



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101003436 B

(45) 授权公告日 2012. 02. 22

(21) 申请号 200710004476. 2

(22) 申请日 2002. 07. 23

(30) 优先权数据

09/923, 994 2001. 08. 07 US

(62) 分案原申请数据

02815595. 5 2002. 07. 23

(73) 专利权人 圣戈本陶瓷及塑料股份有限公司

地址 美国马萨诸塞州

(72) 发明人 V · K · 普加里 W · T · 科林斯

J · J · 库茨克

(74) 专利代理机构 上海专利商标事务所有限公

司 31100

代理人 陈文青

(51) Int. Cl.

C04B 35/5833 (2006. 01)

C08K 3/38 (2006. 01)

(56) 对比文件

US 4195002 A, 1980. 03. 25, 实施例 11.

US 5567353 A, 1996. 10. 22, 说明书第 1 栏第 29-57 行, 第 5 栏第 5-15 行.

US 5854155 A, 1998. 12. 29, 全文.

CN 1269273 A, 2000. 10. 11, 全文.

US 4195002 A, 1980. 03. 25, 实施例 11.

审查员 赵双全

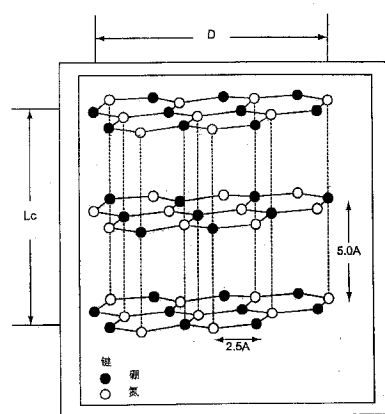
权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图 2 页

(54) 发明名称

氮化硼球形粒粉体以及它们的使用方法

(57) 摘要

本发明涉及制备六方晶氮化硼及其浆料的方法。该方法涉及约 0.5 ~ 5 重量%的表面活性剂与约 30 重量%的六方晶氮化硼粉体在有利于形成六方晶氮化硼浆料条件下于介质内混合。本发明还涉及制备球形粒氮化硼粉体的方法, 以及采用六方晶氮化硼浆料制备六方晶氮化硼糊料的方法。本发明另一方面涉及六方晶氮化硼糊料, 它包含约 60 ~ 80 重量%的固体六方晶氮化硼。本发明还有一方面涉及球形氮化硼粉体, 包含聚合物与球形六方晶氮化硼粉体的聚合物混合物, 以及包含该聚合物混合物的体系。



1. 一种球形氮化硼粉体,它包含氮化硼片晶的烧结的球形团聚物。
2. 球形团聚物,其特征在于:所述的球形团聚物基本上由六方晶氮化硼构成。
3. 如权利要求2所述的球形团聚物,其特征在于:球形氮化硼粉体的振实密度在0.4-0.7g/cc之间。
4. 如权利要求2所述的球形团聚物,其特征在于:所述球形团聚物的平均直径为10-500 μm 。
5. 如权利要求4所述的球形团聚物,其特征在于:所述球形团聚物的平均直径为30-150 μm 之间。
6. 一种聚合物混合物,它包括一种聚合物,以及包含氮化硼片晶的烧结的球形团聚物的粉体相。
7. 如权利要求6所述的聚合物混合物,其中氮化硼的烧结的球形团聚物的平均直径为10-500 μm 之间。
8. 如权利要求7所述的聚合物混合物,其中氮化硼的烧结的球形团聚物的平均直径为30-150 μm 之间。
9. 一种聚合物混合物,它包括一种聚合物,以及基本上由六方晶氮化硼片晶构成的粉体相。
10. 如权利要求6或9所述的聚合物混合物,其特征在于:所述的聚合物选自可熔融处理的聚合物,酚醛树脂,有机硅聚合物,或蜡类。
11. 如权利要求10所述的聚合物混合物,其特征在于:所述的可熔融处理的聚合物选自聚酯或丙烯酸类树脂。
12. 如权利要求6或9所述的聚合物混合物,其特征在于:该聚合物混合物包含30-80重量%粉体相。
13. 如权利要求12所述的聚合物混合物,其特征在于:该聚合物混合物包含50-80重量%粉体相。
14. 如权利要求6或9所述的聚合物混合物,其特征在于:该聚合物混合物的热导率为1-15W/mK。

氮化硼球形粒粉体以及它们的使用方法

[0001] 本发明专利申请是国际申请号为 PCT/US02/23396, 国际申请日为 2002 年 7 月 23 日, 进入中国国家阶段的申请号为 02815595.5, 名称为“高固含量六方晶氮化硼浆料、糊料、球形粒粉体, 以及它们的制备与使用方法”的发明专利申请的分案申请

[0002] 发明领域

[0003] 本发明涉及制备六方晶 (hexagonal) 氮化硼浆料、糊料以及球形粒六方晶氮化硼粉体的方法。本发明还涉及制备得到的六方晶氮化硼浆料、糊料及球形粒六方晶氮化硼粉体, 以及六立晶型氮化硼的球形粉体在聚合物混合体系和含热源与热阱的体系中的应用。

