



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114988854 B

(45) 授权公告日 2023.06.16

(21) 申请号 202210849559.6

(22) 申请日 2022.07.19

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 114988854 A

(43) 申请公布日 2022.09.02

(73) 专利权人 华中科技大学
地址 430074 湖北省武汉市洪山区珞喻路
1037号
专利权人 华中师范大学深圳研究院

(72) 发明人 张海波 马伟刚 谭划 刘凯
高华昀 易宝林

(74) 专利代理机构 北京东方盛凡知识产权代理
有限公司 11562
专利代理师 沈晓彦

(51) Int. Cl.
C04B 35/10 (2006.01)
C04B 35/48 (2006.01)
C04B 35/622 (2006.01)
C04B 35/638 (2006.01)

(56) 对比文件
KR 20200069398 A, 2020.06.17
CN 111410518 A, 2020.07.14

EP 3409467 A1, 2018.12.05
US 2013078398 A1, 2013.03.28
CN 106145914 A, 2016.11.23
CN 105732008 A, 2016.07.06
US 2022017422 A1, 2022.01.20
DE 4204867 A1, 1992.11.26
US 4665040 A, 1987.05.12

袁绮等人. 多孔陶瓷的制备方法及研究现状.《硅酸盐通报》.2021, 第40卷(第08期), 第2687-2701页.

B Ferrari等人. Aqueous electrophoretic deposition of AL2O3/ZrO2 layered ceramics. Materials Letters《》.1998, 第35卷(第5-6期), 第370-374页.

Fei Dai等人. Performance Comparison of Multi-layer Perceptron Training on Electrical and Optical Network-on-Chips.《International Conference on Parallel and Distributed Computing: Applications and Technologies》.2022, 第13148卷第129-141页.

杜亚男; 范立坤. 高性能氧化锆陶瓷最优工艺研究. 中国陶瓷工业. (06), 第6-9页.

审查员 胡志觅

权利要求书1页 说明书7页 附图3页

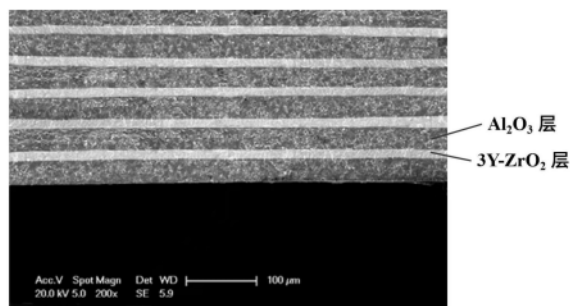
(54) 发明名称

一种氧化铝陶瓷基板及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氧化铝陶瓷基板及其制备方法, 涉及氧化铝陶瓷基板增韧技术领域。氧化铝陶瓷增韧基板包括氧化铝层和氧化锆增韧层; 所述氧化铝层和氧化锆层呈交替叠加分布。方法包括以下步骤: 制备不同厚度的氧化铝、氧化锆流延生坯, 氧化铝和氧化锆流延生坯交替叠片后温等静压, 得到层状复合陶瓷生坯; 将所述陶瓷生坯进行排胶处理后烧结, 得到所述氧化铝陶瓷增韧基板。通过控制氧化铝层与氧化锆层的厚度及其厚度比, 调控堆叠层数及氧化锆增韧相的体积分数, 提高了氧化铝陶瓷基板的断裂韧性

及抗弯强度。



CN 114988854 B

1. 一种氧化铝陶瓷基板,其特征在于,包括交替叠加的氧化铝层和氧化锆层;
所述氧化铝层的单层厚度为100-250 μm ;所述氧化锆层的单层厚度为50-100 μm ;
所述氧化铝层与所述氧化锆层的体积比为1-5:1;
所述氧化铝陶瓷基板的厚度为0.5-10mm;
所述氧化铝陶瓷基板的制备方法,为以下步骤:

步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,干燥,得到氧化铝流延膜和氧化锆流延膜;

步骤2,将所述氧化铝流延膜和氧化锆流延膜按单层交替叠加的方式交替叠片后温等静压压制成型,得到复合陶瓷生坯;

步骤3,将所述复合陶瓷生坯进行排胶处理后烧结,得到所述氧化铝陶瓷基板;

步骤2中叠片层数为10-200层;步骤2中所述温等静压压制成型具体为:60 $^{\circ}\text{C}$,40-80MPa压力下保压5-10min;

步骤3中所述排胶处理具体为:以0.15-0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至500 $^{\circ}\text{C}$ 后保温120-300min;所述烧结具体为:以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至1200 $^{\circ}\text{C}$,之后以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率继续升温至1550 $^{\circ}\text{C}$ 后保温3h;

所述氧化铝陶瓷流延浆料的制备方法包括以下步骤:将氧化铝粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯和聚乙二醇及邻苯二甲酸二丁酯加入到溶剂中混合,球磨,真空除泡得到所述氧化铝陶瓷流延浆料;

其中所述氧化铝粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇、邻苯二甲酸二丁酯和溶剂的质量比为(30-38):2.75:2:1:15;

所述氧化锆陶瓷流延浆料的制备方法包括以下步骤:将3Y-ZrO₂粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇与邻苯二甲酸二丁酯加入到溶剂中混合,球磨,真空除泡得到所述氧化锆陶瓷流延浆料;

其中所述3Y-ZrO₂粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇、邻苯二甲酸二丁酯和溶剂的质量比为(23-28):2.75:2:1:15。

