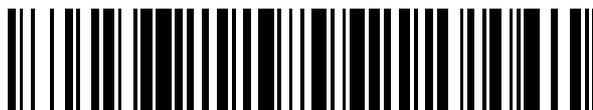


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 486 846**

51 Int. Cl.:

C22C 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.09.2004 E 04809792 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.06.2014 EP 1680522**

54 Título: **Materiales compuestos de matriz metálica de alta conductividad térmica**

30 Prioridad:

02.10.2003 US 677454

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

19.08.2014

73 Titular/es:

**MATERIALS AND ELECTROCHEMICAL
RESEARCH (MER) CORPORATION (100.0%)
7960 SOUTH KOLB ROAD
TUCSON, AZ 85706, US**

72 Inventor/es:

**PICKARD, SION M.;
WITHERS, JAMES C. y
LOUTFY, RAOUF O.**

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 486 846 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

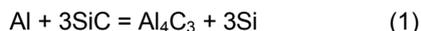
Materiales compuestos de matriz metálica de alta conductividad térmica

5 La invención se refiere, en general, a estructuras compuestas de matriz metálica de conductividad térmica muy alta; y, más particularmente, a tales estructuras compuestas que contienen partículas de diamante que tienen una capa
 10 fina superficial de conversión de beta-SiC formada sobre las mismas mediante un proceso de reacción química en fase vapor. El revestimiento de SiC en estas partículas está presente como una zona de reacción, o una capa graduada, en oposición a una acumulación distinta de SiC/revestimiento sin una interfaz de conversión por difusión,
 15 que se habría obtenido mediante un proceso de revestimiento, tal como una deposición química en fase vapor de SiC sobre la superficie de diamante.

Antecedentes de la invención

15 Hay un considerable cuerpo bibliográfico que describe los intentos de producir materiales compuestos con conductividad térmica muy alta, por ejemplo, para su uso en encapsulado electrónico de alta potencia y otras aplicaciones de gestión térmica. Gran parte de esta bibliografía se refiere a la adición de cargas en forma de
 20 partículas a una matriz metálica, formando un material compuesto de matriz metálica (MMC). Se conoce bien el beneficio de añadir una carga en forma de partículas con una alta conductividad térmica a un metal para formar un material compuesto de matriz metálica. Las propiedades del MMC a menudo pueden optimizarse para adecuarse a los requisitos de una aplicación particular, seleccionando apropiadamente las propiedades de la carga en forma de
 25 partículas y la matriz metálica. Los ejemplos incluirían la adición de partículas de SiC a una matriz de aluminio. El SiC se humedece fácilmente con aluminio fundido y aleaciones de aluminio cuando entra en contacto con las partículas de carga. Se ha informado que los materiales compuestos de Al/SiC consiguen resistencias de 400 MPa a una carga de relleno >40 % en volumen, indicando que se ha formado un buen enlace entre las partículas de SiC y Al. El MMC compuesto de SiC en partículas y una matriz de aluminio tiene ventajas sobre las estructuras de Al puro en términos de coeficiente de expansión térmica (CTE), rigidez y resistencia al desgaste.

30 En general, sin embargo, la conductividad térmica de los MMC de Al/SiC no satisfacen las expectativas deseadas. La conductividad térmica del aluminio puro es ~200 W/m.k y la conductividad térmica de las partículas de SiC cristalino puro es ~320 W/m.k. Los valores de conductividad térmica para los MMC de Al/SiC generalmente son <200 W/m.k y típicamente <180 W/m.k (ref. 1-5). Estos MMC de Al/SiC se consolidaron mediante procesos tales como colada con agitación, metalurgia en polvo o infiltración en estado fundido a baja presión o sin presión. Estos métodos son relativamente lentos y tienen un tiempo de residencia considerable cuando el aluminio está en el estado fundido,
 35 permitiendo que el SiC reaccione con el Al fundido formando carburo de aluminio. Una reacción ejemplar es:



40 Por esta razón, estos procesos generalmente requieren el uso de aleaciones Al-Si que disminuyen la actividad del Si y reducen la cinética de la reacción adversa del carburo durante los largos tiempos de contacto con el aluminio fundido. Estas aleaciones Al/Si generalmente tienen una menor conductividad térmica que el aluminio puro, reduciendo de esta manera la conductividad térmica del MMC de SiC/Al. Como alternativa, el uso de infiltración metálica rápida a alta presión (denominada también colada por compresión) para consolidar los materiales compuestos de aluminio reforzados con partículas da como resultado una consolidación mucho más rápida del
 45 material compuesto. Los tiempos de exposición de las partículas al aluminio fundido generalmente son segundos al contrario de horas para los procesos sin presión descritos anteriormente. Como resultado de la rápida consolidación con la colada por compresión, puede usarse aluminio puro y podrían esperarse conductividades térmicas de hasta aproximadamente 225 W/m.k para cargas de SiC de ~55 % en volumen del material compuesto.

50 Ciertas propiedades del diamante lo hacen particularmente atractivo como una posible carga para los MMC de alta conductividad térmica. La conductividad térmica del diamante es de aproximadamente 700-2000 W/m.k dependiendo de la perfección cristalina. También tiene un bajo CTE (aproximadamente 1 p.p.m/grado centígrado). Sin embargo, los investigadores que usan procesos de consolidación para MMC de diamante/aluminio con un largo tiempo de exposición para el contacto del diamante con el aluminio fundido han sido incapaces de obtener altos
 55 niveles de conductividad térmica. Se ha informado que los materiales compuestos que comprenden una matriz de aluminio que contiene un 50 % en volumen de partículas de diamante industriales tienen una conductividad térmica <200 W/m.k (Johnson y Sonuparlac, ref. 3). Un examen micro-estructural de los diamantes en el material compuesto reveló la presencia de una capa superficial gruesa de carburo de aluminio (Al₄C₃) sobre las partículas de diamante. Esta capa superficial se forma mediante la reacción mostrada en la ecuación (2).



60 En general, se reconoce que el carburo de aluminio tiene una baja conductividad térmica y es hidrosférico. Las partículas de diamante con la capa gruesa de carburo de aluminio formada sobre la superficie, en efecto, funcionan más como una partícula de carburo de aluminio que como una partícula de diamante, dando como resultado una
 65 pobre conductividad térmica para el material compuesto.

El revestimiento de las partículas de diamante con una capa protectora antes de poner en contacto las partículas de diamante con aluminio fundido formando el material compuesto de aluminio puede evitar la reacción para formar Al_4C_3 . La aplicación de un revestimiento de SiC distinto sobre las partículas de diamante y la posterior formación del material compuesto con Al se ha descrito en la biografía (ref. 6). Un lecho suelto de polvo de diamante industrial (Beta Diamond Products), con un tamaño de partícula de 40-50 micrómetros, se revistió con SiC usando un proceso de deposición química en fase vapor de la serie de partículas de diamante, que se denominó infiltración química en fase vapor, o CVI, por otros autores. En este proceso CVI, se aplica o deposita un revestimiento de SiC distinto sobre la superficie de las partículas de diamante. (Se sabe que la técnica que la deposición de SiC por el proceso CVI ocurre a aproximadamente 1000 grados centígrados). Johnson y Sonuparlac estimaron que el espesor del revestimiento de SiC variaba entre 0,41 y 1,6 micrómetros, dependiendo de las condiciones del proceso. Estimaron adicionalmente que el contenido de SiC total de las partículas de diamante revestidas era del 3 % al 11 % en volumen. Se observó que la serie de partículas preformadas se habían endurecido mediante el revestimiento de SiC por CVI. Las preformas de diamante revestidas con SiC se infiltraron mediante un proceso de infiltración de metal sin presión, usando una aleación Al-15 Si-5 Mg % en peso. Las condiciones de proceso se optimizaron para asegurar una infiltración completa de la preforma. Las propiedades pertinentes de los MMC se muestran en la tabla I.

