

TiC 含量对 AlN - TiC 复相材料导热性能的影响

程卫华

(盐城纺织职业技术学院 化学工程系,江苏 盐城 224005)

摘要:采用热压烧结工艺制备了 AlN - TiC 复相材料。通过激光导热仪,研究了 TiC 含量对材料导热性能的影响。结果表明:随着 TiC 的质量分数的增加,复相材料的热导率逐渐下降,当 TiC 的质量分数增至 50t% 时,热导率由 102.9 W/(m·K) 下降到 46.6 W/(m·K),并对 AlN - TiC 的相组成和显微结构进行了观察分析。

关键词:氮化铝;碳化钛;导热性能;热压烧结

中图分类号:TF124.5 **文献标识码:**A **文章编号:**1671 - 5322(2011)01 - 0035 - 04

陶瓷基复合材料由于其优异的热学、力学和电学性能而成为集成电路基片、刀具、微波电子管等方面应用的重要后选材料^[1]。由于氮化铝具有多种突出的物理性能(如高热导率、高电阻率、低介电常数及无毒性等)^[2,3],因此目前研究的比较多的是以 AlN 为基体的复合材料,如 AlN - SiC^[4], AlN - W^[5], AlN - Al₂O₃^[6]。

有关 AlN - TiC 陶瓷基复相材料的衰减性能已有所研究^[7],但对其热学性能(导热性能)研究刚刚起步。导热性能是许多应用场合所要求的重要性能之一,特别是高真空大功率电子器件,已成为当今研究和生产该种器件的技术关键^[8]。TiC 是高性能的微波衰减剂,具有熔点高、导电等特性^[9],本文以 AlN、TiC 为原料,以氧化钇(Y₂O₃)为烧结助剂,采用热压烧结工艺制备了 AlN - TiC 复相材料,研究了该复相材料的烧结性能、物相组成以及 TiC 含量对导热性能的影响。

1 实验

1.1 试样制备

实验采用的原料为:AlN 粉末,北京钢铁总院生产,平均颗粒尺寸小于 0.5 μm;Y₂O₃,上海跃龙化工厂生产,纯度 99.95%;TiC 粉,潍坊邦德特种材料有限公司生产,纯度 99.0%;乙醇(C₂H₅OH),南京化学试剂有限公司,分析纯。采用 AlN 粉末和 TiC 为原料,Y₂O₃ 为烧结助剂,以氧化锆球作

研磨球,无水乙醇作研磨介质,在高能行星磨上球磨 4 h,然后将料烘干,装入石墨模具中,置于热压炉中,在氮气(纯度 ≥ 99%)气氛、30 MPa 压力、1 900 ℃、保温 1 h 的工艺条件下制备 AlN - TiC 复相材料。

1.2 试样性能测试

利用瑞士 ARL X'TRA 型 X 射线衍射仪对试样进行相分析;运用 Archimede 法测得试样的密度,并根据公式

$$\rho_r = \frac{\rho_a}{\rho_{th}} \quad (1)$$

式中: ρ_r 为试样的相对密度,g/cm³; ρ_a 为试样的实际密度,g/cm³; ρ_{th} 为试样的理论密度,g/cm³。(可以根据复相材料每个物相所占比例算出理论密度。)

计算试样的相对密度;利用日本 JEOL 的 JSM - 5900 扫描电子显微镜(SEM)观察试样断面的显微结构;采用德国耐驰仪器制造有限公司生产的 LFA447 激光导热仪测试样品的热扩散系数,其原理是:把试样加工成 φ12.7 mm × 2.5 mm 的圆柱体,未聚焦的激光脉冲被圆柱形试样的表面薄层吸收,试样均匀加热;试样内的温度分布取决于材料的热扩散系数;通过测量试样背面温度随时间上升的函数,并对该函数进行分析计算,可以得到材料的热扩散系数。然后根据公式

$$\lambda = \alpha \times C_p \times \rho \quad (2)$$

收稿日期:2010 - 11 - 15

作者简介:程卫华(1981 -),男,江苏东台人,助教,硕士,主要研究方向为功能材料。

计算出试样的热导率。式中: α 为热扩散率, m^2/s ; λ 为热导率, $\text{W}/(\text{m} \cdot \text{K})$; C_p 为定压比热容, $\text{J}/(\text{kg} \cdot \text{K})$; ρ 为密度, g/cm^3 。