2. 根据权利要求1所述的氧化铝陶瓷基板,其特征在于,所述溶剂为无水乙醇。

3. 根据权利要求1所述的氧化铝陶瓷基板,其特征在于,所述氧化铝流延膜的厚度为100-250 μm ;所述氧化锆流延膜的厚度为50-100 μm 。

4. 如权利要求1所述的氧化铝陶瓷基板作为电路基板在电子元器件中的应用。

一种氧化铝陶瓷基板及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及氧化铝陶瓷基板增韧技术领域,特别是涉及一种氧化铝陶瓷基板及其制备方法。

背景技术

[0002] 如今,21世纪已然进入了电子信息时代。随之而来的,还有电子信息产业的飞速发展。为了满足电子信息产业的需求,对电路板的要求越来越高。其中,陶瓷基板因为其具备高绝缘性、较好的散热性能及结构支撑作用,被广泛用作电路板。

[0003] 在陶瓷电路板中, Al_2O_3 陶瓷基板的市场份额占据了总量的90%以上。这是因为 Al_2O_3 陶瓷有着较高的化学稳定性、导热性能(约 $30\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$)、电绝缘性能(电阻率 $>10^{14}\cdot\text{mm}^2/\text{m}$),且其原料来源丰富,与金属有着优良的附着性能,制备成本较低。而今,已经进入了后摩尔时代,电子元器件的功耗密度在不断提高。发热量的加剧,使 Al_2O_3 陶瓷基板承受的热应力不断提高,当其超过 Al_2O_3 陶瓷基板的本征强度时,便会导致陶瓷基板的破损开裂。这会引起电子元器件的损坏与失效,甚至引发灾难性事故和造成经济损失。

[0004] 根据相关统计,由温度载荷所引起的电子器件失效比例已高达55%。一般 Al_2O_3 陶瓷基板断裂韧性约 $3.7\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$,这一较低的参数是导致其开裂的主要原因。因此在满足 Al_2O_3 陶瓷基板导热性的同时,我们还需要提高其断裂韧性。这有助于提升封装电子元器件的服役安全性与可靠性,对于我国电子信息产业发展具有重要的意义。此外,当 Al_2O_3 陶瓷基板的力学强度提升后,还可降低基板的厚度,这对于陶瓷基板产业的绿色、可持续发展具有重要的促进作用。

[0005] 按照Griffith的理论,脆性材料想提升断裂强度只能以提高断裂韧性或减小临界裂纹尺寸方式实现。对于氧化铝陶瓷基板的增韧,目前主流方法有两种:一是在陶瓷微观结构中加入能量分散元素来提高其断裂韧性,这些元素如纤维、晶须或晶片以及微粒等;二是在陶瓷基体中加入金属成分来形成裂纹连接元素以便在塑性变形时吸收能量,阻止裂纹扩展。虽然上述方法能够在一定程度上增韧氧化铝陶瓷基板,但上述方法会导致基板制造工艺复杂,成本增加;或者使陶瓷烧结温度升高,需要非氧化性气氛烧结。

[0006] 因此,提供一种氧化铝陶瓷基板及其制备方法,以提高氧化铝陶瓷基板的断裂韧性和抗弯强度,简化氧化铝陶瓷基板的制备工艺,对于氧化铝陶瓷基板增韧技术领域具有重要意义。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种氧化铝陶瓷基板及其制备方法,以解决上述现有技术存在的问题,通过在氧化铝陶瓷基板中引入 $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$ 陶瓷薄膜层,从而得到复合增韧的陶瓷基板,提高了氧化铝陶瓷基板的断裂韧性和抗弯强度,且制备工艺简单。

[0008] 为实现上述目的,本发明提供了如下方案:

[0009] 本发明技术方案之一,一种氧化铝陶瓷基板,包括交替叠加的氧化铝层和氧化锆

层。

[0010] 进一步地,所述氧化铝层的单层厚度为100-250 μm ;所述氧化锆层的单层厚度为50-100 μm 。

[0011] 进一步地,所述氧化铝层与所述氧化锆层的体积比为1-5:1。

[0012] 进一步地,所述氧化铝陶瓷基板的厚度为0.5-10mm。

[0013] 本发明技术方案之二,上述的氧化铝陶瓷基板的制备方法,包括以下步骤:

[0014] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,干燥,得到氧化铝流延膜和氧化锆流延膜;

[0015] 步骤2,将所述氧化铝流延膜和氧化锆流延膜按单层交替叠加的方式交替叠片,得到陶瓷基板前驱体;将所述陶瓷基板前驱体进行温等静压压制成型,得到陶瓷生坯;

[0016] 步骤3,将所述陶瓷生坯进行排胶处理后烧结,得到所述氧化铝陶瓷基板。

[0017] 进一步地,所述干燥为在室温条件下干燥20-30h。

[0018] 进一步地,步骤2中在叠片前还包括分别对氧化铝流延膜和氧化锆流延膜进行切片的步骤;步骤2中在压制成型后还包括切块的步骤。

[0019] 进一步地,所述氧化铝陶瓷流延浆料的制备方法包括以下步骤:将氧化铝粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯和聚乙二醇及邻苯二甲酸二丁酯加入到溶剂中混合,球磨,真空除泡得到所述氧化铝陶瓷流延浆料;

[0020] 其中所述氧化铝粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇、邻苯二甲酸二丁酯和溶剂的质量比为(30-38):2.75:2:1:15。优选的,所述氧化铝粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇、邻苯二甲酸二丁酯和溶剂的质量比为38:2.75:2:1:15。通过调控浆料中氧化铝的占比,可以控制烧结过程中氧化铝层的收缩率。

