

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2022 年 5 月 19 日 (19.05.2022)



(10) 国际公布号
WO 2022/100249 A1

(51) 国际专利分类号:
C04B 35/58 (2006.01) **C04B 35/582** (2006.01)
C04B 35/581 (2006.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2021/117499

(22) 国际申请日: 2021 年 9 月 9 日 (09.09.2021)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
202011264231.5 2020 年 11 月 12 日 (12.11.2020) CN

(71) 申请人: 广东工业大学 (GUANGDONG UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。

(72) 发明人: 伍尚华 (WU, Shanghua); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。林坤吉 (LIN, Kunji); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。丁达飞 (DING, Dafei); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。林立甫 (LIN, Lifu); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。黎业

华 (LI, Yehua); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。盛鹏飞 (SHENG, Pengfei); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。李建斌 (LI, Jianbin); 中国广东省广州市越秀区东风东路 729 号, Guangdong 510090 (CN)。

(74) 代理人: 广州粤高专利商标代理有限公司 (YOGO PATENT AND TRADEMARK AGENCY LIMITED COMPANY); 中国广东省广州市天河区体育西路中石化大厦 B 塔 4416 室, Guangdong 510620 (CN)。

(81) 指定国 (除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW。

(54) Title: SLURRY AND PREPARATION METHOD FOR HIGH-PERFORMANCE ALUMINUM NITRIDE CERAMIC SUBSTRATE

(54) 发明名称: 一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料和制备方法

(57) Abstract: Provided are a slurry and preparation method for a high-performance aluminum nitride ceramic substrate. The slurry is made of the following components in parts by mass: 100 parts of aluminum nitride powder, 1-8 parts of a sintering aid, 0.1-4 parts of a sialon particle, 1-6 parts of a dispersant, 38-68 parts of a solvent, 3-12 parts of a binder, and 3-10 parts of a plasticizer. The sintering aid is formed of the following components in parts by mass: 0-8 parts of Y_2O_3 , 0-5 parts of Sm_2O_3 , 0-1 parts of La_2O_3 , and 0.05-3 parts of metal aluminum powder. The solvent is one or more of absolute ethanol, isopropanol, and n-butanol. The sialon particle is dispersed in the slurry system and has a toughening function; the multi-component sintering aid assists in reducing the sintering temperature and promoting sintering densification; the metal aluminum powder can react with oxygen impurities to effectively improve thermal conductivity, and it is conducive to the formation of aluminum nitride in a nitrogen atmosphere, further promoting sintering densification. Use of a non-toxic/low-toxic and low-cost solvent such as an alcohol to replace a toxic solvent such as benzene and ketone solves the problem that the preparation of aluminum nitride ceramic is unfriendly to human beings and the environment.

(57) 摘要: 提供一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料和制备方法, 浆料由以下质量份组分组成: 100 份的氮化铝粉体、1-8 份的烧结助剂、0.1-4 份的赛隆颗粒、1-6 份的分散剂、38-68 份的溶剂、3-12 份的粘结剂和 3-10 份的增塑剂; 烧结助剂由以下质量份组分组成: 0-8 份的 Y_2O_3 、0-5 份的 Sm_2O_3 、0-1 份的 La_2O_3 和 0.05-3 份的金属铝粉; 溶剂为无水乙醇、异丙醇、正丁醇中的一种或几种。赛隆颗粒弥散在浆料体系中, 起到增韧作用; 多元的烧结助剂有助于降低烧结温度, 促进烧结致密; 金属铝粉可与氧杂质反应, 有效提高热导率, 在氮气氛围下有利于氮化铝的生成, 进一步促进烧结致密化。应用醇类等无毒、低毒、低成本溶剂代替苯类、酮类等有毒溶剂, 解决氮化铝陶瓷制备对人和环境不友好的问题。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布:

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料和制备方法

技术领域

本发明涉及氮化铝陶瓷基板制备技术领域，尤其是指一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料和制备方法。

5 背景技术

随着大功率和超大规模集成电路的发展，集成电路和基板之间的散热要求越来越高，因此基板材料需要具有较高的热导率和电阻率。

氮化铝(AlN)是一种六方纤锌矿结构的共价键化合物，以热导率高、高温绝缘性和介电性能好、高温下材料强度大、热膨胀系数与半导体硅材料相匹配、
10 无毒等一系列优点，成为了理想的电子封装散热材料以及组装超大规模集成电路的高性能陶瓷基板材料。

