



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 113146158 B
(45) 授权公告日 2021. 12. 24

(21) 申请号 202110432577.X	(51) Int.Cl.
(22) 申请日 2021.04.21	B23P 15/00 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号	G23C 16/01 (2006.01)
申请公布号 CN 113146158 A	G23C 16/27 (2006.01)
(43) 申请公布日 2021.07.23	G23C 16/503 (2006.01)
(66) 本国优先权数据	审查员 董伟
202110108170.1 2021.01.27 CN	
(73) 专利权人 北京科技大学	
地址 100083 北京市海淀区学院路30号	
专利权人 北京科技大学顺德研究生院	
(72) 发明人 郑宇亭 李成明 李世谕 魏俊俊	
刘金龙 陈良贤 安康 欧阳晓平	
(74) 专利代理机构 北京市广友专利事务所有限	
责任公司 11237	
代理人 张仲波	

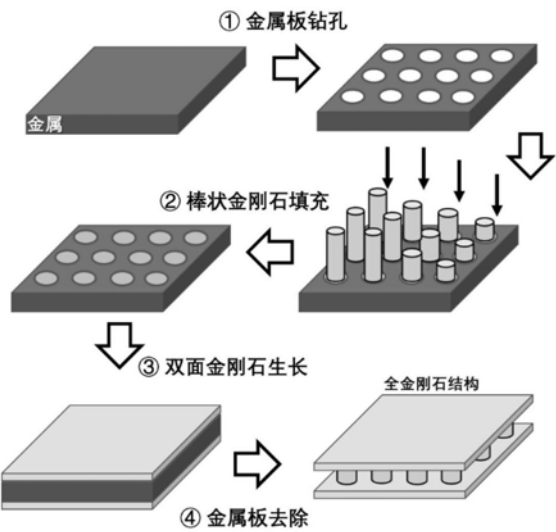
权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种开放式全金刚石散热结构的制备方法

(57) 摘要

一种开放式全金刚石散热结构的制备方法，属于半导体器件散热领域。通过精密机加工以实现钼板的通孔结构。接着对高质量自支撑金刚石厚板进行激光切割而得到与钼板孔形相匹配的金刚石棒，并将其填充至钼板的通孔中。随后对填充金刚石棒的钼板上下表面分别进行金刚石生长，直至实现表面金刚石全覆盖并具有一定厚度。最终通过去除钼板而获得开放式全金刚石结构，以实现高热流密度、强热流冲击、宇航空间环境等极端条件下的有效热排散。本发明采用直流电弧等离子体喷射CVD技术制备出面积大、生长速度快、厚板均匀致密，质量优异的金刚石厚板，从而能够形成不同形状的金刚石棒，以满足不同尺寸及形状要求的开放式全金刚石散热结构的要求。



1. 一种开放式全金刚石散热结构的制备方法,其特征在于,通过精密机加工以实现钼板的通孔结构;通过高质量自支撑金刚石厚板进行激光切割而得到与钼板孔径相匹配的金刚石棒,并将其填充至钼板孔中;随后对填充金刚石棒的钼板上下表面分别进行金刚石再生长,直至实现表面金刚石全覆盖;最终通过去除钼板而获得开放式全金刚石散热结构;

具体包括以下步骤:

步骤1:钼板的精密加工钻孔;

基于设计需要,对经过抛光处理的钼板进行不同孔径或不同孔距的精密钻孔加工,得到所需尺寸的通孔;

步骤2:金刚石棒的制备及填充;

通过激光切割技术将经过研磨抛光的直流电弧等离子喷射CVD金刚石超厚板切分得到尺寸与钼板孔形大小相一致的金刚石棒,并将金刚石棒依次填充至钼板的通孔中,以保证钼板上下表面呈现出水平一致;

步骤3:填充金刚石棒的钼板上下表面的预处理;

将填充有金刚石棒的钼板经过研磨抛光,添加金刚石纳米粉溶液进行双面抛光,表面粗糙度低至10nm-500nm,使钼板及金刚石棒两端表面具有相同表面粗糙度及可附着纳米金刚石的表面凹凸;最后采用丙酮及乙醇超声清洗去除可能残留的纳米粉末及抛光盘碎屑;

步骤4:钼板上表面的预处理及金刚石生长;

在填充有金刚石棒的钼板上表面涂抹纳米金刚石粉末溶液,并静置于烘箱中加热去除溶液中的水分;将填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材,置于直流电弧等离子体喷射CVD装置中,实现金刚石全覆盖并保持金刚石生长至一定厚度;