[0021] 所述氧化锆陶瓷流延浆料的制备方法包括以下步骤:将3Y-ZrO₂粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇与邻苯二甲酸二丁酯加入到溶剂中混合,球磨,真空除泡得到所述氧化锆陶瓷流延浆料;

[0022] 其中所述3Y-ZrO₂粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇、邻苯二甲酸二丁酯和溶剂的质量比为(23-28):2.75:2:1:15。优选的,所述所述3Y-ZrO₂粉体、聚乙烯醇缩丁醛酯、聚乙二醇、邻苯二甲酸二丁酯和溶剂的质量比为28:2.75:2:1:15。通过调控浆料中氧化锆的占比,可以控制烧结过程中氧化锆层的收缩率。

[0023] 所述氧化铝粉体为高纯度超微细 α -氧化铝粉体,1400 $^{\circ}\text{C}$ 以上即可以实现99%的烧结致密度。

[0024] 进一步地,所述溶剂为无水乙醇。

[0025] 进一步地,所述球磨具体为:球磨时间为24-36h,球磨转速为300-500rpm;所述真空除泡具体为:转速为800-1500rpm,真空压力为1kPa,旋转时间为3-6min。

[0026] 进一步地,所述氧化铝流延膜的厚度为100-250 μm ;所述氧化锆流延膜的厚度为50-100 μm ;步骤2中叠片层数为10-200层;步骤2中所述温等静压压制成型具体为:60 $^{\circ}\text{C}$,40-80MPa压力下,保压5-10min。

[0027] 进一步地,步骤3中所述排胶处理具体为:以0.15-0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至500 $^{\circ}\text{C}$ 后保温120-300min;所述烧结具体为:以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至1200 $^{\circ}\text{C}$,之后以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率继续升温至1550 $^{\circ}\text{C}$ 后保温3h。

[0028] 本发明技术方案之三,上述的氧化铝陶瓷基板作为电路板在电子元器件中的应用。

[0029] 本发明在氧化铝陶瓷基板中引入3Y-ZrO₂陶瓷薄膜层,从而得到复合增韧的陶瓷基板。3Y-ZrO₂陶瓷本身具有极好的断裂韧性(约10MPa·m^{1/2})与抗弯强度(约1000MPa),因而通过一定的层状结构设计,将其以适当比例引入Al₂O₃陶瓷基板中,能大幅提升陶瓷基板的断裂韧性。此外,在烧结后的降温过程中利用二者不等量收缩,还可在陶瓷表层内引入残余压应力。由于陶瓷断裂往往起始于表面裂纹,表面残余压应力的存在有利于阻止表面裂纹的扩展,从而起到增强增韧的作用。

[0030] 由于普通氧化铝陶瓷烧结温度在1600℃以上,而氧化锆陶瓷烧结温度在1500-1550℃之间,二者烧结温度不匹配,热膨胀系数不一致,同时氧化铝-氧化锆烧结过程中不发生两相扩散,传统上认为对氧化锆与氧化铝陶瓷进行层状复合会存在界面结合缺陷等问题,反而会影响复合之后氧化铝基体的力学性能。在本发明中,首先使用高纯度纳米氧化铝颗粒,其具有很高的烧结活性,在1400-1600℃之间均可以实现致密化烧结,因此可以与氧化锆陶瓷实现共烧结。同时通过分别调控氧化铝、氧化锆浆料中陶瓷粉体的体积分数,可以控制烧结过程中氧化锆与氧化铝的收缩情况,通过制定合理的烧结温度与调控收缩率,可以实现良好的界面结合,同时利用热膨胀系数/收缩率不一致调控复合陶瓷界面应力状态,利用压应力以及两相界面处弹性模量的差异性来实现对裂纹扩展的阻止或偏转。流延成型法具有生产效率高,应用范围广、可大面积制备等特点,是一种重要的薄板陶瓷材料制备方法。通过对流延浆料的组分调控,还可以灵活制备不同组成与结构的陶瓷薄膜,这有利于对陶瓷基板的结构及内部应力进行优化设计。本发明中,通过引入3Y-ZrO₂陶瓷薄膜,实现了Al₂O₃陶瓷基板的增韧,同时其具备较好导热性。这有助于解决电子信息产业对力/热学综合性能优良Al₂O₃陶瓷基板的重大需求。

[0031] 本发明公开了以下技术效果:

[0032] 本发明通过控制流延刮刀高度,得到不同厚度的3Y-ZrO₂陶瓷(氧化钇稳定四方多晶氧化锆,即加入了3mol%Y₂O₃的氧化锆陶瓷材料)流延膜与Al₂O₃陶瓷流延膜(从而调整3Y-ZrO₂陶瓷在Al₂O₃陶瓷基板中的比例)。之后通过层状结构设计,得到3Y-ZrO₂、Al₂O₃复合陶瓷基板。所得复合陶瓷基板具有6.83MPa·m^{1/2}断裂韧性及534MPa抗弯强度。与传统的氧化铝陶瓷基板相比,其断裂韧性大幅提高,改善了其抗弯强度,具有更佳的力学性能。

[0033] 本发明使用流延成型法制备氧化锆、氧化铝流延膜,之后通过叠层方式便可得到复合增韧陶瓷基板(氧化铝陶瓷基板),提高了复合增韧陶瓷基板的断裂韧性及抗弯强度。与传统制备工艺相比,其制备工艺流程十分简便,所用原料成本较低,并且无需使用有毒物质。此外,流延成型法具有生产效率高,应用范围广、可大面积制备等优势,可应用于工业化生产。

