



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106118043 B

(45)授权公告日 2018.08.28

(21)申请号 201610512134.0 *C08K 13/06*(2006.01)  
(22)申请日 2016.06.30 *C08K 9/06*(2006.01)  
(65)同一申请的已公布的文献号 *C08K 9/04*(2006.01)  
申请公布号 CN 106118043 A *C08K 3/04*(2006.01)  
(43)申请公布日 2016.11.16 *C08K 3/22*(2006.01)  
(73)专利权人 广州大学 *C08K 3/08*(2006.01)  
地址 510006 广东省广州市大学城外环西  
路230号  
(72)发明人 徐常威 梁杰聪  
(74)专利代理机构 广州嘉权专利商标事务所有  
限公司 44205  
代理人 江侧燕  
(51)Int.Cl.  
*C08L 77/06*(2006.01)  
*C08L 23/12*(2006.01)

审查员 郭春亮

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种石墨改性导热材料

(57)摘要

本发明公开了一种石墨改性导热材料,包括重量百分比的以下组分:35-53%改性石墨、3-5%氧化镁、3-5%铝粉、37-54%主体塑料、0.5-1%硅烷偶联剂和0.5-1%表面活性剂。本发明将改性石墨与氧化镁、铝粉、硅烷偶联剂和表面活性剂混合,提高了改性石墨的分散性能及表面改性效果,使其均匀分散于塑料基材中;开发有机物小分子在传统导热材料的导热功能化上的应用;添加入具有良好的导热性能的氧化镁和铝粉,进一步提高了石墨改性导热材料的导热性能;制备方法简单易操作,对环境友好,适合产业化,生产的石墨改性导热材料具有良好的导热性能,可广泛应用于导热散热领域。

1. 一种石墨改性导热材料,其特征在于,包括重量百分比的以下组分:

改性石墨 35-53%,

氧化镁 3-5%,

铝粉 3-5%,

主体塑料 37-54%,

硅烷偶联剂 0.5-1%,

表面活性剂 0.5-1%;

所述的改性石墨由以下步骤制得:

1) 将聚乙烯亚胺、KH-550硅烷偶联剂和聚丙烯酰胺表面活性剂按质量比1:0.8-1.2:0.8-1.2混合,得到混合物;

2) 将步骤1)中的混合物溶解于乙醇中,混合物与乙醇的质量比是1:2-4,得到乙醇混合液;

3) 将乙醇混合液喷洒于石墨上,石墨与乙醇混合液的质量比是1:0.9-1.1,干燥,即可得到改性石墨。

2. 根据权利要求1所述的石墨改性导热材料,其特征在于,所述的氧化镁为氧化镁晶须,其粒径为纳米级。

3. 根据权利要求1所述的石墨改性导热材料,其特征在于,所述的铝粉是微米级铝粉。

4. 根据权利要求1所述的石墨改性导热材料,其特征在于,所述的主体塑料是由聚丙烯和尼龙66按质量比1:2.7-4.4混合而得。

5. 根据权利要求1所述的石墨改性导热材料,其特征在于,所述的硅烷偶联剂是KH-550硅烷偶联剂。

6. 根据权利要求1所述的石墨改性导热材料,其特征在于,所述的表面活性剂为阳离子表面活性剂。

7. 制备根据权利要求1-6中任一项所述的石墨改性导热材料的方法,其特征在于,包括以下步骤:

1) 搅拌:将改性石墨与主体塑料、氧化镁、铝粉、硅烷偶联剂、表面活性剂依次投入搅拌机中,搅拌混合均匀,得到混合物料;

2) 挤出造粒:将步骤1)得到的混合物料放入双螺杆挤出机中,挤出造粒,烘干,得到石墨改性导热材料。

8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,步骤1)中的搅拌机的搅拌速度是80-120转/分,搅拌时间是10-20分钟。

9. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,步骤2)中的双螺杆挤出机挤出造粒过程中控制温度为240-260℃。

## 一种石墨改性导热材料

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种高导热材料,具体涉及一种石墨改性导热材料及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 近年来,工业和科学技术的发展对导热材料的要求越来越高,希望导热材料具有优良的导热性能的同时,也可以具有优良的综合性能。

[0003] 石墨是一种结晶形碳,是一种非金属材料,色泽银灰、质软,具有金属光泽。石墨的熔点极高,具有优异的导电性能,具有良好的润滑性和可塑性,石墨还具有良好的导热性能,其导热能力超过铜、铁、铅等金属材料。由于石墨具有以上特有的优良性能,在近代工业的应用日益广泛。