目前，氮化铝陶瓷基板的主要制备方法是流延成型，且绝大多数为有机流延成型，因为氮化铝具有易水解性，在水基流延成型中各种变量难以把控，难以实现大规模、连续性生产。但有机流延成型采用的是具有一定毒性的有机溶剂
15 (苯、甲苯、二甲苯、丙酮、丁酮等)，易燃且对环境的污染较大，危害人体健康。此外，目前大部分有关于氮化铝流延成型的研究都注重于提升氮化铝陶瓷的热导率，而对于其力学性能的研究比较少；在改善氮化铝陶瓷力学性能的同时，却忽略了对氮化铝陶瓷热导率的影响。

发明内容

20 本发明所要解决的技术问题是：降低氮化铝陶瓷基板流延成型工艺的污染问题，解决目前氮化铝陶瓷基板基板偏软、加工困难的问题。

为了解决上述技术问题，本发明采用的技术方案为：

一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，由以下质量份组分组成：100 份的氮化铝粉体、1-8 份的烧结助剂、0.1-4 份的赛隆颗粒、1-6 份的分散剂、38-68 份的
25 溶剂、3-12 份的粘结剂和 3-10 份的增塑剂；所述烧结助剂由以下质量份组分组成：0-8 份的 Y_2O_3 、0-5 份的 Sm_2O_3 、0-1 份的 La_2O_3 和 0.05-3 份的金属铝粉；所述溶剂为无水乙醇、异丙醇、正丁醇中的一种或几种。

进一步地，所述烧结助剂由以下质量份组分组成：1-6 份的 Y_2O_3 、0-5 份的 Sm_2O_3 、0-1 份的 La_2O_3 和 0.05-3 份的金属铝粉。

进一步地，所述烧结助剂中 Y_2O_3 、 Sm_2O_3 和金属铝粉按照 Y_2O_3 ： Sm_2O_3 ：金属铝粉=1：(0.1-0.5)：(0.1-0.5) 的比例混合；所述金属铝粉的粒径为 2-3 μm 。

5 进一步地，所述溶剂由无水乙醇与正丁醇按照无水乙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成，或由异丙醇与正丁醇按照异丙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成。

进一步地，所述分散剂为磷酸三乙酯、蓖麻油、三油酸甘油酯中的一种或几种，所述粘结剂为聚乙烯醇缩丁醛，增塑剂为邻苯二甲酸丁苄酯。

一种高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，包括依次执行的以下步骤：

10 S1：配制权利要求 1 至 5 任一所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料：按照所需质量份将氮化铝粉体、烧结助剂、分散剂和溶剂加入到球磨罐中，按照氮化铝粉体：赛隆陶瓷球=1:1-6 的比例往球磨罐中加入赛隆陶瓷球，在球磨转速为 250-500r/min 的条件下，球磨 6-20h 后再加入粘结剂和增塑剂，继续球磨 6-20h 得到浆料；

15 S2：除泡：往浆料中加入 0.1-2 质量份的除泡剂，真空负压除泡 10-50min 后过滤得到流延浆料；

S3：流延成型：将流延浆料转至流延机上成型得到坯带，将坯带干燥后冲压、裁切形成坯体；

20 S4：坯体预处理：所述坯体层叠后，先经过等静压处理，然后依次进行真空排胶处理、空气排胶处理，最后得到待烧结坯体；

S5：将待烧结坯体置于流动氮气环境中，在 1650-1850 $^{\circ}C$ 条件下烧结 2-8h，得到氮化铝陶瓷基板。

25 进一步地，所述真空排胶处理的过程为：在真空排胶炉中，先从室温升温至 200-250 $^{\circ}C$ ，保温 0.5 ~ 2h，然后再升温至 300-350 $^{\circ}C$ ，保温 0.5 ~ 2h，最后升温至 500 ~ 650 $^{\circ}C$ ，保温 1 ~ 5h；所述空气排胶处理的过程为：在空气排胶炉中，升温至 250-350 $^{\circ}C$ ，保温 0.5 ~ 4h；所述真空排胶处理的升温速率为 0.5 ~ 4 $^{\circ}C/min$ ，所述空气排胶处理的升温速率为 0.5 ~ 4 $^{\circ}C/min$ 。