附图说明

[0034] 为了更清楚地说明本发明实施例或现有技术中的技术方案,下面将对实施例中所需要使用的附图作简单的介绍,显而易见地,下面描述中的附图仅仅是本发明的一些实施例,对于本领域普通技术人员来讲,在不付出创造性劳动的前提下,还可以根据这些附图获得其他的附图。

- [0035] 图1为本发明氧化铝陶瓷基板叠层制备结构示意图；
- [0036] 图2为实施例5制备的氧化铝陶瓷基板的截面SEM图；
- [0037] 图3为实施例4制备的氧化铝陶瓷基板的截面局部放大SEM图；
- [0038] 图4为实施例1-6所制备的氧化铝陶瓷基板的断裂韧性测试数据；
- [0039] 图5为实施例1-6所制备的氧化铝陶瓷基板的抗弯强度测试结果；
- [0040] 图6为实施例1-6所制备的氧化铝陶瓷基板的导热系数测试结果。

具体实施方式

[0041] 现详细说明本发明的多种示例性实施方式,该详细说明不应认为是对本发明的限制,而应理解为是对本发明的某些方面、特性和实施方案的更详细的描述。

[0042] 应理解本发明中所述的术语仅仅是为描述特别的实施方式,并非用于限制本发明。另外,对于本发明中的数值范围,应理解为还具体公开了该范围的上限和下限之间的每个中间值。在任何陈述值或陈述范围内的中间值以及任何其他陈述值或在所述范围内的中间值之间的每个较小的范围也包括在本发明内。这些较小范围的上限和下限可独立地包括或排除在范围内。

[0043] 除非另有说明,否则本文使用的所有技术和科学术语具有本发明所述领域的常规技术人员通常理解的含义。虽然本发明仅描述了优选的方法和材料,但是在本发明的实施或测试中也可以使用与本文所述相似或等同的任何方法和材料。本说明书中提到的所有文献通过引用并入,用以公开和描述与本发明所述文献相关的方法和/或材料。在与任何并入的文献冲突时,以本说明书的内容为准。

[0044] 在不背离本发明的范围或精神的情况下,可对本发明说明书的具体实施方式做多种改进和变化,这对本领域技术人员而言是显而易见的。由本发明的说明书得到的其他实施方式对技术人员而言是显而易见的。本发明说明书和实施例仅是示例性的。

[0045] 关于本文中所使用的“包含”、“包括”、“具有”、“含有”等等,均为开放性的用语,即意指包含但不限于。

[0046] 本发明中所述的“室温”如无特别说明,均指15-30℃。

[0047] 本发明氧化铝陶瓷基板叠层制备结构示意图如图1所示。

[0048] 本发明实施例中所用氧化铝陶瓷流延浆料的制备方法如下:将氧化铝粉体38g、聚乙烯醇缩丁醛酯(PVB)2.75g和聚乙二醇及邻苯二甲酸二丁酯1加入到15g无水乙醇中混合,于行星球磨机球磨,球料比为2:1,球磨时间为24h,球磨转速为300rpm,球磨结束后进行真空除泡,以预防流延薄膜鼓泡。所使用的除泡机为日本产MZ-8型自转公转真空搅拌机,设置转速为800rpm,真空压力为1kPa,旋转时间约30min,除泡结束后得到氧化铝陶瓷流延浆料。

[0049] 本发明实施例中所用氧化锆陶瓷流延浆料的制备方法如下:将3Y-ZrO₂粉体27.5g、聚乙烯醇缩丁醛酯(PVB)2.75g、聚乙二醇与邻苯二甲酸二丁酯1G加入到15g无水乙醇中混合,于行星球磨机球磨,球料比为2:1,球磨时间为24h,球磨转速为300rpm,球磨结束后进行真空除泡,以预防流延薄膜鼓泡。所使用的除泡机为日本产MZ-8型自转公转真空搅拌机,设置转速为800rpm,真空压力为1kPa,旋转时间约30min,除泡结束后得到氧化锆陶瓷流延浆料。

[0050] 实施例1

[0051] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料放入流延机进行流延成型,通过控制刮刀高度,得到厚度为150 μm 的氧化铝流延膜,流延后的薄膜在室温下进行24h干燥。

[0052] 步骤2,将干燥后的氧化铝流延膜进行切片,均裁剪为尺寸25mm \times 25mm的方形片材。切片后的氧化铝陶瓷生坯进行叠层,共50层,厚度为7.5mm。利用温等静压在60 $^{\circ}\text{C}$,80MPa压力下保压30min。之后将其按6mm \times 25mm尺寸进行切块,得到长方体陶瓷生坯。

[0053] 步骤3,将上述长方体陶瓷生坯在排胶炉中排胶,设置500 $^{\circ}\text{C}$ 下保温60min,升温速率0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。对排胶后的陶瓷生坯转移至高温烧结炉中进行烧结,以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升温至1200 $^{\circ}\text{C}$,保温60 $^{\circ}\text{C}$ 之后,以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率继续升温至1500 $^{\circ}\text{C}$ 后保温3h。煅烧结束后得到氧化铝陶瓷基板(厚度为5.25mm)。

[0054] 实施例2

[0055] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,通过控制刮刀高度,得到厚度为50 μm 的3Y-ZrO₂流延膜,厚度为250 μm 的Al₂O₃流延膜,流延后的薄膜在室温下进行24h干燥。

