



(21) 申请号 202211273763.4

C04B 35/638 (2006.01)

(22) 申请日 2022.10.18

C04B 35/64 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

审查员 夏瑞临

申请公布号 CN 115504792 A

(43) 申请公布日 2022.12.23

(73) 专利权人 福建华清电子材料科技有限公司

地址 362200 福建省泉州市晋江市经济开发
区(五里园)灵石路2号

(72) 发明人 杨大胜 施纯锡

(74) 专利代理机构 泉州市诚得知识产权代理事
务所(普通合伙) 35209

专利代理师 郑建强

(51) Int.Cl.

C04B 35/581 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

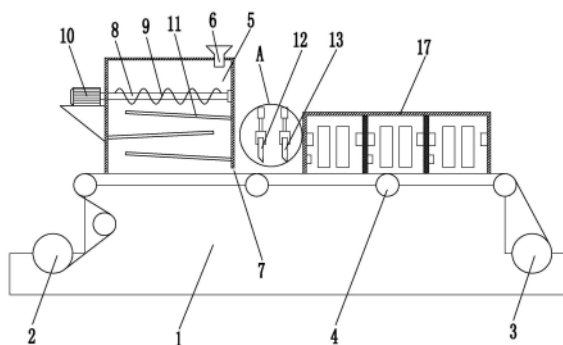
权利要求书2页 说明书9页 附图4页

(54) 发明名称

一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法

(57) 摘要

本发明涉及陶瓷材料技术领域,提供一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,解决现有制备工艺生产的氮化铝陶瓷抗弯强度不高,难以满足高端领域需求的问题,包括以下步骤:(1)表面改性;(2)球磨,球磨过程中添加的烧结助剂为 $\text{TiN-HfO}_2\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-LiCO}_3$;(3)真空脱泡;(4)流延成型;(5)等静压成型;(6)排胶;(7)烧结。制备得到的氮化铝陶瓷具有优异的热学性能和力学性能。



1. 一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

(1) 表面改性:

将氮化铝粉体、第一分散剂加入甲苯溶剂中,超声分散20~40min,然后缓慢加入疏水性聚异氰酸酯,在65~85℃下反应3~6h,待反应结束后进行过滤、洗涤、干燥,得到改性氮化铝粉体,所述氮化铝粉体、第一分散剂、疏水性聚异氰酸酯的质量比为100:1~3:18~36;

(2) 球磨:

将改性氮化铝粉体、烧结助剂、溶剂、第二分散剂加入球磨机内,球磨处理10~16h,再加入粘合剂和增塑剂继续球磨15~25h,所述烧结助剂为 $\text{TiN-HfO}_2\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-LiCO}_3$;

以改性氮化铝粉体质量100%计,所述烧结助剂、溶剂、第二分散剂、粘合剂和增塑剂的添加量分别为1.5~3.5%、48~60%、1.2~2.0%、8~14%、3~5%,

所述烧结助剂中TiN的质量分数为30~40%, HfO_2 的质量分数为18~25%, Sm_2O_3 的质量分数为24~30%, LiCO_3 的质量分数为12~20%;

(3) 真空脱泡:

将球磨后的物料送入脱泡机内进行脱泡处理,得到陶瓷浆料;

(4) 流延成型:

将步骤(3)得到的陶瓷浆料通过流延机流延成型,得到生坯带,再根据成品的尺寸和形状将生坯带进行冲压,得到生坯片;

所述流延机包括工作台,所述工作台的两侧分别设有放卷辊和收卷辊,所述放卷辊和收卷辊之间依次设有流延单元和烘干单元,所述流延单元包括浆料箱和刮刀,所述浆料箱的顶部设有进料口,所述浆料箱的侧壁下端设有出料口,所述浆料箱内设有搅拌轴,所述搅拌轴上安装有螺旋叶片,所述浆料箱的侧壁外部设有驱动电机,所述搅拌轴的端部贯穿浆料箱的侧壁与驱动电机的输出端传动连接,所述搅拌轴的下方设有若干个挡板,所述挡板将浆料箱内部分割并形成S形通道,所述刮刀包括第一刮刀和第二刮刀,所述第一刮刀和第二刮刀的顶部设有刮刀安装座,所述刮刀安装座的顶部两侧设有电动伸缩杆,所述电动伸缩杆通过机架与工作台固定连接,所述烘干单元包括烘干箱,所述烘干箱通过隔板分隔成第一烘干室、第二烘干室和第三烘干室,所述第一烘干室前后侧内壁上设有若干个第一加热板,所述第二烘干室前后侧内壁上设有若干个第二加热板,所述第三烘干室前后侧内壁上设有若干个第三加热板,所述第一烘干室、第二烘干室和第三烘干室的温度逐渐升高;

(5) 等静压成型:

将步骤(4)所得的生坯片放入冷等静压机中进行压制,具体处理条件为:从常压下升压至42~48MPa,并保压20~40s,然后升压至90~100MPa,并保压30~60s,接着升压至150~170MPa,并保压1.5~2.5min,最后升压至220~240MPa,并保压2~4min;

(6) 排胶:

在各个生坯片的表面敷一层隔粘粉,然后进行叠层,再放入排胶炉中进行排胶;

(7) 烧结:

将排胶后的生坯片进行烧结,烧结的具体过程为:首先在氮气和氨气形成的混合气体气氛下进行一次烧结,烧结温度为1350~1450℃,烧结时间为1~2h,混合然后在氮气气氛下进行二次烧结,烧结温度为1620~1700℃,烧结时间为3~6h,烧结后冷却至室温,除粉抛光后即得氮化铝陶瓷。