Tabla I. Propiedades físicas de materiales compuestos MMC de diamante/Al ~50 % en volumen descritos en la referencia 6.						
Espesor del revestimiento (Micrómetros)	Contenido de Al_4C_3 (% en peso)	Densidad (g/cc)	Conductividad térmica (W/m-K)	CTE (ppm/K)	Módulo de Young (MPa)	
0,41	0,078	3,168	239	6,8	368	
0,53	0,071	3,161	242	6,5	385	
0,97	0,053	3,13	259	5,2	407	
1,21	0,047	3,125	131	5,9	408	
1,23	0,073	3,22	240	4,6	398	
1,42	0,12	3,213	225	5,0	413	
1,6	0,093	3,16	234	4,5	427	

A todos los niveles de espesor de revestimiento de SiC, parece que la formación de Al_4C_3 sobre la partícula de diamante se ha reducido a un nivel muy bajo, pero permanece mayor que cero. Las densidades presentadas son consistentes con la reivindicación del autor respecto a infiltración total de preformas de diamante revestido con SiC con las aleaciones de aluminio. Los valores de conductividad térmica del material compuesto, que varían de 131-259 W/m.k, sin embargo, son muy bajos considerando la carga relativamente alta de partículas de diamante del material compuesto (40-50 % en volumen), y la conductividad térmica del diamante. No hay una relación evidente entre el espesor del revestimiento de SiC sobre las partículas de diamante y la conductividad térmica del material compuesto. Los autores de este trabajo indicaban que creían que la mayor rigidez (módulo de Young) observada con el aumento del espesor del revestimiento de SiC en las partículas de diamante se debe a la formación de puentes de SiC entre las partículas de diamante. Estos resultados parecen indicar que el espesor del revestimiento de SiC puede ser excesivo, provocando de esta manera un enlace entre las partículas de diamante. Sin embargo, con el proceso de CVI, es difícil obtener un revestimiento de SiC uniforme fino sobre las partículas de diamante, es decir, que cubra el 100 % de la superficie del diamante.

A diferencia de la técnica anterior descrita anteriormente, los presentes inventores han usado infiltración rápida en estado fundido a alta presión (colada por compresión) para preparar materiales compuestos de aluminio con diamantes no revestidos. Como se ha descrito anteriormente, este proceso reduce el tiempo de exposición del diamante al aluminio fundido a un tiempo muy corto (por ejemplo, <2 segundos). La conductividad térmica del material compuesto era aún <200 W/m.k, incluso aunque se esperaba que hubiera un carburo de aluminio mínimo en la superficie de las partículas de diamante.

Breve resumen y objetos de la invención

Brevemente, la presente invención implica la provisión de una estructura compuesta comprendida por una matriz metálica que tiene partículas de diamante dispersadas en su interior, en la que de las partículas de diamante se caracterizan por la presencia de una capa de beta-SiC unida químicamente a la superficie de la misma y en la que el carbono del SiC procede del diamante de la partícula respectiva a la que está unido.

Ventajosamente, la matriz de la estructura compuesta está comprendida esencialmente de un metal seleccionado entre aluminio, cobre, magnesio y una aleación de uno o más de dichos metales.

En una realización preferida de la invención, la matriz está comprendida de aluminio. En otra realización, el metal de la matriz está comprendido de cobre.

La presente invención se refiere a la preparación de partículas de diamante con SiC unido químicamente a las mismas que es un componente esencial de tales materiales compuestos de matriz metálica novedosa.

La presente invención describe adicionalmente la formación de un material compuesto de matriz metálica que contiene tales partículas de diamante revestidas con SiC aplicado mediante un proceso diferente que da como resultado una conductividad térmica muy alta para el material compuesto.

5 Por lo tanto, un objeto fundamental de la presente invención es proporcionar un material compuesto de matriz metálica con conductividad térmica sustancialmente mejorada.

Otro objeto valioso de la presente invención es proporcionar unas partículas de diamante revestidas con SiC con las características necesarias para posibilitar su uso en la formación de tales MMC de alta conductividad térmica.

10 Otro objeto valioso de la presente invención es proporcionar un nuevo proceso para producir las partículas de diamante revestidas con SiC mencionadas anteriormente.

15 Otro objeto valioso de la presente invención es proporcionar un proceso para incorporar las partículas de diamante revestidas con SiC mencionadas anteriormente en una matriz metálica y obtener el material compuesto de matriz metálica de conductividad térmica muy alta mencionada anteriormente.

20 Ventajosamente, las composiciones de matriz metálica de alta conductividad térmica mencionadas anteriormente se producen mediante un método en el que la capa de SiC unido químicamente se produce *in situ* en las partículas de diamante de una serie de las mismas que después se embebe en la matriz metálica, preferentemente mediante una técnica de infiltración rápida de metal a alta presión conocida como colada por compresión.

25 Preferentemente, la capa unida químicamente de SiC se produce sobre las partículas de diamante respectivas mediante un proceso de reacción química en fase vapor (CVR) por contacto de las partículas de diamante con un SiO gaseoso.

Breve descripción de los dibujos

30 La Figura 1 es un esquema de un aparato adecuado para realizar el proceso CVR para revestir partículas de diamante con SiC de acuerdo con la presente invención.

La Figura 2 es un esquema del aparato adecuado para realizar el conjunto de colada por compresión para formar los materiales compuestos de matriz metálica de diamante de acuerdo con la presente invención.

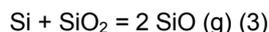
Descripción detallada de la realización preferida

35 Haciendo referencia ahora a la Figura 1, se muestra un dibujo esquemático de un aparato adecuado para preparar partículas de diamante para su uso como un componente de una estructura compuesta incluyendo una matriz metálica en la cual las partículas de diamante se dispersan de acuerdo con la presente invención, en el que las partículas de diamante preparadas tienen una capa de superficie de conversión de beta-SiC formada sobre las mismas.

40 En la Figura 1 se muestra un alzado lateral de una vista en sección transversal de un crisol 101 formado de SiC y que está dividido en una cámara inferior 102 y una cámara superior 103 mediante un anillo inferior 104 de Si y un anillo superior 105 de SiC y que tiene una banda 106 de tejido 100 % de SiC dispuesta entre los dos anillos. El tejido 100 % de SiC se formó haciendo reaccionar un tejido de grafito con SiO gaseoso para producir una conversión esencialmente del 100 % del grafito a SiC.

La cámara inferior 102 aloja un generador de SiO.

50 El generador de SiO se preparó mezclando silicio (Si) y sílice (SiO₂) en relaciones equimolares. A medida que el crisol 101 se calienta por encima de 1200 grados centígrados, se forma SiO gaseoso a partir de la reacción en el generador, como se muestra en la ecuación 3:



55 El SiO gaseoso producido en la cámara inferior 102 pasa a través del tejido de SiC 106 hacia la cámara superior 103 y reacciona con una serie de partículas de diamante 107 que están desplegadas encima del tejido de SiC 106, de manera que se genera una cantidad suficiente de SiO para asegurar que la superficie de las partículas de diamante se convierte a SiC por toda la superficie de cada partícula.

60 La Figura 2 muestra un conjunto de troquel adecuado para colada por compresión, a alta presión, de los materiales compuestos de matriz metálica fabricados de acuerdo con la presente invención. Este aparato se fabrica a partir de acero para herramientas y consiste en el troquel 110, el pistón del troquel 111 y el tubo (o puerta) de inyección 112. Se mecaniza una cavidad 113 en el troquel correspondiente a la geometría requerida para la pieza 113a colada por compresión. El pistón del troquel 111 tiene una holgura de 0,13 mm (0,005") respecto a la cavidad del troquel 113 para permitir la purga de aire de la colada a medida que éste se llena con aluminio fundido. El diámetro interno (DI)

del tubo de inyección 112 es suficientemente grande de manera que cubre completamente la cavidad del troquel 113. Para producir una colada compuesta con aluminio y polvo en partículas, el polvo se coloca en la cavidad del troquel 113 y se agita para proporcionar una carga uniforme de densidad máxima. Se pone un papel cerámico 114 en el tubo de inyección 112 para cubrir el troquel lleno con polvo 110. Después se vierte en el tubo de inyección 112 una cantidad del aluminio fundido suficiente para llenar la cavidad del troquel 113 más la parte del tubo de inyección 112. Después se aplica presión, hasta 103,4 MPa (15.000 psi) mediante el émbolo 115 para conseguir un llenado rápido de la cavidad del troquel 113 y conseguir una densidad de aproximadamente el 100 % en el material compuesto de matriz metálica. Después del enfriamiento, la parte solidificada 113a y el tubo de inyección 112 parcialmente lleno que contiene la mazarota 116 se retira del conjunto de troquel. La mazarota 116 se retira mediante técnicas de retirada de metales tales como molienda o serrado para producir el artículo compuesto o la pieza colada deseada 113a.

Para ciertas clases de dispositivos en estado sólido, la tendencia en el encapsulado electrónico es hacia la gestión de dispositivos más pequeños con niveles de energía mayores. La gestión de densidades energéticas muy altas en muchos chips electrónicos se ha convertido en el principal desafío. La carencia de una gestión térmica apropiada puede provocar que las temperaturas en el chip aumenten durante el funcionamiento hasta el punto de que el sobrecalentamiento resulte tanto en reducciones del rendimiento como de la fiabilidad. La ruta preferida para evitar esta acumulación de calor es montar el chip en un sustrato de alta conductividad térmica que conducirá el calor lejos del chip a un gran sumidero de calor, limitando de esta manera la temperatura máxima del chip durante el funcionamiento a un valor aceptable. El chip generalmente está fijado al sustrato mediante una soldadura de alta conductividad térmica o algún adhesivo polimérico. Generalmente se prefiere la soldadura sobre los adhesivos porque la soldadura generalmente tiene una mayor conductividad térmica que el adhesivo orgánico.