[0056] 步骤2,将干燥后的3Y-ZrO₂流延膜和Al₂O₃流延膜分别进行切片,均裁剪为尺寸25mm \times 25mm的方形片材。切片后的Al₂O₃陶瓷膜、3Y-ZrO₂陶瓷膜,按层数1:1的方式交替叠片,共叠50层,厚度7.5mm,利用温等静压在60 $^{\circ}\text{C}$,80MPa压力下保压30min。之后将其按6mm \times 25mm尺寸进行切块,得到长方体陶瓷生坯。

[0057] 步骤3,将上述长方体陶瓷生坯在排胶炉中排胶,设置500 $^{\circ}\text{C}$ 下保温60min,升温速率0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。对排胶后的陶瓷生坯转移至高温烧结炉中进行烧结,以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升温至1200 $^{\circ}\text{C}$,保温60 $^{\circ}\text{C}$ 之后,以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率继续升温至1500 $^{\circ}\text{C}$ 后保温3h。煅烧结束后得到氧化铝陶瓷基板(厚度为5.25mm,3Y-ZrO₂、Al₂O₃体积比为1:5)。

[0058] 实施例3

[0059] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,通过控制刮刀高度,得到厚度为50 μm 的3Y-ZrO₂流延膜,厚度为200 μm 的Al₂O₃流延膜,流延后的薄膜在室温下进行24h干燥。

[0060] 步骤2,将干燥后的3Y-ZrO₂流延膜和Al₂O₃流延膜分别进行切片,均裁剪为尺寸25mm \times 25mm的方形片材。切片后的Al₂O₃陶瓷膜、3Y-ZrO₂陶瓷膜,按层数1:1的方式交替叠片,共叠60层,厚度7.5mm,利用温等静压在60 $^{\circ}\text{C}$,80MPa压力下保压30min。之后将其按6mm \times 25mm尺寸进行切块,得到长方体陶瓷生坯。

[0061] 步骤3,将上述长方体陶瓷生坯在排胶炉中排胶,设置500 $^{\circ}\text{C}$ 下保温60min,升温速率0.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。对排胶后的陶瓷生坯转移至高温烧结炉中进行烧结,以5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率从室温升温至1200 $^{\circ}\text{C}$,保温60 $^{\circ}\text{C}$ 之后,以1 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率继续升温至1500 $^{\circ}\text{C}$ 后保温3h。煅烧结束后得到氧化铝陶瓷基板(厚度为5.25mm,3Y-ZrO₂、Al₂O₃体积比为1:4)。

[0062] 实施例4

[0063] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,通过控制刮刀高度,得到厚度为50 μm 的3Y-ZrO₂流延膜,厚度为150 μm 的Al₂O₃流延膜,流延后的薄膜在室温下进行24h干燥。

[0064] 步骤2,将干燥后的3Y-ZrO₂流延膜和Al₂O₃流延膜分别进行切片,均裁剪为尺寸25mm \times 25mm的方形片材。切片后的Al₂O₃陶瓷膜、3Y-ZrO₂陶瓷膜,按层数1:1的方式交替叠

片,共叠75层,厚度约7.5mm,利用温等静压在60℃,80MPa压力下保压30min。之后将其按6mm×25mm尺寸进行切块,得到长方体陶瓷生坯。

[0065] 步骤3,将上述长方体陶瓷生坯在排胶炉中排胶,设置500℃下保温60min,升温速率0.5℃/min。对排胶后的陶瓷生坯转移至高温烧结炉中进行烧结,以5℃/min的升温速率从室温升温至1200℃,保温60℃之后,以1℃/min的升温速率继续升温至1500℃后保温3h。煅烧结束后得到氧化铝陶瓷基板(厚度为5.25mm,3Y-ZrO₂、Al₂O₃体积比为1:3)。

[0066] 实施例5

[0067] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,通过控制刮刀高度,得到厚度为50μm的3Y-ZrO₂流延膜,厚度为100μm的Al₂O₃流延膜,流延后的薄膜在室温下进行24h干燥。

[0068] 步骤2,将干燥后的3Y-ZrO₂流延膜和Al₂O₃流延膜分别进行切片,均裁剪为尺寸25mm×25mm的方形片材。切片后的Al₂O₃陶瓷膜、3Y-ZrO₂陶瓷膜,按层数1:1的方式交替叠片,共叠100层,厚度7.5mm,利用温等静压在60℃,80MPa压力下保压30min。之后将其按6mm×25mm尺寸进行切块,得到长方体陶瓷生坯。

[0069] 步骤3,将上述长方体陶瓷生坯在排胶炉中排胶,设置500℃下保温60min,升温速率0.5℃/min。对排胶后的陶瓷生坯转移至高温烧结炉中进行烧结,以5℃/min的升温速率从室温升温至1200℃,保温60℃之后,以1℃/min的升温速率继续升温至1500℃后保温3h。煅烧结束后得到氧化铝陶瓷基板(厚度为5.25mm,3Y-ZrO₂、Al₂O₃体积比为1:2)。

[0070] 实施例6

[0071] 步骤1,将氧化铝陶瓷流延浆料和氧化锆陶瓷流延浆料分别放入流延机进行流延成型,通过控制刮刀高度,得到厚度为100μm的3Y-ZrO₂流延膜,厚度为100μm的Al₂O₃流延膜,流延后的薄膜在室温下进行24h干燥。

[0072] 步骤2,将干燥后的3Y-ZrO₂流延膜和Al₂O₃流延膜分别进行切片,均裁剪为尺寸25mm×25mm的方形片材。切片后的Al₂O₃陶瓷膜、3Y-ZrO₂陶瓷膜,按层数1:1的方式交替叠片,共叠75层,厚度7.5mm,利用温等静压在60℃,80MPa压力下保压30min。之后将其按6mm×25mm尺寸进行切块,得到长方体陶瓷生坯。

