



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110776745 A

(43)申请公布日 2020.02.11

(21)申请号 201910954674.8 *C08K 3/22*(2006.01)
(22)申请日 2019.10.09 *C08K 3/28*(2006.01)
(71)申请人 苏州欣天新精密机械有限公司 *C08K 5/14*(2006.01)
地址 215000 江苏省苏州市吴中经济开发 *C08K 3/38*(2006.01)
区越溪街道天鹅荡路32号 *C09K 5/14*(2006.01)
(72)发明人 陈宁 王一超 陈华 井新利
王淑娟
(74)专利代理机构 北京国坤专利代理事务所
(普通合伙) 11491
代理人 赵红霞

(51)Int.Cl.
C08L 83/04(2006.01)
C08L 83/07(2006.01)
C08K 13/06(2006.01)
C08K 9/06(2006.01)

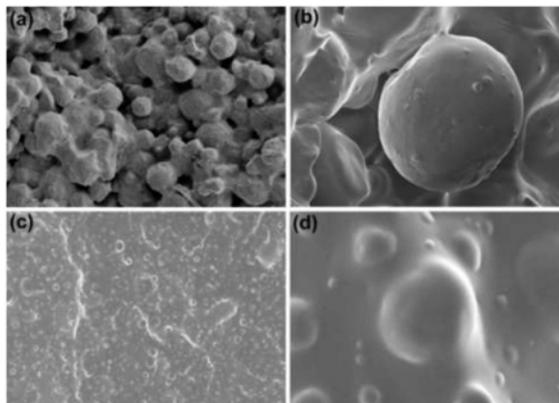
权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54)发明名称

一种热界面材料的制备方法

(57)摘要

本发明揭示了一种热界面材料的制备方法,导热粒子堆砌体中溶剂填充量确定导热填料的最佳配比,经过表面预处理和球磨充分混合均匀,导热填料与硅橡胶树脂、催化剂、抑制剂、硅油和交联剂在密炼机中充分混合均匀得到硅橡胶混炼胶,硅橡胶混炼胶高温模压并进行二次硫化,即可得到导热系数为2~10W/m·K,Shore A硬度为20~30的高导热低硬度绝缘硅橡胶热界面材料。本发明通过确定合适的导热填料配比,并对其进行处理和球磨分散均匀,使其在硅橡胶基体内形成有效的导热网络,从而得到导热系数高、硬度低、绝缘性能好、性能稳定的导热硅橡胶。



1. 一种热界面材料的制备方法,其特征在于包括如下步骤:

S1材料选择,

按照质量份数选择:10~80份硅橡胶基材、20~90份导热填料、0.5~8份表面处理剂、0.2~6份硅油、0.1~2.5份交联剂、0.01~2份催化剂、0.01~1份抑制剂,

其中,所述导热填料由粒径相差异、密度相差异的导热材料复配而成,所述导热填料的堆砌体中填料体积分数为 Φ_f ,堆砌体的堆砌密度为 ρ_{st} , $\Phi_f \geq 60\%$, $\rho_{st} \leq 4\text{g}/\text{cm}^3$;

S2导热填料处理,

使用表面处理剂对导热填料的表面进行涂布修饰后,进行球磨作业得到精磨导热填料;

S3密炼机混炼,

将精磨导热填料、硅橡胶基材、硅油、交联剂、催化剂及抑制剂加入密炼机中混炼均匀,制得硅橡胶混炼胶;

S4硫化成型,

将硅橡胶混炼胶预热后放入模腔中进行模压硫化成型。

2. 根据权利要求1所述一种热界面材料的制备方法,其特征在于:

所述硅橡胶基材为甲基乙基硅橡胶、甲基苯基乙基硅橡胶、端乙烯液体硅橡胶、多乙基液体硅橡胶中的一种或多种组合。

3. 根据权利要求1所述一种热界面材料的制备方法,其特征在于:

所述交联剂为过氧化二叔丁基、过氧化苯甲酰、过氧化二异丙苯、2,4-二氯过氧化苯甲酰、2,5-二甲基-2,5-双(叔丁基过氧基)己烷、过苯甲酸叔丁酯中的一种或多种组合。

4. 根据权利要求1所述一种热界面材料的制备方法,其特征在于:

所述催化剂为铂催化剂。

5. 根据权利要求1所述一种热界面材料的制备方法,其特征在于:

所述抑制剂为六甲基环三硅氮烷、二苯基硅二醇、甲基苯基二乙氧基硅烷中的一种或多种组合。

6. 根据权利要求1所述一种热界面材料的制备方法,其特征在于:

所述导热填料为氧化铝、氮化硼、氮化铝、碳化硅、氧化锌中的至少两种组合。

7. 根据权利要求1所述一种热界面材料的制备方法,其特征在于:

所述步骤S1中导热材料复配包括如下步骤,

S01填料配比及清洁,

按照期望填料体积分数与堆砌体的堆砌密度的选取粒径在0.1~500 μm 之间的至少两种导热填料,添加低沸点溶剂进行离心震荡后烘干至恒重;

S02填料浸润,

将烘干后导热填料放入离心管并加入填充混合溶剂,填充混合溶剂为极性溶剂和非极性溶剂按照质量比为1:2或2:3的混合物,进行离心处理,采用脱脂棉吸取离心管内上清液,再用滤纸吸干导热填料堆积体表面残留的溶剂,称重并记录;

S03空隙含量测定,

$$W_s = \frac{w_s}{w_{st} + w_s} (1)$$

$$W_{st} = 1 - W_s \quad (2)$$

$$\phi_f = \frac{W_{st} \cdot \rho_s}{W_{st} \cdot \rho_s + W_s \cdot \rho_f} \quad (3)$$

$$\rho_{st} = \phi_f \cdot \rho_f = \frac{W_{st} \cdot \rho_s}{W_{st} \cdot \rho_s + W_s \cdot \rho_f} \cdot \rho_f \quad (4)$$

式中, w_s 为混合溶剂的填充量, w_{st} 为填料的质量, W_s 为混合溶剂的质量分数, W_{st} 为填料堆砌体的质量分数, ϕ_f 为堆砌体中填料所占的体积分数, ρ_{st} 为填料堆砌体的堆砌密度, ρ_s 为混合溶剂的密度, ρ_f 为填料的密度,

根据 ϕ_f 和 ρ_{st} 进行判断。

8. 根据权利要求7所述一种热界面材料的制备方法, 其特征在于:

所述极性溶剂为甲醇、乙醇、丙酮、四氢呋喃、二甲基亚砜、N,N-二甲基甲酰胺中的一种或多种组合,

所述非极性溶剂为氯仿、苯、环己烷、二硫化碳、石油醚中的一种或多种组合。

一种热界面材料的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种热界面材料的制备方法,尤其涉及一种高导热低硬度绝缘硅橡胶热界面材料的制备方法,属于导热材料的技术领域。

背景技术

[0002] 随着电子设备向着大功率、微型化方向的发展,对于导热材料的导热性能要求也越来越高。众所周知,电子电器产品在运行时会发热,如果电子器件不能有效的散热,会使电子电器产品的工作可靠性下降、使用寿命缩短、功率降低,甚至带来安全隐患。针对这一问题,传统的方法是在电子元器件与散热器的接触面添加导热材料制备的导热垫片、导热垫圈等,实现电子元器件与散热器之间的无空隙接触。因此,良好的导热材料应具备导热系数高、硬度低、柔顺性好、耐老化性能好、冷热循环稳定性好、施工简单、成本低等优点。

[0003] 目前,市场上使用比较多的界面导热材料有导热树脂、导热胶黏剂和导热橡胶等。导热材料通常由高分子材料、无机盐类或油类与导热填料复合制备。其中,导热填料通常有氮化硼、氮化铝、氮化硅、碳化硅、氧化锌、氧化镁或氧化铝等无机填料,铜、铝、银、锡等金属导电填料,以及碳纤维、碳纳米管、石墨、石墨烯或炭黑等碳类填料。与一般橡胶以C-C键为主链结构不同,硅橡胶是以硅氧键为主链,其结构的特殊性也决定了它具有耐高低温(-50-250℃)、弹性好、高透气性、耐高电压以及耐辐射性等诸多优点(Journal of Nuclear Materials, 2015, 464: 210-215)。因此,以硅橡胶树脂作为导热基体,与高导热填料复合制成具有优异性能的高导热绝缘材料具有重要的意义和价值。