[0004] 目前常用的导热填充剂表面难以充分改性,其表面活化不充分,因此在塑料基材中分散不均匀,而且大填充量会导致基材力学性能的严重下降。填料粒子容易团聚,在塑料基材中难以分散均匀;同时由于无机填料与高分子塑料的相容性差,如果直接添加,填料难以分散均匀,导致导热性能差。因此,开发无机填料表面处理技术,改善导热填料与塑料基材的界面相互作用,使导热填料在塑料基材中均匀分散,是导热材料的导热性能的技术关键。

[0005] 本发明充分利用表面改性剂的优点对石墨进行综合改性,大大提高了石墨的表面改性效果。其中,添加表面活性剂可以降低填充剂颗粒的表面能,可以改善填充剂颗粒分散状况;添加偶联剂使填充剂表面由亲水性变成亲油性,可以改善填充剂与塑料基材的相容性;用有机物小分子对导热石墨碳粉进行改性,改善碳材料与塑料基材之间相互作用。利用有机物小分子、偶联剂、表面活性剂的协同作用,使填充剂在大填充量情况下保持充分分散状况,在PA合金中形成高效导热通道,从而提高导热材料的导热性能。

### 发明内容

[0006] 本发明的目的在于提供一种具有较高导热系数的石墨改性导热材料及其制备方法,该石墨改性导热材料导热性能优异,其制备方法简单易操作,对环境友好,成本低。

[0007] 本发明所采取的技术方案为,一种石墨改性导热材料,包括重量百分比的以下组分:

改性石墨	35-53%
氧化镁	3-5%
[0008] 铝粉	3-5%
主体塑料	37-54%
硅烷偶联剂	0.5-1%
[0009] 表面活性剂	0.5-1%
[0010] 优选的,所述的改性石墨由以下步骤制得:	

[0011] 1) 将聚乙烯亚胺、KH-550硅烷偶联剂和聚丙烯酰胺表面活性剂按质量比1:0.8-1.2:0.8-1.2混合,得到混合物;

[0012] 2) 将步骤1)中的混合物溶解于乙醇中,混合物与乙醇的质量比是1:2-4,得到乙醇混合液;

[0013] 3) 将乙醇混合液喷洒于石墨上,石墨与乙醇混合液的质量比是1:0.9-1.1,干燥,即可得到改性石墨。

[0014] 优选的,所述的氧化镁为氧化镁晶须,其粒径为纳米级;氧化镁晶须长径比大,相对于颗粒状氧化镁,更有利于形成导热网络,从而提高导热性能。

[0015] 优选的,所述的铝粉是微米级铝粉。

[0016] 优选的,所述的主体塑料是由聚丙烯和尼龙66按质量比1:2.7-4.4混合而得。

[0017] 优选的,所述的硅烷偶联剂是KH-550硅烷偶联剂,主要成分是 $\gamma$ -氨丙基三乙氧基硅烷,添加偶联剂可以增加塑料与填料的相容性。

[0018] 优选的,所述的表面活性剂为阳离子表面活性剂,主要成分是聚丙烯酰胺,添加表面活性剂可以防止填料团聚。

[0019] 制备石墨改性导热材料的方法,包括以下步骤:

[0020] 1) 搅拌:将改性石墨与主体塑料、氧化镁、铝粉、硅烷偶联剂、表面活性剂投入搅拌机中,搅拌混合均匀,得到混合物料;

[0021] 2) 挤出造粒:将步骤1)得到的混合物料放入双螺杆挤出机中,通过双螺杆挤出机进行挤出造粒,烘干,得到石墨改性导热材料。

[0022] 优选的,步骤1)的搅拌机的搅拌速度是80-120转/分,搅拌时间是10-20分钟。

[0023] 优选的,步骤2)的双螺杆挤出机挤出造粒过程中控制温度为240-260℃。

[0024] 本发明的有益效果是:(1)将改性石墨与氧化镁、铝粉、硅烷偶联剂和表面活性剂混合,提高了改性石墨的分散性能及表面改性效果,使其均匀分散于塑料基材中;(2)开发有机物小分子在传统材料的导热功能化上的应用;(3)添加入具有良好导热性能的氧化镁和铝粉,进一步提高了石墨改性导热材料的导热性能;(4)制备方法简单易操作,对环境友好,适合产业化,生产的石墨改性导热材料具有良好的导热性能,可广泛应用于导热散热领域。

## 具体实施方式

[0025] 实施例1

[0026] 一种石墨改性导热材料,包括重量百分比的以下组分:

改性石墨	35%,
氧化镁	5%,
铝粉	5%,
[0027] 尼龙 66 (PA66)	43.5%,
聚丙烯	10%,
硅烷偶联剂	0.5%,
表面活性剂	1%。