[0073] 步骤3,将上述长方体陶瓷生坯在排胶炉中排胶,设置500℃下保温60min,升温速率0.5℃/min。对排胶后的陶瓷生坯转移至高温烧结炉中进行烧结,以5℃/min的升温速率从室温升温至1200℃,保温60℃之后,以1℃/min的升温速率继续升温至1500℃后保温3h。煅烧结束后得到氧化铝陶瓷基板(厚度为5.25mm,3Y-ZrO₂、Al₂O₃体积比为1:1)。

[0074] 对实施例1-6制备的氧化铝陶瓷基板分别编号为:1-6号。然后分别测试其断裂韧性、抗弯强度等力学性能。每一陶瓷基板样品至少测试3次以保证结果的可靠性。具体检测结果如下:

[0075] 图2为实施例5制备的氧化铝陶瓷基板的截面SEM图,由图2可以看到明显的两相交替的2-2复合陶瓷样品,能够看出通过控制生坯层厚可以制备不同厚度增韧相复合的氧化铝陶瓷。

[0076] 图3为实施例4制备的氧化铝陶瓷基板的截面局部放大SEM图,由图3能够看出复合材料氧化锆与氧化铝界面结合相当紧密,没有任何层间裂纹,说明复合材料制备成功,这是复合材料力学性能提升的关键。

[0077] 图4为实施例1-6所制备的氧化铝陶瓷基板的断裂韧性测试数据,由图4能够看出随着氧化锆增韧相的增多,复合陶瓷断裂韧性逐渐提高,而在6号样氧化锆/氧化铝体积分数为1:1时,断裂韧性相比5号样却出现了下降。这是因为复合材料提升氧化铝基板断裂韧性的原因主要有以下两点:一、氧化锆陶瓷具有较高的断裂韧性,可以改善复合材料的断裂韧性;二、由于氧化铝与氧化锆在热膨胀系数、弹性模量等指标的差异,在界面处会存在界面残余应力,残余应力的存在对于提高材料强度和断裂韧性发挥着显著作用。6号样品虽然具有更高的氧化锆体积分数,但是由于其堆叠层数仅有75层,即相比5号样品两相界面减少了25层,导致界面增韧效果降低,进而表现出比5号样品较低的断裂韧性。

[0078] 图5为实施例1-6所制备的氧化铝陶瓷基板的抗弯强度测试结果,由图5能够看出复合材料抗弯强度的变化规律与断裂韧性性能一致。

[0079] 图6为实施例1-6所制备的氧化铝陶瓷基板的导热系数测试结果,由图6能够看出由于氧化锆较低的导热系数,复合材料导热系数随着氧化锆体积分数的增加而明显降低,这主要是氧化锆较低的导热系数(2.09W/m·K)导致的。

[0080] 实施例7

[0081] 与实施例5不同之处仅在于,步骤1中,氧化铝流延生坯厚度为134 μm ,氧化锆流延生坯厚度为67微米;步骤2中共叠层75层,厚度约为7.5mm。

[0082] 结果:本实施例所制备的氧化铝陶瓷基板的断裂韧性为6.13MPa·m^{1/2},抗弯强度为515MPa,导热系数为2.09W/m·K,可以看到通过控制生坯厚度,将氧化锆:氧化铝为1:2的复合陶瓷堆叠层数控制为75层时,相比同为75层,氧化锆:氧化铝为1:1的6号复合陶瓷,本实施例制备的氧化铝陶瓷基板的力学性能低于5号与6号样品,而导热系数却无明显变化。这充分说明了层状界面对提高复合材料力学性能的显著作用。

[0083] 本发明通过流延成形法分别制备不同厚度的氧化铝流延膜与氧化锆流延膜。通过ZrO₂与Al₂O₃流延膜交替叠层方式,使所制备的氧化铝陶瓷基板具有6.83MPa·m^{1/2}断裂韧性及534MPa的抗弯强度。与传统的氧化铝陶瓷基板相比,其断裂韧性大幅提高,改善了其抗弯强度,具有更佳的力学性能。通过控制流延膜厚、以及叠层层数,可使烧结后的陶瓷基板厚度在0.5~10mm之间变化,保证了氧化铝陶瓷(导热)基板在电子工业中的应用。

[0084] 以上所述的实施例仅是对本发明的优选方式进行描述,并非对本发明的范围进行限定,在不脱离本发明设计精神的前提下,本领域普通技术人员对本发明的技术方案做出的各种变形和改进,均应落入本发明权利要求书确定的保护范围内。