背景技术

[0004] 微电子器件, 诸如集成电路片越变越小, 功能也更强。当今发展趋势是生产出的集成片愈发高度集成化, 在指定时间内能比原有芯片执行更多指令。这造成集成电路片内使用的电流增磊, 结果, 这些集成片比原有芯片产生更多的电阻热。为此, 应对热的排放成了开发电子器件的主要问题。

[0005] 通常, 热源或诸如集成电路片的器件配备有热阱, 以去除它们运行时产生的热。然而, 热源或器件与热阱之间的接触热阻限制了热阱的散热效率。组装期间, 通常涂覆一层热导膏, 如硅烷, 或涂一层热导有机蜡, 以便在热源与热阱相对的匹配表面之间建一个低热阻通道。其它热导材料基于使用粘结剂, 最好为树脂型粘结剂, 如硅烷、热塑橡胶、尿烷、丙烯酸树脂或环氧树脂, 至少有一种以上的热导填料分散于这些粘结剂中。

[0006] 通常, 这类填料为两大主要类别中之一: 热导、电绝缘类, 或热导、电导类填料。氧化铝、氧化镁、氧化锌、氮化铝以及氮化硼是最常被提及的热导、电绝缘类填料, 用于热产品。氮化硼, 且更具体地说是六方晶氮化硼 (hBN) 特别适用于那些具有优异热传导特性且又相对价廉的产品。

[0007] 对于填料, 要求其有高热导率 (或尽可能的低热阻性)。为了使诸如 hBN 一类填料获得足够高的热导性, 要求在粘结剂中采用高负载量的填料。然而, 由于 hBN 呈片状颗粒结构, 意欲获得高于 20 体积%固含量是件难事。

[0008] Shaffer 等人的美国专利 US Pat. No. 5, 898, 009 ; 6, 048, 511 和欧洲专利 EP0939066A1 公开了一种变通方法, 以进一步提高 hBN 固体的负载量。它涉及到 (a) 经破碎后的 hBN 粉的冷压, (b) 冷压块经破碎成更细小块, 以及 (c) 细小块经过筛, 得到符合粒度分布要求的团聚物。然而此团聚物呈非球形 (棱形), 边缘短且参差不齐。由于如下原因, 这类形状颗粒无法得到最佳固体负载量: (1) 非球形团聚物颗粒之间润滑性不够, 因而导致粘度提高; 以及 (2) 非球形团聚物颗粒表面积较大, 因而其表面吸附较多聚合物造成游离态聚合物, 数量下降, 反过来又提高了粘度。

[0009] 因此, 对于热导填充材料必须要求负载量高, 以获得足够高的热导率, 而并不提高其粘度。本发明的目的就是要克服这方面的缺陷。

发明内容

[0010] 本发明涉及制作六方晶氮化硼浆料的方法。本方法涉及 0.5 ~ 5 重量%的表面活性剂与 30-50 重量%的六方晶氮化硼粉体在有利于形成六方晶氮化硼浆料条件下于介质内混合。

[0011] 在一个实施方案中,本发明涉及制备球形氮化硼粉体的方法,它包括:提供六方晶氮化硼浆料,所述的六方晶氮化硼浆料包含 30-50 重量%的六方晶氮化硼粉体和 0.5-5 重量%表面活性剂;对浆料进行喷雾干燥,产生球形氮化硼粉体,对球形氮化硼粉体进行烧结。

[0012] 本发明还涉及六方晶氮化硼浆料,所述浆料包含在介质中混合的约 0.5 ~ 5wt%表面活性剂和约 30 ~ 50wt%六方晶氮化硼粉体。

[0013] 本发明还涉及制备球形粒氮化硼粉体的方法,它包括提供六方晶氮化硼浆料,在有利于形成球形粒氮化硼粉体(包括氮化硼片晶的球形团聚物)条件下进行喷雾干燥,以及对球形氮化硼粉体进行烧结。

[0014] 本发明还涉及球形氮化硼粉体,它包括氮化硼片晶的球形团聚物。

[0015] 本发明还涉及六方晶氮化硼糊料的制备方法。该方法涉及提供六方晶氮化硼浆料并在有利于形成高含 60 ~ 80 重量%固体六方晶氮化硼的六方晶氮化硼糊料条件下处理浆料。

[0016] 本发明还涉及介质中高含 60 ~ 80 重量%固体六方晶氮化硼的六方晶氮化硼糊料。

[0017] 本发明还涉及粉体相与聚合物形成的聚合物混合物。该粉体相包含六方晶氮化硼片晶的球形团聚物。粉体相均匀分布于聚合物内。

[0018] 本发明还涉及包含热源、热阱,以及将热源与热阱相连的热导材料,其中热导材料含有包括六方晶氮化硼片晶球形团聚物的粉体相。

[0019] 本发明的六方晶氮化硼浆料具有高固含量、低粘度特点。此外,该浆料可用于生产高产率的六方晶氮化硼粉体与糊料。本发明 hBN 球形团聚物有利于降低团聚物间的磨擦,因而在聚合物内允许更高的固含量,进而达到更高热导率。此外,球形 hBN 团聚物的表面积最小,因而降低了团聚物表面对聚合物的吸附量,从而有更多游离聚合物,可以改善流动性/降低粘度。而且,本发明球形 hBN 粉体中,球形团聚物中 hBN 片的分布是不规则的(与先前工艺中压制而成的团聚物中的有序片状晶相比)。因此,本发明填有球形 hBN 的聚合物应呈现更多的各向异性热导特性,在聚合物厚度方向上具有更高热导率。