Existe un mecanismo adicional mediante el cual el chip puede dañarse, y que está relacionado con el coeficiente de expansión térmica relativa del chip y el sustrato. Cuando un chip se fija a un sustrato con soldadura, los componentes deben calentarse a una temperatura suficientemente alta para fundir la soldadura (180 grados centígrados - 425 grados centígrados). Cuando el encapsulado se enfría posteriormente, la soldadura solidifica proporcionando un enlace entre el chip y el sustrato. A medida que el encapsulado se enfría adicionalmente a temperatura ambiente, la expansión térmica diferencial del chip y el sustrato puede conducir a la acumulación de tensiones mecánicas sustanciales en el chip. Este enfriamiento, más el ciclo térmico continuado del encapsulado, puede provocar fatiga en cualquiera del sustrato, el chip o la interfaz, afectando al rendimiento y a la vida útil. Cuando estas tensiones superan los límites de resistencia de tracción del chip, pueden provocar que ocurra agrietamiento (deslaminado). Los materiales usados comúnmente para chips electrónicos son Si con un CTE ~ 3 p.p.m/grado centígrado o GaAs que tiene un CTE ~ 6 p.p.m/grado centígrado. Sería muy deseable usar un sustrato con un CTE que sea muy parecido al del chip. Sería aún más deseable tener un sustrato con características de expansión térmica tales que se combinen con una alta conductividad térmica.

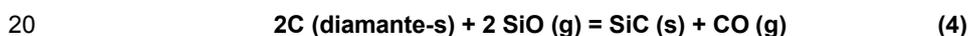
Un tipo de sustrato usado en los encapsulados electrónicos descritos anteriormente es un sustrato cerámico. Para niveles de potencia de chip relativamente bajos, se usa habitualmente un sustrato de óxido de aluminio, que tiene una conductividad térmica de ~ 20 -40 W/m.k y un CTE de ~ 7 p.p.m./grado centígrado. Para chips de mayor potencia, un sustrato cerámico de nitruro de aluminio con una conductividad térmica de ~ 150 -200 W/m.k y un CTE de ~ 4 p.p.m/grado centígrado puede ser una mejor elección. Los sustratos cerámicos de nitruro de aluminio generalmente representan la alternativa de mayor conductividad térmica en sustratos cerámicos distintos del BeO, que es tóxico. Estos sustratos cerámicos de óxido de aluminio y nitruro de aluminio tienen unas excelentes características aislantes eléctricas, que son deseables para muchos encapsulados electrónicos, incluyendo aquellos basados en chips bipolares. Sin embargo, para encapsulados electrónicos basados en chips de LDMOS en los que el lado inferior del dispositivo se convierte en el contacto con la fuente, se requiere un sustrato que tenga buena conductividad eléctrica entre las caras o superficies delantera y trasera. Aunque esto puede conseguirse fabricando vías eléctricamente conductoras en el sustrato cerámico, que conectarían eléctricamente esas dos superficies, generalmente es más sencillo que el propio cuerpo del sustrato fuera eléctricamente conductor, además de tener propiedades de alta conductividad térmica y un buen CTE coincidente con el del chip. Para estos dispositivos de LDMOS, los sustratos de MMC a menudo pueden satisfacer los requisitos de CTE y conductividad eléctrica, pero están limitados en la conductividad térmica que pueden conseguir. El MMC reforzado con partículas de Al/SiC descrito anteriormente tiene una conductividad térmica de ~ 180 -225 W/m.k, un CTE de ~ 7 p.p.m/grado centígrado y una buena conductividad eléctrica. Una conductividad térmica mucho mayor sería deseable dada la tendencia de los chips de LDMOS a funcionar a densidades de potencia muy altas.

Un material compuesto de matriz metálica fabricado como se describe en la presente invención con una matriz de aluminio y que contiene partículas de diamante, preparado de acuerdo con la presente invención puede satisfacer todas las necesidades de los encapsulados electrónicos de LDMOS. El Al tiene una conductividad térmica de ~ 200 W/m.k. El diamante tiene una conductividad térmica entre aproximadamente 700-2000 W/m.k. Adicionalmente, el CTE relativamente bajo del diamante (~ 1 p.p.m./grado centígrado) dará como resultado un CTE para el material compuesto más parecido al de cualquiera de los chips de Si o GaAs que los metales no cargados. Sin embargo, con la excepción de la presente invención, los MMC reforzados con partículas de diamante descritos en la bibliografía han demostrado solo una mejora marginal en la conductividad térmica respecto a los MMC de Al/SiC fácilmente

disponibles. Los MMC descritos en la presente invención tienen inesperadamente altas conductividades térmicas, con valores de hasta ~650 W/m.k demostradas hasta la fecha, y con el potencial a niveles aún mayores de conductividad térmica, por ejemplo, valores de 800 W/m.k y superiores.

5 REALIZACIÓN DE LA FIGURA 1

Para fabricar un material compuesto de matriz metálica de Al con una carga en forma de partículas de diamante de manera que se obtenga una conductividad térmica muy alta para el MMC, debe estar presente un revestimiento de SiC fino, uniforme, de conversión superficial y adherente sobre el diamante antes de la formación del material compuesto. El fin de este revestimiento es proporcionar una capa de acoplamiento interfacial entre el diamante y el aluminio, que además de ser humedecida fácilmente por aluminio, proporciona propiedades de impedancia acústica graduales en la interfaz para potenciar la transferencia de fonones. Adicionalmente, de acuerdo con la presente invención, este revestimiento de SiC debe unirse integralmente al diamante de tal manera que se produce una capa de conversión de interfaz discreta y distinta entre el diamante y el revestimiento para evitar cualquier barrera térmica a la transferencia de calor. Tal revestimiento y proceso para proporcionar ese revestimiento se describen en esta invención. La realización preferida para esta invención es un revestimiento de conversión de SiC fino que se forma mediante una reacción entre las partículas de diamante y las especies de silicio gaseosas tales como SiO, como se describe en la ecuación 4:



Se cree que la conversión CVR de la superficie del diamante inicialmente da como resultado una capa superficial fina interfacial de SiC. (Los inventores han observado la formación de una capa superficial fina interfacial de SiC en la reacción de SiO con escamas de grafito). A medida que aumenta el tiempo de reacción y/o la temperatura, el desarrollo del revestimiento transcurre desde la superficie externa de la partícula de diamante hacia el centro, dando como resultado una zona de reacción o capa graduada. Por otro lado, se espera que los revestimientos obtenidos mediante un proceso CVI o CVD, tengan una interfaz brusca entre el revestimiento de SiC y el sustrato. La temperatura de deposición por CVI/CVD del SiC está por debajo de la temperatura requerida para efectuar una conversión de la superficie de diamante a SiC, y da como resultado únicamente un revestimiento acumulado libre de cualquier reacción de interfaz con una interfaz brusca entre el diamante y el revestimiento de SiC CVI/CVD. Se cree que esta interfaz CVI contribuye a la pobre conductividad térmica del material compuesto de diamante/aluminio previo descrito por Johnson y Sonuparlac en la ref. 6.

Adicionalmente, este proceso de reacción química en fase vapor (CVR) asegura que se obtiene una capa superficial uniforme de SiC a niveles muy bajos de espesor de revestimiento de conversión. Como se ha descrito anteriormente, a medida que aumenta el espesor del revestimiento de SiC, la conductividad térmica del SiC (~320 W/m.k) actúa como una barrera térmica entre las partículas de diamante de conductividad térmica muy alta y la matriz metálica, limitando la conductividad térmica máxima que puede conseguirse para el MMC.

Para entender adicionalmente la eficacia del revestimiento de conversión por CVR del SiC fino de la presente invención, puede hacerse una predicción de la conductividad térmica del material compuesto usando una regla de cálculo de mezcla. Aunque la conductividad térmica es una propiedad de transporte y las regla de cálculo de mezcla no es exacta, puede proporcionar una nueva percepción para una comparación del revestimiento de CVI sobre el diamante descrito por Johnson y Sonuparlac en la ref. 6, con el revestimiento de conversión de CVR de la presente invención. La relación típica para mezclas sencillas sería:

$$(1-f)^3 = \frac{K_m}{K_c} \left[\frac{K_c - K_p}{K_m - K_p} \right]^3 \quad (5)$$

Donde f es la fracción en volumen de partículas y K_m , K_p y K_c son las conductividades térmicas de la matriz, la partícula y el material compuesto, respectivamente (ref. 7). La ecuación anterior requiere una transferencia de calor perfecta a través de la interfaz partícula-matriz. Esto está limitado por la dispersión de fonones en la interfaz entre los diferentes componentes. Los cálculos se realizaron para estimar K_p para juzgar la eficacia de la interfaz térmica. Para un material compuesto de aluminio con un 50 % en volumen de partículas de diamante revestidas con el proceso CVR, se usó un valor de 200 W/m.k para K_m y de 650 W/k.m para K_c (que se obtuvo para un material compuesto producido usando la tecnología de revestimiento CVR de esta invención). Esto dio como resultado un valor calculado para K_p de ~1938 W/m.k que está próximo al valor máximo presentado para la conductividad térmica del diamante. Este resultado indica que el revestimiento de CVR como enseña la presente invención proporciona una interfaz térmica casi perfecta. A continuación se realizó el cálculo para el material compuesto descrito por Johnson y Sonuparlac en la ref. 6 que tenía un revestimiento CVI grueso de la presente invención sobre las partículas del diamante. Usando valores del 45 % en volumen para la carga de diamante, 200 W/m.k para K_m y 250 para K_c , el valor calculado para K_p era de ~322 W/m.k. De esta manera, el revestimiento de CVR graduado fino

proporciona una interfaz térmica mucho mejor que el revestimiento de CVI.