步骤5:生长金刚石后钼板上表面金刚石层的研磨抛光;

将长有金刚石膜层的钼板上表面经过研磨后置于金刚石抛光盘上,添加金刚石纳米粉溶液进行研磨抛光,使表面粗糙度低至10nm-500nm;

步骤6:钼板下表面的预处理及金刚石生长;

在钼板下表面朝上生长金刚石前将长有金刚石膜层的上表面与衬底间增加一片与所长金刚石层厚度相近的钼薄片,确保钼板下表面金刚石生长条件与上表面生长金刚石时条件相同;同时,重复步骤4的预处理及生长过程,直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材下表面实现金刚石全覆盖,并保持金刚石生长至一定厚度;

步骤7:生长金刚石的钼板下表面的研磨抛光;

重复步骤5的金刚石研磨抛光,使填充金刚石棒的钼板下表面的金刚石膜表面粗糙度同样低至10nm-500nm;

步骤8:钼板的去除

将已经过双面生长金刚石的填充金刚石棒的钼板通过酸处理实现钼板的去除,得到开放式全金刚石散热结构,最终采用丙酮及酒精进行超声清洗。

2. 如权利要求1所述开放式全金刚石散热结构的制备方法,其特征在于,步骤4所述的涂抹纳米金刚石粉末溶液,其纳米金刚石粒度为5nm-100nm,同时需小于抛光后的填充金刚石棒的钼板的表面粗糙度。

3. 如权利要求1所述开放式全金刚石散热结构的制备方法,其特征在于,步骤4所述的

生长步骤为以甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-3\%$),温度为700-1200℃条件下进行金刚石的外延生长,避免基材中填充有金刚石棒的表面部分由于同质外延效应而使金刚石纵向生长过快;直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材上表面;随后提高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)直至金刚石生长至所需厚度。

4.如权利要求1所述一种开放式全金刚石散热结构的制备方法,其特征在于,步骤7所述研磨抛光用颗粒度为500nm、200nm、50nm的金刚石微粉,分别进行预抛光50-100小时;然后更换金刚石粉颗粒度依次为20nm和10nm,并重复上述步骤;随后将其置于精密金刚石抛光盘上,在精密抛光盘上以线速度为30m/min,60m/min情况下分别进行10-100小时。

5.如权利要求1所述一种开放式全金刚石散热结构的制备方法,其特征在于,步骤8所述的酸处理可采用王水,盐酸和硫酸及硝酸的混合溶液超声清洗,或者是高温浓硫酸酸煮。

一种开放式全金刚石散热结构的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于高热流密度电子器件散热领域,特别是提供了一种开放式全金刚石散热结构的制备方法。特点是通过精密机加工以实现钼板的通孔结构。通过对高质量自支撑金刚石厚板进行激光切割而得到与钼板孔形相匹配的金刚石棒,并将其填充至钼板孔中。随后对填充金刚石棒的钼板上下面分别进行金刚石生长,直至实现表面金刚石全覆盖并具有一定厚度。最终通过去除钼板而获得开放式全金刚石散热结构,以实现大功率、高热流、空间环境等极端条件下的有效热排散。

技术背景

[0002] 在金刚石诸多优异的物理化学性能之中,最为突出的特性之一就是其晶格声子的高振动频率($40 \times 10^{12} \text{Hz}$),这使得金刚石具有极高的热导率(在室温下几乎是铜的5倍)。这种极佳的热导率,连同其低的比热容和低密度,使得金刚石具有着无以伦比的热扩散系数。金刚石这种特殊的热扩散率可用于各种应用,尤其是目前急需解决的大功率电子设备的热扩散问题。从技术上讲,金刚石因其优异的导热性和高电阻率而成为热扩散材料的最佳候选材料。其能够迅速将热量从“热集中点”传播到冷却介质,从而防止因局部过热而造成材料的性能衰减甚至失效。这通常是通过使用焊料将金刚石集成到散热片上或直接使用金刚石用于液体冷却的微通道结构来实现。其中后一种方法的有效性被认为是更有希望处理高热流密度的问题,也无需考虑焊料材料的选择以及界面问题所导致的热阻升高。当然除了电子设备外,金刚石微结构还广泛用于流体及微流通应用的化学试剂的储存或转移。由于金刚石微通道具有极强的化学惰性和机械强度,这对于在高压下输送不同换热介质至关重要。因此,金刚石微结构有望取代微流体设备和芯片上现有的硅、金属或聚合物微通道结构。

