



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103627939 A

(43) 申请公布日 2014. 03. 12

(21) 申请号 201310605985. 6

(22) 申请日 2013. 11. 26

(71) 申请人 武汉理工大学

地址 430070 湖北省武汉市洪山区珞狮路
122 号

(72) 发明人 张联盟 刘尧 沈强 罗国强
王传彬 张清杰 刘凰

(74) 专利代理机构 湖北武汉永嘉专利代理有限
公司 42102

代理人 王守仁

(51) Int. Cl.

C22C 26/00 (2006. 01)

C22C 1/05 (2006. 01)

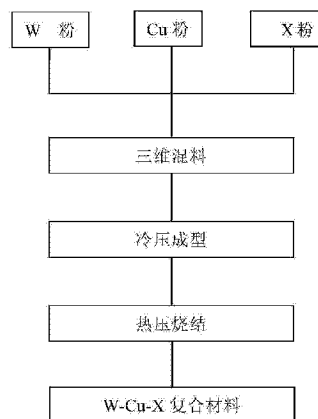
权利要求书1页 说明书4页 附图5页

(54) 发明名称

一种新型三元热用复合材料及其制备方法

(57) 摘要

本发明是一种新型三元热用复合材料及其制备方法, 该材料成分体积比为: $15\text{vol}\% \leq \text{Cu} \leq 30\text{vol}\%$, $70\text{vol}\% \leq (\text{W}+\text{Diamond}) \leq 85\text{vol}\%$, $70\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond}) \leq \text{W} < 100\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond})$, $0\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond}) < \text{Diamond} \leq 30\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond})$; 其制备步骤为选取 W、Cu、Diamond 原料, 按配比称重, 采用行星球磨混合, 然后采用真空热压进行烧结, 得到致密的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料。本发明优点是: 致密度高、组织结构均匀稳定, 制备工艺简单、重复性好, 复合材料轻质、力学性能和热学性能优良, 热膨胀系数可调控。



1. 一种新型三元热用复合材料,其特征是一种 W-Cu-Diamond 三元复合材料,其成分体积比为: $15\text{vol}\% \leq \text{Cu} \leq 30\text{vol}\%$, $70\text{vol}\% \leq (\text{W}+\text{Diamond}) \leq 85\text{vol}\%$, $70\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond}) \leq \text{W} < 100\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond})$, $0\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond}) < \text{Diamond} \leq 30\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond})$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的新型三元热用复合材料,其特征是所述的 Cu 的纯度为 99.8%,其粉末的粒径为 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 。

3. 根据权利要求 1 所述的新型三元热用复合材料,其特征是所述的 W 的纯度为 99%,其粉末的粒径为 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ 。

4. 根据权利要求 1 所述的新型三元热用复合材料,其特征是所述的 Diamond (金刚石)的纯度为 99%,其粉末的粒径为 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 。

5. 一种新型三元热用复合材料的制备方法,其特征是将 Cu 粉、W 粉、热膨胀系数调节剂 Diamond 粉按照体积分数 $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15 \sim 30\text{vol}\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=70 \sim 85\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70 \sim 100\text{vol}\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=0 \sim 30\text{vol}\%$ 的配比进行球磨混合;然后放入真空热压炉中进行真空热压烧结,得到 W-Cu-Diamond 三元热控复合材料;所述真空热压烧结工艺为:真空度为 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-4} \text{Pa}$,烧结温度为 $1000 \sim 1150^\circ\text{C}$,保温时间为 $1 \sim 2\text{h}$,施加压力为 $80 \sim 150\text{MPa}$ 。

6. 根据权利要求 5 所述的制备方法,其特征是所述的 Cu 的纯度为 99.8%,其粉末的粒径为 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 。

7. 根据权利要求 5 所述的制备方法,其特征是所述的 W 的纯度为 99%,其粉末的粒径为 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ 。

