



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104651663 A

(43) 申请公布日 2015.05.27

(21) 申请号 201510025803.7

(22) 申请日 2015.01.19

(71) 申请人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路
932 号

(72) 发明人 余琨 戴翌龙

(74) 专利代理机构 长沙市融智专利事务所
43114

代理人 颜勇

(51) Int. Cl.

C22C 14/00(2006.01)

C22C 21/02(2006.01)

B22F 7/02(2006.01)

H01L 23/29(2006.01)

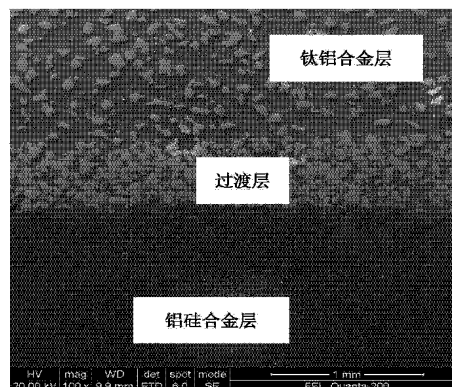
权利要求书2页 说明书9页 附图4页

(54) 发明名称

一种双层钛铝 / 铝硅复合材料及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明涉及一种双层钛铝 / 铝硅复合材料及其制备方法和应用 ;属于电子封装材料制备技术领域。本发明所述钛铝 / 铝硅复合材料包括钛铝合金层、铝硅合金层以及位于钛铝合金层与铝硅合金层之间的过渡层。其制备方法为首先在高温高压下由铝粉和钛粉粉末烧结制成钛铝合金基材,然后在较低的温度和较高的压力下,再将预先混合好的铝粉和硅粉,与已烧结成型的钛铝基材放置在模具内进行第二次烧结,得到双层复合结构的钛铝 / 铝硅电子封装材料坯料。然后经真空扩散退火,得到钛铝 / 铝硅复合材料。本发明具有工艺流程短、工艺参数容易控制等优势,所制备的钛铝 / 铝硅复合材料由于各项性能优越,尤其是界面结合性能良好,可以用作电子封装材料。



1. 一种双层钛铝 / 铝硅复合材料, 其特征在于: 包括钛铝合金层、铝硅合金层以及位于钛铝合金层与铝硅合金层之间的过渡层;

所述钛铝合金层以质量百分比计包括:

Ti 50% ~ 95%; 余量为铝;

所述铝硅合金层以质量百分比计包括:

Si 10% ~ 70%; 余量为铝。

2. 根据权利要求 1 所述一种双层钛铝 / 铝硅复合材料, 其特征在于:

所述钛铝合金层以质量百分比计包括:

Ti 70% ~ 90%; 余量为铝;

所述铝硅合金层以质量百分比计包括:

Si 30% ~ 70%; 余量为铝。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述一种双层钛铝 / 铝硅复合材料, 其特征在于: 所述过渡层的厚度为 10 ~ 1000 μm 。

4. 一种制备如权利要求 1 或 2 所述双层钛铝 / 铝硅复合材料的制备方法, 其特征在于, 包括下述步骤:

步骤一

按设计的钛铝合金层成分, 配取铝粉、钛粉并混合均匀后进行第一次真空热压烧结, 得到钛铝合金坯; 所述第一次热压烧结的压力为 60MPa ~ 100MPa, 温度为 750°C ~ 950°C;

步骤二

按设计的铝硅合金层成分, 配取铝粉、硅粉后混合均匀, 得到铝硅混合粉, 然后将所得铝硅混合粉覆盖在步骤一所得钛铝合金坯上, 并进行第二次真空热压烧结, 得到钛铝 / 铝硅复合材料预制件; 所述第二次热压烧结的压力为 100MPa ~ 120MPa, 温度为 640°C \pm 10°C;

步骤三

在真空条件下, 对步骤二所得钛铝 / 铝硅复合材料预制件进行真空退火处理, 得到钛铝 / 铝硅复合材料; 所述真空退火的温度为 300°C ~ 500°C。

5. 根据权利要求 4 所述的一种制备双层钛铝 / 铝硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤一中, 所述铝粉的粒径为 5 μm ~ 20 μm , 其纯度 \geq 99.7%; 所述钛粉的粒径为 20 μm ~ 70 μm , 其纯度 \geq 99.7%。

6. 根据权利要求 4 所述的一种制备双层钛铝 / 铝硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤一中, 按设计的钛铝合金层成分, 配取铝粉、钛粉后混合均匀, 得到钛铝混合粉末, 将所得钛铝混合粉末先在常温下进行预压, 预压的同时抽真空, 排出气体; 然后在真空度大于等于 0.667Pa 以及保压条件下, 升温至 400°C \pm 25°C, 保温保压 30 ~ 40 分钟后继续保压升温至 750°C ~ 950°C, 并在 750°C ~ 950°C 进行 4 ~ 8 小时的第一次真空热压烧结; 所述预压的压力为 60MPa ~ 100MPa; 所述第一次真空热压烧结的压力为 80MPa \pm 10MPa, 真空度大于等于 0.667Pa。

7. 根据权利要求 4 所述的一种制备双层钛铝 / 铝硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤二中所述铝粉的粒径为 5 μm ~ 20 μm , 其纯度 \geq 99.7%; 所述硅粉的粒径为 20 μm ~ 70 μm , 其纯度 \geq 99.0%。

8. 根据权利要求 4 所述的一种制备双层钛铝 / 铝硅复合材料的方法, 其特征在于: 按设计的铝硅合金层成分, 配取铝粉、硅粉后混合均匀, 得到铝硅混合粉, 将所得铝硅混合粉覆盖在步骤一所得钛铝合金坯上并在常温下进行预压, 预压的同时抽真空除气, 然后在真空度大于等于 0.667Pa 以及保压条件下, 升温至 $640^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 并在 $640^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 进行 6h ~ 12h 的第二次真空热压烧结; 所述第二次真空热压烧结的压力为 100MPa ~ 120MPa、真空度大于等于 0.667Pa。

9. 根据权利要求 4 所述的一种制备双层钛铝 / 铝硅复合材料的方法, 其特征在于: 步骤三中, 真空退火的时间为 24h ~ 48h, 真空度大于等于 0.667Pa。

10. 一种如权利要求 1 或 2 所述双层钛铝 / 铝硅复合材料的应用, 其特征在于: 包括用做电子封装材料。

一种双层钛铝 / 铝硅复合材料及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及一种双层钛铝 / 铝硅复合材料及其制备方法和应用 ;属于电子封装材料制备技术领域。