[0003] 同时,由于金刚石是已知的最坚硬的材料,并且对几乎所有的化学物质都具有优异的耐腐蚀性,导致了制造全金刚石微结构的挑战性,尤其是非单一通道的复杂内部结构,比如内部为柱状结构的开放式全金刚石微结构。该结构能够使金刚石与冷却介质有更大的接触面积,也能在该结构内容纳更多的冷却介质(包括气体冷却介质),进一步提高在高温、高热流密度、短时热冲击等极端条件下的散热能力。

发明内容

[0004] 为克服上述制造全金刚石微结构的困难,实现具有非单一通道的复杂内部结构,针对更高热流密度、更强热冲击等极端环境下所需的散热部件的特殊要求,同时根据金刚石的性能和加工及生长特点,提出用于超高热流密度散热的一种开放式全金刚石散热结构的制备方法。通过精密机加工以实现钼板的通孔结构。并通过对高质量自支撑金刚石厚板进行激光切割而得到与钼板孔形相匹配的金刚石棒,并将其填充至钼板孔中。随后对填充金刚石棒的钼板上下面分别进行金刚石生长,直至实现表面金刚石全覆盖。最终通过去除钼板而获得开放式全金刚石散热结构。

[0005] 本发明的技术方案为：

[0006] 一种开放式全金刚石散热结构的制备方法，其特征在于通过精密机加工以实现钼板的通孔结构。通过高质量自支撑金刚石厚板进行激光切割而得到与钼板孔径相匹配的金刚石棒，并将其填充至钼板孔中。随后对填充金刚石棒的钼板上下表面分别进行金刚石再生长，直至实现表面金刚石全覆盖。最终通过去除钼板而获得开放式全金刚石散热结构。

[0007] 如上所述开放式全金刚石散热结构的制备方法，具体包括以下步骤：

[0008] 步骤1：钼板的精密加工钻孔；

[0009] 基于设计需要，对经过抛光处理的钼板进行不同孔径或不同孔距的精密钻孔加工，得到所需尺寸的通孔。

[0010] 步骤2：金刚石棒的制备及填充；

[0011] 通过激光切割技术将经过研磨抛光的直流电弧等离子喷射CVD金刚石超厚板切分得到尺寸与钼板孔形大小相一致的金刚石棒，并将金刚石棒依次填充至钼板的通孔中，以保证钼板上下表面呈现出水平一致。

[0012] 步骤3：填充金刚石棒的钼板上下表面的预处理；

[0013] 将填充有金刚石棒的钼板经过研磨抛光，添加金刚石纳米粉溶液进行双面抛光，表面粗糙度低至10nm-500nm。使钼板及金刚石棒两端表面具有相同表面粗糙度及可附着纳米金刚石粉的表面凹凸。最后采用丙酮及乙醇超声清洗去除可能残留的纳米粉末及抛光盘碎屑。

[0014] 步骤4：钼板上表面的预处理及金刚石生长；

[0015] 在填充有金刚石棒的钼板上表面涂抹纳米金刚石粉末溶液，并静置于烘箱中加热去除溶液中的水分。将填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材，置于直流电弧等离子体喷射CVD装置中，实现金刚石全覆盖并保持金刚石生长至一定厚度。

[0016] 步骤5：生长金刚石后钼板上表面金刚石层的研磨抛光；

[0017] 将长有金刚石膜层的钼板上表面经过研磨后置于金刚石抛光盘上，添加金刚石纳米粉溶液进行研磨抛光，使表面粗糙度低至10nm-500nm。

[0018] 步骤6：钼板下表面的预处理及金刚石生长；

[0019] 在钼板下表面朝上生长金刚石前将长有金刚石膜层的上表面与衬底间增加一片与所长金刚石层厚度相近的钼薄片，确保钼板下表面金刚石生长条件与上表面生长金刚石时条件相同。同时，重复步骤4的预处理及生长过程，直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材下表面实现金刚石全覆盖，并保持金刚石生长至一定厚度。

[0020] 步骤7：生长金刚石的钼板下表面的研磨抛光；

[0021] 重复步骤5的金刚石研磨抛光，使填充金刚石棒的钼板下表面的金刚石膜表面粗糙度同样低至10nm-500nm。

[0022] 步骤8：钼板的去除；

[0023] 将已经过双面生长金刚石的填充金刚石棒的钼板通过酸处理实现钼板的去除，得到开放式全金刚石散热结构，最终采用丙酮及酒精进行超声清洗。

[0024] 进一步地，步骤4所述的涂抹纳米金刚石粉末溶液，其纳米金刚石粒度为5nm-100nm，同时需小于抛光后的填充金刚石棒的钼板的表面粗糙度。

[0025] 进一步地，步骤4所述的生长步骤为以甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-3\%$)，温度为700-