进一步地，将坯体从真空排胶炉中转至空气排胶炉前，先将坯体降温至室

温。

进一步地，所述等静压处理为：在压力为 90 ~ 200MPa、温度为 25 ~ 100℃ 的条件下，等静压压制 5 ~ 30min。

进一步地，所述浆料的粘度为 7000-14500cps；所述赛隆陶瓷球中包含至少 39wt%的 α 赛隆相；所述除泡剂由正丁醇、乙二醇按照质量比 1:1 的比例混合形成；流延成型时，刮刀高度为 0.3 ~ 0.9mm，流延带速为 1 ~ 5m/min。

本发明的有益效果在于：赛隆颗粒弥散在浆料体系中，起到增韧作用；多元的烧结助剂有助于降低烧结温度，促进烧结致密；金属铝粉可与氧杂质反应，有效提高热导率，在氮气氛围下有利于氮化铝的生成，进一步促进烧结致密化。应用醇类等无毒、低毒、低成本溶剂代替苯类、酮类等有毒溶剂，解决氮化铝陶瓷制备对人和环境不友好的问题。

具体实施方式

本发明最关键的构思在于：采用稀土金属、IIA 族金属或IIIA 族金属及其氧化物、金属铝粉为烧结助剂，并以赛隆（SiAlON）陶瓷球作为球磨球，通过球磨的方式引入赛隆颗粒弥散增韧，制备出高热导率、高抗弯强度的氮化铝陶瓷基板，同时应用醇类等无毒、低毒、低成本溶剂代替苯类、酮类等有毒溶剂，解决氮化铝陶瓷制备对人和环境不友好的问题。通过等静压的方式对氮化铝流延素坯进行二次成型，促进烧结的致密化。

为了进一步论述本发明构思的可行性，根据本发明的技术内容、构造特征、所实现目的及效果的具体实施方式详予说明。

实施例 1

一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，由以下质量份组分组成：100 份的氮化铝粉体、1-8 份的烧结助剂、0.1-4 份的赛隆颗粒、1-6 份的分散剂、38-68 份的溶剂、3-12 份的粘结剂和 3-10 份的增塑剂；所述烧结助剂由以下质量份组分组成：0-8 份的 Y_2O_3 、0-5 份的 Sm_2O_3 、0-1 份的 La_2O_3 和 0.05-3 份的金属铝粉；所述溶剂为无水乙醇、异丙醇、正丁醇中的一种或几种。

优选地，所述烧结助剂由以下质量份组分组成：1-6 份的 Y_2O_3 、0-5 份的

Sm₂O₃、0-1 份的 La₂O₃ 和 0.05-3 份的金属铝粉。

更优选地，所述烧结助剂中 Y₂O₃、Sm₂O₃ 和金属铝粉按照 Y₂O₃：Sm₂O₃：金属铝粉=1：(0.1-0.5)：(0.1-0.5) 的比例混合；所述金属铝粉的粒径为 2-3μm。

所述溶剂由无水乙醇与正丁醇按照无水乙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成，
5 或由异丙醇与正丁醇按照异丙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成。

所述分散剂为磷酸三乙酯、蓖麻油、三油酸甘油酯中的一种或几种，所述
粘结剂为聚乙烯醇缩丁醛，增塑剂为邻苯二甲酸丁苄酯。

赛隆颗粒弥散在浆料体系中，起到增韧作用，通过裂纹偏转、裂纹桥接以及
残余应力等增韧机制，有效提高氮化铝陶瓷基板的力学性能；多元的烧结助
10 剂有助于降低烧结温度，促进烧结致密；2-3μm 的金属铝粉可与氧杂质反应，有
效提高热导率，在氮气氛围下有利于氮化铝的生成，进一步促进烧结致密化。
应用醇类等无毒、低毒、低成本溶剂代替苯类、酮类等有毒溶剂，解决氮化铝
陶瓷制备对人和环境不友好的问题；此外，醇类溶剂的溶解特性好，挥发速率
稳定，对坯体影响小。分散剂通过空间位阻作用使浆料中的粉体分散均匀。

15 实施例 2

一种高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，包括依次执行的以下步骤：

S1：配制上述所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料：按照所需质量份将氮
化铝粉体、烧结助剂、分散剂和溶剂加入到球磨罐中，按照氮化铝粉体：赛隆
陶瓷球=1:1-6 的比例往球磨罐中加入赛隆陶瓷球，在球磨转速为 250-500r/min
20 的条件下，球磨 6-20h 后再加入粘结剂和增塑剂，继续球磨 6-20h 得到浆料。