[0004] 众所周知,热主要是通过热传导、热对流和热辐射这三种方式进行传递。对于导热硅橡胶,其主要通过热传导进行传递热量。但是,目前采用的导热硅橡胶其内部导热通道不足,造成了硅胶垫的导热性能差,限制了其应用范围。众多的研究表明,导热硅橡胶具备良好导热性能的条件是导热填料粒子与硅橡胶基体之间形成更多的导热网链,保证导热通道流畅。在相同的填充量下,大粒径的导热填料填充硅橡胶的热导率大于小粒径导热填料填充的硅橡胶。值得注意的是,导热填料粒子太大或太小都会影响导热网络的连续性,太大的粒子会影响周围的导热网链,太小的粒子会影响导热网络的连贯性,而且颗粒的粒径越小,其比表面积就越大,颗粒团聚越严重,堆砌变得越不致密。因此,颗粒粒径越大或越小都不利用导热硅橡胶导热性能的提高。除了导热填料的粒径,导热填料的填充量在很大程度上决定了复合材料的导热系数,通常而言,填充量越大,导热填料之间形成的导热网络越密集,材料的导热系数越高(化学工程与装备, 2014, 6: 25-28)。但是,导热填料填充量的提高会使硅橡胶的粘度变大,加工工艺性变差,甚至无法加工。例如,周文英等人(特种橡胶制品, 2007, 28(5): 19-21)采用三种不同粒径的Al₂O₃填充硅橡胶,导热系数可达1.23W/(m·K),大于单一粒径填充时的热导率。中国发明专利201310205354.5公开了一种导热绝缘硅橡胶热界面材料的制备方法,将不同粒径的导热填料与硅橡胶共混,通过模压得到导热系数为0.8~2.5W/(m·K)的导热绝缘硅橡胶。此外,在相同的填充体积分数或质量分数下,填料的导热系数越高,它所填充的复合材料具有更高的导热系数。

[0005] 目前文献或专利中大多是二元或三元填料进行复配得到导热绝缘硅橡胶。例如，在“高填充导热硅橡胶复合体系设计及影响规律的研究”中，金天鹏等人(北京化工大学硕士学位论文,2013)将 $3\mu\text{m}$ 和 $24\mu\text{m}$ 的 Al_2O_3 以质量比2:1复配时,可制备出导热系数在 $2.34\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 的硅橡胶复合体系。中国发明专利201010223158.7公开了一种导热硅橡胶的制备,将1250目、3000目和7000目的氧化铝混合后加入硅橡胶中,制备得到导热系数为大于 $3\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 的硅橡胶。中国发明专利201711123056.6公开了一种高导热复合型硅胶垫片的制备方法,通过对球形氧化铝粒子的筛分,实现氧化铝粒子在硅胶基体中的合理分配和氧化铝粒子本身导热系数的提高,最终使硅橡胶垫片的导热系数提高到 6.0W 以上。值得注意的是,目前不同粒径的导热粒子的复配比例大多通过试错法得到,实验工作量巨大,耗时耗力。

发明内容

[0006] 本发明的目的是解决上述现有技术的不足,针对传统导热粒子复配为试错法导致工作量较大的问题,提供一种导热系数高、稳定性好、制备方便的导热硅橡胶热界面材料的制备方法。本发明从填料粒子与粒子之间的接触方式,粒子与基体的相容性,以及粒子在基体中的空间排布与分散情况出发,根据导热粒子堆砌体中溶剂填充量确定导热填料的最佳配比,通过将不同粒径和不同类型的导热填料粒子复配,并进一步通过球磨的方式促进填料粒子之间的接触,以及在硅橡胶树脂基体中的分散形成有效的导热通路,进而实现高导热系数导热硅橡胶的制备。

[0007] 本发明所采用的技术方案为:

[0008] 一种热界面材料的制备方法,包括如下步骤:

[0009] S1材料选择,

[0010] 按照质量份数选择:10~80份硅橡胶基材、20~90份导热填料、0.5~8份表面处理剂、0.2~6份硅油、0.1~2.5份交联剂、0.01~2份催化剂、0.01~1份抑制剂,

[0011] 其中,所述导热填料由粒径相差异、密度相差异的导热材料复配而成,所述导热填料的堆砌体中填料体积分数为 φ_f ,堆砌体的堆砌密度为 ρ_{st} , $\varphi_f \geq 60\%$, $\rho_{st} \leq 4\text{g}/\text{cm}^3$;

[0012] S2导热填料处理,

[0013] 使用表面处理剂对导热填料的表面进行涂布修饰后,进行球磨作业得到精磨导热填料;

[0014] S3密炼机混炼,

[0015] 将精磨导热填料、硅橡胶基材、硅油、交联剂、催化剂及抑制剂加入密炼机中混炼均匀,制得硅橡胶混炼胶;