8. 根据权利要求 5 所述的制备方法,其特征是所述的 Diamond (金刚石)的纯度为 99%,其粉末的粒径为 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 。

9. 根据权利要求 5 所述的制备方法,其特征是所述的 W、Cu、Diamond 原料粉采用粒径级配的原则进行配制,W 粉颗粒粒径采用大粒径,Diamond 粉颗粒粒径采用中间粒径,选取粒径配比范围为 $\text{W}:\text{Diamond}=3:1 \sim 2:1$,达到粒径级配的效果。

一种新型三元热用复合材料及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及复合材料领域,具体是涉及一种热压烧结法制备具有高热导率且热膨胀系数可调的新型三元热用复合材料及其制备方法。

背景技术

[0002] Cu 具有塑性高,导电、导热性能好等特点,W 具有高强度和高硬度,低成本等优点,其热膨胀系数与 Si 接近,W-Cu 复合材料综合了两者的优良特性,具有高的导热导电性、抗烧蚀性、低热膨胀系数和高强度等特性,目前被广泛用于电触头材料、电子封装材料、电极材料及特殊用途军工材料等。例如,在电子封装领域,为了使 W-Cu 复合材料具有与硅片、砷化镓及陶瓷材料相匹配的低热膨胀系数,目前调节热膨胀系数的方法通常为选用低含量 Cu 和高含量的 W 进行制备高致密的 W-Cu 复合材料,低含量 Cu 无法保证复合材料具有高的热导率,同时加大了工艺难度和复杂性,进而增大了调控复合材料热膨胀的难度,限制了 W-Cu 复合材料在该领域的应用,然而,一种低膨胀系数新型三元热用复合材料 W-Cu-Diamond 可以在简单工艺条件下制备不仅具有轻质、热学及力学性能优良的特点,而且具有高致密结构、热膨胀系数可调等特点,因此,这种三元复合材料的制备和研究具有一定意义。W-Cu-Diamond 三元复合材料是由导电导热率高的 Cu 和高硬度低热膨胀的 W 及低膨胀系数高热导率低密度的金刚石 Diamond 组成,其中,Diamond 作为热膨胀系数调节剂。

[0003] W-Cu-Diamond 三元热用复合材料及其制备方法的研究表明,新型的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料综合了 W、Cu、Diamond 三者各自的优点,具有高致密度、轻质、优良的导热性及热膨胀系数可调的优点,成型方便、成本低廉,具有广阔的应用前景。

发明内容

[0004] 本发明所要解决的技术问题是:提供一种高致密结构、高导热热膨胀系数可控的新型 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料,还提供该三元复合材料的制备方法。

[0005] 本发明解决其技术问题采用以下的技术方案:

[0006] 本发明提供的新型三元热用复合材料是一种 W-Cu-Diamond 三元复合材料,其成分体积比为: $15\text{vol}\% \leq \text{Cu} \leq 30\text{vol}\%$, $70\text{vol}\% \leq (\text{W}+\text{Diamond}) \leq 85\text{vol}\%$, $70\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond}) \leq \text{W} < 100\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond})$, $0\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond}) < \text{Diamond} \leq 30\text{vol}\% (\text{W}+\text{Diamond})$ 。

[0007] 所述的 Cu 的纯度可以为 99.8%,其粉末的粒径可以为 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 。

[0008] 所述的 W 的纯度可以为 99%,其粉末的粒径可以为 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ 。

[0009] 所述的 Diamond (金刚石)的纯度可以为 99%,其粉末的粒径可以为 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 。

[0010] 本发明提供的上述新型三元热用复合材料,其制备方法是:将 Cu 粉、W 粉、热膨胀系数调节剂 Diamond 粉按照体积分数 $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15 \sim 30\text{vol}\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=70 \sim 85\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70 \sim 100\text{vol}\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=0 \sim 30\text{vol}\%$ 的配比进行球磨混合;然后放入真空热压炉中进行真空热压烧结,得到 W-Cu-Diamond 三元热控复合材料。所述真空热压烧结工艺为:真空度为 $1 \times 10^{-3} \sim$