附图说明

[0020] 图 1 为氮化硼的结构示意图。许多这样的单元形成了氮化硼(BN)的片。

[0021] 图 2 为固含量为 50%且含各种表面活性剂的氮化硼浆料的流变特性。

[0022] 本发明涉及六方晶氮化硼浆料的制备方法,该方法涉及约 0.5 ~ 5 重量%的表面活性剂与 30-50 重量%的六方晶氮化硼粉体在有利于形成六方晶氮化硼浆料条件下于介质内混合。

[0023] 正如本发明采用的术语,浆料是指某种液体(即水介质或非水介质)与不可溶性物质的较稀混合液或悬浊液。

[0024] 六方晶氮化硼,是呈化学惰性、光滑的陶瓷材料,具有片状六方晶结构(与石墨结

构类似) (“hBN”)。参见图 1, hBN 的各向异性很容易得到清楚解释, hBN 晶粒呈六面体。图 1 中的 D 所示为 hBN 晶粒的直径, 并被示为方向 a。氮化硼在平面 a 上为共价键, 晶粒厚度示为 Lc, 并与晶粒直径成垂直角度, 被示为方向 c。氮化硼六面体靠相对较弱的范德瓦耳力堆聚而成 (即沿方向 c)。如果大于范德瓦耳力的剪切力施加于氮化硼六方体的晶面上, 则较弱的范德瓦耳力消失, 晶粒之间相对滑动性较好。hBN 晶面相互间滑动性能相对较好是 hBN 高流动性的原因所在。

[0025] 更令人称心的是, hBN 是高度有序的六方晶结构的粉体。它的粉体晶粒参数 (这里全文引用 Hubacek 在 *J. Cer. Soc. of Japan* (日本陶瓷学会会刊) 104 : 695-98 (1996) 上发表的题为 Hypothetical Model of Turbostratic Layered Boron Nitride (“湍流层氮化硼的假想模型”) 至少为 0.12 (呈高度六方晶 hBN 的量化值), 且最佳大于 0.15。hBN 粉体的结晶度宜在 0.20 ~ 0.55 之间, 最好在 0.30 ~ 0.55 之间。

[0026] 通常, 起始粉料由大体上呈湍流 (无定形态) 的氮化硼粉体原料经 “高温处理” 而制得 (参见这里全文引用的 Hagio 等人在 *J. Mat. Sci. Lett* (材料科学通讯) 16 : 795-798 (1997) 上发表的题为 “Microstructural Development with Crystallization of Hexagonal Boron Nitride” (“六方晶氮化硼结晶的微结构进展”), 而成为通常所述的 “高纯六方晶氮化硼”。在较佳实施方式中, 湍流态氮化硼细粉具有的结晶参数小于 0.12, 在氮气中于 1400 ~ 2300 °C 下热处理长达 0.5 ~ 12 小时。通常这种热处理能制得结晶度更高的 hBN 的片状晶, 因为小于 1 μm 的湍流态细粉体片状晶的微晶在热处理期间变得更为有序晶化, 晶粒长大 (>1 μm)。

[0027] hBN 起始原料颗粒的平均粒径较佳在 2 ~ 20 μm 之间, 更佳在 2 ~ 12 μm 之间, 最佳在 4 ~ 12 μm 之间。这里采用的术语 “粒径” 或 “直径” 是指 hBN 片状颗粒在图 1 所示的 D 的尺寸。该尺寸通常采用如 Leeds & Northrup Microtrac X100 (佛罗里达州 Clearwater) 扫描电子显微镜和激光散射技术测定。

[0028] 另一实施方式中, hBN 起始原料的含氧量在约 0 ~ 1.0 wt% 之间, 宜在约 0 ~ 0.5 重量% 之间。hBN 起始原料中的含氧量愈低, 则制成的氮化硼的振实密度愈大。作为热处理用途的填料, 高振实密度粉体具有许多优点: 在于有较高热导率, 在聚合物中有较高负载量, hBN 片的团聚物结合力更牢 (改善氮化硼聚合物复合材料金属粘接性能), 以及降低团聚物中孔隙率 (孔隙率导致聚合物树脂或液体对团聚物的浸润性下降)。

[0029] 本发明 hBN 浆料最好包含约 40 ~ 50 重量% 的六方晶氮化硼粉体。

[0030] 在另一实施方式中, hBN 起始原料的表面积在约 5 ~ 30 m²/g, 更佳在约 7 ~ 20 m²/g 之间。

[0031] 本发明的 hBN 浆料可以包含水介质或非水介质。合适的非水介质有: 异丙醇、甲醇、以及乙醇。

[0032] 本发明的六方晶氮化硼浆料为高固含量 hBN 浆料, 在一个实施方式中, 它含约 30 ~ 50 重量% 六方晶氮化硼固体。在另一个实施方式中, 它含约 40 ~ 60 重量% 六方晶氮化硼固体。

[0033] 本发明方法中合适的表面活性剂包括: 聚羧酸 (新泽西州 Canbury 罗地亚公司的 Rhodamine 111M™), 硅烷 (迈阿密州 Midland 的陶氏化学公司的 Z-6040 Silane™), 以及有机金属化合物 (如罗德岛 Woonsocket 的 Cavedon 化学公司的 APG™)。