El papel del SiC en el acoplamiento acústico puede entenderse mejor mediante el siguiente análisis. Tratando los fonones de acuerdo con la teoría de ondas, y suponiendo ondas acústicas transversales a una incidencia normal, el coeficiente de reflexión (de intensidad) en un límite entre dos materiales diferentes se da como:

$$R = \left[\frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} \right]^2 \quad (6)$$

Donde Z es la impedancia acústica, igual a la raíz cuadrada del producto de la densidad de masa y el módulo elástico. Claramente, la reflexión mínima y, por lo tanto, la transmisión máxima ocurren cuando $Z_1 = Z_2$. La reflexión y, por lo tanto, la dispersión de fonones, aumenta a medida que aumenta delta Z. En el caso de la conductividad térmica, la impedancia acústica óptima para un material de revestimiento sería:

$$Z_{\text{revestimiento}} = \sqrt{Z_1 Z_2} \quad (7)$$

La Tabla II da la impedancia acústica de los materiales pertinentes. Obsérvese que la impedancia acústica del SiC es parecida a la impedancia coincidente óptima calculada a partir de la Ecuación 7 (276×10^5 kg/m.s calculada frente a 310×10^5 kg/m.s para SiC) para una interfaz Al-diamante. Esto predeciría el excelente rendimiento del diamante revestido por conversión de SiC en la matriz de aluminio.

Tabla II. Impedancia acústica de diversos materiales			
	Al	Diamante	SiC
Z(10^5 kg/ms):	136	561	310

En la Figura 1 se ilustra un proceso preferido para revestir el polvo de diamante en forma de partículas. Las partículas de diamante se colocan sobre un tejido de SiC de soporte, que se después coloca en un crisol y se calienta a la temperatura de reacción. El crisol se coloca en un horno, en el cual se genera una presión parcial de SiO mediante una reacción entre SiO₂ y un agente reductor tal como Si o C. Después de un tiempo predeterminado a la temperatura para que se complete la reacción de conversión de SiO-diamante, el horno se enfría y el tejido que soporta los diamantes revestidos se retira del crisol. Las partículas de diamante revestidas por conversión de SiC se retiran del tejido por desprendimiento del tejido de los diamantes revestidos. Cualquier aglomerado entonces se rompe por agitación mecánica.

La reacción entre el diamante y el SiO para formar diamante revestido con SiC generalmente transcurrirá más rápido a medida que aumenta la temperatura del proceso. Sin embargo, a un cierto umbral de temperatura, el diamante puede convertirse en grafito. Para establecer las condiciones limitantes en el aparato de la Figura 1, se realizaron los siguientes experimentos. Se colocaron partículas de diamante (Synthetic Diamond de Oshmens Corp.) en un crisol y se calentaron a 1550 grados centígrados y 1600 grados centígrados durante hasta 4 horas. La difracción por rayos X (XRD) de los polvos tratados con calor indicaba el patrón para diamante, sin evidencia de grafito. En un experimento separado, el polvo de diamante, que se había hecho reaccionar con SiO (Tabla III, Experimento 4), se calentó a 1660 grados centígrados durante 3 horas. El patrón de XRD no dio indicación de ninguna conversión de diamante a grafito. Sin embargo, cuando el mismo polvo se calentó a 1800 grados centígrados durante 8 horas, el patrón XRD en esta muestra mostró un gran pico de grafito, un pico de diamante ensanchado, y un pico de SiC a partir de la reacción de conversión de SiC. La conversión significativa de diamante a grafito después de 8 horas a 1800 grados centígrados condujo a una decisión de restringir las reacciones de diamante-SiO para reducir el tiempo y/o la temperatura.

Se realizaron una serie de ensayos en horno para hacer reaccionar a las partículas de diamante con SiO. El generador de SiO (g) para la conversión de partículas de diamante se preparó añadiendo relaciones equimolares de silicio (Si) y sílice (SiO₂). La sílice usada tenía un tamaño de partícula de 150-300 micrómetros. La mezcla se molió durante 1 hora usando un medio de molienda de alúmina. La reacción del Si y el SiO₂ transcurre más rápido a medida que se reduce el tamaño de partícula del SiO₂. Para minimizar este efecto, se usó sílice del mismo tamaño de partícula (150-300 micrómetros) y el tiempo de molienda se fijó a 1 hora.

Se hizo reaccionar polvo de diamante con un tamaño de partícula variable, de 0,5 micrómetros a 120 micrómetros, a temperaturas que variaban de 1450 grados centígrados a 1600 grados centígrados durante tiempos de 1-8 horas. Las partículas de diamante revestidas se examinaron después por XRD. Los experimentos se resumen en la Tabla III. Los espectros de XRD de los diamantes mostraron un cambio que se atribuye a la presencia de una pequeña concentración de SiC.

Exp. N°	Tamaño de partícula de diamante (micrómetros)	Temperatura Máxima (C)	Tiempo a Temp Máx. (h)	Relación altura de pico XRD SiC/diamante
1	15-30	1450	1	0,026
2	15-30	1550	3	0,073
3	120-150	1550	3	0,017
4	100-120	1550	3	0,014
5	30-40	1550	3	0,064
6	40-50	1550	3	0,014
7	100-120	1550	3	0,023
8	100-120	1550	3	0,015
9	100-120	1600	4	0,035
10	100-120	1600	4	0,034
11	100-120	1450	8	0,032
12	100-120	1550	3	0,041
13	100-120	1550	3	0,033
14	0,5-2,0	1550	3	0,595
15	0,5-2,0	1450	3	0,138
16	0,5-2,0	1450	1	0,111
17	0,5-2,0	1420	3	0,103

La última columna de la Tabla III muestra la relación de altura de pico para beta-SiC a $2\theta = 35,7$ respecto a la altura de pico para diamante a $2\theta = 44,0$. Aunque la relación de alturas de pico por XRD no es un procedimiento cuantitativo para el análisis composicional, permite una estimación aproximada del contenido relativo (aunque no absoluto) de SiC a diamante en los polvos reaccionados. Los datos en la Tabla III indican la variable con el mayor impacto sobre la formación de SiC en el tamaño de partícula del diamante. La relación de altura de pico de SiC a diamante generalmente es de 0,01-0,04 para 100-120 micrómetros de partículas de diamante, 0,03-0,07 para 15-30 micrómetros de diamante y 0,1-0,6 para 0,5-2 micrómetros de diamante. De esta manera las mayores partículas de diamante parecen tener el menor contenido de SiC. Para un diamante con tamaño de partícula dado, un aumento en la temperatura y el tiempo para la reacción generalmente da como resultado una mayor relación de altura de pico de SiC a altura de pico de diamante. Dada esta información y la suposición de esta invención, sería de esperar que la mayor conductividad térmica para un material compuesto se obtuviera usando los diamantes que tienen la menor relación de altura de pico XRD de SiC a altura de pico XRD de diamante. Uno de estos polvos de diamante sería del Experimento 4, Tabla III, con un tamaño de partícula de 100-120 micrómetros y reaccionado durante 3 horas a 1550 grados centígrados con SiO. A la inversa, podría esperarse que el polvo de diamante con un tamaño de partícula de 0,5-2,0 micrómetros produjera materiales compuestos con la menor conductividad térmica.