[0016] S4硫化成型,

[0017] 将硅橡胶混炼胶预热后放入模腔中进行模压硫化成型。

[0018] 优选地,所述硅橡胶基材为甲基乙烯基硅橡胶、甲基苯基乙烯基硅橡胶、端乙烯液体硅橡胶、多乙烯基液体硅橡胶中的一种或多种组合。

[0019] 优选地,所述交联剂为过氧化二叔丁基、过氧化苯甲酰、过氧化二异丙苯、2,4-二氯过氧化苯甲酰、2,5-二甲基-2,5-双(叔丁基过氧基)己烷、过苯甲酸叔丁酯中的一种或多种组合。

[0020] 优选地,所述催化剂为铂催化剂。

[0021] 优选地,所述抑制剂为六甲基环三硅氮烷、二苯基硅二醇、甲基苯基二乙氧基硅烷中的一种或多种组合。

[0022] 优选地,所述导热填料为氧化铝、氮化硼、氮化铝、碳化硅、氧化锌中的至少两种组合。

[0023] 优选地,所述步骤S1中导热材料复配包括如下步骤,

[0024] S01填料配比及清洁,

[0025] 按照期望填料体积分数与堆砌体的堆砌密度的选取粒径在0.1~500 μm 之间的至少两种导热填料,添加低沸点溶剂进行离心震荡后烘干至恒重;

[0026] S02填料浸润,

[0027] 将烘干后导热填料放入离心管并加入填充混合溶剂,填充混合溶剂为极性溶剂和非极性溶剂按照质量比为1:2或2:3的混合物,进行离心处理,采用脱脂棉吸取离心管内上清液,再用滤纸吸干导热填料堆积体表面残留的溶剂,称重并记录;

[0028] S03空隙含量测定,

$$[0029] \quad W_s = \frac{w_s}{w_{st} + w_s} \quad (1)$$

$$[0030] \quad W_{st} = 1 - W_s \quad (2)$$

$$[0031] \quad \Phi_f = \frac{W_{st} \cdot \rho_s}{W_{st} \cdot \rho_s + W_s \cdot \rho_f} \quad (3)$$

$$[0032] \quad \rho_{st} = \Phi_f \cdot \rho_f = \frac{W_{st} \cdot \rho_s}{W_{st} \cdot \rho_s + W_s \cdot \rho_f} \cdot \rho_f \quad (4)$$

[0033] 式中, w_s 为混合溶剂的填充量, w_{st} 为填料的质量, w_s 和 w_{st} 均可由实验测量得到。

[0034] W_s 为混合溶剂的质量分数, W_{st} 为填料堆砌体的质量分数, Φ_f 为堆砌体中填料所占的体积分数, ρ_{st} 为填料堆砌体的堆砌密度, ρ_s 为混合溶剂的密度, ρ_f 为填料的密度,

[0035] 根据 Φ_f 和 ρ_{st} 进行判断。

[0036] 优选地,所述极性溶剂为甲醇、乙醇、丙酮、四氢呋喃、二甲基亚砜、N,N-二甲基甲酰胺中的一种或多种组合,

[0037] 所述非极性溶剂为氯仿、苯、环己烷、二硫化碳、石油醚中的一种或多种组合

[0038] 本发明的有益效果主要体现在:

[0039] 通过确定合适的导热填料配比,并对其进行表面处理和球磨分散均匀,使其在硅橡胶基体内形成有效的导热网络,从而得到导热系数高、硬度低、绝缘性能好、性能稳定的导热硅橡胶。本发明制备的高导热低硬度绝缘硅橡胶热界面材料除了具有导热性能优异之外,还具有加工成型性能优异,生产工艺简单和生产效率高优点,可广泛应用于电子电器、航空航天、军工、汽车、大功率LED等诸多领域,具有广阔的市场应用前景。

附图说明

[0040] 图1是本发明一种热界面材料的制备方法所制得高导热低硬度硅橡胶的SEM照片结构示意图。

具体实施方式

[0041] 本发明提供一种热界面材料的制备方法。以下结合附图对本发明技术方案进行详细描述,以使其更易于理解和掌握。

[0042] 一种热界面材料的制备方法,包括如下步骤:

[0043] 材料选择,按照质量份数选择:10~80份硅橡胶基材、20~90份导热填料、0.5~8份表面处理剂、0.2~6份硅油、0.1~2.5份交联剂、0.01~2份催化剂、0.01~1份抑制剂,