2. 根据权利要求1所述的一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,其特征在于:
所述第一烘干室、第二烘干室和第三烘干室的侧壁上均设有微波发生器。
3. 根据权利要求1所述的一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,其特征在于:
所述挡板向上倾斜,倾斜角度为 $2\sim 6^{\circ}$ 。
4. 根据权利要求1所述的一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,其特征在于:步骤(6)排胶的具体步骤为:在惰性气体气氛下以 $1\sim 3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 $220\sim 260^{\circ}\text{C}$,并保温 $1\sim 2\text{h}$,然后以 $2\sim 4^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 $540\sim 580^{\circ}\text{C}$,并保温 $2\sim 3\text{h}$,最后在空气气氛中继续保温 $30\sim 60\text{min}$ 。
5. 根据权利要求1所述的一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,其特征在于:所述混合气体中氮气的体积分数为 $75\sim 90\%$,氨气的体积分数为 $10\sim 25\%$ 。

一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及陶瓷材料技术领域,尤其涉及一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法。

背景技术

[0002] 氮化铝是一种综合性能优良的新型陶瓷材料,具有优良的导热性和电绝缘性、低的介电常数和介电损耗、无毒以及与硅相匹配的热膨胀系数等一系列优良特性,被认为是新一代高集成度半导体基片和电子器件封装的理想材料,受到了国内外研究者的高度重视。

[0003] 理论上,氮化铝的热导率为 $320\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$,但是实际生产出的氮化铝陶瓷热导率与理论值相差甚远,一般在 $180\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 以下。因此,现有的氮化铝陶瓷的研究重点往往集中在热导率的提升上。比如专利申请号CN201610344841.3公开了一种低温无压烧结氮化铝陶瓷的制备方法,所述氮化铝陶瓷是以高纯氮化铝粉体为原料,透辉石粉体和氟化钇粉体为烧结助剂,采用低温无压烧结方式形成氮化铝陶瓷,所得的氮化铝陶瓷热导率大于 $200\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。再比如专利申请号CN201911269335.2公开了一种高强度高导热氮化铝陶瓷基板及其制备方法,包括以下步骤:亚微米级高纯度氮化铝粉体、亚微米级氧化钇烧结助剂、粘结剂、溶剂和添加剂混合均匀;在中性或者还原气氛下脱脂,脱脂后陶瓷素坯的总杂质含量控制在 $4.6\sim 8.1\%$ 之间;将脱脂后的陶瓷素坯于 $1800\sim 1950^{\circ}\text{C}$ 烧结 $4\sim 100\text{h}$ 后,再于 $1750\sim 1950^{\circ}\text{C}$ 热处理 $2\sim 4\text{h}$ 。该发明采用亚微米级的粉体配方结合杂质含量控制和细晶化两步烧结方法,使得制备的氮化铝基板的热导率高大于 $240\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ 。

[0004] 随着微电子封装产业的蓬勃发展,对所用材料的性能要求越来越高,在某些特定领域,对氮化铝陶瓷材料要求高热导率的同时,还要求其具备高抗弯强度。但是上述专利制备出的氮化铝陶瓷的抗弯强度仅在 $300\sim 390\text{MPa}$ 之间,不能满足微电子封装产业的需求,限制了氮化铝陶瓷的应用范围。

发明内容

[0005] 因此,针对以上内容,本发明提供一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,解决现有制备工艺生产的氮化铝陶瓷抗弯强度不高,难以满足高端领域需求的问题。

[0006] 为达到上述目的,本发明是通过以下技术方案实现的:

[0007] 一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0008] (1)表面改性:

[0009] 将氮化铝粉体、第一分散剂加入甲苯溶剂中,超声分散 $20\sim 40\text{min}$,然后缓慢加入疏水性聚异氰酸酯,在 $65\sim 85^{\circ}\text{C}$ 下反应 $3\sim 6\text{h}$,待反应结束后进行过滤、洗涤、干燥,得到改性氮化铝粉体;

[0010] (2)球磨:

[0011] 将改性氮化铝粉体、烧结助剂、溶剂、第二分散剂加入球磨机内,球磨处理 $10\sim 16\text{h}$,再加入粘合剂和增塑剂继续球磨 $15\sim 25\text{h}$,所述烧结助剂为 $\text{TiN-HfO}_2\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-LiCO}_3$;

[0012] (3)真空脱泡:

[0013] 将球磨后的物料送入脱泡机内进行脱泡处理,得到陶瓷浆料;

[0014] (4)流延成型:

[0015] 将步骤(3)得到的陶瓷浆料通过流延机流延成型,得到生坯带,再根据成品的尺寸和形状将生坯带进行冲压,得到生坯片;

[0016] 所述流延机包括工作台,所述工作台的两侧分别设有放卷辊和收卷辊,所述放卷辊和收卷辊之间依次设有流延单元和烘干单元,所述流延单元包括浆料箱和刮刀,所述浆料箱的顶部设有进料口,所述浆料箱的侧壁下端设有出料口,所述浆料箱内设有搅拌轴,所述搅拌轴上安装有螺旋叶片,所述浆料箱的侧壁外部设有驱动电机,所述搅拌轴的端部贯穿浆料箱的侧壁与驱动电机的输出端传动连接,所述搅拌轴的下方设有若干个挡板,所述挡板将浆料箱内部分割并形成S形通道,所述刮刀包括第一刮刀和第二刮刀,所述第一刮刀和第二刮刀的顶部设有刮刀安装座,所述刮刀安装座的顶部两侧设有电动伸缩杆,所述电动伸缩杆通过机架与工作台固定连接,所述烘干单元包括烘干箱,所述烘干箱通过隔板分隔成第一烘干室、第二烘干室和第三烘干室,所述第一烘干室前后侧内壁上设有若干个第一加热板,所述第二烘干室前后侧内壁上设有若干个第二加热板,所述第三烘干室前后侧内壁上设有若干个第三加热板,所述第一烘干室、第二烘干室和第三烘干室的温度逐渐升高;

[0017] (5)等静压成型:

[0018] 将步骤(4)所得的生坯片放入冷等静压机中进行压制,具体处理条件为:从常压下升压至42~48MPa,并保压20~40s,然后升压至90~100MPa,并保压30~60s,接着升压至150~170MPa,并保压1.5~2.5min,最后升压至220~240MPa,并保压2~4min;

[0019] (6)排胶:

[0020] 在各个生坯片的表面敷一层隔粘粉,然后进行叠层,再放入排胶炉中进行排胶;

[0021] (7)烧结:

[0022] 将排胶后的生坯片进行烧结,烧结后冷却至室温,除粉抛光后即得氮化铝陶瓷。

[0023] 进一步的改进是:所述氮化铝粉体、第一分散剂、疏水性聚异氰酸酯的质量比为100:1~3:18~36。

[0024] 进一步的改进是:所述氮化铝粉体为微米级氮化铝粉体,中位粒径为1~3 μm 。

[0025] 进一步的改进是:以改性氮化铝粉体质量100%计,所述烧结助剂、溶剂、第二分散剂、粘合剂和增塑剂的添加量分别为1.5~3.5%、48~60%、1.2~2.0%、8~14%、3~5%。

[0026] 进一步的改进是:所述第一烘干室、第二烘干室和第三烘干室的侧壁上均设有微波发生器。

[0027] 进一步的改进是:所述挡板向上倾斜,倾斜角度为2~6°。

[0028] 进一步的改进是:步骤(6)排胶的具体步骤为:在惰性气体气氛下以1~3°C/min的速率升温至220~260°C,并保温1~2h,然后以2~4°C/min的速率升温至540~580°C,并保温2~3h,最后在空气气氛中继续保温30~60min。

[0029] 进一步的改进是:步骤(7)烧结的具体过程为:首先在氮气和氨气形成的混合气体气氛下进行一次烧结,烧结温度为1350~1450°C,烧结时间为1~2h,混合然后在氮气气氛下进行二次烧结,烧结温度为1620~1700°C,烧结时间为3~6h。

[0030] 进一步的改进是：所述混合气体中氮气的体积分数为75~90%，氨气的体积分数为10~25%。

[0031] 进一步的改进是：所述烧结助剂中TiN的质量分数为30~40%，HfO₂的质量分数为18~25%，Sm₂O₃的质量分数为24~30%，LiCO₃的质量分数为12~20%。

[0032] 通过采用前述技术方案，本发明的有益效果是：

[0033] 氮化铝粉体表面活性高，易发生潮解，使其表面包覆Al(OH)₃或AlOOH，造成氧杂质含量增加，烧结过程中易扩散进入AlN晶格中形成铝空位缺陷，从而影响氮化铝陶瓷产品的热导率以及致密度等各方面性能。本发明利用疏水性聚异氰酸酯上的-NCO基团与氮化铝表面的活性基团发生反应，从而在氮化铝表面包覆一层疏水性保护膜，有效避免潮解现象的发生。

[0034] 本发明采用TiN-HfO₂-Sm₂O₃-LiCO₃组成的四元烧结助剂，不仅能够降低烧结温度，降低AlN晶格的氧含量，净化晶格，减少晶格缺陷对声子的散射，提高氮化铝陶瓷的热导率；而且能够通过液相加速传质过程，活化烧结，促进致密化，改善氮化铝陶瓷的微观组织结构、晶粒的尺寸、晶相的组成与分布，提高了氮化铝陶瓷的抗弯强度，效果优于现有的烧结助剂。

[0035] 本发明采用不同于现有氮化铝陶瓷烧结的工艺，首先在氮气和氨气形成的混合气体气氛下进行一次烧结，可以有效脱除AlN晶格的氧杂质，净化晶格；再在氮气气氛下进行二次烧结，改善晶体内部缺陷，使AlN晶粒重排，逐渐分布均匀，并降低气孔率，提高氮化铝陶瓷生坯片的致密度，从而提到氮化铝陶瓷的综合性能。

[0036] 现有氮化铝陶瓷流延成型工序所采用的流延机结构设计不合理，容易出现承载膜上的陶瓷浆料薄膜厚度不均匀、烘干不彻底等情况，导致生产出的产品存在开裂、起泡、皱纹等缺陷，严重影响产品的质量，主要表现在抗弯强度和热导率方面性能的不足。本申请所提供的流延机对流延单元进行了改进，通过驱动电机、搅拌轴和螺旋叶片的配合，对进入浆料箱的陶瓷浆料进行搅拌混合，保证了陶瓷浆料的均匀性；通过挡板的设置，使陶瓷浆料沿S形运动轨迹在浆料箱中流动，进一步保证陶瓷浆料的均匀性；通过第一刮刀的第二刮刀的设置，提高了承载膜上的陶瓷浆料薄膜厚度的均一性，首先第一刮刀将承载膜上的陶瓷浆料初步涂抹均匀，再通过第二刮刀将陶瓷浆料进一步涂抹均匀并达到所需的厚度。通过刮刀安装座的设置，便于安装、更换刮刀；通过电动伸缩杆在竖直方向上的伸缩，带动第一刮刀和第二刮刀上下移动，调整第一刮刀和第二刮刀的高度，进而实现不同陶瓷浆料薄膜厚度的需求。通过第一烘干室、第二烘干室以及第三烘干室的设置，从低温到高温的逐步干燥浆料，使溶剂缓慢挥发，陶瓷浆料薄膜内部与表面溶剂的挥发速度基本一致，从而干燥的更加彻底，所形成的生坯带外观平整，避免出现开裂、起泡等现象。烘干时采用接触式热交换的方式，热量由浆料表面向内传导，形成由外到内的干燥过程，浆料表面率先升温，易硬化形成一层膜，阻碍内部溶剂的挥发。通过微波发生器的设置，工作时产生的微波被浆料吸收后，浆料内部溶剂分子高频往复运动，开始升温使内部溶剂不断向外挥发，提高烘干效率和烘干均匀性。另外，第一烘干室内浆料内的溶剂挥发速度慢，所形成的塌陷能够被及时填补，避免出现凹凸不平的现象；当送入第三烘干室时浆料固化成型，挥发量相对较少，所以产生的塌陷也少，保证了生坯带的平整度。