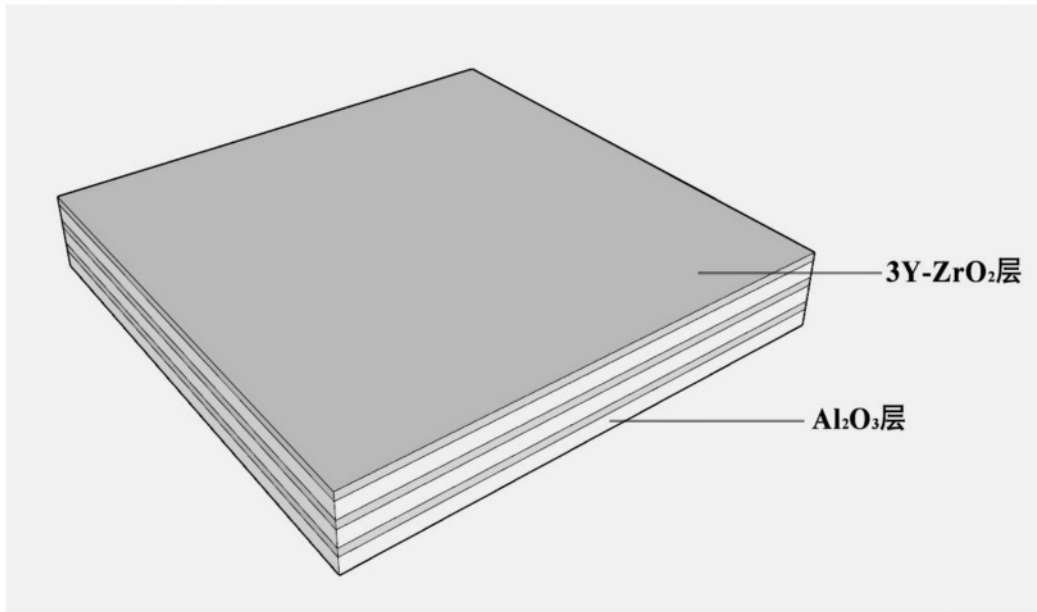


图1

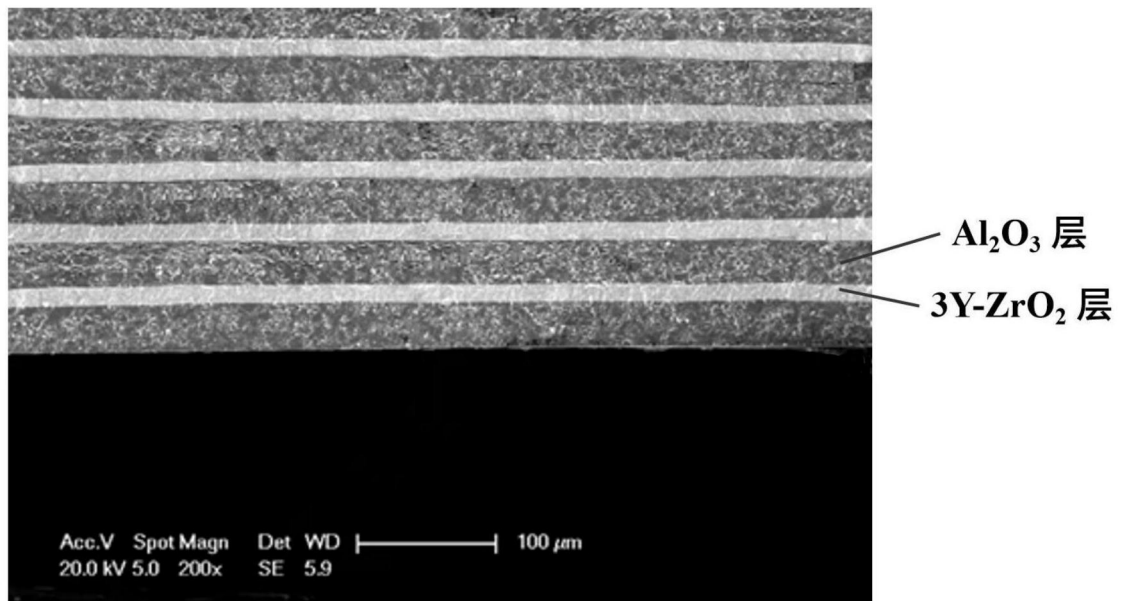


图2

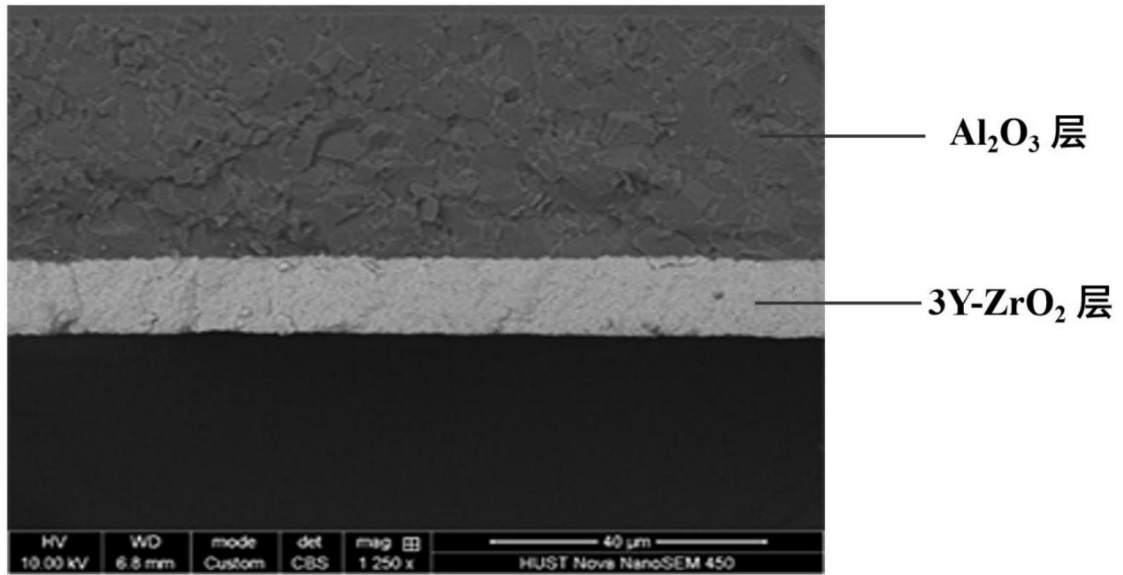


图3