S2：除泡：往浆料中加入 0.1-2 质量份的除泡剂，真空负压除泡 10-50min
后过滤得到流延浆料。

S3：流延成型：将流延浆料转至流延机上成型得到坯带，将坯带干燥后冲
压、裁切形成坯体。

25 S4：坯体预处理：所述坯体层叠后，先经过等静压处理，然后依次进行真
空排胶处理、空气排胶处理，最后得到待烧结坯体。

S5：将待烧结坯体置于流动氮气环境中，在 1650-1850℃条件下烧结 2-8h，

得到氮化铝陶瓷基板。

实施例 3

一种高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，包括依次执行的以下步骤：

S1：配制上述所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料：按照所需质量份将氮
5 化铝粉体、烧结助剂、分散剂和溶剂加入到球磨罐中，按照氮化铝粉体：赛隆
陶瓷球=1:1-6 的比例往球磨罐中加入赛隆陶瓷球，在球磨转速为 250-500r/min
的条件下，球磨 6-20h 后再加入粘结剂和增塑剂，继续球磨 6-20h 得到浆料，所
述浆料的粘度控制在 7000-14500cps 即可。

所述赛隆陶瓷球中包含至少 39wt%的 α 赛隆相。通过球磨方式引入的赛隆
10 颗粒作为弥散增韧体系，有效提高氮化铝陶瓷的力学性能，并保持高热导率，
该添加工艺简单、成本低。

S2：除泡：往浆料中加入 0.1-2 质量份的除泡剂，真空负压除泡 10-50min
后过滤得到流延浆料；所述除泡剂由正丁醇、乙二醇按照质量比 1:1 的比例混合
形成；

15 S3：流延成型：将流延浆料转至流延机上，在刮刀高度为 0.3 ~ 0.9mm、流
延带速为 1 ~ 5m/min 条件下流延成型得到坯带，将坯带干燥后冲压、裁切形成
坯体。

S4：坯体预处理：所述坯体层叠后，先在压力为 90 ~ 200MPa、温度为 25 ~
100℃的条件下，等静压压制 5 ~ 30min；然后进行真空排胶处理：在真空排胶炉
20 中，先从室温升温至 200-250℃，保温 0.5 ~ 2h，然后再升温至 300-350℃，保温
0.5 ~ 2h，最后升温至 500 ~ 650℃，保温 1 ~ 5h，升温速率为 0.5 ~ 4℃/min；将
坯体降温至室温，然后转入空气排胶炉进行空气排胶处理：升温至 250-350℃，
保温 0.5 ~ 4h，升温速率为 0.5 ~ 4℃/min，最后得到待烧结坯体。

通过等静压处理使坯体致密度更高，有利于后续制备高性能的烧结体；采
25 用两步排胶法，有效避免加入的金属铝粉被氧化，减少杂质氧的引入量，且分
段式升温方式能更好的排除坯体剩余的有机物，有效避免坯体变形、开裂，提
高氮化铝陶瓷基板的烧结质量。

S5：将待烧结坯体置于流动氮气环境中，在 1650-1850℃条件下烧结 2-8h，得到氮化铝陶瓷基板。

实施例 2-3 中，以赛隆陶瓷球作为球磨球，通过球磨的方式引入赛隆颗粒，在过滤时，将赛隆陶瓷球以及少量粒径较大颗粒除掉。由于球磨时间与球磨转速的不同，发现过滤后的赛隆陶瓷球有 0.1-4 质量份的损耗，故本发明中通过球磨的方式往浆料中引入 0.1-4 质量份的赛隆颗粒。所述赛隆陶瓷球中包含至少 39wt%的 α 赛隆相，还包含 β 相 Si_3N_4 及少量 YAG 相。

为进一步论述本发明的有益效果，根据以下试验例、对比例以及相应的测试结果作进一步说明：

试验例 1

一种高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，包括依次执行的以下步骤：

S1：配制浆料：以质量份计算，将 100 份的氮化铝粉体、1 份的 Y_2O_3 、4 份的 Sm_2O_3 、0.3 份的 2-3 μm 的金属铝粉、3 份的磷酸三乙酯和 44 份的溶剂加入到球磨罐中，所述溶剂由异丙醇与正丁醇按照异丙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成，往球磨罐中加入 150 份的赛隆陶瓷球，以 350r/min 的转速球磨 6h 后再加入 5 份的聚乙烯醇缩丁醛和 5 份的邻苯二甲酸丁苄酯，继续球磨 6h 得到浆料；