[0028] 改性石墨由以下步骤制得：

[0029] 1) 将聚乙烯亚胺、KH-550硅烷偶联剂和聚丙烯酰胺表面活性剂按质量比1:0.8:0.8混合，得到混合物；

[0030] 2) 将步骤1)中的混合物溶解于乙醇中，混合物与乙醇的质量比是1:2，得到乙醇混合液；

[0031] 3) 将乙醇混合液喷洒于石墨上，石墨与乙醇混合液的质量比是1:1，干燥，即可得到改性石墨。

[0032] 制备石墨改性导热材料的方法，包括以下步骤：

[0033] 1) 搅拌：将尼龙66、聚丙烯与改性石墨、氧化镁、铝粉、硅烷偶联剂、表面活性剂投入搅拌机中，在搅拌速度为100转/分下，搅拌20分钟，得到混合物料；

[0034] 2) 挤出造粒：将步骤1)得到的混合物料放入双螺杆挤出机中，温度控制在240-260℃，压力为12-15MPa，通过双螺杆挤出机进行挤出造粒，烘干，得到石墨改性导热材料。

[0035] 实施例2

[0036] 一种石墨改性导热材料，包括重量百分比的以下组分：

改性石墨	44%，
氧化镁	5%，
铝粉	5%，
[0037] 尼龙 66 (PA66)	34%，
聚丙烯	10%，
硅烷偶联剂	1%，
表面活性剂	1%。

[0038] 改性石墨由以下步骤制得：

[0039] 1) 将聚乙烯亚胺、KH-550硅烷偶联剂和聚丙烯酰胺表面活性剂按质量比1:1:1混合，得到混合物；

[0040] 2) 将步骤1)中的混合物溶解于乙醇中，混合物与乙醇的质量比是1:3，得到乙醇混合液；

[0041] 3) 将乙醇混合液喷洒于石墨上，石墨与乙醇混合液的质量比是1:0.9，干燥，即可得到改性石墨。

[0042] 石墨改性导热材料的制备方法与实施例1的相同。

[0043] 实施例3

[0044] 一种石墨改性导热材料，包括重量百分比的以下组分：

	改性石墨	53%,
	氧化镁	3%,
	铝粉	5%,
[0045]	尼龙 66 (PA66)	27%,
	聚丙烯	10%,
	硅烷偶联剂	1%,
	表面活性剂	1%。

[0046] 改性石墨由以下步骤制得：

[0047] 1) 将聚乙烯亚胺、KH-550硅烷偶联剂和聚丙烯酰胺表面活性剂按质量比1:1.2:1混合，得到混合物；

[0048] 2) 将步骤1)中的混合物溶解于乙醇中，混合物与乙醇的质量比是1:4，得到乙醇混合液；

[0049] 3) 将乙醇混合液喷洒于石墨上，石墨与乙醇混合液的质量比是1:1.1，干燥，即可得到改性石墨。

[0050] 石墨改性导热材料的制备方法与实施例1的相同。

[0051] 实施例4

[0052] 一种石墨改性导热材料，包括重量百分比的以下组分：

	改性石墨	37%,
	氧化镁	5%,
	铝粉	3%,
[0053]	尼龙 66 (PA66)	43.5%,
	聚丙烯	10%,
	硅烷偶联剂	1%,
	表面活性剂	0.5%。

[0054] 改性石墨由以下步骤制得：

[0055] 1) 将聚乙烯亚胺、KH-550硅烷偶联剂和聚丙烯酰胺表面活性剂按质量比1:0.8:1混合，得到混合物；

[0056] 2) 将步骤1)中的混合物溶解于乙醇中，混合物与乙醇的质量比是1:3，得到乙醇混合液；

[0057] 3) 将乙醇混合液喷洒于石墨上，石墨与乙醇混合液的质量比是1:1，干燥，即可得到改性石墨。

[0058] 石墨改性导热材料的制备方法与实施例1的相同。

[0059] 对比例1

[0060] 一种导热材料，包括重量百分比的以下组分：

	氧化镁	10%,
	铝粉	15%,
[0061]	尼龙 66 (PA66)	47%,
	聚丙烯	25%,
	硅烷偶联剂	1%,
	表面活性剂	2%。

[0062] 对比例1中不含有改性石墨,其制备方法与实施例1的相同。

[0063] 将实施例1-4所制备的石墨改性导热材料和对比例1所制备的导热材料进行测试,所得结果如表1所示。

[0064] 表1实施例1-4的石墨改性导热材料和对比例1的导热材料性能测定结果

[0065]

	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	对比例 1
热导率(W/m.k)	3	3.3	3.5	3.1	1.6
拉 伸 强 度 (MPa)	29.14	26.87	23.66	28.72	50.74
冲击强度(MPa)	5.41	4.18	3.67	5.14	25.16
弯曲强度(MPa)	39.63	37.16	35.91	38.57	63.55

[0066] 由表1可看出,对比例1制备的导热材料,由于不添加如改性石墨,其导热系数仅大约是实施例1-4中的导热系数的一半。原因是改性石墨具有优异的导热性能,将其添加于导热材料中,可以提高导热材料的导热性能。