

文章编号: 1000-2278(2007)02-0084-05

AlN 改善 Al_2O_3 陶瓷导热性能的研究

顾幸勇 张爱华 罗 婷

(景德镇陶瓷学院材料科学与工程学院, 333001)

摘 要

本文选用导热系数较高的 AlN 来改善 Al_2O_3 陶瓷的导热性能; 并借助 SEM 和 XRD 对材料的微观结构和物相进行了分析。结果表明: AlN/ Al_2O_3 基复合材料的导热性能随 AlN 含量的增加呈现先增大后减小的有规律变化, 并在 AlN 的外加量达到 7% 时具有最佳值; 另外, 探讨了 AlN 的加入导致主晶相 Al_2O_3 的晶胞参数、晶粒大小、烧结气孔率的变化及它们对材料导热性的影响规律。

关键词 Al_2O_3 , AlN, 复合材料, 导热性能

中图分类号: TQ174.75 文献标识码: A

1 前 言

随着微电子技术的发展, 特别是高频、高功率集成电路的发展, 对集成电路基片提出了越来越高的要求。要求基片具有高的热导率, 以便将集成电路芯片所产生的热量散发出去。目前, 基片与封装材料主要有 Al_2O_3 、BeO、SiC、AlN 等。其中 Al_2O_3 陶瓷是集成电路中最常用的一种基片材料, 但它热导率相对较低, 影响着它的使用; AlN 具有优异的导热性能(理论热导率为 $320 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, 实际值可达 $260 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, 为氧化铝陶瓷的 10~15 倍)、低的介电常数(≈ 8.8 (1MHz))、可靠的电绝缘性(电阻率 $>10^{16} \Omega\cdot\text{m}$)、耐高温、耐腐蚀、无毒、良好的力学性能以及与 Si 相匹配的热膨胀系数($20\sim 500^\circ\text{C}$, $4.6\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$)等一系列优良性能^[1-2], 但该材料较难烧结, 通常要采用热压烧结法, 烧结温度较高($>1800^\circ\text{C}$), 制约了 AlN 基板的推广应用。

用复合材料来制备高热导率和低介电常数的基片是提高性能/价格比的一种有效选择。1992 年, Chu 等报导了将人造金刚石微粉和氧化铝超细粉体用高温烧结方法制备金刚石/氧化铝复合材料, 并用

于计算机读/写磁头耐用性的研究, 但烧结温度过高, 金刚石相将向石墨转化^[3]。Johnson 等报道了用熔融铝溶液化学浸润人造金刚石微粉的方法制造金刚石/铝基复合材料, 并用于集成电路基片的研究, 但浸润过程温度高, 由于铝的活性强, 易与金刚石反应形成 Al_4C_3 化合物^[4]。蔡克峰等用 Al 粉与 Al_2O_3 混合在氮气条件下反应烧结法制备了 AlN- Al_2O_3 复合材料, 并研究了其烧结机理^[5], 但对 Al_2O_3 材料的导热性的改善没有做研究。鉴于此, 本文直接将 AlN 粉与 Al_2O_3 复合制备 AlN/ Al_2O_3 基复合材料以探讨研究对 Al_2O_3 陶瓷导热性的改善。

2 实验部分

2.1 实验配方

氧化铝瓷采用比较典型的 96 瓷配方: α - Al_2O_3 94.00%, 高岭土 5.00%, CaCO_3 0.50%, MgCO_3 0.50%; AlN 粉以外加的方式与 96 氧化铝瓷复合, 分别设置 I、II、III、IV、V 样品加入量为 (wt%): 0、2.00、5.00、7.00、10.00。