[0034] 本发明的 hBN 浆料还可以包含添加剂,诸如粘结剂和烧结添加剂。合适的粘结剂有聚乙二醇,聚乙烯醇,丙三醇和胶乳。当采用本发明的 hBN 浆料生产 hBN 粉体时,该浆料还可含有烧结添加剂,它包含,但不限于下列物质:氧化钇, CaO, MgO, CeB₆, 以及 B。

[0035] 本发明还涉及约 0.5 ~ 5 重量%表面活性剂和约 30 ~ 50 重量%六方晶氮化硼粉体在介质中混合而成的六方晶氮化硼浆料。

[0036] 本发明 hBN 浆料固含量高,粘度低。特别地,在本发明 hBN 浆料中固含量可高达约 30-50 重量%。尽管不愿受理论束缚,可以认为由于 hBN 的片状晶和它的非浸润性,本发明表面活性剂用量在约 0.5-5 重量%就可获如此高固含量的浆料。与本领域其它工艺相比,使用约 0.1-0.5 重量%表面活性剂,氮化硼的固含量仅在约 20-25 重量%之间。

[0037] 如下详述,本发明高固含量 hBN 浆料可用于制备高产率六方晶氮化硼粉体与糊料。

[0038] 本发明另一方面涉及制备球形粒氮化硼的方法,它包括提供六方晶氮化硼浆料,在有利于形成球形粒氮化硼粉体(包括氮化硼片晶的球形团聚物)的条件下进行喷雾干燥,并对球形氮化硼粉体进行烧结。

[0039] 本发明所用的团聚物是指氮化硼片晶粘结成的集合体。非团聚态氮化硼片晶仅含一个或多个晶粒。

[0040] 在一个实施方式中,球型氮化硼晶粒团聚后的平均直径在约 10-500 μm 之间。

[0041] 在另一个实施方式中,大部分氮化硼团聚物的平均直径在约 30-150 μm 之间。

[0042] 按照本发明六方晶氮化硼浆料最好为高固含量六方晶氮化硼浆料。

[0043] 喷雾干燥为本领域已知的技术,例如,在 James S. Reed 的“Introduction to the Principles of Ceramic Processing”(《陶瓷工艺原理导论》)(由 John Wiley 父子公司于 1988 年出版)一书中有叙述,这里全文引用以供参考。

[0044] 烧结最好在温度约 1800 °C 下进行约 1-4 小时,较佳为 2-3 小时。较佳在约 1800-2400 °C 下,更佳在约 2000-2400 °C 下,最佳在 2000-2100 °C 下进行。合适的烧结气氛为惰性气体、氮气、以及氩气。在其中一个实施方式中,在真空条件下进行烧结。在另一个实施方式中,在至少为一个大气压条件下进行烧结。

[0045] 生产出的粉体的振实密度最好在 0.4g/cc-0.7g/cc 之间。

[0046] 本发明的烧结步骤可改善热扩散率,从而提高生成后的氮化硼粉体的热导率,以及它的硬度与强度。尽管不愿受理论束缚,可以认为在烧结期间,氮化硼的各种颗粒相互渗透长大,形成交织的网络构型。烧结后粉体的交织性使得热扩散性与热导性提高。

[0047] 在一种实施方式中,球形氮化硼粉体应在有效条件下分粒,以获得理想的团聚物颗粒分布。这里所用的团聚物颗粒分布是指按照团聚物特征直径,即团聚物所伸展的长度所定义的最小团聚物到最大团聚物之间所覆盖的团聚物大小的范围。分类的合适方法有:筛分法,空气分粒法,以及淘析法(参见“Chem. Eng. Handbook”(由 Perry & Chilton 编撰, McGraw-Hill 于 1973 年出版的《化学工程手册》第五版)一书,这里全文引用以供参考。因为这种分类法已为本领域所知,这里仅作简单讨论。

[0048] 筛分法是将各种不同粒径的固体颗粒物/团聚物的混合物通过筛网分离成两部分或更多部分。筛网使较小颗粒物/团聚物穿过网眼,而将较大颗粒物/团聚物挡在筛网上。该过程通过改变筛网网眼大小,对筛上物和筛下物可多次重复过筛,直至使颗粒物/团

聚物筛分达到理想的粒径范围。

[0049] 空气分粒器依靠空气牵引力与颗粒惯性使将细颗粒 / 团聚物从粗颗粒 / 团聚物中分离出来。所述颗粒惯性取决于颗粒 / 团聚物粒径。

[0050] 淘析的一种设计为直立式重力型淘析仪, 其中向上流经柱管的流体, 将小于临界粒径的细小颗粒 / 团聚物携带而出。临界粒径取决于颗粒 / 团聚物在该流体中的沉降速率。

[0051] 理想的团聚物尺寸或团聚物粒径分布 (ASD) 取决于球形氮化硼粉体的目标用途。例如, 对于界面垫 (其中聚合物为低弹力硅烷橡胶), 理想的 ASD 的最大粒径团聚物要小于界面垫的厚度。在包含球型氮化硼的聚合物的挠曲性比较重要的情况下。大于例如 150 μm 的团聚物浓度减少, 或全部去除, 因为采用较小粒径团聚物可改善聚合物混合体系的挠曲性。此外, 球形氮化硼的多种粒径分布范围可组合起来, 以获得理想的挠曲性和热导性, 因为较小粒径团聚物会填埋于较大粒径团聚物的晶隙内。

