

# BeO 陶瓷干压成型工艺参数的优化

王超, 彭超群, 王日初, 王小峰, 余琨

(中南大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙, 410083)

**摘要:** 采用干压成型制备 BeO 陶瓷, 通过分析 BeO 陶瓷的坯体密度和断口形貌, 研究加压压力、加压速度、保压时间、粘结剂等工艺参数对 BeO 陶瓷成型工艺的影响。研究表明: 干压成型制备 BeO 陶瓷过程中, 加压压力、加压速度、保压时间、粘结剂等工艺参数可以明显影响 BeO 陶瓷的坯体密度; 为得到致密度高、热力学性能优异的 BeO 陶瓷, 必须对加压压力、加压速度、保压时间、粘结剂等工艺参数进行优化; 当压力为 120 MPa, 保压 60 s, 加入质量分数为 1% 的 PVA 作为成型剂压制时能得到致密度较高的 BeO 陶瓷坯体。

**关键词:** BeO 陶瓷; 干压成型; 坯体密度; 粘结剂

中图分类号: TQ174

文献标识码: A

文章编号: 1672-7207(2009)01-0135-04

## Optimization of technological parameters in dry-pressing molding of BeO ceramics

WANG Chao, PENG Chao-qun, WANG Ri-chu, WANG Xiao-feng, YU Kun

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

**Abstract:** BeO ceramics were prepared by the dry-pressing molding. The influences of compression pressure, speed, holding time and forming agent on the BeO ceramics molding were investigated through analysis of the body density, microstructure of the BeO ceramics. The results show that the compression pressure, speed, holding time and forming agent can obviously improve the body density of the BeO ceramic, thereby enhance the thermodynamic properties of the BeO ceramics. Keeping the pressure at 120 MPa for 60 s and adding 1% (mass fraction) of the PVA as forming agent, dense BeO ceramics can be prepared.

**Key words:** BeO ceramics; dry-pressing molding; body density; forming agent

BeO 陶瓷因其具有热导率、熔点(2 530 °C)、强度和绝缘性高, 化学和热稳定性强, 介电常数和介质损耗低以及工艺适应性良好等特点, 在特种冶金、真空电子技术、核技术、微电子与光电子技术领域得到广泛应用<sup>[1-4]</sup>, 尤其是在大功率半导体器件、集成电路、微波电真空器件及核反应堆中<sup>[5-6]</sup>, BeO 一直是制备高导热热部件的主流陶瓷材料<sup>[7-11]</sup>。成型是 BeO 陶瓷生产中的一道重要工序, 它是由瓷料经加入一定量的粘结剂、塑化剂、分散剂、溶剂等, 通过不同的成型方法制得具有一定尺寸和形状的坯体; 成型坯体性能对

成型以后的工艺直至最终制品的性能有重要影响<sup>[8]</sup>。干压成型时, 由于粉末颗粒之间、粉体与模具壁之间, 都存在内外摩擦而导致坯体密度分布不均匀, 在压制方向上, 压力随坯体高度增大而呈指数衰减, 形成一个密度梯度, 很难使坯体密度上下一致。其次, 粉体本身颗粒为满足压制成型所需的成型特性, 需要添加一定量的添加剂, 它们在每个单一颗粒中的均匀分布程度, 也是影响坯体均质的重要因素<sup>[12]</sup>。为了提高坯体密度, 在实际生产中, 常采用不断增大压力的办法。压力增大, 无疑会提高坯体密度, 但并不是压力越大

收稿日期: 2008-08-12; 修回日期: 2008-10-08

基金项目: 国家民口配套项目(MKPT-03-182)

通信作者: 彭超群(1966-), 男, 湖南益阳人, 博士, 教授, 从事高热导绝缘陶瓷材料研究; 电话: 0731-8877197; E-mail: pcq2005@163.com

越好,当超过极限压力时,压力增大反而使坯体密度下降,其原因是压力过大时将产生层裂。在此,本文作者针对 BeO 粉料在干压成型时坯体容易开裂的问题,探讨加压压力、加压速度、保压时间、粘结剂和加压方式对坯体密度的影响,以便得到优化的工艺参数。