[0037] 总之，本发明制备的氮化铝陶瓷具有优异的热学性能和力学性能，这主要归因于

氮化铝陶瓷配方的选择,以及包括流延成型、等静压处理、排胶、烧结在内的各工序的优化设计,促进了氮化铝陶瓷的致密化,改善了氮化铝陶瓷的微观组织结构、晶粒的尺寸、晶相的组成与分布,降低了氧杂质含量和晶界相数量,从而实现了氮化铝陶瓷综合性能的提升。

附图说明

[0038] 图1是本发明实施例1中流延机的整体结构示意图;

[0039] 图2是图1中A处的放大示意图;

[0040] 图3是图1中第一刮刀的侧视图;

[0041] 图4是图1中烘干箱的结构示意图。

具体实施方式

[0042] 以下将结合具体实施例来详细说明本发明的实施方式,借此对本发明如何应用技术手段来解决技术问题,并达成技术效果的实现过程能充分理解并据以实施。

[0043] 若未特别指明,实施例中所采用的技术手段为本领域技术人员所熟知的常规手段,所采用的试剂和产品也均为可商业获得的。所用试剂的来源、商品名以及有必要列出其组成成分者,均在首次出现时标明。

[0044] 实施例1

[0045] 一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0046] (1)表面改性:

[0047] 将氮化铝粉体、十二烷基硫酸钠加入甲苯溶剂中,超声分散20min,然后缓慢加入疏水性聚异氰酸酯,在65℃下反应6h,待反应结束后进行过滤、洗涤、干燥,得到改性氮化铝粉体;

[0048] 所述氮化铝粉体、十二烷基硫酸钠、疏水性聚异氰酸酯的质量比为100:1:18,所述疏水性聚异氰酸酯为德国拜耳集团生产的HDI固化剂,型号为Desmodur N3200,氮化铝粉体的中位粒径为3μm;

[0049] (2)球磨:

[0050] 将改性氮化铝粉体、烧结助剂、溶剂、第二分散剂加入球磨机内,球磨处理10h,再加入粘合剂和增塑剂继续球磨15h,所述烧结助剂为 $\text{TiN-HfO}_2\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-LiCO}_3$;

[0051] 所述溶剂为四氢呋喃、乙二醇二甲醚醇按质量比30:70组成的混合溶剂,所述第二分散剂为聚丙烯酸铵,所述粘结剂由聚乙烯醇缩丁醛,所述增塑剂为邻苯二甲酸二丁酯;以改性氮化铝粉体质量100%计,所述烧结助剂、溶剂、聚丙烯酸铵、聚乙烯醇缩丁醛和邻苯二甲酸二丁酯的添加量分别为1.5%、48%、1.2%、8%、3%;所述烧结助剂中TiN的质量分数为30%、 HfO_2 的质量分数为22%、 Sm_2O_3 的质量分数为28%、 LiCO_3 的质量分数为20%;

[0052] (3)真空脱泡:

[0053] 将球磨后的物料送入脱泡机内进行脱泡处理,得到陶瓷浆料;

[0054] (4)流延成型:

[0055] 将步骤(3)得到的陶瓷浆料通过流延机流延成型,得到生坯带,再根据成品的尺寸和形状将生坯带进行冲压,得到生坯片;

[0056] 参考图1至图4,所述流延机包括工作台1,所述工作台1的两侧分别设有放卷辊2和

收卷辊3,所述放卷辊2用于放卷承载膜,所述工作台上设有若干个导向辊4,所述导向辊对承载膜起支撑、导向作用,所述放卷辊2和收卷辊3之间依次设有流延单元和烘干单元,所述流延单元包括浆料箱5和刮刀,所述浆料箱5的顶部设有进料口6,所述浆料箱的侧壁下端设有出料口7,所述浆料箱5内设有搅拌轴8,所述搅拌轴8上安装有螺旋叶片9,所述浆料箱5的侧壁外部设有驱动电机10,所述搅拌轴8的端部贯穿浆料箱5的侧壁与驱动电机10的输出端传动连接,所述搅拌轴8的下方设有若干个挡板11,所述挡板11将浆料箱5内部分割并形成S形通道,所述挡板向上倾斜,倾斜角度在 $2\sim 6^{\circ}$ 范围内,本实施例中倾斜角度为 2° ,所述刮刀包括第一刮刀12和第二刮刀13,所述第一刮刀12和第二刮刀13的顶部设有刮刀安装座14,所述刮刀安装座14的顶部两侧设有电动伸缩杆15,所述电动伸缩杆15通过机架16与工作台1固定连接,所述烘干单元包括烘干箱17,所述烘干箱17通过隔板18分隔成第一烘干室19、第二烘干室20和第三烘干室21,所述第一烘干室19前后侧内壁上设有若干个第一加热板22,所述第二烘干室20前后侧内壁上设有若干个第二加热板23,所述第三烘干室21前后侧内壁上设有若干个第三加热板24,所述第一烘干室19、第二烘干室20和第三烘干室21的侧壁上均设有微波发生器25,所述第一烘干室19的侧壁底端设有第一温度监测器26,所述第二烘干室20的侧壁底端设有第二温度监测器27,所述第三烘干室21的侧壁底端设有第三温度监测器28;

[0057] (5)等静压成型:

[0058] 将步骤(4)所得的生坯片放入冷等静压机中进行压制,具体处理条件为:从常压下升至42MPa,并保压20s,然后升至90MPa,并保压30s,接着升至150MPa,并保压2.5min,最后升至220MPa,并保压4min;