[0052] ASD 较佳为 30-125 μm (更佳为 74-125 μm , 最佳为 74-105 μm), 或为 20-74 μm (更佳为 38-74 μm , 最佳为 38-53 μm), 或为 10-38 μm (更佳为 20-38 μm) 之间。

[0053] 本发明还涉及含有氮化硼片晶的球形团聚物的球形氮化硼粉体。

[0054] 本发明的球形氮化硼粉体可用作热处理用途中的填料, 例如用于如下所述的复合材料聚合物以及流体中。由于压实密度提高了, 以及粉体能均匀填埋, 球形氮化硼粉体也可用于热压。而且, 球形氮化硼粉体也可用作将六方晶氮化硼转化成立方晶氮化硼的前驱体原料。在高纯六方晶氮化硼转化成立方晶氮化硼中, 压实后的氮化硼在立方晶氮化硼相图的稳定区域内须经受极度高压与高温。氮化硼压片的密度对立方晶氮化硼转化工艺的经济成本是有特殊意义的。

[0055] 本发明还涉及制备六方晶氮化硼糊料的方法, 该方法涉及提供六方晶氮化硼浆料, 以及在有利于形成高含 60 ~ 80 重量%固体六方晶氮化硼的六方晶氮化硼糊料条件下进行浆料的处理。

[0056] 这里所用的糊料指的是半固体状制备物。

[0057] 按照本发明, 六方晶氮化硼浆料最好为高固含量六方晶氮化硼。

[0058] 在一个实施方式中, 处理方法包括将浆料灌入灰泥滑模板内, 滑模会吸收浆料中水分, 形成本发明的六方晶氮化硼糊料。已知模体孔隙率在约 1-5 μm 时, 六方晶氮化硼糊料的固含量可受浇铸时间长短的控制。

[0059] 在另一个实施方式中, 处理方法包括对浆料进行真空抽滤, 直至要求的溶液量被从浆料中除去, 形成本发明的六方晶氮化硼糊料。

[0060] 本发明另一个实施例涉及在介质中含有约 60-80 重量%固体六方晶氮化硼的六方晶氮化硼糊料。

[0061] 本发明 hBN 可以包含水溶液介质或非水溶液介质。合适的非水溶液介质为异丙醇、甲醇以及乙醇。

[0062] 六方晶氮化硼糊料最好含有 65-75 重量%固体六方晶氮化硼。

[0063] 本发明的六方晶氮化硼糊料可以用来形成不同形状的固体物, 例如, 通过挤出工艺。然后, 这类固体物可用作诸如热处理应用中的填料。

[0064] 本发明还涉及粉体相与聚合物形成的聚合物混合物。该粉体相包含六方晶氮化硼片晶的球形团聚物。粉体相均匀分布于聚合物内。

[0065] 合适的聚合物体系包括可熔融处理的聚合物、聚酯、酚醛树脂、聚硅烷（如硅烷橡胶）、丙烯酸树脂、蜡类、热塑性聚合物、低分子量流体、以及环氧树脂模塑化合物。

[0066] 在另一实施方式中，聚合物混合物包含约 30-80 重量%的球形氮化硼粉体。然而，聚合物混合物中球形氮化硼粉体的含量取决于所要求的混合物的挠曲性与热导率。例如，hBN 的负载量较低，如 30-50 重量%，对于高挠曲性应用是理想的，但其热导率就偏低。因此，负载量达 50-80 重量%对于高热导率 / 低挠曲性应用是理想的。

[0067] 生成的聚合物混合物的热导率取决于负载量、分散性以及其它因素。在一个实施方式中，聚合物混合物的热导率为约 1-15W/mK。

[0068] 由于本发明聚合物混合物中 hBN 团聚物呈球形，因此，团聚物之间摩擦减少了，因而可以达到更高负载量，进而具有更高热导率。

[0069] 此外，球型 hBN 团聚物具有最小表面积，因而降低了团聚物表面对聚合物的吸附量，以便有更多游离聚合物，以改善流动性 / 降低粘度。

[0070] 通常，聚合物中负载的 hBN 粉体采用压制工艺进行制备（参见全权授给 Shaffer 等人的美国专利 US Pat. No. 5, 898, 009 ;6, 048, 511 和欧洲专利 EP0939066A1, 这里全文引用参考），其中生产的 hBN 粉体包含排列有序的 hBN 片的非球形团聚物。然而，本发明的球型 hBN 粉体中，hBN 片颗粒分布是无序的（与压制后团聚物中的排列有序片相比）。因此，按照本发明填有球形 hBN 粉体的聚合物膜应呈现更多各向异性热导性和沿聚合物厚度方向的更高的热导率。

[0071] 本发明的另一个实施例涉及包含热源、热阱，以及将热源与热阱体相连的热导材料，其中热导材料含有包括六方晶氮化硼片晶的球型团聚物粉体相。

[0072] 这里所用的热阱指的是气态、液态或固态的物质，它能吸热，并从周围环境转移热量。

[0073] 本发明的合适热源包括集成电路片、功率模块、变压器，以及其它电子器件。

[0074] 按照本发明，合适的热阱包括翅片铝、铜、铍，以及金刚石。

[0075] 这里所用的热导物质可以是复合物，聚合物或流体。在一个实施方式中，热导物质为合适的聚合物，例如，可熔融处理的聚合物，聚酯，酚醛树脂，聚硅烷（如硅烷橡胶），丙烯酸树脂，蜡类，热塑性聚合物，低分子量流体，以及环氧树脂模塑化合物。