$1 \times 10^{-4} \text{Pa}$, 烧结温度为 $1000 \sim 1150^\circ\text{C}$, 保温时间为 $1 \sim 2\text{h}$, 施加压力为 $80 \sim 150 \text{MPa}$ 。

[0011] 所述的 W、Cu、Diamond 原料粉可以采用粒径级配的原则进行配制, 其中, W 粉颗粒粒径采用大粒径, Diamond 粉颗粒粒径采用中间粒径, 选取粒径配比范围为 $\text{W}:\text{Diamond}=3:1 \sim 2:1$, 达到粒径级配的效果。

[0012] 本发明与现有复合材料相比具有以下的主要优点:

[0013] 通过热压烧结成型制备的 W-Cu-Diamond 复合材料, 具有高致密结构(致密度大于 97%), 基体内颗粒分散均匀, 克服了二元 W-Cu 复合材料的高成本、工艺复杂等缺点, 材料具有成本低廉, 制备工艺简单, 通过引入高导热率低热膨胀系数的 Diamond 作为热膨胀系数调节剂, 可保证高导热 ($400 \text{W} \times \text{m}^{-1} \times \text{K}^{-1} \sim 450 \text{W} \times \text{m}^{-1} \times \text{K}^{-1}$) 的同时达到调节热膨胀系数的作用, 保证材料具有符合应用的热膨胀系数 ($6.5 \times 10^{-6}/\text{K} \sim 7.5 \times 10^{-6}/\text{K}$), 是一种新型的三元热用复合材料, 在电子封装、半导体散热片等领域具有广泛的应用前景。

附图说明

[0014] 图 1 是本发明的工艺流程图。

[0015] 图 2 是本发明制备的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料的致密度。

[0016] 图 3 是本发明制备的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料的维氏硬度分析图。

[0017] 图 4 是本发明制备的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料的热导率分析图。

[0018] 图 5 是本发明制备的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料的热膨胀系数分析图。

[0019] 图 6 是本发明经过真空热压烧结工艺(烧结工艺为 $1150^\circ\text{C} - 150 \text{MPa} - 2\text{h}$) 制备的 W-Cu-Diamond ($\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=10\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=90\%$ 体积配比) 复合材料的显微结构图。

[0020] 图 7 是本发明经过真空热压烧结工艺(烧结工艺为 $1000^\circ\text{C} - 80 \text{MPa} - 1\text{h}$) 制备的 W-Cu-Diamond ($\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=30\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=30\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70\%$ 体积配比) 复合材料的显微结构图。

[0021] 图 8 是本发明经过真空热压烧结工艺(烧结工艺为 $1050^\circ\text{C} - 100 \text{MPa} - 2\text{h}$) 制备的 W-Cu-Diamond ($\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=30\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70\%$ 体积配比) 复合材料的显微结构图。

[0022] 图 9 是本发明经过真空热压烧结工艺(烧结工艺为 $1100^\circ\text{C} - 100 \text{MPa} - 1\text{h}$) 制备的 W-Cu-Diamond ($\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=20\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=20\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=80\%$ 体积配比) 复合材料的显微结构图。

具体实施方式

[0023] 为了更好地理解本发明, 下面结合实施例和附图对本发明作进一步说明, 但是本发明内容不仅仅局限于下面的实施例。

[0024] 实施例 1: W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0025] 其各组分含量体积分数是: $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15 \sim 30\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=70 \sim 85\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70 \sim 100\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=0 \sim 30\%$ 。

[0026] 所述的 Cu 的纯度为 99.8%, 其粉末的粒径为 $1 \sim 5 \mu\text{m}$ 。

[0027] 所述的 W 的纯度为 99%, 其粉末的粒径为 $10 \sim 30 \mu\text{m}$ 。

[0028] 所述的 Diamond 的纯度为 99%, 其粉末的粒径为 $5 \sim 10 \mu\text{m}$ 。

[0029] 实施例 2 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0030] 其各组分含量体积分数是: $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=85\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=10\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=90\%$ 。