[0044] 其中,导热填料由粒径相差异、密度相差异的导热材料复配而成,所述导热填料的堆砌体中填料体积分数为 Φ_f ,堆砌体的堆砌密度为 ρ_{st} , $\Phi_f \geq 60\%$, $\rho_{st} \leq 4\text{g}/\text{cm}^3$ 。

[0045] 导热填料处理,使用表面处理剂对导热填料的表面进行涂布修饰后,进行球磨作业得到精磨导热填料。球磨转速为50~800r/min,球磨时间为10~150min。

[0046] 密炼机混炼,将精磨导热填料、硅橡胶基材、硅油、交联剂、催化剂及抑制剂加入密炼机中混炼均匀,制得硅橡胶混炼胶,密炼机的转速为30~100rpm,密炼时间为5~20min。

[0047] 硫化成型,将硅橡胶混炼胶预热后放入模腔中进行模压硫化成型。具体地,将硅橡胶混炼胶置于真空烘箱中处理20min~60min后,然后放入预热至100~140℃的模腔中,合模后将模具置于平板硫化机上进行硫化,硫化压力为5~10MPa,硫化时间为5~20min,采用模压法硫化成型。一段硫化成型后,将冷却至室温的磨具置于鼓风烘箱中进行二次硫化,其中,硫化温度为200℃,硫化时间为1~2h,待自然冷却至室温后,取出即可得到高导热低硬度绝缘硅橡胶。该导热硅橡胶复合材料的导热系数为2~10W/m·K。

[0048] 本案中,硅橡胶基材为甲基乙基硅橡胶、甲基苯基乙基硅橡胶、端乙烯液体硅橡胶、多乙基液体硅橡胶中的一种或多种组合。交联剂为过氧化二叔丁基、过氧化苯甲酰、过氧化二异丙苯、2,4-二氯过氧化苯甲酰、2,5-二甲基-2,5-双(叔丁基过氧基)己烷、过苯甲酸叔丁酯中的一种或多种组合。催化剂为铂催化剂。抑制剂为六甲基环三硅氮烷、二苯基硅二醇、甲基苯基二乙氧基硅烷中的一种或多种组合。导热填料为氧化铝、氮化硼、氮化铝、碳化硅、氧化锌中的至少两种组合。表面处理剂为A151、KH550、KH560或KH570中的一种或多种组合。

[0049] 导热材料复配包括如下步骤:

[0050] 填料配比及清洁,按照期望填料体积分数与堆砌体的堆砌密度的选取粒径在0.1~500 μm 之间的至少两种导热填料,添加低沸点溶剂进行离心震荡后烘干至恒重;

[0051] 填料浸润,将烘干后导热填料放入离心管并加入填充混合溶剂,填充混合溶剂为极性溶剂和非极性溶剂按照质量比为1:2或2:3的混合物,进行离心处理,采用脱脂棉吸取离心管内上清液,再用滤纸吸干导热填料堆积体表面残留的溶剂,称重并记录;

[0052] 空隙含量测定,

$$[0053] \quad W_s = \frac{w_s}{w_{st} + w_s} \quad (1)$$

$$[0054] \quad W_{st} = 1 - W_s \quad (2)$$

$$[0055] \quad \Phi_f = \frac{W_{st} \cdot \rho_s}{W_{st} \cdot \rho_s + W_s \cdot \rho_f} \quad (3)$$

$$[0056] \quad \rho_{st} = \Phi_f \cdot \rho_f = \frac{W_{st} \cdot \rho_s}{W_{st} \cdot \rho_s + W_s \cdot \rho_f} \cdot \rho_f \quad (4)$$

[0057] 式中, w_s 为混合溶剂的填充量, w_{st} 为填料的质量, W_s 为混合溶剂的质量分数, W_{st} 为填料堆砌体的质量分数, Φ_f 为堆砌体中填料所占的体积分数, ρ_{st} 为填料堆砌体的堆砌密度, ρ_s 为混合溶剂的密度, ρ_f 为填料的密度, 根据 Φ_f 和 ρ_{st} 进行判断。

[0058] 大粒径导热填料的粒径为70~500 μm , 小粒径导热填料的粒径为0.1~10 μm 。其中, 不同粒径和不同种类的导热填料配比根据堆砌体中溶剂填充量的测定结果确定。