2 结果与讨论

2.1 烧结性能分析

表征材料烧结性能的相对密度在反映材料的致密性的同时,也反映了此材料用在真空条件下的气密性。相对密度越大,材料的致密性越好,真空条件下的气密性也越好。图 1 为 TiC 含量与 AlN-TiC 复相材料相对密度关系曲线图。从图 1 可以看出,随着 TiC 含量的增加,复相材料的相对密度在 99.1% 上下波动,最低不低于 99.0%,最高达到了 99.2%。这说明, TiC 的加入量基本不影响 AlN-TiC 复相材料的烧结,复相材料都达到了很高的致密性。

图 2 为不同 TiC 含量的复相材料断面的 SEI 图。从图中可以看出, AlN 和 TiC 的相容性很好,

晶粒结合紧密,只有少量的气孔存在,这与图 1 所得出的结果一致。

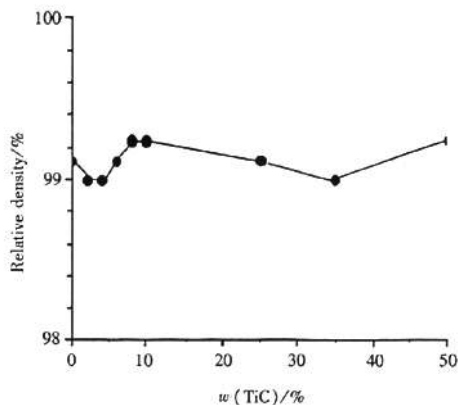
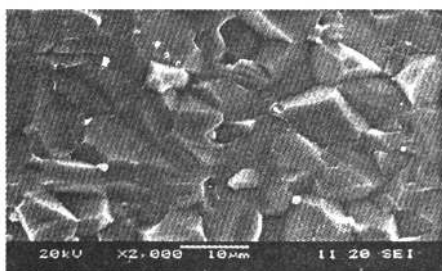
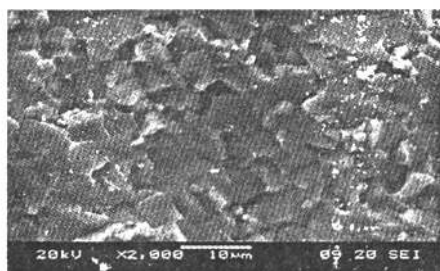


图 1 TiC 含量与 AlN-TiC 复相材料相对密度关系曲线图

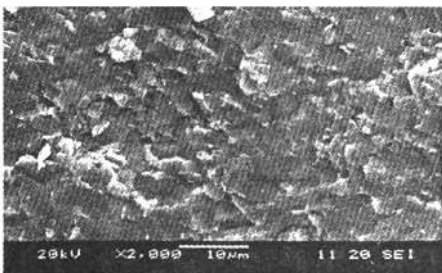
Fig.1 The curve of relative density of AlN-TiC composite with contents of TiC