[0031] 其它同实施例 1。

[0032] 实施例 3 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0033] 其各组分含量体积分数是: $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=30\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=70\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=30\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70\%$ 。

[0034] 其它同实施例 1。

[0035] 实施例 4 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0036] 其各组分含量体积分数是: $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=85\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=30\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70\%$ 。

[0037] 其它同实施例 1。

[0038] 实施例 5 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0039] 其各组分含量按体积百分比计是: $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=20\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=80\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=20\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=80\%$ 。

[0040] 实施例 6 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0041] 将 W 粉、Cu 粉、Diamond 按照体积比为 $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=85\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=10\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=90\%$ 的配比混粉, 采用粒径级配的原则选取 Cu 粒径为 $5 \mu\text{m}$, Diamond 粒径为 $10 \mu\text{m}$, W 粒径为 $30 \mu\text{m}$, 然后放入真空热压炉中, 按指定真空热压烧结工艺进行真空热压烧结, 烧结工艺为 $1150^\circ\text{C} - 150\text{MPa} - 2\text{h}$, 具体来说, 在 300°C 时开始加压, 在 1090°C 之前升温速率为 $10^\circ\text{C}/\text{min}$, $1090^\circ\text{C} \sim 1140^\circ\text{C}$ 升温速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$, $1140^\circ\text{C} \sim 1150^\circ\text{C}$ 升温速率为 $2^\circ\text{C}/\text{min}$, 在 1150°C 保温 2h, 自然降温, 得到致密的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料。

[0042] 测得该 W-Cu-Diamond 复合材料的致密度达 99.3%。该复合材料的硬度分析结果如图 3 所示, 热导率分析结果如图 4 所示, 热膨胀系数分析结果如图 5 所示; 显微结构如图 6 所示, W-Cu-Diamond 复合材料结构致密且均匀, 无明显的孔洞, W、Diamond 颗粒分布均匀。

[0043] 实施例 7 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0044] 将 W 粉、Cu、Diamond 按照体积比为 $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=30\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=70\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=30\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=70\%$ 的配比混粉, 采用粒径级配的原则选取 Cu 粒径为 $1 \mu\text{m}$, Diamond 粒径为 $5 \mu\text{m}$, W 粒径为 $10 \mu\text{m}$, 然后放入真空热压炉中, 按指定真空热压烧结工艺进行真空热压烧结, 烧结工艺为 $1000^\circ\text{C} - 80\text{MPa} - 1\text{h}$, 具体来说, 在 300°C 时开始加压, 在 940°C 之前升温速率为 $10^\circ\text{C}/\text{min}$, $940^\circ\text{C} \sim 990^\circ\text{C}$ 升温速率为 $5^\circ\text{C}/\text{min}$, $990^\circ\text{C} \sim 1000^\circ\text{C}$ 升温速率为 $2^\circ\text{C}/\text{min}$, 在 1000°C 保温 1h, 自然降温, 得到致密的 W-Cu-Diamond 三元热用复合材料。

[0045] 测得该 W-Cu-Diamond 复合材料的致密度达 97.6%。该复合材料的硬度分析结果如图 3 所示, 热导率分析结果如图 4 所示, 热膨胀系数分析结果如图 5 所示; 显微结构如图 7 所示, W-Cu-Diamond 复合材料结构致密且均匀, 无明显的孔洞, W、Diamond 颗粒分布均匀。