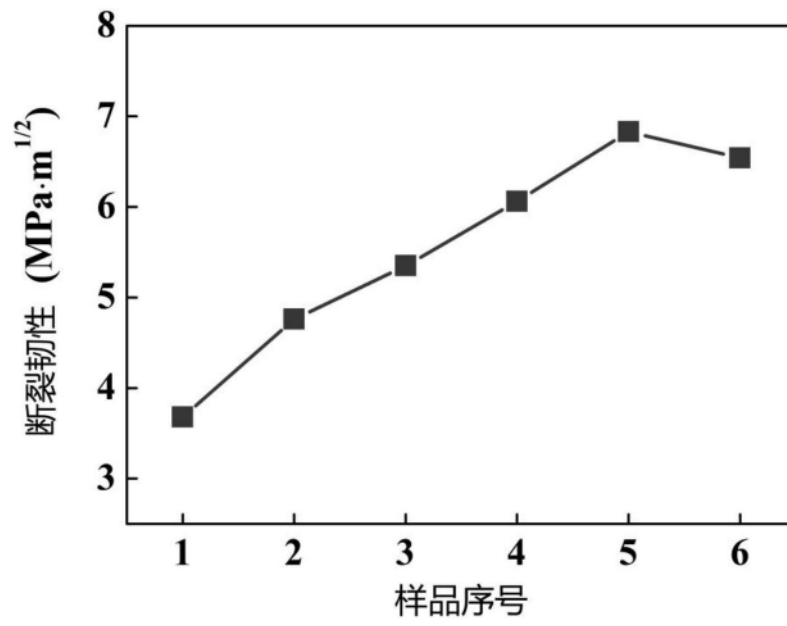


图4

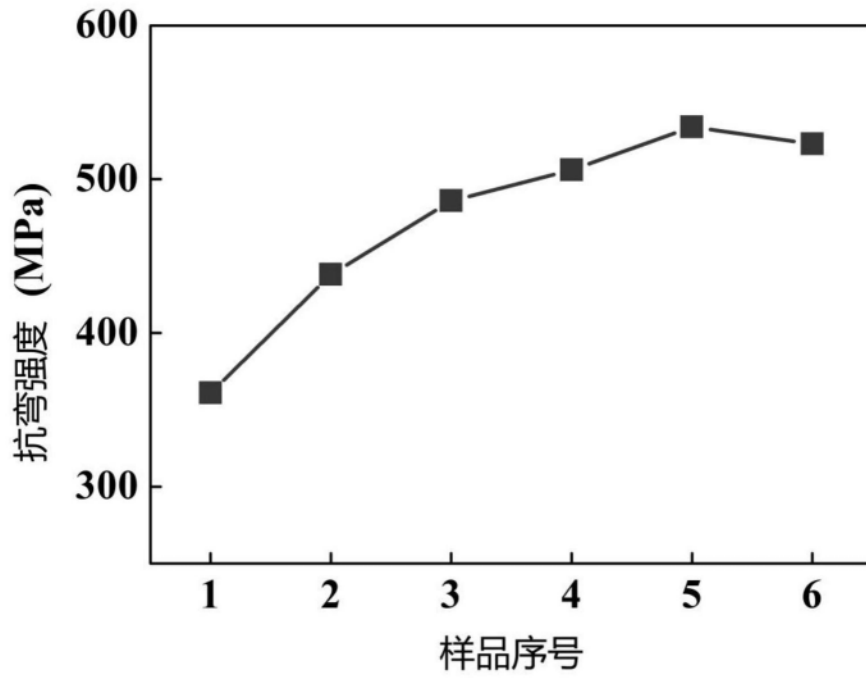


图5

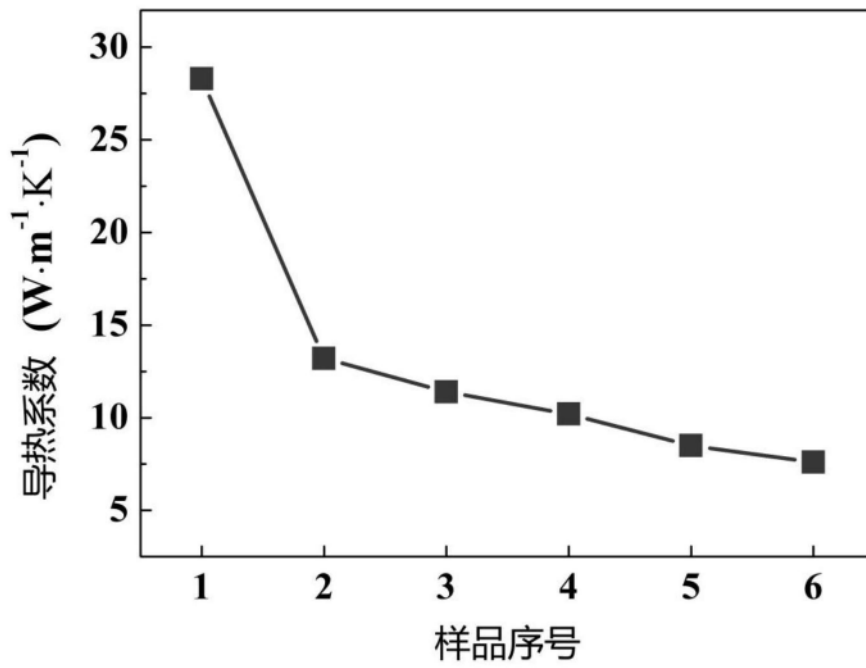


图6