2.2 样品制备

本实验的样品用 769YP-24B 粉末压片机于

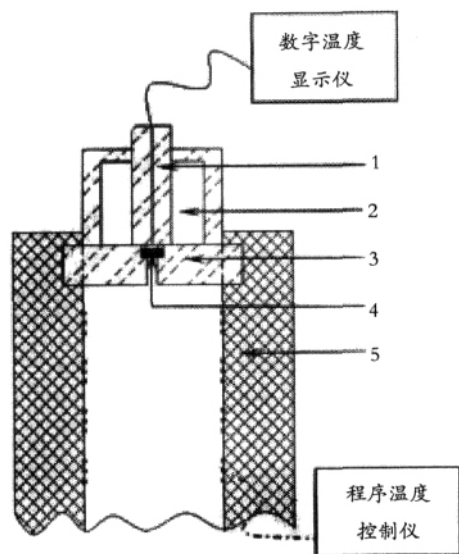


图1 自制升温速率测试装置

Fig.1 Device of temperature measurement

8MPa 下成型直径为 11mm 的小圆片, 烧成, 抛光处理, 备用。

2.3 性能测试

采用德国 Bruker D8 Advance 型 X 射线衍射仪 (XRD) 进行材料的物相分析, 并计算 Al_2O_3 的晶胞参数、晶粒大小; 采用日本电子 JSM-6700F 型冷场发射扫描电子显微镜 (FE-SEM) 进行材料的形貌观测; 采用阿基米德排水法测样品的真气孔率; 采用自制升温速率测试装置 (见图 1) 测烧结试样的上表面温度, 以考察材料的导热性。热源为程序控制的 200°C 恒温

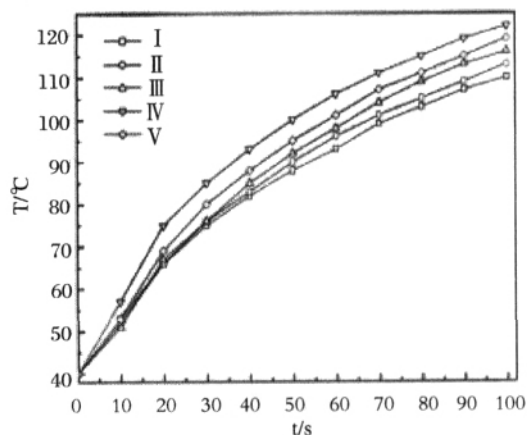


图2 各样品的上表面温度与时间的关系

Fig.2 Surface temperature as function of time for all specimens

源)。

3 结果分析与讨论

3.1 AlN 加入量对导热性能的影响

在氧化铝瓷中引入 AlN 后, 测得不同 AlN 含量复合材料的温度 - 时间曲线如图 2 所示。由图 2 可见, 随时间增加, 试样上表面温度增高; 相同时间时, 添加氮化铝的试样的上表面温度均比未添加的高, 且配方 IV 的上表面温度最高。上表面温度越高, 则传热速率越快, 该试样的导热性能也越好。

考虑到 AlN 加入量不同对复合材料的烧结性有影响, 而在本文的测试条件下, 对导热性 (λ) 的影响

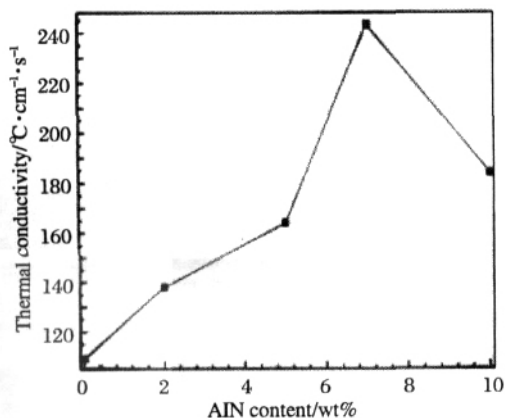


图3 各样品的导热性能与氮化铝含量的关系

Fig.3 Thermal conductivity as function of the content of aluminum nitride for all specimens

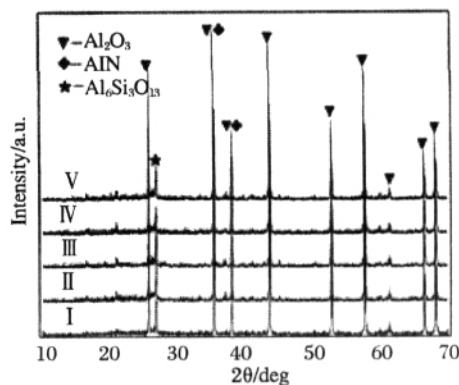


图4 各样品的 XRD 比较图

Fig.4 X-ray diffraction patterns for all specimens

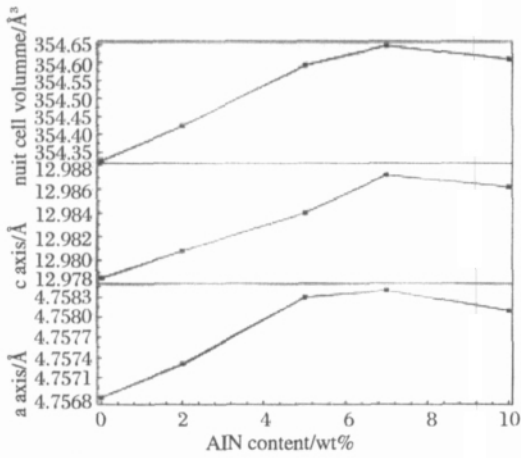


图 5 Al₂O₃ 的晶胞参数与氮化铝含量的关系
Fig. 5 Dependence of lattice parameter of alumina on the content of aluminum nitride