## 1 实验

### 1.1 实验原料

本实验中采用的 BeO 原料由湖南水口山矿务局提供,纯度(质量分数)大于 99%,平均粒径为 2.02  $\mu\text{m}$ 。粘结剂为聚乙烯醇(PVA)、聚乙烯醇缩丁醛(PVB)和丙三醇。

### 1.2 实验方法

选择合适的烧结助剂,与 BeO 粉按照一定比例混合,混合均匀后在 QM-1SP4-CL 型行星式高能球磨机上球磨,出磨前掺入成型剂,干燥后过 0.18 mm 筛,然后在钢模中在型号为 SDJ-30 手动式液压制样机上压制成型,将成型剂脱除后,把生坯装入坩埚内,在钼丝炉中通氢气烧结。实验工艺流程如图 1 所示。

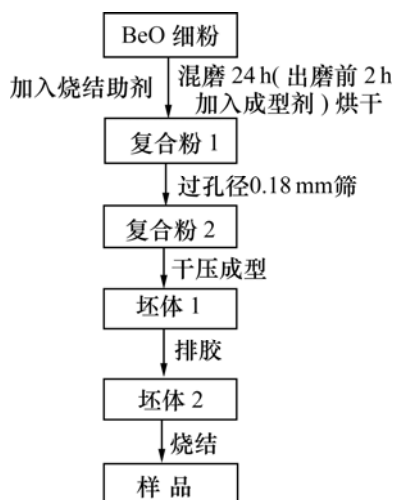


图 1 BeO 陶瓷制备工艺流程

Fig.1 Flow chart of BeO ceramics preparation

### 1.3 性能检测

用排水法测量试样密度,用 KYKY-2800 型扫描电镜观察烧结体的断口形貌。

## 2 结果与讨论

### 2.1 压力对 BeO 坯体密度的影响

图 2 所示为加入不同含量的成型剂时 BeO 粉体压型后坯体密度随压制压力的变化曲线。由图 2 可见,

BeO 坯体密度随着压力的增大而增大。压力加大时,颗粒开始滑动,呈紧密状态堆积,密度逐渐提高。其原因是:

a. 具有粗糙表面的颗粒混合料被压实时,颗粒相互交织在一起,一些颗粒的凸出部分嵌入另一些颗粒的凹陷部分,形成机械强度,即咬合力,把颗粒胶结在一起。

b. 加入的成型剂在颗粒表面之间形成一层很薄的膜,对颗粒有胶结作用。

由图 2 可以看出,加入 1% PVA,当压力达到 120 MPa 时,BeO 坯体密度达到最大,压力继续增大对坯体密度影响不大。

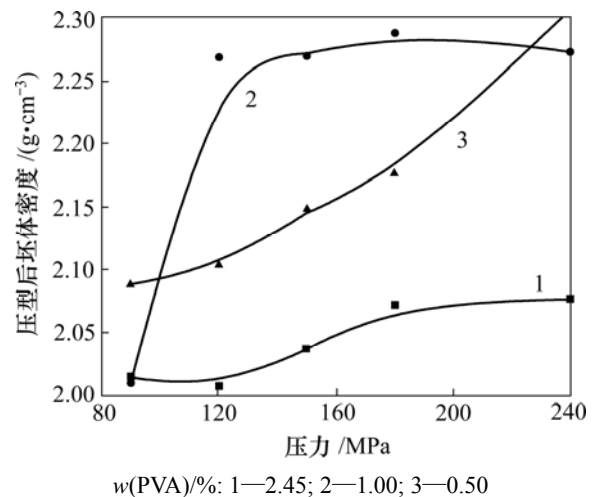


图 2 坯体密度随压力变化曲线

Fig.2 Relationships between body density and pressure

### 2.2 加压速度与保压时间对 BeO 坯体密度的影响

坯体密度随保压时间变化曲线如图 3 所示。由图 3 可看出,随着压力增大和保压时间延长,BeO 坯体密度不断提高;当保压时间超过 60 s 后,随着保压时间延长,BeO 坯体密度不再明显提高。