[0046] 实施例 8 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0047] 将 W 粉、Cu、Diamond 按照体积比为 $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=15\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=85\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=10\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=90\%$ 的配比混粉,采用粒径级配的原则选取 Cu 粒径为 $1\mu\text{m}$,Diamond 粒径为 $5\mu\text{m}$,W 粒径为 $15\mu\text{m}$,然后放入真空热压炉中,按指定真空热压烧结工艺进行真空热压烧结,烧结工艺为 $1050^{\circ}\text{C}-100\text{MPa}-2\text{h}$,具体来说,在 300°C 时开始加压,在 990°C 之前升温速率为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $990^{\circ}\text{C}\sim 1040^{\circ}\text{C}$ 升温速率为 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $1040^{\circ}\text{C}\sim 1050^{\circ}\text{C}$ 升温速率为 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$,在 1050°C 保温 2h,自然降温,得到致密的 W-Cu-Diamond 三元复合材料。

[0048] 测得该 W-Cu-Diamond 复合材料的致密度达 98.2%。该复合材料的硬度分析结果如图 3 所示,热导率分析结果如图 4 所示,热膨胀系数分析结果如图 5 所示;显微结构如图 8 所示,W-Cu-Diamond 复合材料结构致密且均匀,无明显的孔洞,W、Diamond 颗粒分布均匀。

[0049] 实施例 9 :W-Cu-Diamond 三元热用复合材料

[0050] 将 W 粉、Cu、Diamond 按照体积比为 $\text{Cu}/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=20\%$, $(\text{W}+\text{Diamond})/(\text{W}+\text{Cu}+\text{Diamond})=80\%$, $\text{Diamond}/(\text{W}+\text{Diamond})=20\%$, $\text{W}/(\text{W}+\text{Diamond})=80\%$ 的配比混粉,其中 Cu 粒径为 $2\mu\text{m}$,Diamond 粒径为 $10\mu\text{m}$,W 粒径为 $20\mu\text{m}$,然后放入真空热压炉中,按指定真空热压烧结工艺进行真空热压烧结,烧结工艺为 $1100^{\circ}\text{C}-100\text{MPa}-1\text{h}$,具体来说,在 300°C 时开始加压,在 1040°C 之前升温速率为 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $1040^{\circ}\text{C}\sim 1090^{\circ}\text{C}$ 升温速率为 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$, $1090^{\circ}\text{C}\sim 1100^{\circ}\text{C}$ 升温速率为 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$,在 1100°C 保温 1h,自然降温,得到致密的 W-Cu-Diamond 三元复合材料。

[0051] 测得该 W-Cu-Diamond 复合材料的致密度达 99.2%。该复合材料的硬度分析结果如图 3 所示,热导率分析结果如图 4 所示,热膨胀系数分析结果如图 5 所示;显微结构如图 9 所示,W-Cu-Diamond 复合材料结构致密且均匀,无明显的孔洞,W、Diamond 颗粒分布均匀。