1200℃条件下进行金刚石的外延生长,避免基材中填充有金刚石棒的表面部分由于同质外延效应而使金刚石纵向生长过快;直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材上表面;随后提高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)直至金刚石生长至所需厚度。

[0026] 进一步地,步骤7所述研磨抛光用颗粒度为500nm、200nm、50nm的金刚石微粉,分别进行预抛光50-100小时。然后更换金刚石粉颗粒度依次为20nm和10nm,并重复上述步骤。随后将其置于精密金刚石抛光盘上,在精密抛光盘上以线速度为30m/min,60m/min情况下分别进行10-100小时。

[0027] 进一步地,步骤8所述的酸处理可采用王水,盐酸和硫酸及硝酸的混合溶液超声清洗,或者是高温浓硫酸酸煮。

[0028] 本发明实施过程的关键在于:

[0029] 1) 制备金刚石棒必须基于大面积无裂纹金刚石厚板(厚度大于3mm),而直流电弧等离子体喷射CVD技术是目前唯一可行的方法。衬底材料和过渡层的选择对于获得该金刚石板至关重要。本发明采用在石墨衬底上镀有复合过渡层,实现了高厚度金刚石板沉积过程中的良好应力过渡,同时对于避免应力集中而发生碎裂,为得到完整金刚石厚板提供了保证。

[0030] 2) 采用Nd:YAG激光束流切割金刚石厚板。通过调节样品台沿X-Y方向移动调节激光光束实现金刚石激光切割加工,得到不同尺寸的金刚石棒。为保证金刚石表面得到有效加工的同时避免金刚石表面过渡烧蚀而产生结构恶化和表面过度粗糙,激光的各个参数需保持在电流65-75A,激光频率100-200Hz,激光给进速度100-200mm/min。

[0031] 3) 为确保填充金刚石棒的钼板上下表面具有一致的平面度,同时为避免填充金刚石棒的钼板表面钼金属部分在生长金刚石初期形核较慢,与此同时金刚石棒却可以直接通过同质外延而快速生长,因此钼金属表面的预处理形核播种至关重要。将填充有金刚石棒的钼板置于金刚石抛光盘上,添加金刚石纳米粉溶液进行双面抛光,使填充金刚石棒的钼板整体表面粗糙度低至10nm-500nm。钼板及金刚石棒两端表面具有相同表面粗糙度及可附着纳米金刚石粉的表面纳米尺度凹凸。在采用丙酮及乙醇超声清洗去除可能残留的纳米粉末及抛光盘碎屑后,需在填充有金刚石棒的钼板上下表面涂抹5nm-100nm(小于表面粗糙度)纳米金刚石粉末溶液,并静置于烘箱中加热去除溶液中的水分,使填充有金刚石棒的钼板上表面吸附有金刚石纳米粉末,以作为金刚石生长形核的种子加快钼金刚石表面的金刚石形核生长。并将填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材,置于直流电弧等离子体喷射CVD装置中。以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-3\%$),温度为700-1200℃条件下进行金刚石的外延生长,避免基材中填充有金刚石棒的表面部分由于同质外延效应而使金刚石纵向生长过快。直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材上表面实现金刚石全覆盖,提高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)并保持金刚石生长至一定厚度。

[0032] 4) 在填充金刚石棒的钼板上表面生长金刚石后,所生长的金刚石层表面必须进行研磨抛光至与生长前填充金刚石棒的钼板的表面粗糙度,也就是表面粗糙度低至10nm-500nm。因为生长态多晶金刚石各个晶粒的竞争生长而使表面粗糙度很大。该条件下会使在填充金刚石棒的钼板上表面的金刚石层作为背面接触衬底时出现接触不均匀,影响钼板的水平度及界面导热,不利于填充金刚石棒的钼板下表面作为生长面生长均匀的金

[0033] 5) 由于填充金刚石棒的钼板上表面已长有一层金刚石, 该面与衬底接触时具有更高的热导率, 因此在钼板下表面朝上生长金刚石前将长有金刚石膜层的上表面与衬底间增加一片与所长金刚石层厚度相近的钼薄片, 从而确保钼板下表面金刚石生长条件与上表面生长金刚石时条件相同。