背景技术

[0002] 近年来,随着微电子集成电路技术的飞速发展,电子器件的集成度和功率不断提升,导致对为这些电子器件提供机械支撑、热传导和环境保护的热管理封装材料的性能要求也越来越高。热管理封装材料的性能直接影响到集成电路和电子器件的电、热、密封、机械等各方面的性能。所以在设计封装材料不仅需要考虑到其热性能要求,还需要考虑所用材料具备优良的物理、化学、力学的综合性能。因为电子器件的集成度和功率不断提升,所以对热管理封装材料的性能也就提出了更多和更高的要求 ;这也导致单一材质的热管理封装材料很难满足使用要求,因此需要采用复合材料来达到复杂封装热管理的应用要求。

[0003] 一般来说,电子封装领域使用的热管理材料要求有良好的导热性能的同时,需要具备与芯片相匹配的低热膨胀系数。根据目前电子封装领域的实际应用条件,优良的热管理封装材料导热系数一般要求高于 $100\text{W} \cdot \text{M}^{-1}\text{K}^{-1}$,同时要求热膨胀系数在 $7 \times 10^{-6}\text{K}^{-1}$ 范围左右,此外,针对热管理材料的实际加工和应用环境,还需要热管理材料具备适当的密度、良好的气密性、精确的机械加工性、优良的焊接性能和可以表面金属化等多项综合性能。因此,常规的一种单一材料很难同时满足热管理材料应用综合性能。目前常用的一些热管理材料,在使用性能上虽然具备很多的优点,但也往往会存在一些性能的不足,影响其实际的使用效果。例如,KOVAR、钨铜、钼铜等金属基电子封装材料密度过高,导热性能一般,无法满足新一代电子封装材料应用的综合性能。典型电子封装用铝基碳化硅复合材料 (Al-SiC),该材料有良好的热导率和适当的热膨胀系数,但是其机械加工性能差,脆性大,易碎,很难加工成需要的电子封装用壳体形状。铝硅 (Al-Si) 合金的机械加工成型能力比 Al-SiC 材料优越,但是其热膨胀系数的控制有一定的难度,而且由于 Si 相在 Al 基体中容易粗化造成缺陷,因此 Al-Si 合金坯料的制造工艺也比较复杂。钛铝 (Ti-Al) 合金具有优良的综合性能,但是其热导率只有 $16\text{W} \cdot \text{M}^{-1}\text{K}^{-1}$,无法满足热管理材料应用要求。因此,为满足热管理材料使用的综合性能要求,可以将上述几种具有不同优良性能的封装材料进行复合,制备成复合材料,使复合材料同时具备有低热膨胀系数、高热导率和良好的机械加工性能,同时还需要有优良的封装可焊接性、可靠性,来满足热管理材料在实际使用过程中的不同应用要求。

[0004] 专利 201210196994. X 发明了一种 Si-Al 合金的复合封装构件,其制备方法是质量百分比为 51 ~ 70% Si 的硅铝合金,和质量百分比为 30 ~ 55% Si 的硅铝合金,进行复合。其中,含量为 51 ~ 70% Si (优化后为 70% Si) 的硅铝合金作为封装构件的底板 ;含量为 30 ~ 55% Si (优化后为 40% 或 50%) 的硅铝合金作为封装构件的侧壁。两种材料复合的方法是采用激光焊接工艺,获得复合的一种封装构件结构。这种工艺方法主要针对的是同为硅铝系列的合金材料,只是 Si 和 Al 的成分配比不同的材料,通过焊接实现两种材料的连接,达到两种不同成分材料分别进行使用的目的。采用焊接的方式,一般不同种类的两种

材料之间焊接会比较困难,进行焊接的两种材料种类和材料的成分配比会受到焊接条件的限制,因此一般都是和专利 201210196994. X 一样,只针对不同成分的同类材料进行焊接。此外,在焊接接头部位,受焊接的热影响,会对焊接的两层材料界面显微组织结构造成很大的影响,往往会在两层复合材料的界面处产生焊接的缺陷,出现焊接热影响造成的孔洞、组织粗大等缺陷。

[0005] 专利申请号为 CN201410200713 提出了一种铝硅 / 铝碳化硅电子封装装置的复合材料及其制备方法。该复合材料是在铝碳化硅层的上层通过喷射沉积工艺形成一层铝硅材料,使该层铝硅材料可以作为激光焊接层,利用铝硅材料的氧含量低 ($\leq 1000 \times 10^{-6}$)、硅相粒径小且彼此深度连接形成网状的特点,提高铝硅 / 铝碳化硅复合材料的激光焊接焊缝的稳定性,使其能满足微电路组件外壳材料的要求。该复合材料的制备工艺关键是采用喷射沉积技术在铝碳化硅表面获得一层铝硅合金层。

[0006] 论文“具有双层结构的电子封装用可激光焊接 $\text{Si}_p\text{-SiC}_p/\text{Al}$ 混杂复合材料”(朱梦剑、李顺等,中国有色金属学报 2014 年第 4 期)给出的双层结构是采用激光焊接技术进行制备,其基体材料是采用预制件一次模压成型和真空气压浸渗技术,将熔化后的铝液在真空条件下利用毛细管作用将其浸渗到 $\text{Si}_p\text{-SiC}_p$ 预制的骨架中,然后再将双层结构进行激光焊接得到复合材料,该工艺获得的复合材料中 $\text{Si}_p\text{-SiC}_p$ 含量在 60%~65% 范围。

[0007] 专利 CN201310001249. X“层叠结构热沉材料”,涉及一种微电子封装使用金属基平面层状复合型电子封装材料,其构成是铜 / 钼铜 / 铜或铜 / 钨铜 / 铜三层材料复合,制备的方法是通过熔渗的方法实现中间层钼铜或钨铜中所含铜成分与两表面铜层熔为一体,有利于提高复合层界面结合力。论文“电子封装用 CPC 新型层状复合材料的研制”(郑秋波,王志法等,中国铝业,2005 年第 6 期)在熔渗的基础上,再进行了轧制复合,也得到“三明治”结构的层状复合材料,芯材是 Mo-Cu 或 W-Cu 材料,双面覆以纯铜。该复合技术的基础是熔渗技术,将一种金属熔化后渗入另一种金属预先制成的骨架中,然后再进行轧制复合成三层“三明治”结构的层状复合材料。

[0008] 以上这些焊接、熔渗、轧制复合等技术都可以获得层状的复合材料,但是都存在复合材料的界面问题,在电子封装领域要实现性质相差较大的不同种类材料的复合,采用这些技术都是无法实现的。