[0076] 热导物质最好含有约 30-80 重量%的球形氮化硼粉体，它的热导率在 1-15W/mK 之间。

具体实施方式

[0077] 实施例 1- 高氮化硼固体负载量浆料的生产

[0078] 含 50 重量%氮化硼固体浆料采用下表 1 列出的各组分混合而成。

[0079] 表 1 含 50 重量%氮化硼固体浆料的各组份

[0080]

固体 -50 重量%		液体 -50 重量%	
XP1011 氮化硼 ¹	1400g	85%去离子水 (pH9)	1700g

HPP325 氮化硼 ² 500g	10% 异丙醇 ⁴ 200g
Y ₂ O ₃ ³ 100g	5% 111M ⁵ (表面活性剂) 100g
	任选 4% 丙三醇

[0081] 1 新泽西州 Amherst 的 Saint-Gobain 陶瓷与塑料制品公司

[0082] 2 新泽西州 Amherst 的 Saint-Gobain 陶瓷与塑料制品公司

[0083] 3 加州蒙的帕斯的钼公司

[0084] 4 马里兰州 Ward Hill 的 Alfa Aesar 公司

[0085] 5 新泽西州 Cranbury 的罗地亚公司的 Rhodamine 111M

[0086] 精确计量表 1 所列粉体与液体各组分用量。去离子水 (DI) 的酸度调节至 pH 为 9 ~ 9.5 之间, 将表面活性剂加入到含有异丙醇的最终混料用的大桶内 (纽约州 Rochester 的 Nalgene Nunc 有售), 体积约 10L。采用空气推动浆叶式搅拌器 (纽约州 Rochester 的 Lightnin 有售) 搅拌表面活性剂 / 异丙醇溶液。将粉体慢慢加入表面活性剂 / 异丙醇溶液中, 直至溶液无法再接受更多粉体时止。可以通过用稀薄的异丙醇涂在大部分氮化硼粉末上来进行, 它要比去离子水更容易浸湿氮化硼表面。加入适量调节过 pH 值的去离子水, 以维持浆料混合的粘度。还要求手拿刮刀搅和, 将容器壁上粉体搅和进去。

[0087] 为保证搅拌良好, 还得通过高剪切机上下翻腾浆料 (宾州 Exton 的 Netzsch 公司的 Netzsch 剪切机)。剪切时间长短决定了浆料的“混合度”和表面积。需要一台辅助冷却机 (新罕布什尔州朴茨茅斯的 Neslab 仪器公司的冷却机) 连至剪切机, 使浆料温度降低, 以减少异丙醇的蒸发。

[0088] 所有氮化硼粉体加完后, 浆料的 pH 值经测定为 8.5, 加 NaOH 使 pH 调至 9。此时的浆料稍为粘稠, 但呈良好的剪切稀释度。

[0089] 测量了浆料粘度对各种不同表面活性剂的剪切率的影响。如表 1 所示, 表面活性剂用量为总固体量的 5 重量%。结果示于图 2, 其中 Rhodamine 111MTM (新泽西州 Cranbury 的罗地亚公司) 被证明在降低粘度方面效果最佳。

[0090] 随后, 将浆料转移至密封容器内备用。

[0091] 实施例 2- 烧结添加剂的混合

[0092] 氮化硼粉体中添加烧结添加剂最好以浆料方式进行, 这样有助于形成氮化硼与烧结助剂的均相混合物。如果湿法混合不可能或不现实, 则可采用干法混合。

[0093] 制备干法混料的技术取决于要求的样品量。如果样品量约少于 25g, 则采用研钵混合粉料。使用前粉料照此混合 10 分钟。

[0094] 如果样品量较大, 则用涂料搅拌机搅拌粉料。用涂料搅拌机时, 在 NalgeneNunc (纽约州 Rochester) 容器内, 用直径为 3/8" 氮化硅磨球, 帮助粉料的混合。磨球的用量约为 Nalgene 容器内粉体柱高的 1/4。不同批量选用不同大小容器。涂料搅拌器先运行 25 分钟, 然后开始混料。混料后, 过筛取出磨球, 收集粉料, 再压制。如果压制有难度, 则在混料时添加百分之几重量的低分子量聚乙烯醇作粘结剂。

[0095] 实施例 3- 氮化硼浆料的喷雾干燥

[0096] 实施例 1 中氮化硼浆料经喷雾干燥制得填模用氮化硼粉体。喷雾干燥也是制备均

匀、多组份、无压烧结粉体体系的最为快速的方式。与其它陶瓷体系相比,尽管 50 重量%固体氮化硼浆料似乎负载量很高,但仍含有大量水分。为了在有限静置时间内赶尽所有水分,必须提高进口与出口端温度。伴随这些改变,浆料流速下降,原子化器的转速 (rpm) 增加。此外,如果准备用于干燥压制,则在喷雾干燥之前,在浆料中加入 4 重量%丙三醇。在喷雾干燥期间,持续搅拌浆料。