[0059] (6)排胶:

[0060] 在各个生坯片的表面敷一层隔粘粉,然后进行叠层,再放入排胶炉中进行排胶,所述排胶的具体步骤为:在惰性气体气氛下以 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 220°C ,并保温1h,然后以 $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 540°C ,并保温2h,最后在空气气氛中继续保温30min;

[0061] (7)烧结:

[0062] 将排胶后的生坯片进行烧结,烧结后冷却至室温,除粉抛光后即得氮化铝陶瓷,烧结的具体过程为:首先在氮气和氨气形成的混合气体气氛下进行一次烧结,烧结温度为 1350°C ,烧结时间为1h,混合然后在氮气气氛下进行二次烧结,烧结温度为 1620°C ,烧结时间为6h。所述混合气体中氮气的体积分数为75%,氨气的体积分数为25%。

[0063] 所述烘干箱的外部镶嵌有控制面板(图中未示出),控制面板的PLC控制器输出端与加热板的输入端电性连接,PLC控制器输入端与温度监测器的输出端电性连接。第一烘干室的温度设置在 $45\sim 50^{\circ}\text{C}$ 范围内,第二烘干室的温度设置在 $70\sim 75^{\circ}\text{C}$ 范围内,第二烘干室的温度设置在 $85\sim 90^{\circ}\text{C}$ 范围内。通过温度监测器监测各个烘干室内部温度,当监测到温度过高时,停止加热,保证浆料的烘干效果。所述的各个温度监测器、微波发生器,控制面板均为通用标准件或本领域技术人员知晓的部件,其结构和原理均可通过技术手册得知或通过常规实验方法获知。比如温度监测器的型号为PT100,微波发生器的型号为ZKWL-WB-001,控制面板的型号为TC45。

[0064] 对本实施例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为99.2%,热导率为 $239\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$,抗弯强度为571MPa。

[0065] 实施例2

[0066] 一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0067] (1)表面改性:

[0068] 将氮化铝粉体、十二烷基硫酸钠加入甲苯溶剂中,超声分散30min,然后缓慢加入疏水性聚异氰酸酯,在75℃下反应5h,待反应结束后进行过滤、洗涤、干燥,得到改性氮化铝粉体;

[0069] 所述氮化铝粉体、十二烷基硫酸钠、疏水性聚异氰酸酯的质量比为100:2:27,氮化铝粉体的中位粒径为2 μ m;

[0070] (2)球磨:

[0071] 将改性氮化铝粉体、烧结助剂、溶剂、聚丙烯酸铵加入球磨机内,球磨处理13h,再加入粘合剂和增塑剂继续球磨20h,所述烧结助剂为

[0072] TiN-HfO₂-Sm₂O₃-LiCO₃;

[0073] 以改性氮化铝粉体质量100%计,所述烧结助剂、溶剂、聚丙烯酸铵、粘结剂和增塑剂的添加量分别为2.5%、55%、1.6%、11%、4%;所述烧结助剂中TiN的质量分数为35%、HfO₂的质量分数为25%、Sm₂O₃的质量分数为24%、LiCO₃的质量分数为16%;

[0074] (3)真空脱泡:

[0075] 将球磨后的物料送入脱泡机内进行脱泡处理,得到陶瓷浆料;

[0076] (4)流延成型:

[0077] 将步骤(3)得到的陶瓷浆料通过流延机流延成型,得到生坯带,再根据成品的尺寸和形状将生坯带进行冲压,得到生坯片;

[0078] (5)等静压成型:

[0079] 将步骤(4)所得的生坯片放入冷等静压机中进行压制,具体处理条件为:从常压下升压至45MPa,并保压40s,然后升压至95MPa,并保压45s,接着升压至160MPa,并保压2min,最后升压至230MPa,并保压3min;

[0080] (6)排胶:

[0081] 在各个生坯片的表面敷一层隔粘粉,然后进行叠层,再放入排胶炉中进行排胶,所述排胶的具体步骤为:在惰性气体气氛下以2℃/min的速率升温至240℃,并保温1.5h,然后以3℃/min的速率升温至560℃,并保温2.5h,最后在空气气氛中继续保温45min;

[0082] (7)烧结:

[0083] 将排胶后的生坯片进行烧结,烧结后冷却至室温,除粉抛光后即得氮化铝陶瓷,烧结的具体过程为:首先在氮气和氨气形成的混合气体气氛下进行一次烧结,烧结温度为1400℃,烧结时间为1.5h,混合然后在氮气气氛下进行二次烧结,烧结温度为1660℃,烧结时间为5h。所述混合气体中氮气的体积分数为80%,氨气的体积分数为20%。

[0084] 对本实施例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为99.3%,热导率为247W/m·K,抗弯强度为565MPa。

[0085] 实施例3

[0086] 一种高强度氮化铝陶瓷的制备方法,包括以下步骤:

[0087] (1)表面改性:

[0088] 将氮化铝粉体、十二烷基硫酸钠加入甲苯溶剂中,超声分散40min,然后缓慢加入

疏水性聚异氰酸酯,在85℃下反应3h,待反应结束后进行过滤、洗涤、干燥,得到改性氮化铝粉体;

[0089] 所述氮化铝粉体、十二烷基硫酸钠、疏水性聚异氰酸酯的质量比为100:3:36,氮化铝粉体的中位粒径为1 μ m;

[0090] (2)球磨:

[0091] 将改性氮化铝粉体、烧结助剂、溶剂、聚丙烯酸铵加入球磨机内,球磨处理16h,再加入粘合剂和增塑剂继续球磨25h,所述烧结助剂为

[0092] TiN-HfO₂-Sm₂O₃-LiCO₃;