[0009] 根据资料文献汇总可知,针对电子封装领域使用的热管理材料,如果是单一的一种材料,很难完全满足在实际应用过程中不同的热膨胀系数和热导率的要求,因此需要将不同种类的材料复合在一起进行使用。而目前将这些不同材料连接在一起工艺一般是激光焊接技术,焊接容易造成封装材料或者封装构件在焊缝热影响区的力学性能和密封性能变差的隐患,如果是焊接不同种类的材料,还会带来焊缝处不同材料的物理、力学性能不匹配的问题,在后续使用过程中常常热应力等影响,造成焊缝开裂等问题。

发明内容

[0010] 本发明针对现有电子封装材料存在的不足,提供一种界面结合良好的双层钛铝 / 铝硅复合材料及其制备方法和应用。

[0011] 本发明一种双层钛铝 / 铝硅复合材料,包括钛铝合金层、铝硅合金层以及位于钛铝合金层与铝硅合金层之间的过渡层;

- [0012] 所述钛铝合金层以质量百分比计包括：
- [0013] Ti 50%~95%；优选为70%~90%，进一步优选为80%~95%；
- [0014] 余量为铝；
- [0015] 所述铝硅合金层以质量百分比计包括：
- [0016] Si 10%~70%；优选为30%~70%，进一步优选为50%~70%；
- [0017] 余量为铝。
- [0018] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料，所述过渡层的厚度为10~1000 μm，优选为400~600 μm，进一步优选为500~520 μm。
- [0019] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料的制备方法，包括下述步骤：
- [0020] 步骤一
- [0021] 按设计的钛铝合金层成分，配取铝粉、钛粉并混合均匀后进行第一次真空热压烧结，得到钛铝合金坯；所述第一次热压烧结的压力为60MPa~100MPa，温度为750℃~950℃；
- [0022] 步骤二
- [0023] 按设计的铝硅合金层成分，配取铝粉、硅粉后混合均匀，得到铝硅混合粉，然后将所得铝硅混合粉覆盖在步骤一所得钛铝合金坯上，并进行第二次真空热压烧结，得到钛铝/铝硅复合材料预制件；所述第二次热压烧结的压力为100MPa~120MPa，温度为640℃±10℃；
- [0024] 步骤三
- [0025] 在真空条件下，对步骤二所得钛铝/铝硅复合材料预制件进行真空退火处理，得到钛铝/铝硅复合材料；所述真空退火的温度为300℃~500℃。
- [0026] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料的制备方法，步骤一中，所述铝粉的粒径为5 μm~20 μm，其纯度≥99.7%；所述钛粉的粒径为20 μm~70 μm，其纯度≥99.7%。
- [0027] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料的制备方法，步骤一中，按设计的钛铝合金层成分，配取铝粉、钛粉后混合均匀，得到钛铝混合粉末，将所得钛铝混合粉末先在常温下进行预压，预压的同时抽真空，排出气体；然后在真空度大于等于0.667Pa以及保压条件下，升温至400℃±25℃，保温保压30~40分钟后继续保压升温至750℃~950℃，并在750℃~950℃进行4~8小时的第一次真空热压烧结；所述预压的压力为60MPa~100MPa；所述第一次真空热压烧结的压力为80MPa±10MPa，真空度大于等于0.667Pa。
- [0028] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料的制备方法，步骤一中，是通过下述方案将配取铝粉、钛粉混合均匀的：
- [0029] 将配取的铝粉、钛粉投入三维混料机中进行混料和球磨，球磨混料时间根据料粉的体积，控制在60分钟~90分钟，混料旋转转速控制在30次/分钟~60次/分钟。球磨混合后的混合粉末放置在真空加热炉中进行加热脱气处理，其条件为：加热温度150℃±10℃，时间2h~4h，真空度大于等于0.667Pa。
- [0030] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料的制备方法，步骤二中所述铝粉的粒径为5 μm~20 μm，其纯度≥99.7%；所述硅粉的粒径为20 μm~70 μm，其纯度≥99.0%。
- [0031] 本发明一种双层钛铝/铝硅复合材料的制备方法，按设计的铝硅合金层成分，配取铝粉、硅粉后混合均匀，得到铝硅混合粉，将所得铝硅混合粉覆盖在步骤一所得钛铝合金

坯上并在常温下进行预压,预压的同时抽真空除气,然后在真空度大于等于 0.667Pa 以及保压条件下,升温至 $640^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,并在 $640^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 进行 6h ~ 12h 的第二次真空热压烧结;所述第二次真空热压烧结的压力为 100MPa ~ 120MPa、真空度大于等于 0.667Pa。

[0032] 本发明一种双层钛铝 / 铝硅复合材料的制备方法,步骤二中,是通过下述方案将配取铝粉、硅粉混合均匀的:

[0033] 将配取铝粉、硅粉投入三维混料机中进行混料和球磨,球磨混料时间根据料粉的体积,控制在 60 分钟 ~ 90 分钟,混料旋转转速控制在 30 次 / 分钟 ~ 60 次 / 分钟。球磨混合后的混合粉末放置在真空加热炉中进行加热脱气处理,加热温度 $150^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,时间 2h ~ 4h,真空度大于等于 0.667Pa。

[0034] 本发明一种双层钛铝 / 铝硅复合材料的制备方法,步骤三中,真空退火的时间为 24h ~ 48h,真空度大于等于 0.667Pa。

[0035] 本发明一种双层钛铝 / 铝硅复合材料的制备方法,所得钛铝 / 铝硅复合材料可进行机械加工。

[0036] 本发明一种双层钛铝 / 铝硅复合材料的制备方法,所得钛铝 / 铝硅复合材料的界面为冶金结合状态的过渡层,经测量过渡层的层厚度可达 $1000 \mu\text{m}$,即可以形成冶金结合厚度约 1mm 的两层复合结构材料,这样可以获得性能匹配优良的双层复合材料,并可以进一步分别对两层不同的材料进行后续加工。

[0037] 本发明一种双层钛铝 / 铝硅复合材料的应用,包括用做电子封装材料。

[0038] 有益效果

[0039] 本发明通过巧妙设计钛铝合金层、铝硅合金层的组分及含量,并对钛铝合金层、铝硅合金层采用不同热压烧结成型工艺并配扩散热处理技术,实现不同种类材料之间的冶金结合,在双层复合结构材料的界面上,形成一个合金原子冶金结合的过渡层,从而实现了异种材料之间的复合。本发明将钛铝 / 铝硅合金层状复合材料的基材制备过程和复合过程结合在一起的短流程复合烧结工艺,采用粉末热压烧结的方式来制备,获得的钛铝 / 铝硅复合界面层的扩散冶金结合,其界面结合程度好,过渡层中各元素呈梯度分布,这可以很好地满足后续作为电子封装材料的实际使用。