[0059] 极性溶剂为甲醇、乙醇、丙酮、四氢呋喃、二甲基亚砷、N,N-二甲基甲酰胺中的一种或多种组合, 非极性溶剂为氯仿、苯、环己烷、二硫化碳、石油醚中的一种或多种组合。

[0060] 实施例1

[0061] 导热硅橡胶按照质量份数包括: 硅橡胶基材: 80份、导热填料: 80份、表面处理剂: 1.0份、硅油: 0.5份、交联剂: 1.0份、催化剂: 0.05份、抑制剂: 0.02份。

[0062] 根据堆砌体中溶剂填充量的测定结果, 确定出导热填料的最佳质量配比为: 氧化铝(粒径为75 μm): 氧化铝(粒径为3 μm): 氮化铝(粒径为10 μm): 2: 4: 1。将表面处理剂A151配置成溶液, 对各种不同尺度的导热填料分别进行表面处理, 处理条件为60 $^{\circ}\text{C}$, 电磁搅拌2h; 处理完成后过滤、干燥和粉碎, 即可得到各种表面处理好的导热填料。其次, 采用球磨法将导热填料充分混合均匀。其中, 球磨转速为200r/min, 球磨时间为100min; 然后, 将80份的导热填料、80份的甲基乙基硅橡胶、1.0份的硅油、1.0份的2,5-二甲基-2,5-双(叔丁基过氧基)己烷、0.05份的铂催化剂和0.02份的二苯基硅二醇加入密炼机中密炼至混合均匀, 即可得到导热填料填充的硅橡胶混炼胶。然后, 将搅拌均匀的硅橡胶混炼胶放置于真空烘箱中处理0.5h, 使混在硅橡胶混炼胶中的气泡完全抽出。称取一定量的硅橡胶混炼胶(质量以试样所需要的厚度为准)放入预热至100 $^{\circ}\text{C}$ 的模腔中, 合模后将模具置于平板硫化机上进行硫化, 硫化压力为5MPa, 硫化时间为20min。最后, 一段硫化成型后, 将冷却至室温的磨具置于鼓风烘箱中进行二次硫化, 其中, 硫化温度为200 $^{\circ}\text{C}$, 硫化时间为1h, 待自然冷却至室温后, 取出即可得到高导热低硬度绝缘硅橡胶。该导热硅橡胶复合材料的导热系数为6.3W/m \cdot K。

[0063] 实施例2

[0064] 导热硅橡胶按照质量份数包括: 硅橡胶基体: 60份、导热填料: 80份、表面处理剂: 1.0份、硅油: 0.3份、交联剂: 1.5份、催化剂: 0.0份、抑制剂: 0.01份。

[0065] 首先, 根据堆砌体中溶剂填充量的测定结果, 确定出导热填料的最佳质量配比为: 氧化铝(粒径为40 μm): 氮化铝(粒径为6 μm): 氮化硼(粒径为3 μm): 1: 3: 2.5。将表面处理剂KH560配置成溶液, 对各种不同尺度的导热填料分别进行表面处理, 处理条件为60 $^{\circ}\text{C}$, 磁力搅拌2h; 处理完成后过滤、干燥和粉碎, 即可得到各种表面处理好的导热填料。其次, 采用球磨法将导热填料充分混合均匀。其中, 球磨转速为400r/min, 球磨时间为30min; 然后, 将80份的导热填料、60份的端乙烯液体硅橡胶、0.3份的多乙基硅油、1.5份的2,4-二氯过氧化苯甲酰、0.02份的铂催化剂和0.01份的甲基苯基二乙氧基硅烷加入密炼机中密炼至混合均匀, 即可得到导热填料填充的硅橡胶混炼胶。然后, 将搅拌均匀的硅橡胶混炼胶放置于真空烘箱中处理0.5h, 使混在硅橡胶混炼胶中的气泡完全抽出。称取一定量的硅橡胶混炼胶(质量以试样所需要的厚度为准)放入预热至120 $^{\circ}\text{C}$ 的模腔中, 合模后将模具置于平板硫化机上进行硫化, 硫化压力为3MPa, 硫化时间为15min。最后, 一段硫化成型后, 将冷却至室温的磨具置于鼓风烘箱中进行二次硫化, 其中, 硫化温度为200 $^{\circ}\text{C}$, 硫化时间为1h, 待自然冷却至室温后, 取出即可得到高导热低硬度绝缘硅橡胶。该导热硅橡胶复合材料的导热系数为4.6W/

m · K。

[0066] 实施例3

[0067] 导热硅橡胶按照质量份数包括:硅橡胶基体:75份、导热填料:80份、表面处理剂:1.0份、硅油:3份、交联剂:2.0份、催化剂:1.0份、抑制剂:0.05份。