[0093] 以改性氮化铝粉体质量100%计,所述烧结助剂、溶剂、聚丙烯酸铵、粘结剂和增塑剂的添加量分别为3.5%、60%、2.0%、14%、5%;所述烧结助剂中TiN的质量分数为40%、HfO₂的质量分数为18%、Sm₂O₃的质量分数为30%、LiCO₃的质量分数为12%;

[0094] (3)真空脱泡:

[0095] 将球磨后的物料送入脱泡机内进行脱泡处理,得到陶瓷浆料;

[0096] (4)流延成型:

[0097] 将步骤(3)得到的陶瓷浆料通过流延机流延成型,得到生坯带,再根据成品的尺寸和形状将生坯带进行冲压,得到生坯片;

[0098] (5)等静压成型:

[0099] 将步骤(4)所得的生坯片放入冷等静压机中进行压制,具体处理条件为:从常压下升至48MPa,并保压30s,然后升至100MPa,并保压60s,接着升至170MPa,并保压1.5min,最后升至240MPa,并保压2min;

[0100] (6)排胶:

[0101] 在各个生坯片的表面敷一层隔粘粉,然后进行叠层,再放入排胶炉中进行排胶,所述排胶的具体步骤为:在惰性气体气氛下以3℃/min的速率升温至260℃,并保温2h,然后以4℃/min的速率升温至580℃,并保温3h,最后在空气气氛中继续保温60min;

[0102] (7)烧结:

[0103] 将排胶后的生坯片进行烧结,烧结后冷却至室温,除粉抛光后即得氮化铝陶瓷,烧结的具体过程为:首先在氮气和氨气形成的混合气体气氛下进行一次烧结,烧结温度为1450℃,烧结时间为2h,混合然后在氮气气氛下进行二次烧结,烧结温度为1700℃,烧结时间为3h。所述混合气体中氮气的体积分数为90%,氨气的体积分数为10%。

[0104] 对本实施例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为99.2%,热导率为242W/m·K,抗弯强度为560MPa。

[0105] 对比例1

[0106] 与实施例3的区别在于:省略步骤(1),氮化铝粉体未经表面改性直接进行球磨。其他工艺条件与实施例3相同。

[0107] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为94.9%,热导率为209W/m·K,抗弯强度为492MPa。

[0108] 对比例2

[0109] 与实施例3的区别在于:省略步骤(5)。其他工艺条件与实施例3相同。

[0110] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为94.4%,热导率为

193W/m·K,抗弯强度为475MPa。

[0111] 对比例3

[0112] 与实施例3的区别在于:步骤(5)等静压处理具体条件为:从常压下升压至240MPa,并保压5min。其他工艺条件与实施例3相同。

[0113] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为96.1%,热导率为210W/m·K,抗弯强度为501MPa。

[0114] 对比例4

[0115] 与实施例3的区别在于:步骤(5)等静压处理具体条件为:从常压下升压至100MPa,并保压1.5min,接着升压至170MPa,并保压1.5min,最后升压至240MPa,并保压2min。其他工艺条件与实施例3相同。

[0116] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为96.9%,热导率为220W/m·K,抗弯强度为514MPa。

[0117] 对比例5

[0118] 与实施例3的区别在于:步骤(5)等静压处理具体条件为:从常压下升压至48MPa,并保压30s,接着升压至170MPa,并保压3min,最后升压至240MPa,并保压2min。其他工艺条件与实施例3相同。

[0119] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为97.1%,热导率为221W/m·K,抗弯强度为523MPa。

[0120] 对比例6

[0121] 与实施例3的区别在于:步骤(5)等静压处理具体条件为:从常压下升压至48MPa,并保压30s,接着升压至100MPa,并保压60s,最后升压至240MPa,并保压3.5min。其他工艺条件与实施例3相同。

[0122] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为97.7%,热导率为228W/m·K,抗弯强度为533MPa。

[0123] 对于实施例3以及对比例2~6可知:(1)生坯片经过等静压处理后再进行排胶、烧结,致密化程度更大,制备得到的氮化铝陶瓷热导率、抗弯强度均有所提高。(2)相比于直接在高压下进行等静压处理的方式,本申请采用分段式升压并保压处理的方式,可以最大限度地改善氮化铝陶瓷的综合性能,省略其中的某一段加压过程,氮化铝陶瓷的性能均会出现一定的下滑。

[0124] 对比例7

[0125] 与实施例3的区别在于:烧结助剂采用专利号CN201710438497.9公开的 Sm_2O_3 - CeO_2 - CaF_2 三元烧结助剂体系,其中 Sm_2O_3 、 CeO_2 、 CaF_2 的质量比为5:2:1。

[0126] 对本对比例制备的氮化铝陶瓷进行检测,性能如下:致密度为97.4%,热导率为210W/m·K,抗弯强度为498MPa。

[0127] 进一步,将实施例3中的四元烧结助剂替换成等质量的三元烧结助剂,比如 HfO_2 - Sm_2O_3 - LiCO_3 (质量分数分别为30%、50%、20%);替换成等质量的二元烧结助剂,比如 HfO_2 - LiCO_3 (质量分数分别为60%、40%);替换成等质量的单一烧结助剂,比如 Sm_2O_3 ,制备得到的氮化铝陶瓷的热导率均低于215W/m·K,抗弯强度均低于490MPa。