加压速度和保压时间对 BeO 坯体性能有很大影响,若加压过快,则保压时间缩短,气体不易排出。同样,当压力没有传递到应有的深度时,外力就已消失,也难以得到理想的坯体质量。当然,若加压速度太慢,保压时间过长,则会降低生产效率。故应根据 BeO 坯体的体积、厚薄和形状来调整加压速度和保压时间。一般对于壁厚度大、高度大、形状较复杂的大型产品,开始加压时宜慢,中期可快,后期宜慢,并有一定的保压时间,这样,有利于气体的排出和压力的传递。对于小型薄片坯体,加压速度可以适当加快,以提高生产效率。

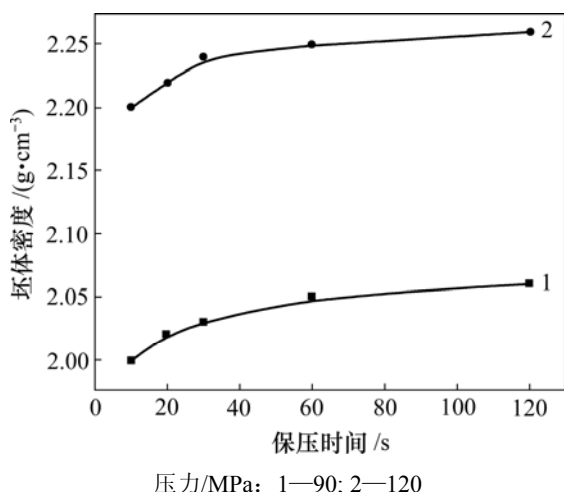


图3 坯体密度随保压时间变化曲线

Fig.3 Relationships between body density and holding time

### 2.3 成型剂对 BeO 坯体密度和端口形貌的影响

#### 2.3.1 成型剂类型对 BeO 坯体密度的影响

在压制过程中,成型剂的使用可以促进粉末颗粒变形,改善压制过程,降低单位压力,还可以提高坯体强度。成型剂的加入与粉体有关,不同成型剂所起作用不一样。本实验采用 PVA, PVB 和丙三醇这 3 种成型剂。表 1 所示为加入不同成型剂时的 BeO 坯体密度。

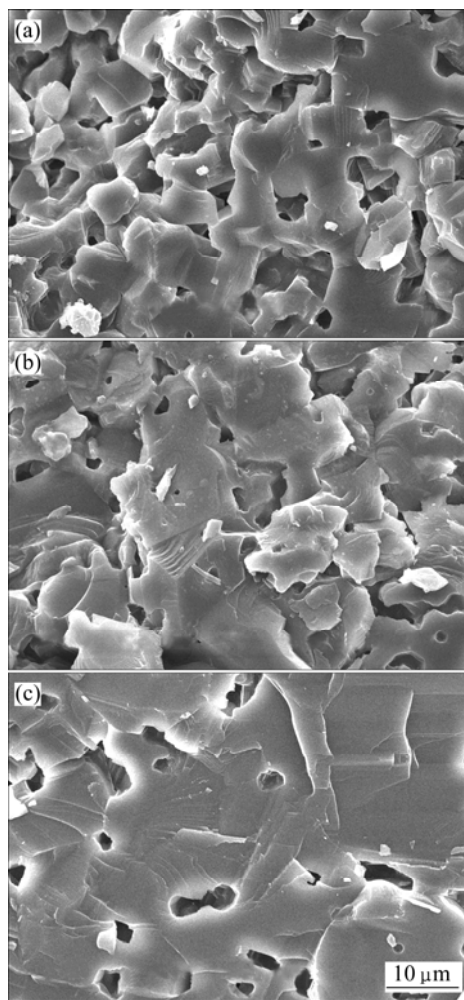
表 1 加入不同成型剂的坯体密度和烧结后密度

Table 1 Body density and sintered density with different kinds of forming agent

成型剂类型	kinds of forming agent		密度/(g·cm <sup>-3</sup> )
	压型后坯体	排胶后坯体	
PVA	2.269	2.240	2.880
PVB	2.182	2.125	2.792
丙三醇	2.103	1.991	2.698