S2：除泡：往浆料中加入 0.4 质量份的除泡剂，真空-0.1MPa 条件下除泡 30min，过滤得到流延浆料；过滤后发现赛隆陶瓷球损耗 0.3 质量份；

S3：流延成型：将流延浆料转至流延机上，在刮刀高度为 0.35mm、流延带速为 1.2m/min 条件下流延成型得到坯带，将坯带干燥后冲压、裁切形成 50*50mm² 的坯体；

S4：坯体预处理：所述坯体层叠后，先在压力为 200MPa、温度为 30℃的条件下，等静压压制 5min，得到 3*50*50mm³ 的坯体；然后进行真空排胶处理：在真空排胶炉中，先以 0.5℃/min 速率从室温升温至 200℃，保温 1h，然后继续以 0.5℃/min 速率升温至 350℃，保温 1h，最后以 1℃/min 速率升温至 550℃，保温 1h；将坯体降温至室温，然后转入空气排胶炉进行空气排胶处理：以 1℃/min 速率升温至 320℃，保温 3h，得到待烧结坯体；

S5 :将待烧结坯体置于流动氮气环境中 ,在 1850℃条件下烧结 4h,得到氮化铝陶瓷基板。

对比例 1

一种氮化铝陶瓷基板的制备方法 ,与试验例 1 的差别在于 ,球磨所采用的是氧化锆球 ,而非赛隆陶瓷球。

试验例 2

一种高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法 ,与试验例 1 的差别在于 ,所述烧结助剂由 2.5 份的 Y_2O_3 、 2.5 份的 La_2O_3 以及 0.3 份的金属粉组成。

对比例 2

以市面上买到的氮化铝陶瓷基板作为对比例 2。

对上述试验例 1-2 以及对比例 1-2 进行测试 :利用阿基米德排水法测试样品的密度 ;利用三点弯曲试验测得样品的弯曲强度 ;利用闪光法测得样品的热导率。数据如表 1 所示 :

表 1 不同氮化铝陶瓷基板的性能结果

	试验例 1	对比例 1	试验例 2	对比例 2
热导率, W/(mK)	175	172	173	180
抗弯强度, MPa	504	471	489	357
密度, g/cm ³	3.37	3.37	3.33	3.33

从表 1 中的数据可以看出 ,本发明制备的氮化铝陶瓷基板与市面所售氮化铝基板相比 ,热导率相差无几 ,而弯曲强度提升了将近 30% ,致密度高且均匀 ,解决了目前氮化铝陶瓷基板偏软、加工困难、环境污染较大等难问题。本发明制备的氮化铝陶瓷基板时 ,以赛隆陶瓷球作为球磨球 ,通过球磨的方式引入的赛隆颗粒作为弥散增韧体系 ,有效提高氮化铝陶瓷的力学性能 ,并保持高热导率。该添加赛隆颗粒的工艺简单、成本低。

综上所述 ,本发明提供的一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料和制备方法 ,具有以下效果 : (1) 利用多元烧结助剂 ,配合金属铝粉的加入 ,大幅度降低杂质氧的引入 ,降低烧结温度 ,促进烧结致密化 ,有利于提高氮化铝陶瓷的热导

率和力学性能；(2)通过球磨方式引入的赛隆颗粒作为弥散增韧体系，有效提高氮化铝陶瓷的力学性能，并保持高热导率，该添加工艺简单、成本低；(3)选用醇类等无毒或低毒溶剂代替苯类、酮类等有毒溶剂，溶解特性好，挥发速率稳定，对坯体影响小；(3)通过等静压处理使坯体致密度更高，有利于后续
5 制备高性能的烧结体；(4)采用两步排胶法（真空排胶和空气排胶），有效避免加入的金属铝粉被氧化，减少杂质氧的引入量，且分段式升温方式能更好的排除坯体剩余的有机物，有效避免坯体变形、开裂，提高氮化铝陶瓷基板的烧结质量。

以上所述仅为本发明的实施例，并非因此限制本发明的专利范围，凡是利
10 用本发明说明书内容所作的等效结构或等效流程变换，或直接或间接运用在其他相关的技术领域，均同理包括在本发明的专利保护范围内。