[0128] 以上所记载,仅为利用本创作技术内容的实施例,任何熟悉本项技艺者运用本创

作所做的修饰、变化,皆属本创作主张的专利范围,而不限于实施例所揭示者。

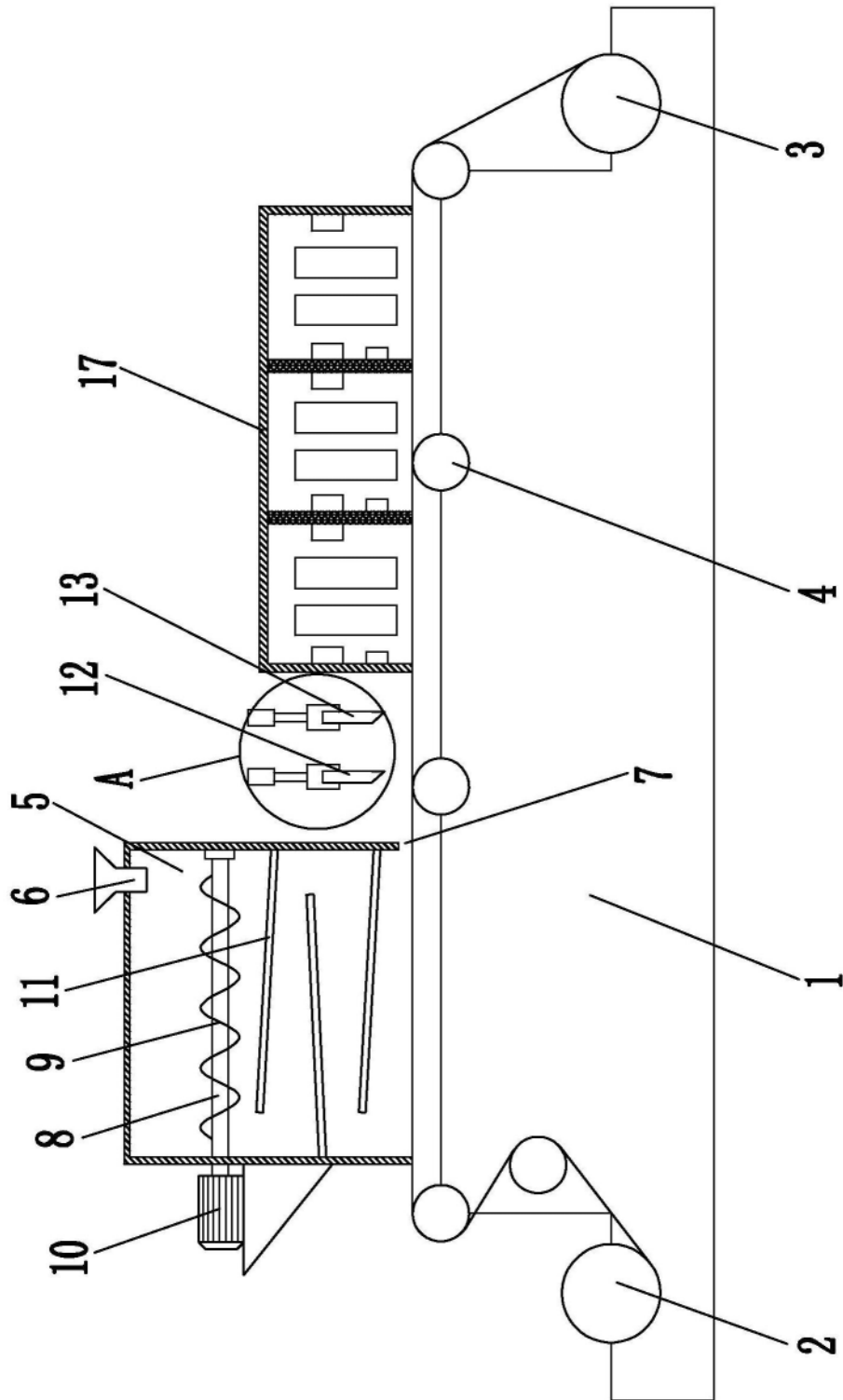


图1