[0068] 首先,根据堆砌体中溶剂填充量的测定结果,确定出导热填料的最佳质量配比为:氧化铝(粒径为75 μm):氧化锌(粒径为100nm):氮化硼(粒径为10 μm):2.5:1.2:1.0。将表面处理剂KH550配置成溶液,对各种不同尺度的导热填料分别进行表面处理,处理条件为60 $^{\circ}\text{C}$,磁力搅拌2h;处理完成后过滤、干燥和粉碎,即可得到各种表面处理好的导热填料。其次,采用球磨法将导热填料充分混合均匀。其中,球磨转速为500r/min,球磨时间为10min;然后,将75份的导热填料、80份的甲基苯基乙炔基硅橡胶、3份的端乙炔基硅油、2.0份的过氧化二异丙苯、1份的铂催化剂和0.05份的二苯基硅二醇加入密炼机中密炼至混合均匀,即可得到导热填料填充的硅橡胶混炼胶。然后,将搅拌均匀的硅橡胶混炼胶放置于真空烘箱中处理0.5h,使混在硅橡胶混炼胶中的气泡完全抽出。称取一定量的硅橡胶混炼胶(质量以试样所需要的厚度为准)放入预热至140 $^{\circ}\text{C}$ 的模腔中,合模后将模具置于平板硫化机上进行硫化,硫化压力为5MPa,硫化时间为10min。最后,一段硫化成型后,将冷却至室温的磨具置于鼓风烘箱中进行二次硫化,其中,硫化温度为200 $^{\circ}\text{C}$,硫化时间为1h,待自然冷却至室温后,取出即可得到高导热低硬度绝缘硅橡胶。该导热硅橡胶复合材料的导热系数为8.5W/m · K。

[0069] 实施例4

[0070] 导热硅橡胶按照质量份数包括:硅橡胶基体:80份、导热填料:65份、表面处理剂:1.0份、硅油:6份、交联剂:1.0份、催化剂:0.05份、抑制剂:0.02份。

[0071] 首先,根据堆砌体中溶剂填充量的测定结果,确定出导热填料的最佳质量配比为:氮化硼(粒径为25 μm):氮化铝(粒径为10 μm):3.2:1.4。将表面处理剂KH550配置成溶液,对各种不同尺度的导热填料分别进行表面处理,处理条件为60 $^{\circ}\text{C}$,磁力搅拌2h;处理完成后过滤、干燥和粉碎,即可得到各种表面处理好的导热填料。其次,采用球磨法将导热填料充分混合均匀。其中,球磨转速为350r/min,球磨时间为25min;然后,将65份的导热填料、80份的甲基乙炔基硅橡胶、6份的多乙炔基硅油、1.0份的2,5-二甲基-2,5-双(叔丁基过氧基)己烷、0.05份的铂催化剂和0.02份的六甲基环三硅氮烷加入密炼机中密炼至混合均匀,即可得到导热填料填充的硅橡胶混炼胶。然后,将搅拌均匀的硅橡胶混炼胶放置于真空烘箱中处理0.5h,使混在硅橡胶混炼胶中的气泡完全抽出。称取一定量的硅橡胶混炼胶(质量以试样所需要的厚度为准)放入预热至120 $^{\circ}\text{C}$ 的模腔中,合模后将模具置于平板硫化机上进行硫化,硫化压力为10MPa,硫化时间为20min。最后,一段硫化成型后,将冷却至室温的磨具置于鼓风烘箱中进行二次硫化,其中,硫化温度为200 $^{\circ}\text{C}$,硫化时间为2h,待自然冷却至室温后,取出即可得到高导热低硬度绝缘硅橡胶。该导热硅橡胶复合材料的导热系数为7.9W/m · K。

[0072] 图1给出了高导热低硬度硅橡胶的SEM照片:(a)实施例1放大115倍);(b)实施例2(放大50倍);(c)实施例3(放大500倍);(d)实施例4(放大5000倍)。