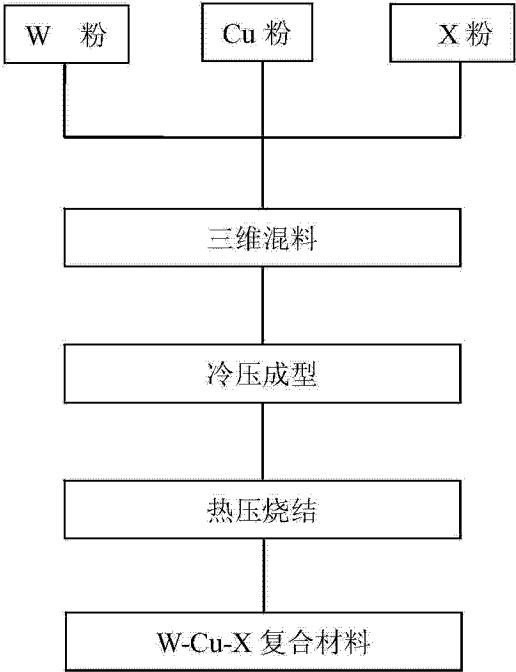


图 1

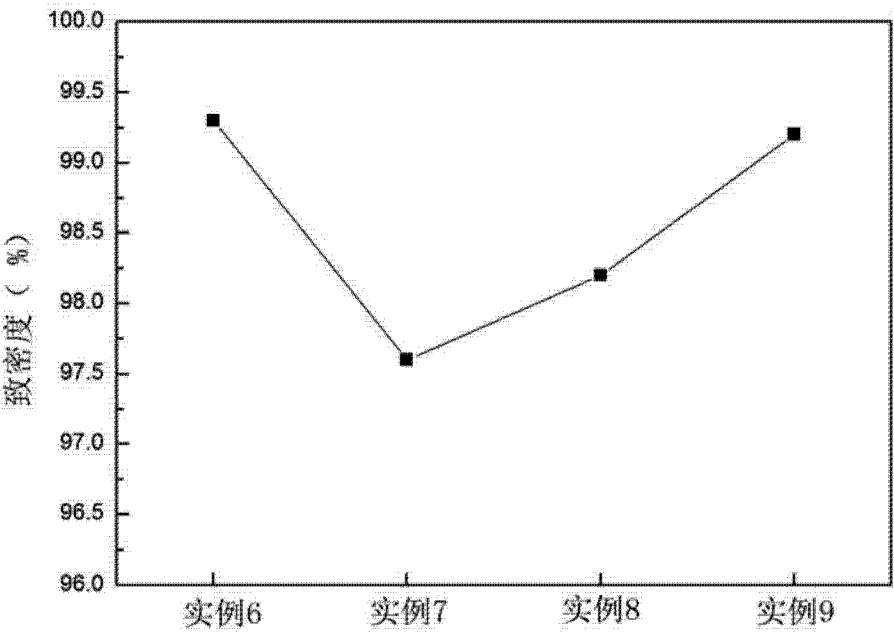


图 2

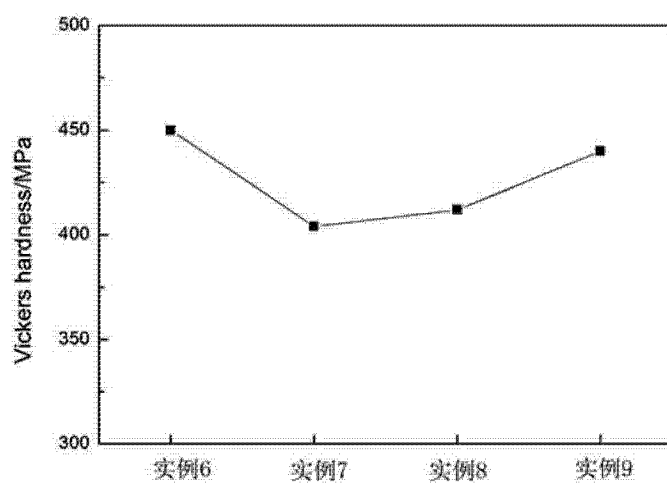


图 3