REALIZACIÓN DE LA FIGURA 2

La Figura 2 es un esquema del conjunto de colada por compresión para formar los materiales compuestos de matriz metálica de diamante. El polvo de diamante se pone directamente en la cavidad del troquel de una herramienta con troquel de acero y se agita para conseguir la densidad de compactación completa. El lecho de polvo de diamante se cubre con una lámina de papel cerámico de alúmina de 0,79 mm (0,79 mm (1/32")) que actúa como un filtro para retirar las partículas de óxido del fundido durante la infiltración. Para evitar el arrastre de gases en la colada del troquel, se mantiene un hueco de 0,13 mm (0,005") alrededor del pistón inferior en el troquel para permitir que el aire atrapado escape durante la infiltración. El aluminio se calienta por encima de la temperatura de fusión (660 grados centígrados) bajo una capa de gas argón para evitar la oxidación. El troquel se calienta por separado a una temperatura ligeramente por debajo del punto de fusión del Al. El troquel calentado se retira del horno de calentamiento y se transfiere a la máquina de colada y el Al fundido se vierte en el tubo de inyección calentado del troquel. La infiltración se completa en unos pocos segundos bajo presurización. El troquel se enfría mediante enfriamiento no forzado en la máquina de colada antes de retirar la colada, que consiste en la parte colada y la mazarota unida.

Otras realizaciones

Debe entenderse que aunque la invención se ha descrito junto con la descripción detallada de la misma, la descripción anterior pretende ilustrar y no limitar el alcance de la invención, que se define mediante el alcance de las reivindicaciones adjuntas. Otros aspectos, ventajas y modificaciones están dentro del alcance de las siguientes reivindicaciones.

Ejemplos

Ejemplo 1

5 Un material compuesto de matriz metálica de aluminio que tiene partículas de diamante dispersadas en su interior se formó mediante el siguiente método. El polvo de diamante no revestido suelto (Synthetic Diamond de Oshmens Corp.) con un tamaño de 15-30 micrómetros se puso directamente en la cavidad del troquel de una herramienta con troquel de acero (como se ilustra en la Figura 2) y se agitó para conseguir una densidad de compactación completa del 50-55 %. Las dimensiones de la cavidad del troquel eran 51 mm x 51 mm x 6,4 mm (51 mm x 51 mm x 6,4 mm (2" x 2" x 0,25")). El lecho del polvo de diamante se cubrió con una lámina de 0,79 mm (1/32") de espesor de papel cerámico de alto contenido de alúmina que actúa como filtro para retirar las partículas de óxido del fundido durante la infiltración. Para evitar el arrastre de gases en la colada del troquel, se mantiene un hueco de 0,13 mm (0,005") alrededor del pistón inferior en el troquel para permitir que el aire atrapado escape durante la infiltración. Un metal de aluminio con una pureza del 99,8 % se calentó a 850 grados centígrados bajo una capa de gas Ar para evitar la oxidación. El troquel se calentó por separado a una temperatura de 650 grados centígrados, ligeramente por debajo del punto de fusión del Al (660 grados centígrados). El troquel calentado se retiró del horno de calentamiento y se transfirió a la máquina de colada en 2 segundos y el Al fundido se vertió en el tubo de inyección calentado del troquel mantenido a 200 grados centígrados. La infiltración se completó en 2 segundos, usando una velocidad del vástago de 2,5 mm/s (2,5 mm/s (0,1 pulgadas/s)) bajo presurización y una presión máxima de 103,4 MPa (15 ksi). El troquel se enfrió a 300 grados centígrados mediante enfriamiento no forzado en la máquina de colada antes de retirar la colada. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras producidas por un número de pasos de colada se volvió a valores de conductividad en el intervalo de 55-60 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión de 4 puntos produjo una resistencia a ruptura promedio de 151,7 MPa (151,7 MPa (22 ksi)) (promedio de 6 mediciones).

Ejemplo 2

Se repitió el procedimiento para formar un material compuesto de matriz metálica de aluminio con polvo de diamante no revestido descrito en el ejemplo 1 usando polvo de diamante no revestido de 100-120 micrómetros.

La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras producidas por un número de pasos de colada devolvió valores de conductividad en el intervalo de 150-200 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión de 4 puntos produjo una resistencia a la ruptura promedio de 117,2 MPa (117,2 MPa (17 ksi)) (promedio de 6 mediciones).

Ejemplo 3

Se repitió el procedimiento para formar un material compuesto de matriz metálica de aluminio con polvo de diamante no revestido descrito en el ejemplo 1 usando polvo de diamante no revestido de 0,5-2 micrómetros. La medición por pulso láser de la conductividad térmica sobre un número de muestras producidas por un número de pasos de colada dio un valor promedio de conductividad de 105 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión en 4 puntos produjo una resistencia a la ruptura promedio de 151,7 MPa (22 ksi).

Ejemplo 4

Un proceso para producir una serie de partículas de diamante que tienen un revestimiento de conversión de SiC sobre las partículas respectivas se realizó de la siguiente manera. Las partículas de diamante (Synthetic Diamond de Oshmens Corp.) con un tamaño de partícula de 15-30 micrómetros se hicieron reaccionar con SiO mediante un proceso de reacción química en fase vapor de la siguiente manera. Se utilizaron los crisoles de la descripción mostrados en la Figura 1. Los crisoles se cargaron con 30 gramos de partículas de diamante y los crisoles se colocaron en un horno de alta temperatura donde se hizo que el SiO fluyera a través de la serie de partículas de diamante en contacto con la superficie de cada partícula y las partículas se calentaron en el horno. El horno se calentó a 1550 grados centígrados en una atmósfera no oxidante usando una atmósfera de argón fluido, y se mantuvo a esa temperatura durante 3 horas. Después de que el horno se enfriara a temperatura ambiente, las partículas de diamante con el revestimiento de conversión de SiC se retiraron del tejido de SiC.

Ejemplo 5

El polvo de diamante revestido que comprende una serie de partículas de diamante revestidas por conversión del ejemplo 4 (tamaño de partícula 15-30 micrómetros) se puso directamente en la cavidad del troquel de una herramienta con troquel de acero (como se ilustra en la Figura 2) y se agitó para conseguir una densidad de compactación completa del 50-55 %. Las dimensiones de la cavidad del troquel eran 51 mm x 51 mm x 6,4 mm (2" x 2" x 0,25"). El lecho de polvo de diamante de las partículas revestidas por conversión de SiC se cubrió con una lámina de 0,79 mm (1/32") de espesor de papel cerámico de alto contenido de alúmina que actúa como filtro para retirar las partículas de óxido del fundido durante la infiltración. Para evitar el arrastre de gases en la colada del troquel, se mantuvo un hueco de 0,13 mm (0,005") alrededor del pistón inferior en el troquel para permitir que el aire

atrapado escapara durante la infiltración. Se calentó aluminio metálico con una pureza del 99,8 % a 850 grados centígrados en una atmósfera no oxidante, bajo una capa de gas Ar para evitar la oxidación. El troquel se calentó por separado a una temperatura de 650 grados centígrados, ligeramente por debajo del punto de fusión de Al (660 grados centígrados). El troquel calentado se retiró del horno de calentamiento y se transfirió a la máquina de colada en 2 segundos y el Al fundido se vertió en el tubo de inyección calentado del troquel mantenido a 200 grados centígrados. La infiltración se completó en 2 segundos, usando una velocidad del vástago de 2,5 mm/s (0,1 pulgadas/s) bajo presurización y una presión máxima de 103,4 MPa (15 ksi). El troquel se enfrió a 300 grados centígrados mediante enfriamiento no forzado en la máquina de colada antes de retirar la colada. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras producidas en un número de pasos de colada dio valores de conductividad en el intervalo de 234-250 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión en 4 puntos produjo una resistencia a ruptura promedio de 372,3 MPa (54 ksi) (promedio de 6 mediciones).

Ejemplo 6

Se hicieron reaccionar partículas de diamante de un tamaño 100-120 micrómetros con SiO repitiendo el proceso de reacción química en fase vapor descrito en el ejemplo 4 para producir una serie de partículas de diamante revestidas por conversión de SiC de mayor tamaño de partícula que aquellas del Ejemplo 4.

Ejemplo 7

Se repitió el procedimiento de colada en troquel para formar un material compuesto de matriz metálica de aluminio descrito en el ejemplo 1 usando la serie de polvo de diamante de 100-120 micrómetros tratada con reacción química en fase vapor descrita en el ejemplo 6. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras del material compuesto de partículas de diamante revestidas por conversión de SiC en la matriz metálica de aluminio producidas por un número de pasos de colada dio valores de conductividad en el intervalo de 575-620 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión en 4 puntos produjo una resistencia a la ruptura promedio de 351,6 MPa (51 ksi) (promedio de 6 mediciones). El coeficiente de expansión térmica del material compuesto se midió a $7,1 \times 10^{-6}$ cm/cm/grado centígrado ($7,1 \times 10^{-6}$ pulgada/pulgada/grado centígrado)).

Ejemplo 8

Se hicieron reaccionar partículas de diamante de un tamaño de 0,5-2 micrómetros con SiO mediante el proceso de reacción química en fase vapor descrito en el ejemplo 4 para producir una serie de partículas de diamante revestidas por conversión de diferente tamaño.