[0040] 本发明首先制备钛铝合金层,然后再制备铝硅合金层;通过这样的施工设计,巧妙的避免了由于铝硅层的熔化而导致使材料失效的风险。在研发过程中也曾尝试过先制备铝硅合金层,再制备钛铝合金层的材料烧结制备顺序,但完全无法得到该双层复合材料,分析其原因是在于:

[0041] 因为铝硅合金层的烧结温度要低于钛铝合金层的烧结温度,如果先制备了铝硅合金层,那么再烧结钛铝合金层的时候,高的烧结温度会造成铝硅层的熔化而使材料的制备失败。因此,本发明需要先制备钛铝合金层,然后在钛铝合金层上制备铝硅合金层。

[0042] 本发明的优点

[0043] 1、采用粉末烧结的方法可以制备出封装材料使用的两种不同种类钛铝 / 铝硅的复合材料,获得的复合材料可以具备各自热学和力学性能特征,满足电子封装对不同材料的性能要求;

[0044] 2、钛铝和铝硅两种不同材料采用粉末热压烧结和扩散热处理技术制备,界面结合为两种材料的原子之间相互扩散结合,结合层厚度最厚可达 $1000 \mu\text{m}$,这就实现了两种材料

紧密的冶金结合,其界面的匹配性要比采用焊接等其他结合方式更优良,有利于发挥层状复合材料的综合性能优势。

[0045] 综上所述,采用钛铝和铝硅两种材料的粉末热压烧结工艺,先在高温下,进行第一次真空热压烧结获得钛铝基材,然后再在较高压力以及较低温度下,进行第二次真空热压烧结获得钛铝/铝硅的复合材料,这样所制备的材料界面复合紧密,其制备工艺流程可靠,属于短流程高效率的制备技术,可以获得完全满足电子封装热管理材料使用要求的层状复合材料。

附图说明

[0046] 附图 1 是实施例 1 中经过第一次真空热压烧结所得钛铝合金锭坯;

[0047] 附图 2 是实施例 1 中经过第二次真空热压烧结所得钛铝/铝硅复合材料预制件的截面宏观照片;

[0048] 附图 3 是实施例 1 所得钛铝/铝硅复合材料界面形貌扫描电子相片(放大倍数为 50 倍);

[0049] 附图 4 是实施例 1 所得钛铝/铝硅复合材料界面形貌扫描电子相片(放大倍数为 100 倍);

[0050] 附图 5 是实施例 1 所得钛铝/铝硅复合材料界面过渡层厚度测量(约 $510\ \mu\text{m} \pm 10\ \mu\text{m}$)。

[0051] 附图 6 是实施例 3 所得钛铝/铝硅复合材料界面过渡层中 Al、Si、Ti 不同原子分布扫描曲线。

[0052] 图 1 是预先烧结好的钛铝合金坯料,将其加工好并处理好表面,获得清洁干净的表面以有利于第二次和铝硅的复合烧结。从图 1 中可以看出所得钛铝合金锭坯便于处理其表面的氧化物。

[0053] 图 2 是经过复合烧结后钛铝/铝硅复合材料的横断面照片,从图 2 中可以清晰的用肉眼看到看出经第二次真空热压烧结所得钛铝/铝硅复合材料预制件各层之间结合紧密。

[0054] 从图 3、图 4 中可以看出钛铝/铝硅复合材料由钛铝合金层、过渡层、铝硅合金层按明显的“三明治”结构组成;且位于钛铝合金层、铝硅合金层之间的过渡层与这二者结合良好。结合图 1、图 2、图 3、图 4 可以看出通过两种材料在烧结和扩散退火过程中,由两种材料原子之间的相互扩散得来的,由于有这层扩散层的存在,可以很好地实现钛铝/铝硅两种材料之间的冶金结合。

[0055] 从图 5 可以看出钛铝/铝硅复合材料中过渡层的厚度约为 0.5mm。(约 $510\ \mu\text{m} \pm 10\ \mu\text{m}$)

[0056] 从图 6 中可以看出原子在烧结和后续退火过程中发生了扩散,界面结合处原子间实现了冶金结合。同时从图 6 还可以看出钛铝/铝硅复合材料界面层附近的铝原子、钛原子和硅原子的分布情况;这可以很清楚地说明过渡层是由于构成复合材料的两种材料内部原子之间的相互扩散,得到冶金结合的过渡层,实现钛铝和铝硅材料的复合。

具体实施方式

[0057] 本发明采用烧结法制备双层的钛铝 / 铝硅复合电子封装材料,其中应用的钛铝合金成分范围是 Ti 含量为 50%~95%,Al 为余量。应用的铝硅合金成分范围是铝含量为 30%~90%,Si 为余量(质量分数)。为保证参与材料制备的不同性质粉末在烧结前相互混合的均匀性,一般会选取适当的粉末粒度搭配,一般是铝粉的粒度小于钛粉和硅粉的粒度,如铝粉粒径范围为 5 μm ~ 20 μm ,钛粉的粒径范围是 20 μm ~ 70 μm ,硅粉粒径范围也是 20 μm ~ 70 μm ,具体粉末的粒径可根据需要烧结制备的材料成分不同进行不同的搭配。

[0058] 本发明提供的详细的生产步骤如下:

[0059] (1)、预先设定需要进行复合的钛铝和铝硅合金成分,将钛粉、硅粉、铝粉分别在电子天平上称重,按各自的质量百分数配比,获得相应成分的钛铝混合粉和铝硅混合粉。将混合粉末在三维混料机上进行混料和球磨,球磨混料时间根据料粉的体积,控制在 60 分钟~90 分钟,混料旋转转速控制在 30 次 / 分钟~60 次 / 分钟。将球磨混合后的混合粉末放置在真空加热炉中进行加热脱气处理,加热温度为 150 $^{\circ}\text{C}$ \pm 10 $^{\circ}\text{C}$,处理时间为 2h~4h,真空度控制在大于 0.667Pa;