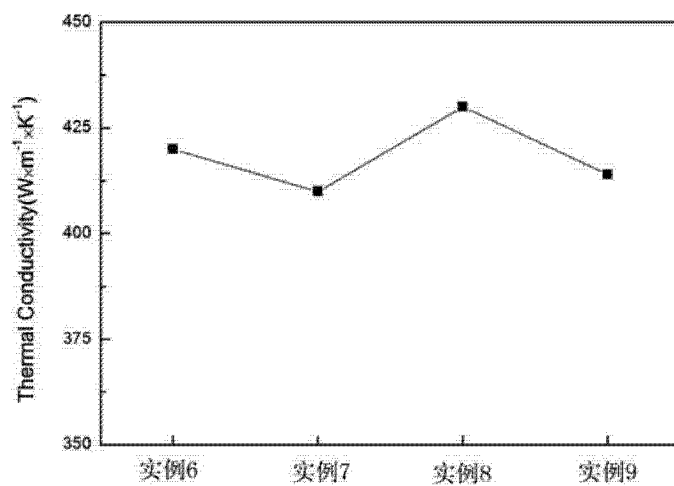


图 4

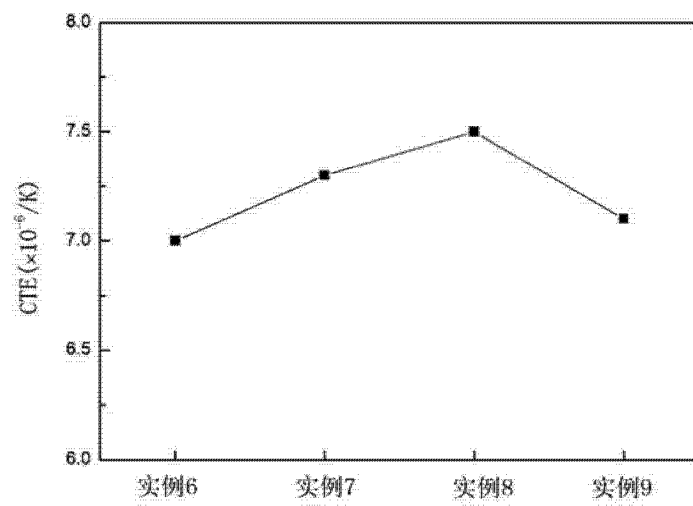


图 5

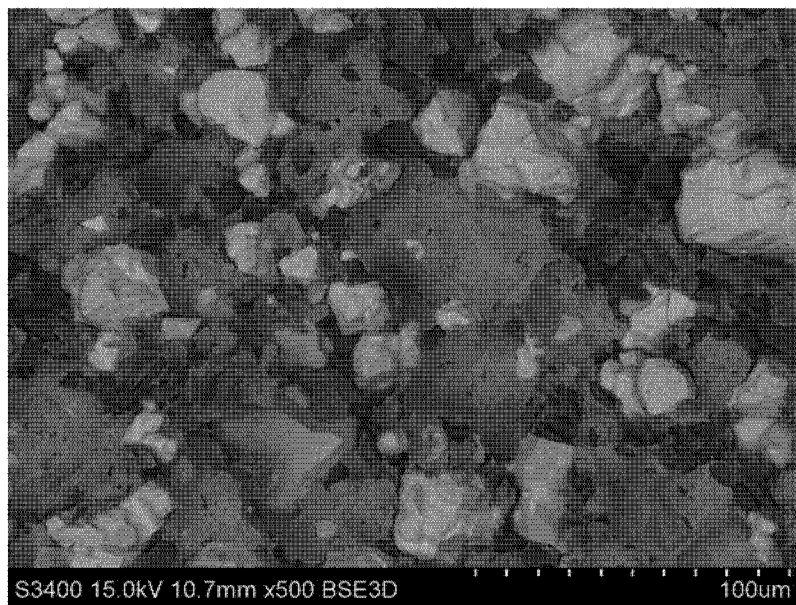


图 6