Ejemplo 9

Se repitió el proceso de colada para formar un material compuesto de matriz metálica de aluminio descrito en el ejemplo 1 usando la serie de polvo de diamante de 0,5-2 micrómetros tratada con reacción química en fase vapor descrita en el ejemplo 8. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras del material compuesto de partículas de diamante revestidas por conversión de SiC en la matriz de aluminio produjo mediante un número de pasos de colada dio un valor promedio de conductividad de 150 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión en 4 puntos produjo una resistencia a la ruptura promedio de 351,6 MPa (51 ksi).

Ejemplo 10

Se mezcló un gramo de resina fenólica con 1,2 gramos de Si en polvo y se molió en un molino de bolas durante una noche. Se añadieron a la mezcla cuatro gramos de polvo de diamante con un tamaño de partícula de 100-120 micrómetros, que se mezcló minuciosamente. La mezcla se presionó a una presión de 34,5 MPa (5 ksi) en un troquel de 12,7 mm (0,5") de diámetro y se calentó a 160 grados centígrados para proporcionar resistencia en verde. El pequeño gránulo resultante se pirolizó a 1600 grados centígrados durante 1 h para producir una preforma rígida con una resistencia de >103,4 MPa (15 ksi). El gránulo se puso en un troquel de acero y se infiltró con Al usando las mismas condiciones que las descritas anteriormente en el ejemplo 1. La medición por pulso láser de la conductividad térmica sobre un número de muestras del material compuesto de partículas de diamante revestidas por conversión de SiC en la matriz de aluminio producidas por un número de pasos de colada produjo valores de conductividad en el intervalo de 300-320 W/m.k.

Ejemplo 11

Se repitió el proceso del ejemplo 10 usando una cantidad reducida de resina fenólica y Si: 0,5 g de resina fenólica y 0,6 g de Si en polvo. El peso de polvo de diamante era el mismo que en el ejemplo 10 a 4 g. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras del material compuesto de partículas de diamante revestidas por conversión de SiC en la matriz de aluminio producidas por un número de pasos de colada produjo un

valor de promedio de conductividad 475 W/m.k.

Ejemplo 12

5 Se formó una estructura compuesta que comprendía partículas de diamante dispersadas en una matriz metálica de magnesio usando un proceso como se describe de forma general en el ejemplo 1. El polvo de diamante no revestido
 10 suelto, con un tamaño de 100-120 micrómetros, se puso directamente en la cavidad del troquel de una herramienta con troquel de acero con dimensiones 51 mm x 51 mm x 6,4 mm (2" x 2" x 0,25") y se agitó para conseguir una densidad de compactación completa del 50-55 %. El lecho de polvo de diamante después se cubrió mediante una
 15 lámina de 0,79 mm (1/32") de espesor de papel cerámico de alto contenido de alúmina que actúa como un filtro para retirar las partículas de óxido del fundido durante la infiltración. Para evitar el arrastre de gases en la colada del troquel, se mantuvo un hueco de 0,13 mm (0,005") alrededor del pistón del fondo en el troquel para permitir que el
 20 aire atrapado escapara durante la infiltración. El fundido de Mg con una pureza del 99,8 % se calentó a 830 grados centígrados bajo una capa de gas Ar-2,5 % SF6 para evitar la oxidación. El troquel se calentó por separado a una temperatura de 620 grados centígrados, ligeramente por debajo del punto de fusión del Mg (647 grados centígrados). El troquel calentado que contenía el polvo de diamante se retiró del horno de calentamiento y se transfirió a la máquina de colada en 2 segundos y se vertió un fundido de Mg puro en el tubo de inyección calentado del troquel mantenido a 200 grados centígrados. La infiltración se completó en 2 segundos, usando una velocidad de vástago de 2,5 mm/s (0,1 pulgadas/s) bajo presurización y una presión máxima de 103,4 MPa (15 ksi). El troquel se
 25 enfrió a 300 grados centígrados mediante enfriamiento no forzado en la máquina de colada antes de retirar la colada. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras del material compuesto producidas por un número de pasos de colada devolvió valores de conductividad en el intervalo de 120-250 W/m.k.

Ejemplo 13

25 Se repitió el procedimiento para formar un material compuesto de matriz metálica de magnesio como se describe en el ejemplo 12 usando el polvo de diamante tratado mediante reacción química en fase de vapor de 100-120 micrómetros que tenía un revestimiento de conversión integral de SiC como se describe en el ejemplo 6. La medición por pulso láser de la conductividad térmica en un número de muestras del material compuesto de
 30 partículas de diamante revestidas por conversión de SiC dispersadas en la matriz metálica de magnesio producidas por un número de pasos de colada devolvió valores de conductividad en el intervalo de 520-550 W/m.k. La medición de la resistencia del material compuesto usando ruptura por torsión en 4 puntos produjo una resistencia a la ruptura promedio de 193,1 MPa (28 ksi) (promedio de 6 mediciones).

Ejemplo 14

35 Se puso una cantidad de partículas de diamante con un tamaño de 100-200 micrómetros en una columna con una purga de gas argón que se pulsó para sacudir y mover las partículas de diamante. La columna de partículas de diamante se calentó a 1200 grados centígrados y se hizo pasar un gas organometálico para SiC (muchos son adecuados para depositar SiC, tal como metiltriclorosilano, dimetildiclorosilano, trietilsilano, etc.) a través de las
 40 partículas de diamante, de manera que un revestimiento fino de SiC se depositó sobre las partículas de diamante. Después de detener la deposición, la cantidad de partículas de diamante revestidas de SiC se calentó a 1600 grados centígrados durante 1 hora para provocar la difusión del SiC en la superficie del diamante y producir un revestimiento de conversión de SiC sobre las partículas de diamante, que después eran adecuadas para su
 45 inclusión como partículas de diamante dispersadas en una matriz de magnesio metálico como en el ejemplo 13.

Ejemplo 15

50 Se realizó un experimento análogo al ejemplo 14 usando una matriz metálica de magnesio excepto que se utilizaron tetracloruro de silicio e hidrógeno para depositar el silicio sobre la superficie de la partícula de diamante (tamaño de partícula 100-120 micrómetros) a 1100 grados centígrados. Después de que se formara un revestimiento fino de silicio, el diamante revestido con Si se calentó a 1600 grados centígrados durante 1 hora, en el que el Si reaccionó con la superficie del diamante para formar una capa de conversión de SiC sobre la superficie de la partícula de
 55 diamante.

Ejemplo 16

60 Las partículas de diamante revestidas por conversión del SiC descritas en los ejemplos 14 y 15 se colaron por compresión con aluminio como se describe en el ejemplo 1 para producir partículas de diamante revestidas con SiC compuestas en una matriz metálica de aluminio. Una medición por pulso láser de la conductividad térmica dio valores en el intervalo de 550-620 W/m.k.

Ejemplo 17

65 Para preparar piezas con forma de red, se preparó una herramienta de grafito para el troquel de colada a partir de la materia prima de grafito que se premechanizó con una forma de cavidad correspondiente a la forma y espesor de la

pieza con forma de red requerida y se cubrió con una capa de grafito. Se mantuvieron las tolerancias de la herramienta a +/- 0,13 mm (0,005") para las placas y piezas redondas. La herramienta de grafito completada y la tapa se perforaron después con una serie de orificios de 1,59 mm (1/16") perforados a través de las mismas para permitir que el aire escapara desde la carga de diamante durante la colada. La herramienta de grafito podría también tener un diseño con una serie de surcos que correspondieran a las aletas en un diseño de sumidero de calor, por ejemplo, o con un puntal en una localización correspondiente a un orificio pasante en una pieza de diamante/Al dispersora de calor para permitir un punto de fijación. Para llenar el troquel con polvo de diamante, la herramienta de grafito se envolvió en papel cerámico que se fijó en su sitio mediante una fibra de grafito continua en una configuración de fleje bobinado para cubrir todos los orificios pasantes perforados. El polvo de diamante se vertió en el molde y se golpeó suavemente para obtener la densidad de compactación completa correspondiente al 45-55 % del volumen del molde. La herramienta de grafito se puso en un troquel de colada por compresión permanente de acero y se infiltró con aluminio metálico fundido a una presión de 20,7-69 MPa (3-10 ksi). Para retirar la herramienta de grafito después de la colada, el metal de Al extendido por encima se mecanizó y la herramienta de grafito que rodeada toda la pieza compuesta totalmente infiltrada se retiró mediante chorreado con grava con perlas de vidrio de malla 325. Los alimentadores o puertas de metal de 1,59 mm (1/16") restantes correspondientes a los orificios perforados a través de la herramienta original para facilitar el flujo de Al se sometieron a cizalla usando una herramienta manual para dejar salir la colada de diamante-aluminio compuesta con forma de red. La medición de conductividad térmica en las estructuras compuestas de diamante-aluminio en forma de red de las piezas coladas en la herramienta de grafito usando polvo de diamante como se describe en el ejemplo 6, en la que el tamaño de partícula del diamante era 100-120 micrómetros y el polvo tenía un revestimiento de conversión de SiC por CVR, dieron valores en el intervalo de 520-600 W/m.k. La resistencia a torsión de cuatro puntos de los revestimientos era 317,2-351,6 MPa (46-51 ksi). En una aplicación de dispersor de calor, las lengüetas de la puerta se dejaron fijadas de manera que esta geometría proporcionaba una alta área superficial para proporcionar la transferencia de calor excepcionalmente alta con el paso de aire sobre las lengüetas.