图 4 所示为加入不同成型剂的 BeO 坯体烧结后的断口形貌。由图 4 可以看出,加入 PVA 的 BeO 陶瓷气孔最少,结构最致密。气孔存在时降低材料的导热能力<sup>[13]</sup>,因此,样品的密度越大,烧结体内的孔隙越少,热导率就越高。

平均相对分子质量为 10 000 的聚乙烯醇是一种非离子型分散剂,这一类分散剂的特点是不易受体系电解质、pH 值变化的影响,并且在水溶液中有较大的溶解度,因此,能均匀地与 BeO 粉体混合。它的分散机制属于空间位阻稳定机制,当分散剂加入适量时,较多的分散剂吸附于粉体颗粒表面,形成有机亲水保护膜,从而起到空间稳定作用<sup>[14]</sup>,获得高稳定、高分散、低黏度的 BeO 粉体悬浮液。



(a) 丙三醇; (b) PVB; (c) PVA

图 4 加入不同成型剂的 BeO 陶瓷 SEM 断口形貌

Fig.4 SEM fracture graphs of BeO ceramics with different kinds of forming agent

#### 2.3.2 成型剂加入量对 BeO 坯体密度的影响

在压制 BeO 坯体时,有机粘结剂有利于粉料颗粒重排,从而减少颗粒之间的孔隙,有利于坯体致密化及提高坯体强度。若粘结剂加入量少,则起不到增强坯体的作用;若粘结剂加入量过多,则造粒后颗粒团聚强度过大,压制时团聚体不易破碎,造成坯体中存在残余硬团聚体,坯体显微结构不均匀,使坯体存在内部缺陷。成型剂加入量对密度的影响见表 2。

由表 2 可知,随着 PVA 含量的增加,坯体的密度增大,在成型剂加入量为 1% 时坯体的密度最大。这是因为有机高分子材料通常为链状结构,具有足够链长的高分子聚合物可在陶瓷颗粒之间架桥,产生交联作用而形成不规则网状结构,将陶瓷颗粒紧紧包裹,阻止颗粒在受力条件下产生位移,起到类似纤维增强坯体的作用,对坯体产生增强作用<sup>[15]</sup>。但当 PVA 达到一定含量时,进一步增加 PVA,包裹在颗粒外层的 PVA

表 2 加入不同含量的成型剂的坯体密度  
Table 2 Body density with different contents of forming agent

w(PVA)/%	成型剂 压型后坯体	密度/(g·cm <sup>-3</sup> ) 排胶后坯体
0.50	2.007	2.005
1.00	2.269	2.24
2.45	2.103	1.991

厚度增大, 颗粒之间的距离加大, 坯体的密度降低, 毛细管力降低, 坯体强度下降。此外, 随着 PVA 含量增大, 造粒得到的颗粒团聚体强度增大, 压制的坯体中含有未被压碎的残余颗粒团聚体, 使坯体存在较大内部缺陷。又由于粘结剂含量高, 烧结后陶瓷的气孔率增加, 在保证坯体的密度和强度并且不存在残余颗粒团聚体的前提下, 粘结剂含量越少越好。因此, 加入 PVA 的质量分数以 1% 为宜。

### 3 结 论

a. 成型坯体的密度与成型压力有密切关系。在开始加压的一段时间内, BeO 粉末在压力作用下发生颗粒重排, 粉末堆积密度明显增大, 坯体密度提高。当压力增加到一定阶段时, 粉料颗粒间空隙基本被填充, BeO 坯体密度变化不大; 当压力为 120 MPa 时, BeO 坯体密度达到最大。

b. 加压速度与保压时间对坯体性能有很大影响。加压过快, 保压时间过短, 坯体中气体不易排出, 难以得到较理想的 BeO 坯体。若加压速度过慢, 保压时间过长, 则生产效率下降。通过间断加荷, 逐渐增大荷载, 保压时间为 60 s, 能提高 BeO 坯体密度。