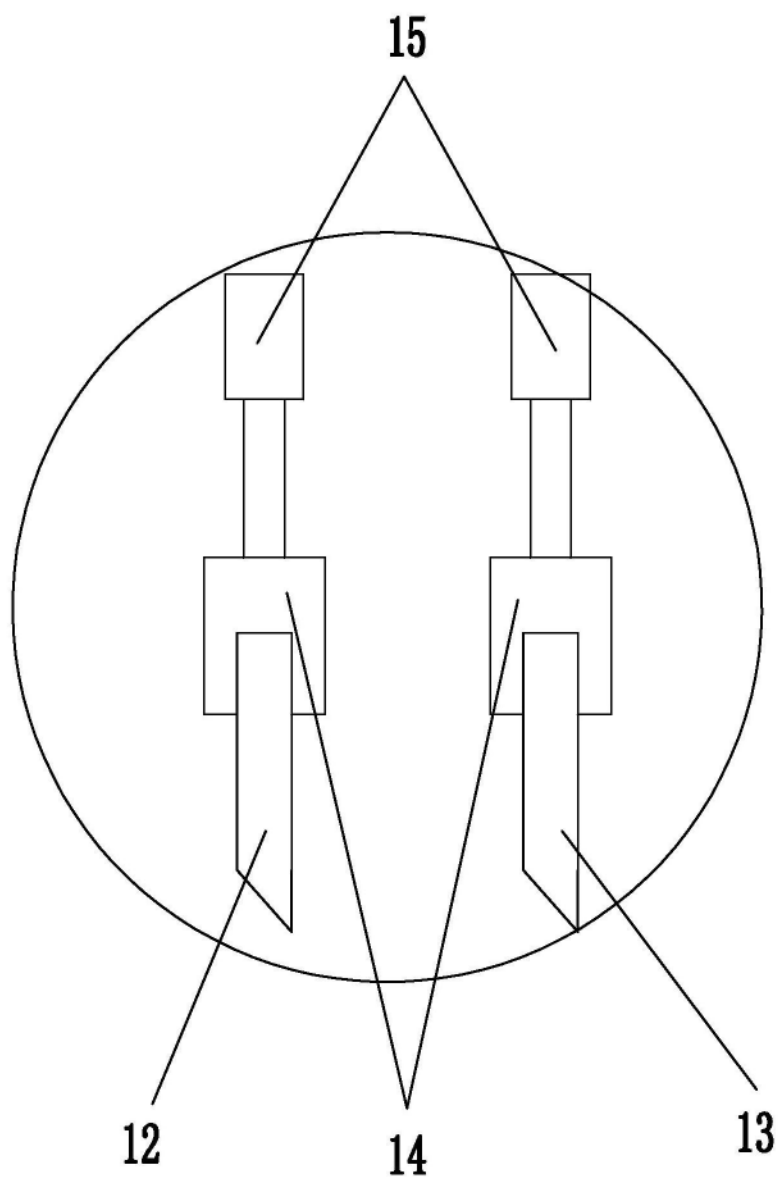


图2

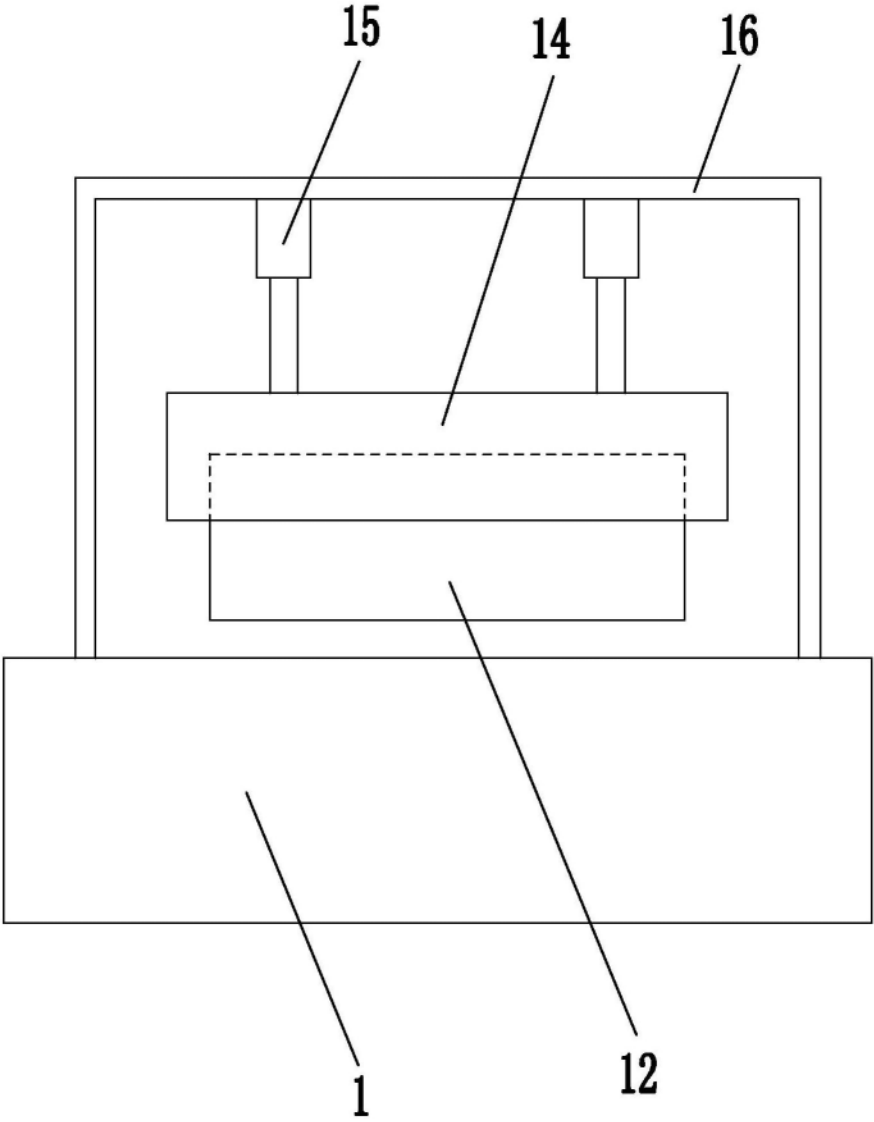


图3

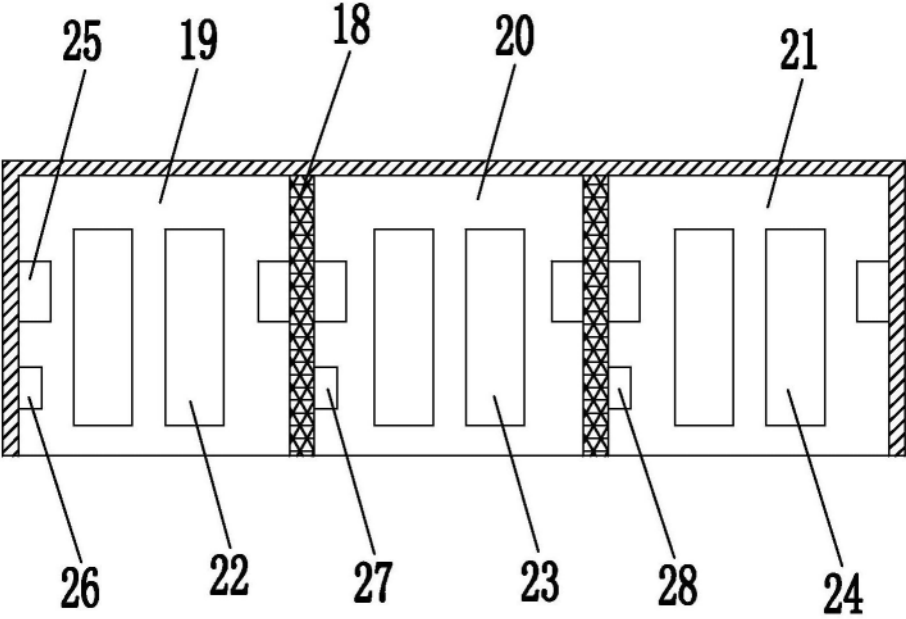


图4