[0097] 入口端温度设定为 235℃,则出口端温度为 85℃。浆料流速为 60ml/min,且原子化器 (迈阿密州底特律的 Pentronix) 设定为 12,500rpm。这种设置通常产生球形氮化硼粉体,其粒径范围为 $-150\mu\text{m}/+30\mu\text{m}$ 。该范围的低端常有变动,取决于集尘器挡板的设置。收集后粉体的含水率约为 0.25-0.5%。

[0098] 上面所勾画的浆料实施例要求在这些条件下于 70 分钟内通过喷雾干燥器。经筛分去除大颗粒后,粉体产率约为 80%,其中包括容器壁以及旋风机上残留的材料。

[0099] 上述所有条件仅适合本实施例中所用的喷雾干燥机。对于其他各系统,需稍作调整,这也在预料之中。较大的干燥机,颗粒粒度分布范围较宽,且产率也较高。

[0100] 表 2 所示为氮化硼固体负载量 (wt. %) 对喷雾干燥后粉体性质的影响。

[0101] 表 2 氮化硼固体负载量 (wt. %) 对喷雾干燥后粉体性质的影响

[0102]

粉料	固含量, (wt. %)	轻相密度 LPD(g/cc)	振实密度 (g/cc)	流动性 (秒)	颗粒大小 (mm)
A	25	0.462	0.55	55.7	-150/+75
B	25	0.492	0.586	57.4	-75
C	25	无	0.541		-45
D	50	0.533	0.62	54	-75
E	50	0.574	0.652	43.2	-150
XP	无	0.44	0.562	75.3	-105/+74

[0103] 粉料 B 和 D 经筛分后粒度大小相同,说明随着负载量提高,产生的喷雾干燥粉体密度增加了。

[0104] 实施例 4- 氮化硼类粘土糊料的滑模法生产

[0105] 将实施例 1 的浆料倒入灰浆滑模板内。施压并在模板内定型 12 小时。由于模具很快灌满,浇注停止,没有更多水分从滑行中脱除。形成的材料为粘稠的糊状材料,固含量为 76%。

[0106] 实施例 5- 氮化硼类粘土糊料的真空抽滤法生产

[0107] 将实施例 1 的浆料倒入装有滤纸的布氏漏斗,漏斗下端接有真空抽吸机。体系中的水分流入量杯内。收集到要求的水量后,停止真空抽滤。收集固含量为 74%的氮化硼糊料样品,并密封在密封袋内备用。