1、一种高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，其特征在于，由以下质量份组分组成：100 份的氮化铝粉体、1-8 份的烧结助剂、0.1-4 份的赛隆颗粒、1-6 份的分散剂、38-68 份的溶剂、3-12 份的粘结剂和 3-10 份的增塑剂；所述烧结助剂由以下质量份组分组成：0-8 份的 Y_2O_3 、0-5 份的 Sm_2O_3 、0-1 份的 La_2O_3 和 0.05-3 份的金属铝粉；所述溶剂为无水乙醇、异丙醇、正丁醇中的一种或几种。

2、如权利要求 1 所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，其特征在于，所述烧结助剂由以下质量份组分组成：1-6 份的 Y_2O_3 、0-5 份的 Sm_2O_3 、0-1 份的 La_2O_3 和 0.05-3 份的金属铝粉。

3、如权利要求 2 所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，其特征在于，所述烧结助剂中 Y_2O_3 、 Sm_2O_3 和金属铝粉按照 $Y_2O_3 : Sm_2O_3 : 金属铝粉 = 1 : (0.1-0.5) : (0.1-0.5)$ 的比例混合；所述金属铝粉的粒径为 $2-3\mu m$

4、如权利要求 1 至 3 任一所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，其特征在于，所述溶剂由无水乙醇与正丁醇按照无水乙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成，或由异丙醇与正丁醇按照异丙醇：正丁醇=1:1 的比例混合形成。

5、如权利要求 4 所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料，其特征在于，所述分散剂为磷酸三乙酯、蓖麻油、三油酸甘油酯中的一种或几种，所述粘结剂为聚乙烯醇缩丁醛，增塑剂为邻苯二甲酸丁苄酯。

6、一种高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，其特征在于，包括依次执行的以下步骤：

S1：配制权利要求 1 至 5 任一所述的高性能氮化铝陶瓷基板的浆料：按照所需质量份将氮化铝粉体、烧结助剂、分散剂和溶剂加入到球磨罐中，按照氮化铝粉体：赛隆陶瓷球=1:1-6 的比例往球磨罐中加入赛隆陶瓷球，在球磨转速为 250-500r/min 的条件下，球磨 6-20h 后再加入粘结剂和增塑剂，继续球磨 6-20h 得到浆料；

S2：除泡：往浆料中加入 0.1-2 质量份的除泡剂，真空负压除泡 10-50min 后过滤得到流延浆料；

S3：流延成型：将流延浆料转至流延机上成型得到坯带，将坯带干燥后冲

压、裁切形成坯体；

S4：坯体预处理：所述坯体层叠后，先经过等静压处理，然后依次进行真空排胶处理、空气排胶处理，最后得到待烧结坯体；

5 S5：将待烧结坯体置于流动氮气环境中，在 1650- 1850℃条件下烧结 2- 8h，得到氮化铝陶瓷基板。

7、如权利要求 6 所述的高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，其特征在于，所述真空排胶处理的过程为：在真空排胶炉中，先从室温升温至 200- 250℃，保温 0.5 ~ 2h，然后再升温至 300- 350℃，保温 0.5 ~ 2h，最后升温至 500 ~ 650℃，保温 1 ~ 5h；所述空气排胶处理的过程为：在空气排胶炉中，升温至 250- 350℃，
10 保温 0.5 ~ 4h；所述真空排胶处理的升温速率为 0.5 ~ 4℃/min，所述空气排胶处理的升温速率为 0.5 ~ 4℃/min。

8、如权利要求 7 所述的高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，其特征在于，将坯体从真空排胶炉中转至空气排胶炉前，先将坯体降温至室温。

9、如权利要求 6 至 8 任一所述的高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，其特征
15 在于，所述等静压处理为：在压力为 90 ~ 200MPa、温度为 25 ~ 100℃的条件下，等静压压制 5 ~ 30min。

10、如权利要求 9 所述的高性能氮化铝陶瓷基板的制备方法，其特征在于，所述浆料的粘度为 7000- 14500cps；所述赛隆陶瓷球中包含至少 39wt %的 α 赛隆相；所述除泡剂由正丁醇、乙二醇按照质量比 1:1 的比例混合形成；流延成型
20 时，刮刀高度为 0.3 ~ 0.9mm，流延带速为 1 ~ 5m/min。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2021/117499