[0060] (2)、先单独烧结钛铝合金粉末。将混合好的钛铝合金粉末放置在模具中,首先在常温下进行预压,预压的压力为 60MPa~100MPa,使混合的合金粉末预压实,压制的同时抽真空,排出气体。然后在不卸除压力的条件下,升温至 400 $^{\circ}\text{C}$ \pm 25 $^{\circ}\text{C}$ 时,保持温度和压力达 30~40 分钟,此时要求真空度大于 0.667Pa,以便充分排出粉末之间的气体以利于后续的粉末烧结。随后,根据钛铝合金成分的不同,继续保压升温至 750 $^{\circ}\text{C}$ ~950 $^{\circ}\text{C}$ (保压升温时,最好控制真空度 \geq 0.667Pa);并在 750 $^{\circ}\text{C}$ ~950 $^{\circ}\text{C}$ 进行第一真空压力烧结,整个烧结过程时间控制在 4~8 小时,第一真空压力烧结时,控制压力为 80MPa \pm 10MPa,真空度 \geq 0.667Pa。

[0061] (3)、钛铝合金烧结成型后,从模具中取出进行表面处理。先采用机械打磨方式去除表面氧化层,获得清洁的金属表面,然后采用酸洗的方式,进一步保证钛铝烧结的锭坯表面干净并形成粗糙的表面以利于后续的复合。将表面处理后的材料再次放置在烧结铝硅合金的模具中,将称量好的铝硅合金粉末覆盖在钛铝合金清洁的表面上,备用;

[0062] (4)、第二次真空压力烧结制备双层钛铝 / 铝硅复合材料需要采用低温高压烧结方式。其过程为:首先对模具内覆盖在钛铝合金清洁的表面上铝硅粉末进行常温预压,预压压力控制在 60~70MPa,同时抽真空除气。待压实后在不卸除压力和保持真空度的条件下升温,当温度升高到 640 $^{\circ}\text{C}$ \pm 10 $^{\circ}\text{C}$ 后进行第二次真空压力烧结,第二次真空压力烧结时,控制外加压力为 100MPa~120MPa 烧结时间为 6h~12h,第二次真空烧结的时间大于等于 6h(即在 640 $^{\circ}\text{C}$ \pm 10 $^{\circ}\text{C}$ 真空压力烧结的时间大于等于 6h),整个烧结过程的真空度 \geq 0.667Pa。

[0063] (5)、第二次真空压力烧结后的钛铝 / 铝硅复合材料从模具取出后,直接放置在热处理扩散炉中,根据烧结的钛铝 / 铝硅复合材料成分的不同,炉温设定为 300 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$ 进行真空扩散退火,退火时间为 24h~48h,退火过程中抽真空,真空度 \geq 0.667Pa。经真空扩散退火后的钛铝 / 铝硅复合材料即为热管理封装材料可使用的层状复合材料坯料,进行后续机械加工等常规工艺即可获得成品。

[0064] 采用上述技术方案和生产步骤,可以获得双层结合强度高的钛铝 / 铝硅复合材料,在两层材料的界面处可以见到两种材料经过烧结和扩散后的过渡层,过渡层厚度可控,其过渡层可以很好地实现两种材料的冶金结合。

[0065] 下面结合具体实施方式对本发明作进一步说明。

[0066] 实施例 1：

[0067] 采用烧结法制备双层的钛铝 / 铝硅复合电子封装材料, 其中钛铝合金成分范围是 Ti 含量为 95%, Al 为 5%。铝硅合金成分范围是 Si 为 70% (质量分数), Al 为余量。铝粉平均粒径为 5 μm , 钛粉的平均粒径是 20 μm , 硅粉平均粒径是 20 μm 。将上述钛粉、硅粉、铝粉分别在电子天平上称重, 按各自的质量百分数配比, 获得相应成分的钛铝混合粉和铝硅混合粉。将混合粉末在三维混料机上进行混料和球磨, 球磨混料时间为 60 分钟, 混料旋转转速控制在 30 次 / 分钟。将球磨混合后的混合粉末放置在真空加热炉中进行加热脱气处理, 加热温度为 140 $^{\circ}\text{C}$, 处理时间为 2h, 真空度控制在大于 0.667Pa。

[0068] 预先单独烧结制备钛铝合金。其过程为: 将混合好的钛铝合金粉末放置在模具中, 首先在常温下进行预压, 预压的压力为 60MPa, 预压使混合的合金粉末预压实, 预压的同时抽真空, 排出气体。然后在不卸除压力的条件下, 连同模具一起升温, 升温至 375 $^{\circ}\text{C}$, 在 375 $^{\circ}\text{C}$ 下保持温度和压力达 30 分钟, 此时要求真空度大于 0.667Pa, 以便充分排出粉末之间的气体以利于后续的粉末烧结。随后, 保压升温至 750 $^{\circ}\text{C}$ (保压升温时, 控制真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$); 并在 750 $^{\circ}\text{C}$ 进行第一次真空压力烧结, 整个烧结过程时间控制在 4 小时, 第一次真空压力烧结时, 控制压力为 80MPa、真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$ 。

[0069] 钛铝合金烧结成型后, 从模具中取出进行表面处理。先采用机械打磨方式去除约 0.5mm 表面氧化层, 获得清洁的金属表面, 然后采用酸洗的方式, 进一步保证钛铝烧结的坯坯表面干净并形成粗糙的表面。将表面处理后的材料再次放置在烧结铝硅合金的模具中, 将称量好的铝硅合金粉末覆盖在钛铝合金清洁的表面上, 备用;

[0070] 第二次真空压力烧结钛制备铝 / 铝硅复合材料。其过程为: 首先对模具内的覆盖在钛铝合金清洁的表面的铝硅粉末进行常温预压, 预压压力为 60MPa, 同时抽真空除气。待压实后在保持真空以及不卸除压力的条件下升温, 温度升高到 630 $^{\circ}\text{C}$ 后进行第二次真空压力烧结, 第二次真空压力烧结时, 控制压力为 100MPa (即外加于坯样上的压力), 烧结时间为 6h, 整个烧结过程的真空度保持在大于 0.667Pa。

[0071] 第二次真空压力烧结后的钛铝 / 铝硅复合材料从模具取出后, 直接放置在预先已经加热到设定温度的热处理扩散炉中进行真空扩散退火, 扩散退火时, 控制温度为 300 $^{\circ}\text{C}$ 、时间为 48h, 退火过程中抽真空, 真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$ 。经扩散退火后的钛铝 / 铝硅复合材料即为热管理封装材料可使用的层状复合材料坯料, 进行后续机械加工等常规工艺即可获得成品。检测成品的性能, 其具体检测项目与参数见表 1。

[0072] 表 1

[0073]

性能	温度	钛铝层	铝硅层	过渡层
导热系数 $w/(m \cdot K)$	常温	5.447	90.015	30.079
热扩散系数 mm^2/s	常温	2.465	46.605	15.535
	100°C		$5.09 \cdot 10^{-6}$	$9.936 \cdot 10^{-6}$
	200°C		$5.47 \cdot 10^{-6}$	$10.222 \cdot 10^{-6}$
	300°C		$5.59 \cdot 10^{-6}$	$10.453 \cdot 10^{-6}$
	400°C		$5.66 \cdot 10^{-6}$	$10.557 \cdot 10^{-6}$
热膨胀系数 K^{-1}				