c. 选择 PVA 作为成型剂, 加入质量分数为 1% 的 PVA 时, BeO 坯体密度明显提高。

#### 参考文献:

- [1] 高捷桥. 高热导率陶瓷材料的进展[J]. 真空电子技术, 2003(2): 49-53.  
GAO Long-qiao. The progress of high thermal conductivity ceramic materials[J]. Vacuum Electronics, 2003(2): 49-53.
- [2] 文丹华, 王日初, 朱学卫. 烧结助剂和工艺对 BeO 陶瓷密度和热导率的影响[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2007, 12(5): 296-300.  
WEN Dan-hua, WANG Ri-chu, ZHU Xue-wei. Effects of sintering additives and process on density and thermal conductivity of BeO ceramic[J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2007, 12(5): 296-300.
- [3] 王超, 彭超群, 王日初, 等. AlN 陶瓷基板材料的典型性能

及其制备技术[J]. 中国有色金属学报, 2007, 17(11): 1729-1738.

WANG Chao, PENG Chao-qun, WANG Ri-chu, et al. Typical properties and preparation technologies of AlN packaging material[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2007, 17(11): 1729-1738.

- [4] 徐斌, 王日初, 余琨, 等. 烧结工艺参数对 BeO 陶瓷性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(4): 688-692.  
XU Bin, WANG Ri-chu, YU Kun, et al. Effects of sintering parameters on properties of BeO ceramics[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2008, 18(4): 688-692.
- [5] Kiiko V S, Makurin Y N, Dmitriev I A. Correlation between thermally stimulated luminescence and ceramic properties of beryllium oxide[J]. Glass and Ceramics, 2001, 58(11/12): 419-423.
- [6] Kiiko V S, Makurin Y N, Sofronov A A. Reaction of beryllium ceramic crucibles with rare earth metal melts[J]. Glass and Ceramics, 2002, 59(11/12): 380-382.
- [7] Michael K, Patrick B, Nelson R. Aluminum nitride vs. beryllium oxide for high power resistor products[J]. Microwave Journal, 2001, 44(11): 104-106.
- [8] 高捷桥. 氧化铍陶瓷[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006: 62.  
GAO Long-qiao. Beryllium ceramics[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006: 62.
- [9] 高捷桥. 大功率电子器件用 BeO 陶瓷的最新进展[J]. 火花塞与特种陶瓷, 1997(3): 35-40.  
GAO Long-qiao. Latest development of high power electronic devices BeO ceramics[J]. Sparking Plug and Special Ceramics, 1997(3): 35-40.
- [10] Juan L S, Richard S. BeO Packages house high-power components[J]. Microwave and RF, 1998, 37(4): 107-110.
- [11] 张树人, 张远骏. 高纯纳米氧化铍陶瓷粉体的研制[J]. 电子元件与材料, 1999, 18(6): 1-2.  
ZHANG Shu-ren, ZHANG Yuan-jun. Development of high-purity BeO ceramics powders[J]. Electronic Components and Materials, 1999, 18(6): 1-2.
- [12] 刘维良, 喻佑华. 先进陶瓷工艺学[M]. 武汉: 武汉理工大学出版社, 2004: 76-81.  
LIU Wei-liang, YU You-hua. Advanced ceramics processing[M]. Wuhan: Wuhan University of Technology Press, 2004: 76-81.
- [13] 宁青菊, 谈国强, 史永胜. 无机材料物理性能[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 109-124.  
NING Qing-ju, TAN Guo-qiang, SHI Yong-sheng. Physics properties of inorganic materials[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2006: 109-124.
- [14] 俞康泰. 陶瓷添加剂应用技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006: 15-16.  
YU Kang-tai. Application of ceramic additives[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2006: 15-16.
- [15] 谷磊, 刘有智, 申红艳, 等. 聚乙烯醇对氧化铝支撑体性能的影响[J]. 无机盐工业, 2006, 38(10): 29-31.  
GU Lei, LIU You-zhi, SHEN Hong-yan, et al. The effect of polyvinyl alcohol on the properties of alumina support[J]. Inorganic Chemicals Industry, 2006, 38(10): 29-31.