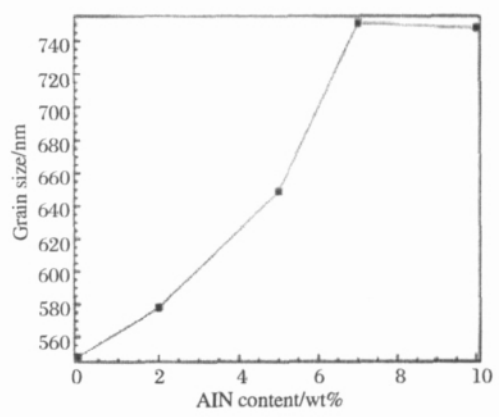


图 6 各个样品的晶粒大小与氮化铝含量的关系
Fig. 6 Dependence of grain size on the content of aluminum nitride for all specimens

因素有 T/t 试样上表面的升温速率 ($^{\circ}\text{C}/\text{s}$) , 试样的厚度 d (cm) , 真气孔率 P , 则可以用 $\lambda \propto T/t/d \cdot P$ 计算分析各试样的导热性能, 其计算结果见图 3。从图 3 可清楚看出, 加入 7%氮化铝的样品导热性能最好, 比没有添加其它复合物的原氧化铝瓷样品的导热性提高了 120%, 说明合适的 AlN 加入量对提高氧化铝瓷的导热性有明显效果。

3.2 晶粒大小对导热性能的影响

各样品做 X-ray 衍射分析 (见图 4) , 从衍射分析图谱可看到除主晶相 Al₂O₃ 外, 还有 AlN 和少量的 Al₆Si₂O₁₃; 依据 XRD 数据计算得出的各样品中氧化铝主晶相的晶胞参数值列于图 5, 按照谢乐公式^[6]计算的各样品中氧化铝主晶相的晶粒尺寸列于图 6。从

图 5、图 6 可知, 随氮化铝含量的增加, 试样的晶胞、晶粒逐渐增大, 且外加氮化铝 7%时晶粒最大。根据文献[7], 晶粒大小对导热系数的影响是晶粒尺寸越大, 导热系数亦越大, 即导热性能越好。可见, 烧成过程中氮化铝的加入会引起主晶相氧化铝的晶胞参数、晶粒尺寸产生变化, 同时也影响着材料的导热性能。

3.3 显微结构对导热性能的影响

表 1 为烧成后各样品的真气孔率, 图 7 为各样品的 SEM 图。表 1 显示: 随氮化铝含量的增加, 试样的真气孔率降低, 至氮化铝的外加量达到 7%时, 试样的气孔率达到最小值, 随后又增加。依据欧根提出的计算有气孔材料导热系数的理论方程^[8]分析, 气孔率越小, 材料的导热系数越大, 这与本文的研究结果相吻合。图 7 显示出了与表 1 相符合的显微结构特征: 随氮化铝加入量的增加, 其烧结后的结构中气孔变少, 材料更致密, 而且晶相平均粒径也有增大趋势 (见表 2, 这与前面利用 XRD 理论计算的晶粒增大趋势相同), 这些均有利于提高材料的导热性, 可见适量的 AlN 在氧化铝瓷中添加有利于导热性增大的显微结构的形成。

表 1 烧成后各样品的孔气率

Tab. 1 Pore ratio of all sintered specimens

No.	I	II	III	IV	V
Pore ratio (%)	6.6	5.268	3.944	2.477	3.6

表 2 烧成后各样品的晶粒大小 (SEM 图片的测量值)