[0074] 实施例 2 :

[0075] 采用烧结法制备双层的钛铝 / 铝硅复合电子封装材料, 其中应用的钛铝合金成分范围是 Ti 含量为 50%, Al 含量为 50%。应用的铝硅合金成分范围是 Si 为 10% (质量分数), 铝为余量。铝粉平均粒径为 20 μm , 钛粉的平均粒径是 70 μm , 硅粉平均粒径是 70 μm 。上述粉末分别在电子天平上称重, 按各自的质量百分数配比, 获得相应成分的钛铝混合粉和铝硅混合粉。将混合粉末在三维混料机上进行混料和球磨, 混料球磨时间控制为 90 分钟, 混料旋转转速控制在 60 次 / 分钟。将球磨混合后的混合粉末放置在真空加热炉中进行加热脱气处理, 加热温度为 160°C, 处理时间为 4h, 真空度控制在大于 0.667Pa;

[0076] 先单独烧结制备钛铝合金。其过程为: 将混合好的钛铝合金粉末放置在模具中, 首先在常温下进行预压, 预压的压力为 100MPa, 预压使混合的合金粉末预压实, 预压的同时抽真空, 排出气体。然后在不卸除压力的条件下升温至 425°C, 在 425°C 下保持温度和压力达 30 分钟, 此时要求真空度大于 0.667Pa, 以便充分排出粉末之间的气体以利于后续的粉末烧结。随后保压升温至 950°C (保压升温时, 控制真空度 $\geq 0.667Pa$), 并在 950°C 进行第一次真空压力烧结, 第一次真空压力烧结的时间为 8 小时、压力为 90MPa、真空度 $\geq 0.667Pa$ 。

[0077] 钛铝合金烧结成型后, 从模具中取出进行表面处理。先采用机械打磨方式去除表面氧化层, 获得清洁的金属表面, 然后采用酸洗的方式, 进一步保证钛铝烧结的锭坯表面干净并形成粗糙的表面以利于后续的复合。将表面处理后的材料再次放置在烧结铝硅合金的模具中, 将称量好的铝硅合金粉末覆盖在钛铝合金清洁的表面上, 备用;

[0078] 第二次真空压力烧结钛制备铝 / 铝硅复合材料。其过程为: 先对模具内覆盖在钛铝合金清洁的表面的铝硅粉末进行常温预压, 预压的压力为 70MPa, 同时抽真空除气。待压实后在保持真空以及不卸除压力的条件下升温, 温度升高到 650°C 后进行第二次真空压力烧结, 第二次真空压力时, 控制压力为 120MPa、烧结时间为 12h、整个烧结过程的真空度保持在大于 0.667Pa。

[0079] 第二次真空压力烧结钛制备铝 / 铝硅复合材料从模具取出后, 直接放置在预先已经加热到设定温度的热处理扩散炉中, 进行真空扩散退火, 真空扩散退火时, 控制温度为 500°C、退火时间为 24h、真空度 $\geq 0.667Pa$ 。经扩散退火后的钛铝 / 铝硅复合材料即为热管理封装材料可使用的层状复合材料坯料, 进行后续机械加工等常规工艺即可获得成品。

[0080] 实施例 3 :

[0081] 采用烧结法制备双层的钛铝 / 铝硅复合电子封装材料, 其中应用的钛铝合金成分范围是 Ti 含量为 70%, Al 为 30%。应用的铝硅合金成分范围是 Si 为 50% (质量分数), 铝为余量。铝粉平均粒径为 10 μm , 钛粉的平均粒径是 50 μm , 硅粉平均粒径是 50 μm 。将钛粉、硅粉、铝粉分别在电子天平上称重, 按各自的质量百分数配比, 获得相应成分的钛铝混合粉和铝硅混合粉。将混合粉末在三维混料机上进行混料和球磨, 球磨混料时间根据料粉的体积, 控制在 75 分钟, 混料旋转转速控制在 50 次 / 分钟。将球磨混合后的混合粉末放置在真空加热炉中进行加热脱气处理, 加热温度为 150 $^{\circ}\text{C}$, 处理时间为 3h, 真空度控制在大于 0.667Pa;

[0082] 先单独烧结制备钛铝合金。其过程为: 将混合好的钛铝粉末放置在模具中, 首先在常温下进行预压, 预压的压力为 80MPa, 预压使混合的合金粉末预压实, 预压的同时抽真空, 排出气体。然后在不卸除压力的条件下升温至 400 $^{\circ}\text{C}$, 并在 400 $^{\circ}\text{C}$ 保温保压 30 分钟, 此过程要求真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$, 以便充分排出粉末之间的气体以利于后续的粉末烧结。随后保压升温至 850 $^{\circ}\text{C}$ (保压升温时, 控制真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$), 并在 850 $^{\circ}\text{C}$ 进行第一次真空压力烧结, 第一次真空压力烧结的时间为 6 小时, 压力为 80MPa、真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$ 。

[0083] 钛铝合金烧结成型后, 从模具中取出进行表面处理。先采用机械打磨方式去除表面氧化层, 获得清洁的金属表面, 然后采用酸洗的方式, 进一步保证钛铝烧结的锭坯表面干净并形成粗糙的表面以利于后续的复合。将表面处理后的材料再次放置在烧结铝硅合金的模具中, 将称量好的铝硅合金粉末覆盖在钛铝合金清洁的表面上, 备用;

[0084] 第二次真空压力烧结钛制备铝 / 铝硅复合材料。其过程为: 先对模具内覆盖在钛铝合金清洁的表面的铝硅粉末进行常温预压, 预压的压力为 65MPa, 同时抽真空除气。待压实后在保持真空以及不卸除压力的条件下升温, 温度升高到 640 $^{\circ}\text{C}$ 后进行第二次真空压力烧结, 第二次真空压力时, 控制压力为 110MPa、烧结时间为 10h, 真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$ 。

[0085] 第二次真空压力烧结钛制备铝 / 铝硅复合材料从模具取出后, 直接放置在预先已经加热到设定温度的热处理扩散炉中, 进行真空扩散退火, 真空扩散退火时, 控制温度为 400 $^{\circ}\text{C}$ 、退火时间为 36h、退火过程中抽真空, 真空度 $\geq 0.667\text{Pa}$ 。经扩散退火后的钛铝 / 铝硅复合材料即为热管理封装材料可使用的层状复合材料坯料, 进行后续机械加工等常规工艺即可获得成品。