Ejemplo 18

Se preparó una placa compuesta de diamante/Al de dimensiones 51 x 51 x 2,5 mm (2 x 2 x 0,1") por el método de herramienta de grafito descrito anteriormente en el ejemplo 17 y se laminó en caliente a 550 grados centígrados hasta un espesor final de (1,27 mm 0,05") usando múltiples pasadas del rodillo con una reducción de espesor de 0,25 mm (0,010") por pasada con laminado transversal después de una de cada dos pasadas para mantener la planicidad de la pieza. Se observó un agrietamiento mínimo del borde después del laminado que se extendía 2,54 mm (0,1") en la pieza. Estos bordes se retiraron por cizalla. La conductividad térmica de la pieza se midió antes y después del laminado y permaneció sin cambios a 520 W/m.k. La resistencia de la pieza era 351,6 MPa (51 ksi), medida con una torsión de 4 puntos.

Ejemplo 19

Se produjo una placa compuesta de diamante/Al de 1,27 mm (0,05") de espesor mediante la operación de laminado descrito anteriormente en el ejemplo 18. Esta placa compuesta se estampó en caliente en un troquel cerrado a 500 grados centígrados para formar una pieza de 3,2 x 6,4 x 0,76 mm (0,125 x 0,25 x 0,03") de espesor con un borde elevado de 1,27 mm (0,05") de altura que la rodeaba. La conductividad térmica de la pieza se mantuvo a 520 W/m.k. después del estampado.

Ejemplo 20

Se produjo una placa compuesta de diamante/Al con un tamaño de 25,4 x 25,4 x 5,1 mm (1 x 1 x 0,2") mediante colada por compresión como se ha descrito anteriormente en el ejemplo 7. Esta placa compuesta después se forjó en caliente en un troquel abierto a 500 grados centígrados con una presión aplicada de 103,4 MPa (15 ksi) y una velocidad de deformación de 0,0001/s. Después del forjado, el espesor de la placa compuesta se redujo de 6,35 a 1,27 mm (de 0,25 a 0,05") que correspondía a una deformación por forjado del 150 %. La medición de la conductividad térmica de la placa compuesta después del forjado mostró que la conductividad térmica del material permanecía sin cambios desde el valor de partida de 585 W/m.k antes del forjado.

Ejemplo 21

Un polvo de diamante revestido con un tamaño de malla de 100-120 (100 micrómetros), como se describe en el ejemplo 6, se mezcló totalmente con polvo de Al con una pureza del 99,8 % con un tamaño de 45 micrómetros por volteo en un molino de bolas cerámicas. La relación en peso de los dos polvos se eligió para que correspondiera al 40 % en el volumen del compuesto diamante/Al. La mezcla en polvo se transfirió a un troquel de grafito de colada de 25,4 mm (1") de diámetro y se prensó en caliente a una temperatura cercana al punto de fusión de Al durante 1 h a 640 grados centígrados a una presión de 41,4 MPa (6 ksi). El tocho compuesto de diamante y aluminio resultante se seccionó para medición de la resistencia y la conductividad térmica. Las mediciones de conductividad térmica estaban en el intervalo de 400-430 W/m.k y las mediciones de resistencia de cuatro puntos eran de 317,2-358,5 MPa (46-52 ksi).

Ejemplo 22

Una estructura compuesta comprendida de una matriz metálica compuesta de cobre que tenía partículas de diamante revestidas por conversión de SiC dispersadas en su interior se formó por los siguientes métodos. El polvo de diamante revestido por conversión de SiC suelto con un tamaño de 100-120 micrómetros preparado como en el ejemplo 6 se mezcló bien con polvo de Cu con una pureza del 99,9 % para producir una carga de diamante con Vf = 35-40 %. El polvo se volteó durante 2 h para completar la mezcla y se "enlató" en un tubo de Mo evacuado y se sometió a una presión de 103,4 MPa (15 ksi) durante 2 h a una temperatura de 1025 grados centígrados. El tocho consolidado se retiró de la "lata" y se forjó en caliente hasta una reducción de espesor del 75 %. El material compuesto se seccionó para la medición de conductividad térmica y mostró un valor de 550 W/m.k.

Ejemplo 23

Una estructura compuesta similar a la descrita en el ejemplo 22 comprendida de una matriz metálica de cobre, con partículas de diamante dispersadas en su interior, se formó de la siguiente manera: polvo de diamante revestido por conversión de SiC suelto de un tamaño de 100-120 micrómetros se metalizó con cobre usando una reducción química y un electrolito conocidos en la técnica. El espesor del revestimiento era suficiente para proporcionar una carga de partícula de diamante con Vf = 35-40 % tras la consolidación completa del polvo. El polvo revestido se consolidó usando técnicas de sinterización activadas por campo (FAST) conocidas en la técnica como sinterización activada por plasma (PAS) que consiste en la aplicación de presión al polvo (diamante revestido con cobre con la conversión superficial de SiC) durante una descarga pulsátil de energía. La conductividad térmica se determinó que era 566 W/m.k.

Referencias

- 1) "Packaged for the Road" Mechanical Engineering, julio 2001.
- 2) Hojas de datos publicadas por Lanxide Corporation de materiales compuestos fabricados por LANXIDE TM, PRIMEX TM y PRIMEX CAST TM, EE.UU., 1997.
- 3) Hojas de datos publicadas por Duralcan Corp. de materiales compuestos fabricados por colada con agitación, EE.UU., 1994.
- 4) A. L. Geiger, D. P. H. Hasselman, y P. Welch, Acta Mater., Vol 45, N° 9, pág. 3911-3914, (1997).
- 5) "A new substrate for Electronic packaging: AlSiC Composites", M. Occhinero, R. Adams, y K. Fennessey, Proceedings of the 4th Annual Portable by Design Conference, Electronics Design, 24-27 de marzo, pág. 398-403.
- 6) "Diamond/Al metal matrix composites formed by the pressureless metal infiltration process", W. Johnson y B. Sonuparalak, J. Materials Research, V8, N° 5, pág. 1169-1173, 1993.
- 7) "The effect of particle size on the thermal conductivity of ZnS/diamond composites", A. Every, Y. Tzou, D. Hasselman, R. Raj, Acta Mater., V40, N°1, pág. 123-129, 1992.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para preparar un material compuesto de matriz metálica con conductividad térmica muy alta, comprendiendo dicho material compuesto una matriz metálica que contiene un polvo formado de partículas de diamante dispersadas en su interior, que comprende las etapas de:
- (a1) proporcionar las partículas de diamante respectivas que comprenden el polvo de diamante con una capa fina de SiC poniendo en contacto dichas partículas de diamante con una especie gaseosa que contiene Si mientras se somete dichas partículas a calor a una temperatura suficiente para provocar que el Si del gas reaccione con el carbono de la superficie de las partículas de diamante, convirtiendo de esta manera la capa superficial de las partículas de diamante en una capa fina de SiC, o
- (a2) proporcionar las partículas de diamante respectivas que comprenden el polvo de diamante con una capa fina de SiC preparando una mezcla de resina fenólica, polvo de Si y dicho polvo de diamante, comprimiendo dicha mezcla para formar una preforma y calentando dicha preforma a una temperatura suficiente para provocar una reacción química entre el polvo de Si y las superficies de carbono de las partículas de diamante respectivas, lo que da como resultado la formación de una capa de conversión superficial de SiC fina sobre las partículas de diamante respectivas,
- (b) colocar las partículas de diamante estratificadas con SiC en una cavidad del troquel de un aparato de colada por compresión,
- (c) introducir a presión la colada por compresión de un metal fundido seleccionado para formar la matriz en dicha cavidad del troquel que contiene el polvo de diamante revestido, en condiciones de calor y presión eficaces para infiltrar por presión el polvo de diamante con el metal fundido y enfriar el troquel, en el que el metal empleado para la matriz metálica consiste en aluminio, magnesio o cobre, o una aleación de uno o más de dichos metales, y el material compuesto de matriz metálica resultante tiene una conductividad térmica mayor de 300 W/m.k.
2. Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que el metal empleado para la matriz metálica es aluminio, magnesio o cobre.
3. Una estructura compuesta de matriz metálica preparada por el proceso de la reivindicación 1, comprendida de una matriz metálica que tiene partículas de diamante dispersadas en su interior, en la que dichas partículas de diamante están **caracterizadas por** la presencia de una capa de beta-SiC unida químicamente a la superficie de las mismas; dicha estructura compuesta tiene una conductividad térmica mayor de 300 W/m.k., en la que el material de la matriz metálica es aluminio, magnesio o cobre o una aleación de uno o más de dichos metales.
4. Una estructura compuesta de acuerdo con la reivindicación 3, que tiene una conductividad térmica mayor de 400 W/m.k.
5. Una estructura compuesta de acuerdo con la reivindicación 3, que tiene una conductividad térmica mayor de 500 W/m.k.
6. Una estructura compuesta de acuerdo con la reivindicación 3, que tiene una conductividad térmica mayor de 600 W/m.k.
7. Una estructura compuesta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3-6, en la que el material de la matriz metálica es aluminio.
8. Una estructura compuesta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3-7, en la que dicha capa de SiC está comprendida de un revestimiento de conversión superficial formado por una reacción química en fase vapor entre SiO gaseoso y las partículas de diamante respectivas.
9. Una estructura compuesta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3-8, en la que dicha capa de SiC está comprendida de un revestimiento de conversión superficial formado calentando una preforma de Si en polvo y diamante en polvo más un aglutinante, siendo el fin de dicho aglutinante mantener el Si en contacto con la superficie de las partículas de diamante respectivas, y calentando dicha preforma a una temperatura suficiente para provocar que ocurra la reacción de conversión superficial.
10. Una estructura compuesta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3-9, en la que el proceso utilizado para consolidar la estructura compuesta es colada por compresión a presión.
11. Un sustrato de alta conductividad térmica para encapsulados electrónicos de LDMOS, en el que el sustrato es una estructura compuesta de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 3-10.
12. Un encapsulado electrónico que contiene un chip de LDMOS unido a un sustrato de acuerdo con la reivindicación 11.