Tab. 2 Grain size (measuring values with SEM images) of all sintered specimens

No.	I	II	III	IV	V
Grain size (μm)	3.96	4.84	5.72	7.92	7.48

4 结 论

(1) AlN 的引入及合适的添加量对提高氧化铝瓷

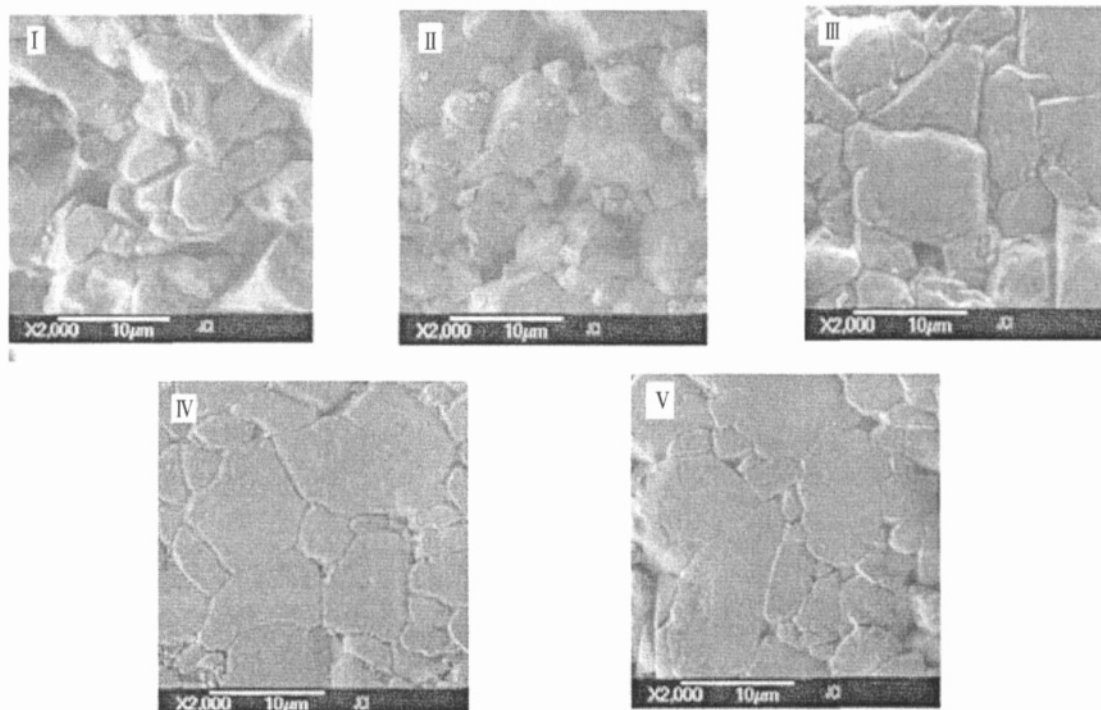


图 7 各样品的 SEM 图

Fig. 7 SEM images of all specimens

的导热效果比较明显。

(2) 少量 AlN 的添加, 会致使主晶相氧化铝的晶胞参数、晶粒尺寸有所增大, 烧结气孔率降低, 这些均是材料的导热性能提高的主要原因。

参考文献

- 1 Borom M P, Slack G A, Szymasze J W. Thermal conductivity of commercial aluminum nitride. Am. Ceram. Soc. Bull., 1972, 51 (11): 852- 856
- 2 Tummala R R. Ceramics in microelectronic packaging. Am.

Ceram. Soc. Bull., 1988, 67(4): 752- 758

- 3 Hsu Jenyan, et al. J. Am. Ceram. Soc., 1989, 72: 1861
- 4 Nazeri Azar, Kahn Manfred. Am. Ceram. Soc. Bull., 1993, 75: 59
- 5 蔡克峰, 南策文, 袁润章. 反应烧结制备 AlN- Al₂O₃ 复合陶瓷的机理研究. 硅酸盐学报, 1996, 24 (2): 216
- 6 刘粤惠, 刘平安编著. X 射线衍射分析原理与应用. 北京: 化学工业出版社, 2003
- 7 系同庚编著. 无机材料热物性学. 上海: 上海科学技术出版社, 1981
- 8 J. Franci, W. D. Kingery. Thermal conductivity: IX, Experimental investigation of effect of porosity on thermal conductivity. J. Am. Ceram. Soc., 1954, 37(2): 99

STUDY ON THERMAL CONDUCTIVITY OF ALUMINA WITH ALUMINUM NITRIDE ADDITIVE

Gu Xingyong Zhang Aihua Luo Ting
(Jingdezhen Ceramic Institute, 333001)

Abstract

In the present work, the thermal conductivity of alumina was improved by adding aluminum nitride with high thermal conductivity. The microstructure and crystalline structure were investigated by means of SEM and XRD. It is showed that the thermal conductivity of the $\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$ based composite increased with the increasing of aluminum nitride, reached the maximum value with the content of aluminum nitride at 7% and then decreased with more concentration. The lattice parameter of alumina, grain size, pore ratio and their respective effect on the thermal conductivity were studied.

Keywords alumina, aluminum nitride, composite materials, thermal conductivity