[0073] 表1高导热低硬度硅橡胶的性能。

样品 ^o	硬度 ^o (Shore A) ^o	导热系数 ^o (W/m·K) ^o	弹性模量 ^o (MPa) ^o	断裂强度 ^o (MPa) ^o	断裂伸长率(份) ^o	体积 ^o 电阻率 ($\times 10^{12}\Omega\cdot m$) ^o
[0074] 实施例 1 ^o	18 \pm 1.5 ^o	6.3 ^o	2.5 \pm 0.11 ^o	0.65 \pm 0.02 ^o	20.85 \pm 0.24 ^o	4.82 ^o
实施例 2 ^o	22 \pm 1.3 ^o	4.6 ^o	3.92 \pm 0.44 ^o	0.45 \pm 0.01 ^o	22.5 \pm 1.25 ^o	4.31 ^o
实施例 3 ^o	20 \pm 2.8 ^o	8.5 ^o	3.56 \pm 0.13 ^o	0.45 \pm 0.02 ^o	22.1 \pm 1.47 ^o	4.58 ^o
实施例 4 ^o	25 \pm 1.6 ^o	7.9 ^o	1.3 \pm 0.16 ^o	0.18 \pm 0.01 ^o	28.5 \pm 3.29 ^o	4.46 ^o

[0075] 通过以上描述可以发现,本发明一种热界面材料的制备方法,通过确定合适的导热填料配比,并对其进行表面处理和球磨分散均匀,使其在硅橡胶基体内形成有效的导热网络,从而得到导热系数高、硬度低、绝缘性能好、性能稳定的导热硅橡胶。本发明制备的高导热低硬度绝缘硅橡胶热界面材料除了具有导热性能优异之外,还具有加工成型性能优异,生产工艺简单和生产效率高等优点,可广泛应用于电子电器、航空航天、军工、汽车、大功率LED等诸多领域,具有广阔的市场应用前景。

[0076] 以上对本发明的技术方案进行了充分描述,需要说明的是,本发明的具体实施方式并不受上述描述的限制,本领域的普通技术人员依据本发明的精神实质在结构、方法或功能等方面采用等同变换或者等效变换而形成的所有技术方案,均落在本发明的保护范围之内。

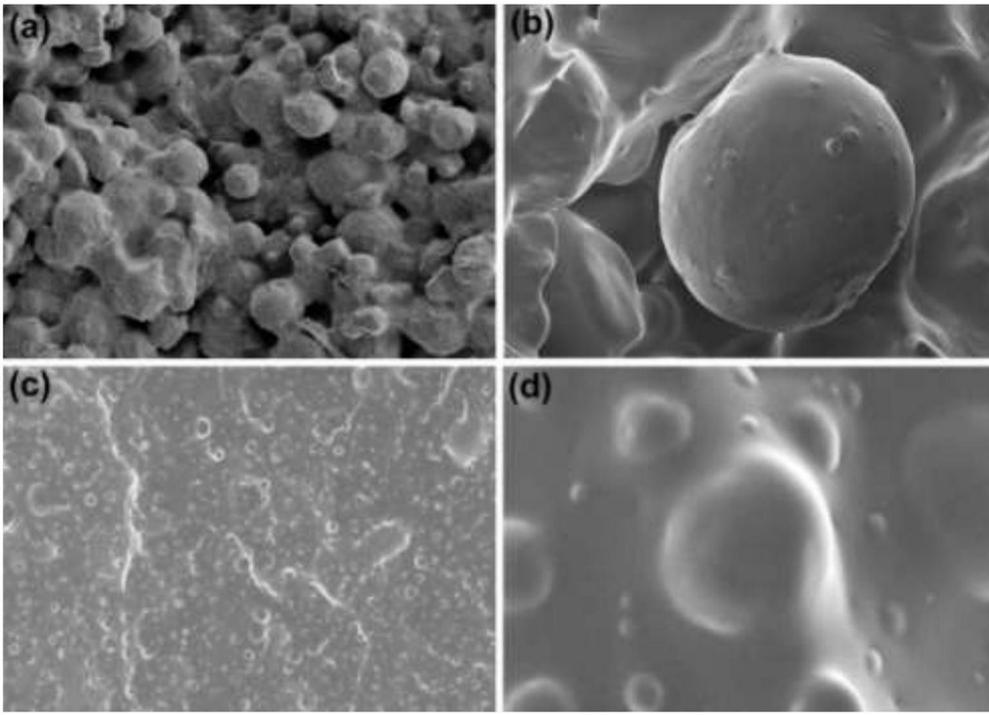


图1