[0086] 对比例 1

[0087] 本对比例与实施例 1 不同之处在于, 本对比例先制备铝硅合金层、然后再制备钛铝合金层, 在本对比例中制备铝硅合金层和制备钛铝合金层的条件参数分别与实施例 1 中制备铝硅合金层和制备钛铝合金层的条件参数完全一致, 同时其它条件参数也与实施例 1 一致。但是在该对比例中实验时, 可以先制备出铝硅合金, 但是完全无法制备出复合材料, 这是因为先制备出铝硅合金的烧结温度比制备钛铝合金的温度低了 100 $^{\circ}\text{C}$ 以上, 造成在铝硅合金表面烧结钛铝合金时, 铝硅合金自身发生熔化, 从模具中变成液态流出, 完全无法成形, 导致整个复合材料制备失败。

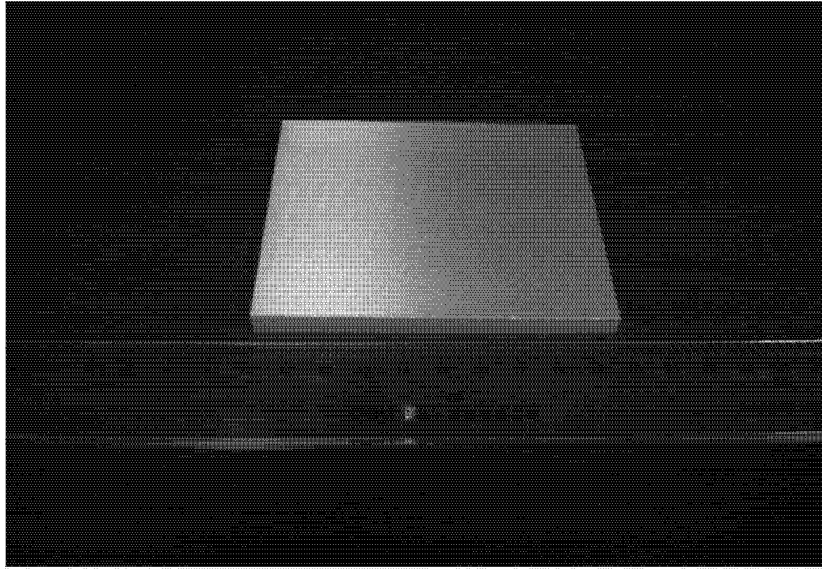


图 1

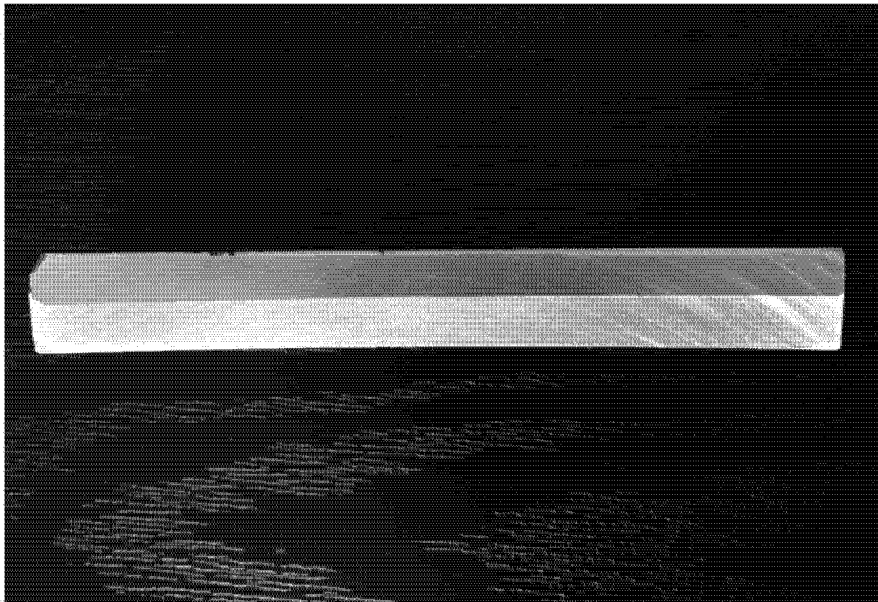


图 2

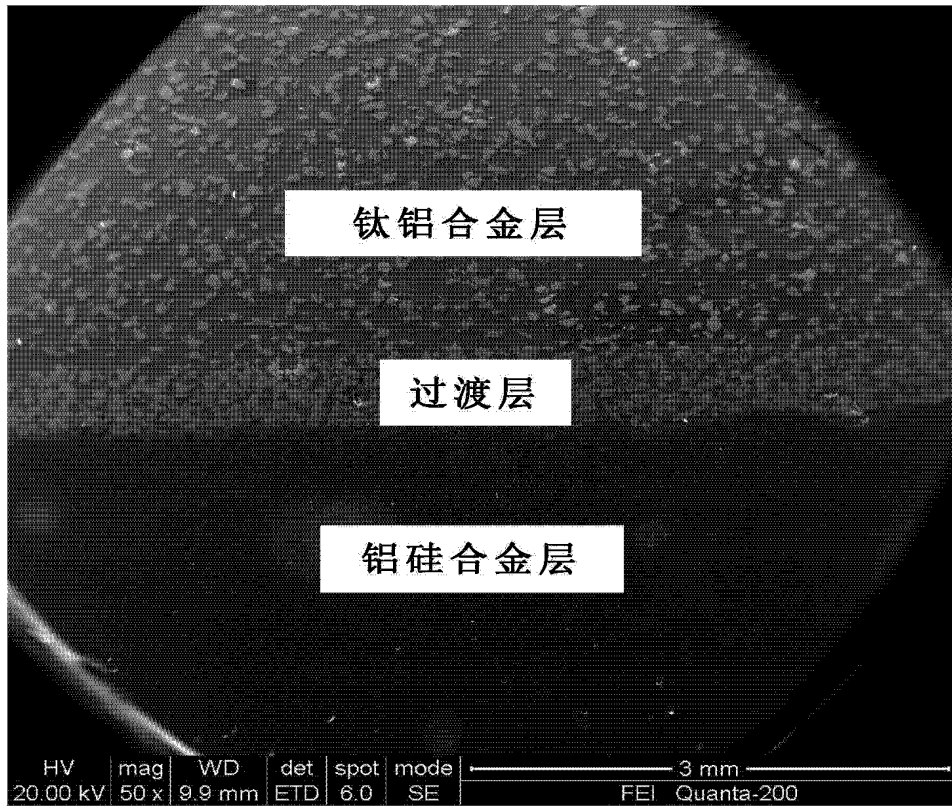


图 3

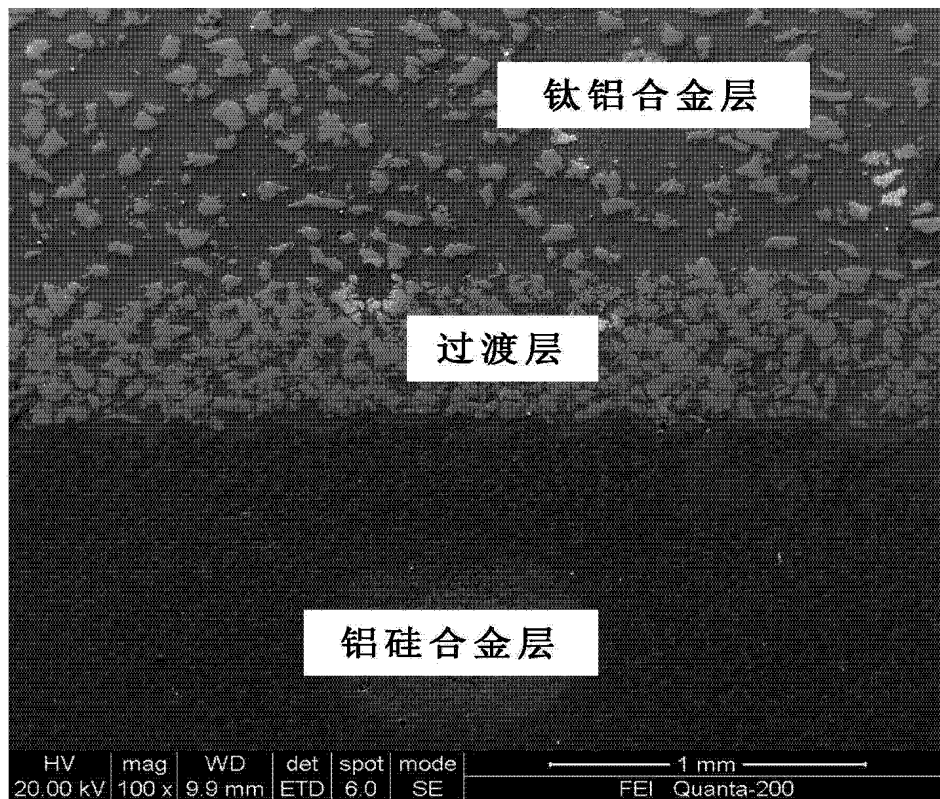


图 4

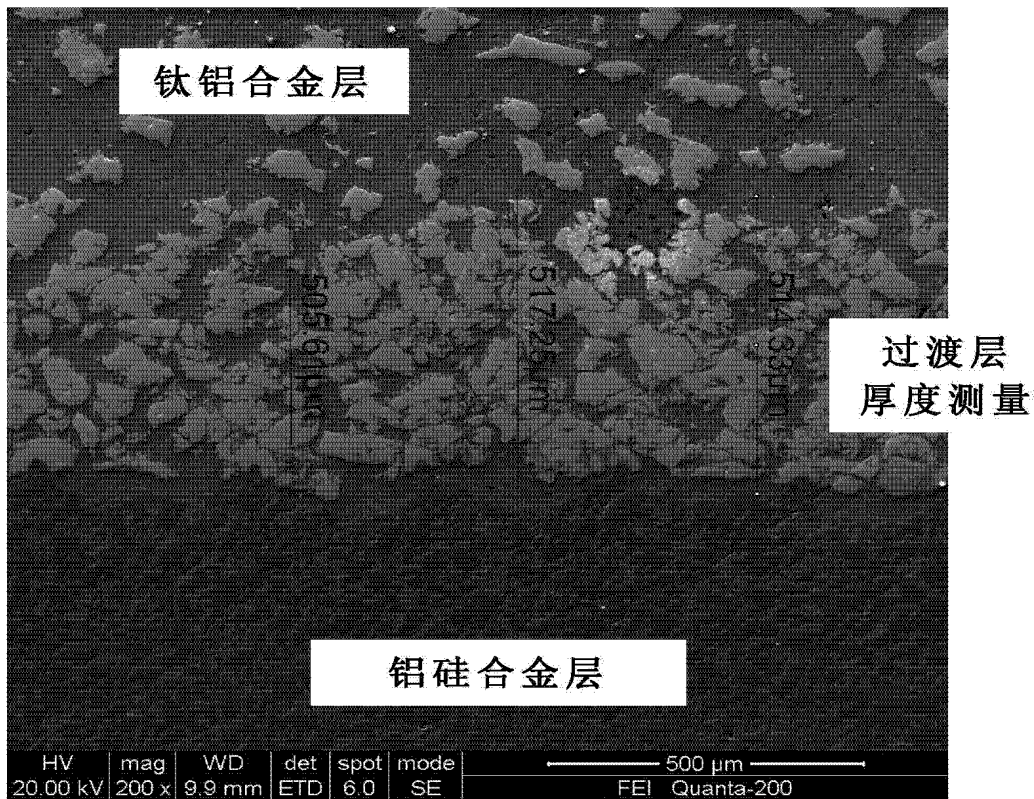


图 5

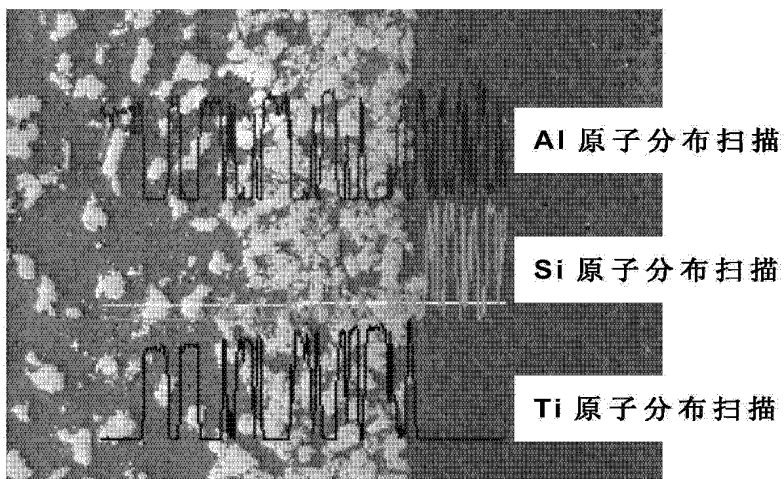


图 6