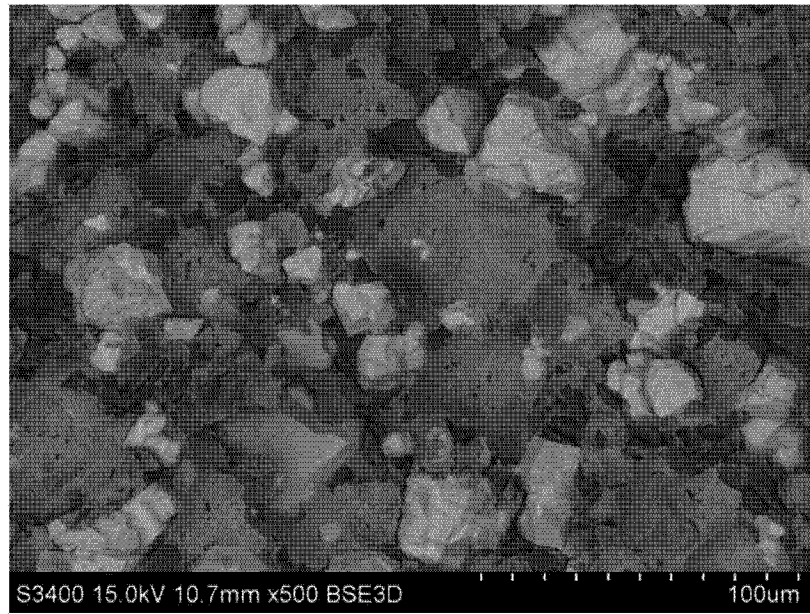


图 7

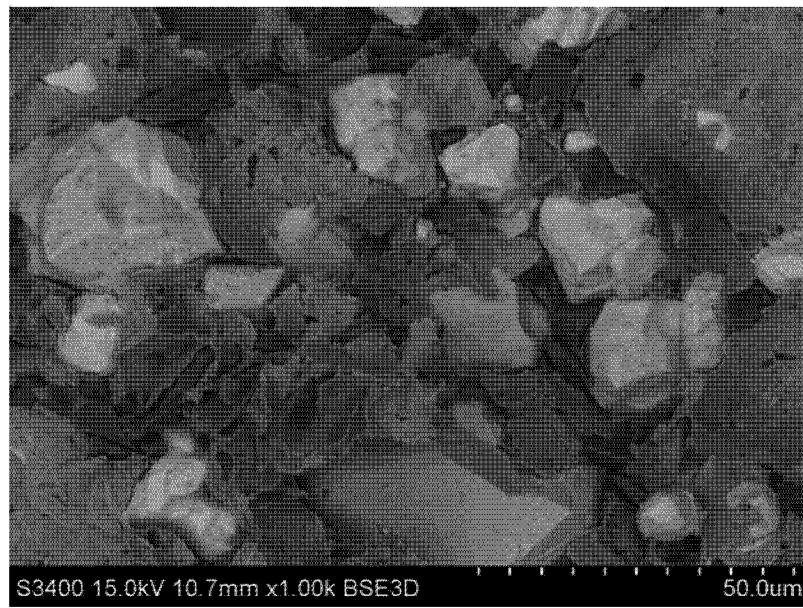


图 8

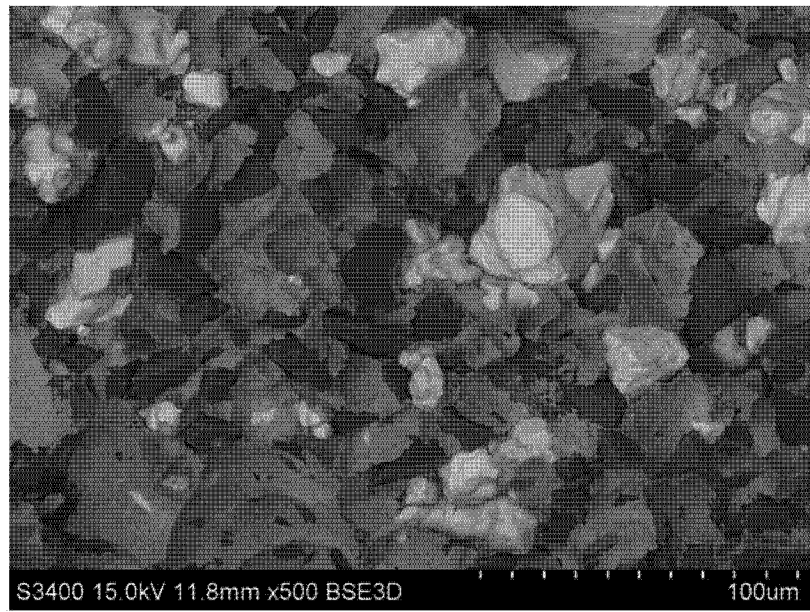


图 9