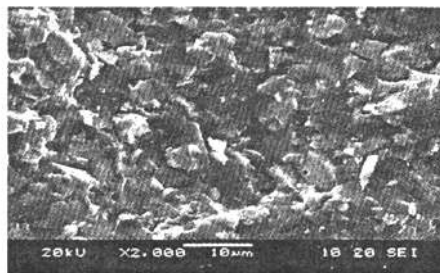
(1) $w(\text{TiC}) = 0\text{t}\%$



(2) $w(\text{TiC}) = 10\text{t}\%$



(3) $w(\text{TiC}) = 25\text{t}\%$



(4) $w(\text{TiC}) = 50\text{t}\%$

图 2 不同 TiC 含量的复相材料的 SEI (Secondary Electron Image) 像

Fig.2 SEI of composites with different contents of TiC

2.2 相组成分析

研究表明,材料的物相组成对复相材料导热性能有着至关重要的影响^[10]。因此,对 AlN-

TiC 复相材料的相组成分析是探讨影响该复相材料导热性能的关键因素之一。图 3 为不同 TiC 含量的复相材料的 X 射线衍射图。从图中可以看

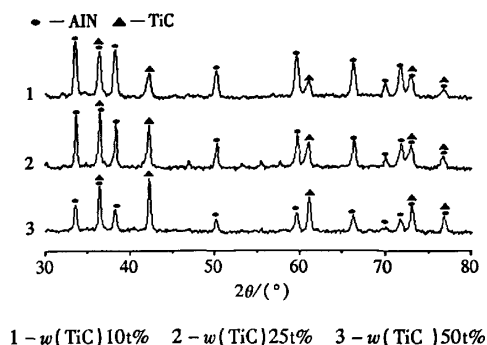


图3 不同TiC含量的复相材料的X射线衍射图

Fig.3 XRD patterns of composites with different contents of TiC

出,复相材料中含有AlN和TiC相,表明在1900℃、氮气气氛中,AlN与TiC之间没有发生反应,复相材料由AlN和TiC两相构成。

2.3 TiC含量对AlN-TiC复相材料导热性能的影响

图4为TiC含量与AlN-TiC复相材料热导率的关系曲线图。从图中可以看出,随着TiC含量的增加,热导率下降,当TiC的质量分数增至50t%时,热导率由102.9 W/(m·K)下降到46.6 W/(m·K)。因为AlN是靠声子传热的,所以,AlN晶粒连续的材料比孤立分布的材料具有更高的热导率^[11],连续的晶粒为声子传播提供了更直接的通道。在该复相材料中TiC的存在分割了AlN晶粒,且随着TiC含量的增加,这种分割就越多,从而导致复相材料的热导率随着TiC含量的

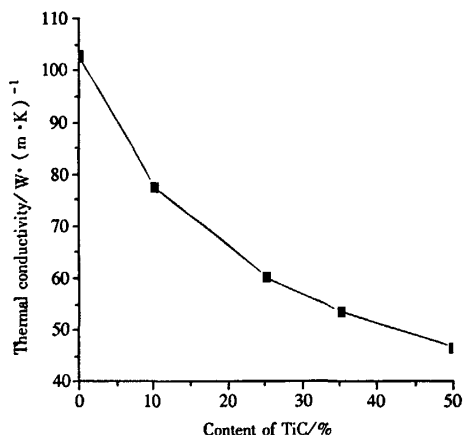


图4 TiC含量与AlN-TiC复相材料热导率的关系曲线图(1900℃)

Fig.4 The curve of thermal conductivity with content of TiC at 1900℃

增加而下降。

3 结论

(1) 在氮气气氛、30 MPa压力、1900℃、保温1h的工艺条件下,复相材料的致密性很高,达到了99%以上。

(2) 在1900℃、氮气气氛中,AlN与TiC之间没有发生反应,复相材料由AlN和TiC两相构成。

(3) 随着TiC含量的增加,热导率下降,当TiC的质量分数增至50t%时,热导率由102.9 W/(m·K)降到46.6 W/(m·K)。

参考文献:

- [1] 张长瑞,郝元恺.陶瓷基复合材料——原理、工艺、性能和设计[M].北京:国防科技大学出版社,2001:10.
- [2] 邓衢,周彩玉,张国兴.耦合腔行波管中的切断匹配负载的设计和测量[J].电子学报,1997,25(6):114-116.
- [3] Tummala R R. Ceramic and glass-ceramic packaging in the 1900s[J]. J Am Ceram Soc,1991,74(5):895.
- [4] 程卫华,李晓云,丘泰,等. SiC含量和烧结温度对AlN-SiC复相陶瓷材料导热性能的影响[J]. 机械工程材料,2009,33(6):69-71.
- [5] 陈贵巧,李晓云,丘泰,等. 钨对AlN基复相材料微波衰减性能的影响[J]. 稀有金属,2006,30(6):813-817.
- [6] 顾幸勇,张爱华,罗婷. AlN改善Al₂O₃陶瓷导热性能的研究[J]. 陶瓷学报,2007,28(2):84-87.
- [7] 程卫华,李晓云,丘泰,等. AlN-TiC复相微波衰减材料性能的研究[J]. 电子元件与材料,2008,27(1):23-25.
- [8] 高晓桥. 大功率真空电子器件实用的高热导率陶瓷的进展[J]. 真空电子技术,1998,5(2):27-28.
- [9] 李恒德,肖纪美. 材料表面与界面[M]. 北京:清华大学出版社,1990:105.
- [10] 步文博. 氮化铝基复相材料的制备及其微波衰减性能的研究[D]. 南京:南京工业大学,2002:154-155.
- [11] Tajika M. High-thermal-conductivity aluminum nitride ceramics; effect of thermodynamic, kinetic, and microstructural factors[J]. J. Am. Ceram. Soc,1997,80(6):1421-1435.

Effect of TiC Content on the Thermal Conductivity of AlN – TiC Composites

CHENG Wei-hua

(Department of Chemical Engineering, Yancheng College of Textile Technology, Jiangsu Yancheng 224005, China)

Abstract: AlN – TiC composites with microwave attenuation characteristics were made by hot pressed method. The effect of the content of TiC on the composites was investigated by laser thermal conductivity apparatus. The results show that with the increasing of TiC content, thermal conductivity rate decreases gradually, when the $w(\text{TiC})$ come to 50t%, thermal conductivity rate decreases from 102.9 W/(m · K) to 46.6 W/(m · K). In addition, the phase composition and microstructure were also studied.

Keywords: aluminum nitride; titanium carbide; thermal conductivity; hot pressed sintering

(责任编辑:范大和;校对:张英健)

(上接第 29 页)

- [35] Tan S N, Ge L, Wang W. Paper disk on screen printed electrode for one – step sensing with an internal standard[J]. Anal. Chem., 2010, 1 217:3 896 – 3 899.
- [36] Von Lode P. Point – of – care immunotesting: approaching the analytical performance of central laboratory methods[J]. Clin. Biochem., 2005, 38:591 – 606.
- [37] Mabey D, Peeling R W, Ustianowski A, et al. Diagnostics in the developing world[J]. Nat. Rev. Microbiol., 2004, 2: 231 – 240.
- [38] Daar A S, Thorsteinsdottir H, Martin D K, et al. Top ten biotechnologies for improving health in developing countries [J]. Nat. Genet., 2002, 32:229 – 232.
- [39] Willis R C. Challenges for clinical diagnostic devices[J]. Anal. Chem., 2006, 78:5 261 – 5 265.

Applications of Filter Paper Impregnated with Reagents in Analytical Chemistry

ZHENG Hu-xiang^{1,3}, BI Lian-hua^{2,3}, MENG Qi¹, FANG Hai-lin³, FAN Da-he³, WANG Wei³

- (1. School of Petrochemical Engineering, Changzhou University, Jiangsu Changzhou 213164, China;
- 2. School of Chemistry and Chemical Engineering, Yangzhou University, Jiangsu Yangzhou 225002, China;
- 3. School of Chemical and biological Engineering, Yancheng Institute of Technology, Jiangsu Yancheng 224051, China)

Abstract: Filter paper is a common material in laboratory, for filtration and chromatographic analysis supports – which are simple materials composed of pure cellulose. Filter paper has been widely applied in the fields of biomedical, sensors and actuators, microfluidics and environmental protection after further modification and surface treatment, and had a nice prospect. This paper reviewed applications of filter paper impregnated with reagents as an external and internal standard in analytical chemistry.

Keywords: Filter paper; Internal standard; External standard; Review

(责任编辑:范大和;校对:张英健)