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C04B 35/58(2006.01)i; C04B 35/581(2006.01)i; C04B 35/582(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C04B35

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNABS; CNTXT; VEN; DWPI; CNKI; Web of science; STN; 氮化铝, 烧结, 致密, 增韧, 金属铝, 铝粉, 陶瓷, 氮化铝, 弥散, 赛隆, 金属Al, 铝粉, Al粉, AlN, 塞隆, 塞龙, 韧性, 硅铝氧氮, SiAlON, +SiAlON+, Si?Al?O?N?, dispersion, aluminum nitride, AlN, toughening, toughness, celon, sialon, dispersion, diffusion, sailong, cylon

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	CN 1152298 A (TOSHIBA K. K.) 18 June 1997 (1997-06-18) description page 2 lines 1-8, page 3 line 4 - page 5 line 8, embodiment 15	1-5
Y	CN 1152298 A (TOSHIBA K. K.) 18 June 1997 (1997-06-18) description page 2 lines 1-8, page 3 line 4 - page 5 line 8, embodiment 15	6-10
Y	CN 110436932 A (FUJIAN HUAQING ELECTRONIC MATERIAL TECHNOLOGY CO., LTD.) 12 November 2019 (2019-11-12) description, paragraphs 4-17	6-10
X	US 5508240 A (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 16 April 1996 (1996-04-16) claims 1-7, description column 8 lines 43-67	1-5
Y	US 5508240 A (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 16 April 1996 (1996-04-16) claims 1-7, description column 8 lines 43-67	6-10
PX	CN 112374896 A (GUANGDONG UNIVERSITY OF TECHNOLOGY) 19 February 2021 (2021-02-19) claims 1-10	1-10
A	US 2007225152 A1 (NGK INSULATORS, LTD.) 27 September 2007 (2007-09-27) entire document	1-10



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 “E” earlier application or patent but published on or after the international filing date
 “L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
 “O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
 “P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
 “X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
 “Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
 “&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

04 November 2021

Date of mailing of the international search report

12 November 2021

Name and mailing address of the ISA/CN

China National Intellectual Property Administration (ISA/
CN)
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao, Haidian District, Beijing
100088, China

Facsimile No. (86-10)62019451

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2021/117499

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 9502563 A1 (THE DOW CHEMICAL COMPANY et al.) 26 January 1995 (1995-01-26) entire document	1-10

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2021/117499

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	1152298	A	18 June 1997	DE	69601256	D1	11 February 1999
				DE	69601256	T2	20 May 1999
				JP	H0925166	A	28 January 1997
				JP	3100871	B2	23 October 2000
				WO	9703031	A1	30 January 1997
				TW	397807	B	11 July 2000
				US	5767028	A	16 June 1998
				EP	0780351	A1	25 June 1997
				EP	0780351	A4	30 July 1997
				EP	0780351	B1	30 December 1998
				KR	0168303	B1	15 January 1999
				CN	1079785	C	27 February 2002
				None			
CN	110436932	A	12 November 2019	None			
US	5508240	A	16 April 1996	DE	69427722	D1	23 August 2001
				EP	0626359	A1	30 November 1994
				EP	0626359	B1	18 July 2001
				KR	960016070	B1	27 November 1996
				JP	H06329474	A	29 November 1994
				JP	H07172921	A	11 July 1995
				JP	2000302556	A	31 October 2000
				JP	2003201179	A	15 July 2003
				JP	3742661	B2	08 February 2006
CN	112374896	A	19 February 2021	None			
US	2007225152	A1	27 September 2007	US	7592280	B2	22 September 2009
				JP	2007254190	A	04 October 2007
WO	9502563	A1	26 January 1995	AU	7014894	A	13 February 1995
				CA	2171548	A1	26 January 1995
				DE	4325345	A1	23 June 1994
				JP	H9502563	A1	12 July 1994
				US	9502563	A1	19 July 1994
				JP	H06219846	A	09 August 1994
				JP	H06219847	A	09 August 1994
				DE	4325345	C2	31 August 1995
				KR	960006249	B1	11 May 1996
				JP	2698011	B2	19 January 1998
				JP	2698014	B2	19 January 1998
				US	5744411	A	28 April 1998
				None			

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2021/117499

A. 主题的分类

C04B 35/58(2006.01)i; C04B 35/581(2006.01)i; C04B 35/582(2006.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C04B35

