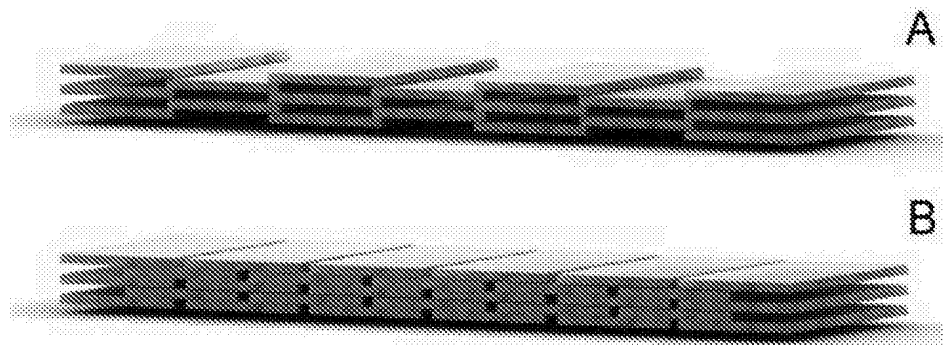


图4