[0108] 尽管这里描述了最佳实施方式,但对那些与此相关领域里的技术人员而言,显然

在不偏离本发明精神的前提下,可做出各种修改、添加和替换等,这些均可认为包含在下述权利要求所确定的本发明范围之内。

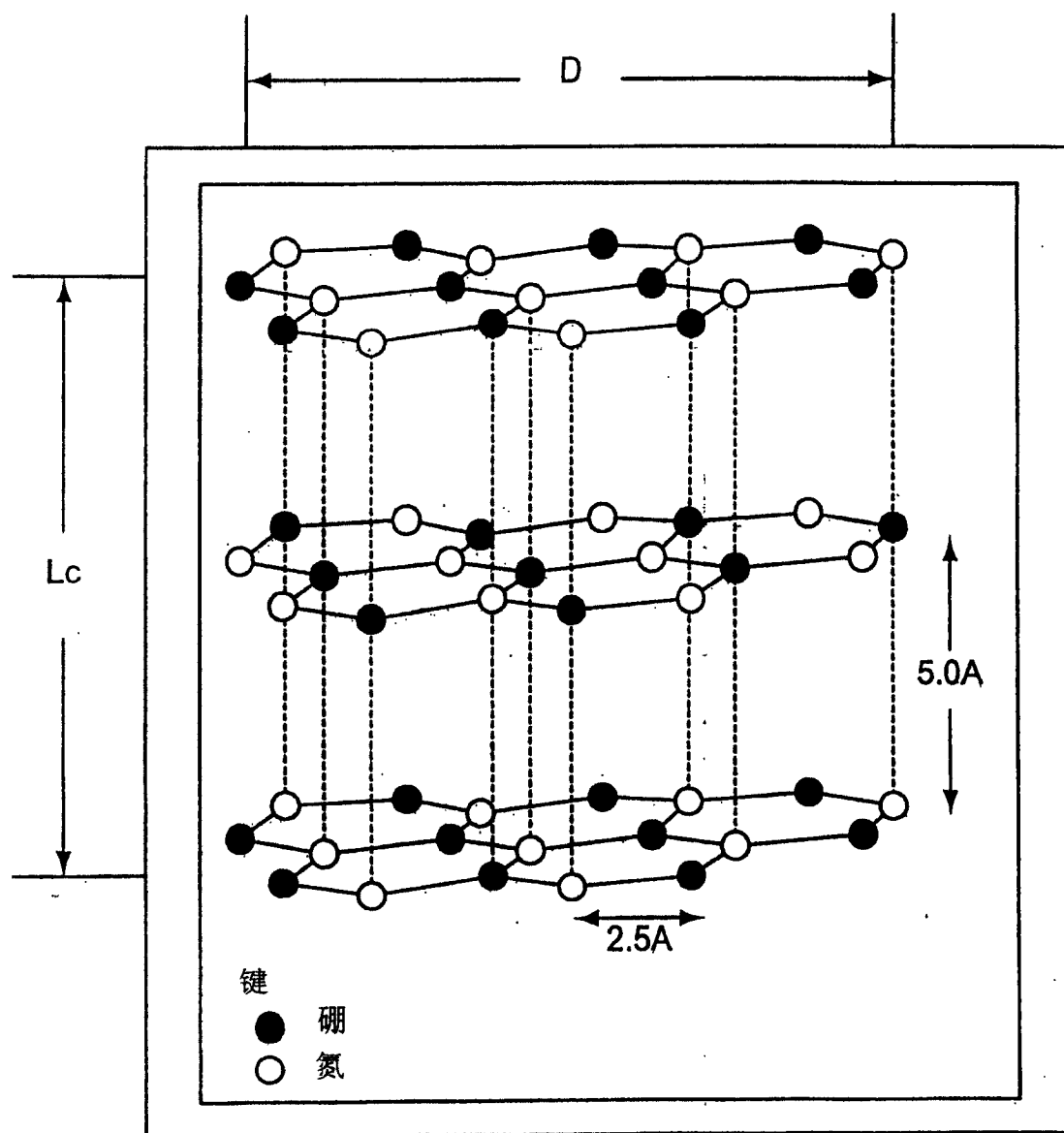


图 1

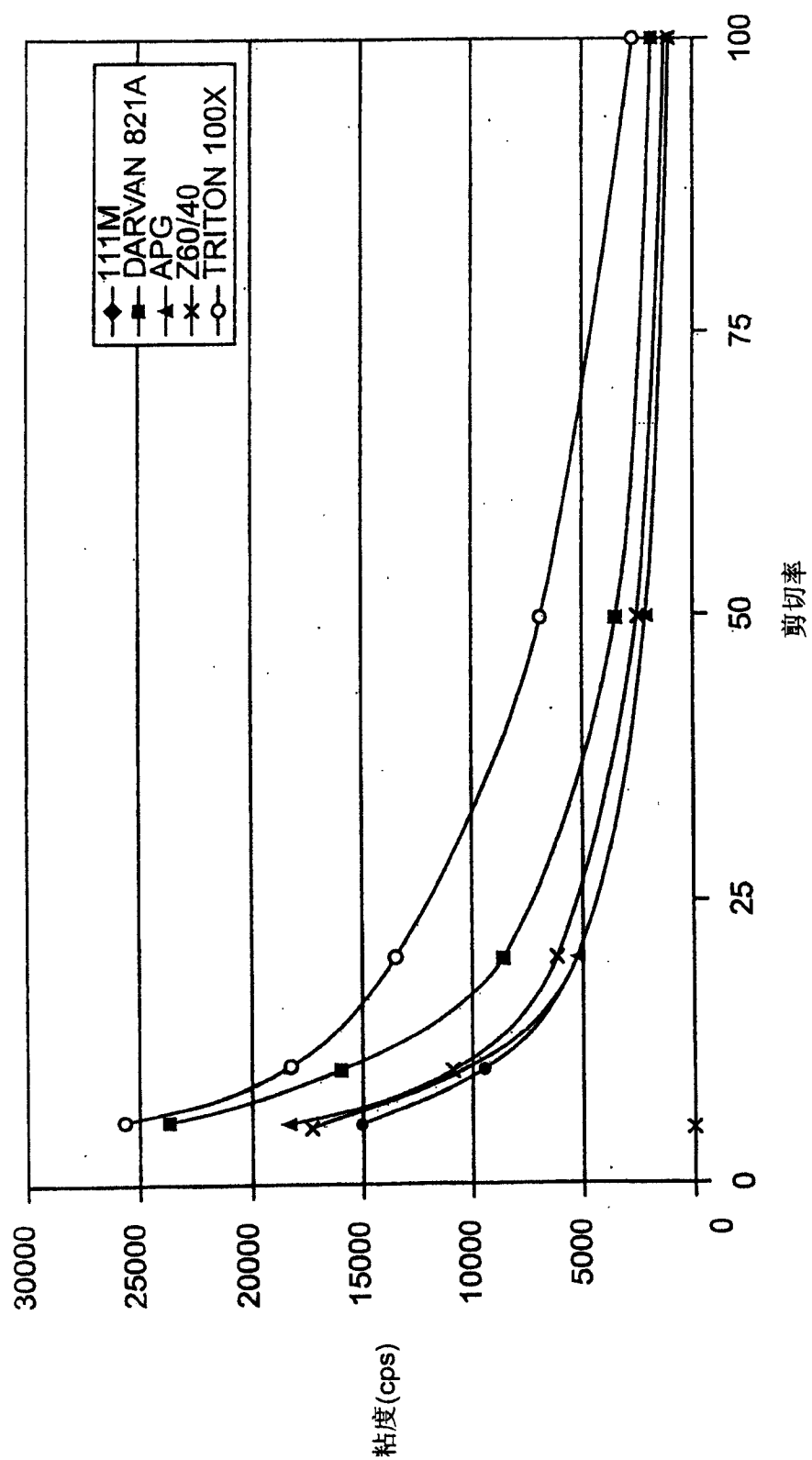


图 2