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNABS; CNTXT; VEN; DWPI; CNKI; Web of science; STN:氮化铝, 烧结, 致密, 增韧, 金属铝, 铝粉, 陶瓷, 氮化铝, 弥散, 赛隆, 金属Al, 铝粉, Al粉, AlN, 塞隆, 塞龙, 韧性, 硅铝氧氮, SiAlON, +SiAlON+, Si?Al?O?N?, dispersion, aluminum nitride, AlN, toughening, toughness, celon, sialon, dispersion, diffusion, sailong, cylon

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
X	CN 1152298 A (株式会社东芝) 1997年 6月 18日 (1997 - 06 - 18) 说明书第2页第1-8行、第3页第4行-第5页第8行, 实施例15	1-5
Y	CN 1152298 A (株式会社东芝) 1997年 6月 18日 (1997 - 06 - 18) 说明书第2页第1-8行、第3页第4行-第5页第8行, 实施例15	6-10
Y	CN 110436932 A (福建华清电子材料科技有限公司) 2019年 11月 12日 (2019 - 11 - 12) 说明书第4-17段	6-10
X	US 5508240 A (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 1996年 4月 16日 (1996 - 04 - 16) 权利要求1-7, 说明书第8栏第43-67行	1-5
Y	US 5508240 A (KABUSHIKI KAISHA TOSHIBA) 1996年 4月 16日 (1996 - 04 - 16) 权利要求1-7, 说明书第8栏第43-67行	6-10
PX	CN 112374896 A (广东工业大学) 2021年 2月 19日 (2021 - 02 - 19) 权利要求1-10	1-10
A	US 2007225152 A1 (NGK INSULATORS LTD) 2007年 9月 27日 (2007 - 09 - 27) 全文	1-10

☒ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件(如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2021年 11月 4日

国际检索报告邮寄日期

2021年 11月 12日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中国国家知识产权局(ISA/CN)

中国 北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10)62019451

授权官员

李凌

电话号码 (86-27)59371505

C. 相关文件		
类 型*	引用文件，必要时，指明相关段落	相关的权利要求
A	WO 9502563 A1 (DOW CHEMICAL CO等) 1995年 1月 26日 (1995 - 01 - 26) 全文	1-10

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2021/117499

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	1152298	A	1997年 6月 18日	DE	69601256	D1	1999年 2月 11日
				DE	69601256	T2	1999年 5月 20日
				JP	H0925166	A	1997年 1月 28日
				JP	3100871	B2	2000年 10月 23日
				WO	9703031	A1	1997年 1月 30日
				TW	397807	B	2000年 7月 11日
				US	5767028	A	1998年 6月 16日
				EP	0780351	A1	1997年 6月 25日
				EP	0780351	A4	1997年 7月 30日
				EP	0780351	B1	1998年 12月 30日
				KR	0168303	B1	1999年 1月 15日
				CN	1079785	C	2002年 2月 27日
				无			
CN	110436932	A	2019年 11月 12日	无			
US	5508240	A	1996年 4月 16日	DE	69427722	D1	2001年 8月 23日
				EP	0626359	A1	1994年 11月 30日
				EP	0626359	B1	2001年 7月 18日
				KR	960016070	B1	1996年 11月 27日
				JP	H06329474	A	1994年 11月 29日
				JP	H07172921	A	1995年 7月 11日
				JP	2000302556	A	2000年 10月 31日
				JP	2003201179	A	2003年 7月 15日
CN	112374896	A	2021年 2月 19日	无			
				无			
US	2007225152	A1	2007年 9月 27日	US	7592280	B2	2009年 9月 22日
				JP	2007254190	A	2007年 10月 4日
WO	9502563	A1	1995年 1月 26日	AU	7014894	A	1995年 2月 13日
				CA	2171548	A1	1995年 1月 26日
				DE	4325345	A1	1994年 6月 23日
				JP	H9502563	A1	1994年 7月 12日
				US	9502563	A1	1994年 7月 19日
				JP	H06219846	A	1994年 8月 9日
				JP	H06219847	A	1994年 8月 9日
				DE	4325345	C2	1995年 8月 31日
				KR	960006249	B1	1996年 5月 11日
				JP	2698011	B2	1998年 1月 19日
				JP	2698014	B2	1998年 1月 19日
				US	5744411	A	1998年 4月 28日
				无			