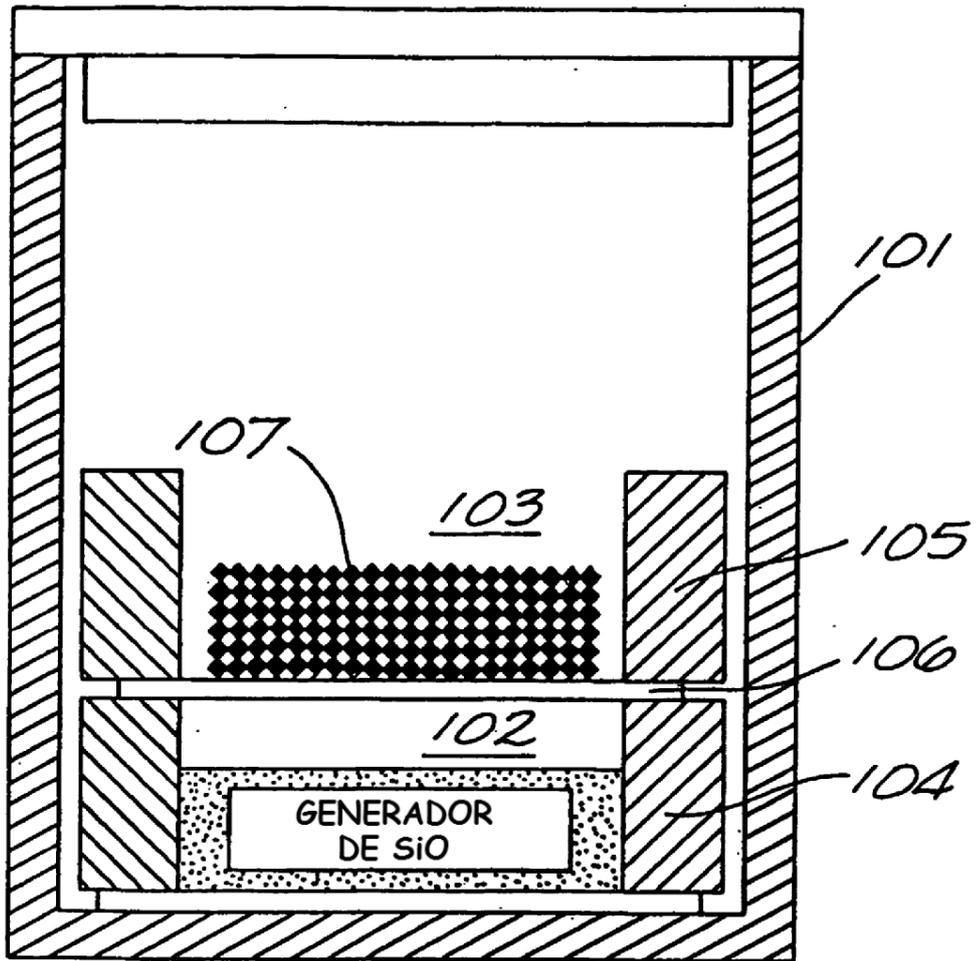


FIG. 1

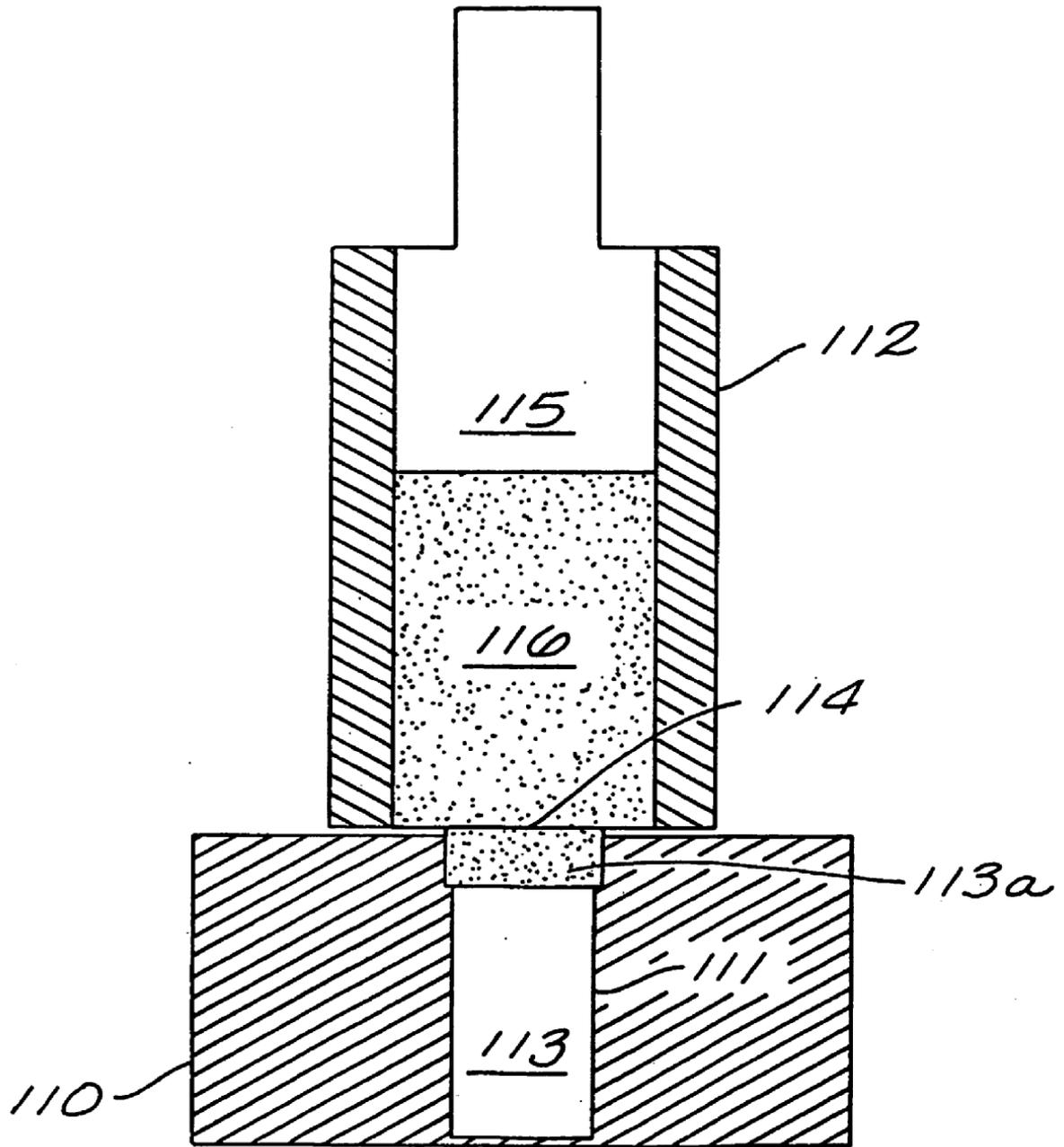


FIG. 2