[0034] 6) 将双面均生长金刚石层后的填充金刚石棒的钼板通过酸处理实现钼金属的去除, 得到开放式全金刚石散热结构。所用酸处理可采用王水, 盐酸、硫酸和硝酸的混合溶液超声清洗, 或者是高温浓硫酸酸煮。同时能够对金刚石可能存在的石墨碳进行有效去除。最后采用丙酮及酒精进行超声清洗。

[0035] 本发明和现有技术相比所具有的有益效果在于:

[0036] 1) 通过直流电弧等离子体喷射CVD技术可以制备出面积大、厚度足、质量高的金刚石厚板, 其直径最大可至150mm, 厚度可达6mm以上。是目前国内外已知的厚度最高的CVD金刚石自支撑板, 且生长速度快、厚板均匀致密, 质量优异。能够制备出尺寸更加多样的金刚石棒, 以满足不同金刚石散热结构的尺寸要求。

[0037] 2) 采用激光加工技术, 基于优化工艺后获得的金刚石尺寸精度高, 形状好, 便于在具有不同尺寸孔洞的钼板中填充。同时能够大幅简化加工过程, 提高金刚石厚板加工效率。通过调整激光切割参数可以形成不同形状的金剛石棒, 以满足不同尺寸及形状要求的全金刚石散热结构的要求。

[0038] 3) 金刚石力学性能优异、热膨胀系数小、重量轻, 所制备热沉部件性能安全可靠, 长期使用稳定可靠不会发生明显变化。因此, 全金刚石散热结构的换热能力更强、便于热管理系统布局设计、易于组织内部及外部换热、安全稳定, 是一种高可靠性的热控制部件, 能取得优异的控温效果, 尤其在核电站、航天器等复杂系统和极端条件下有着广阔的应用前景。

[0039] 4) 金刚石化学性质十分稳定, 能够耐强酸碱, 耐腐蚀, 因而全金刚石部件的应用场景更加广泛, 诸如大气环境下、海水中等。全金刚石结构能够完全发挥金刚石的性能优势, 无需考虑与其他材料的焊接和组合, 从而无需考虑相应的限制因素, 大幅提升热沉部件的散热性能和应用场景多样性。

[0040] 5) 尽管金刚石厚板的生长时间较长, 双面生长过程较慢, 但是采用直流电弧等离子体喷射CVD技术仅能够具有较快的生长速率, 更重要的是大面积金刚石厚板能够一次性加工更多的金刚石棒, 并满足生长金刚石时衬底直径达150mm, 可以同时生长多个填充金刚石棒的钼板或者具有相同面积的钼板。也就是开放式全金刚石散热结构最大能够实现圆形条件下直径为150mm或方形条件下对角线长度为150mm的大面积开放式全金刚石散热结构。直流电弧等离子体喷射CVD技术是制备该结构唯一可行的方法。

附图说明

[0041] 图1为本发明开放式全金刚石散热结构的制备方法工艺流程图

具体实施方式

[0042] 实施例一

[0043] 对经过抛光处理的厚度为5mm的钼板进行精密钻孔加工, 得到直径3mm的圆形通

孔,并且每个孔距离为5mm。采用Nd:YAG激光以电流为65A,频率100Hz,激光给进速度100mm/min切割厚度为5mm的金刚石厚板,得到5mm长的金刚石棒。将金刚石棒依次填充至钼板的通孔中,以保证钼板上下表面呈现出水平一致。将填充有金刚石棒的钼板置于金刚石抛光盘上,添加金刚石纳米粉溶液进行双面抛光。采用颗粒度为500nm、200nm、50nm的金刚石微粉,分别进行研磨预抛光50小时。然后更换金刚石粉颗粒度依次为20nm和10nm,并重复上述步骤。随后将其置于精密金刚石抛光盘上,在精密抛光盘上以线速度为30m/min,60m/min情况下分别进行20小时,最终得到表面粗糙度低至20nm。在填充有金刚石棒的钼板上表面涂抹10nm的金刚石粉末溶液,并静置于烘箱中80℃加热去除溶液中的水分。并将填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材,置于直流电弧等离子体喷射CVD装置中。以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%$),温度为800℃条件下进行金刚石的外延生长。直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材上表面实现金刚石全覆盖,提高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%$),温度为850℃并保持金刚石生长至2mm。将长有金刚石膜层的钼板上表面重复上述研磨抛光工艺使表面粗糙度低至20nm。将钼板下表面朝上生长金刚石,重复上述预处理及生长过程,直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材下表面实现金刚石全覆盖,并保持金刚石生长至2mm。接着重复金刚石研磨抛光步骤,使填充金刚石棒的钼板下表面的金刚石膜表面粗糙度同样低至20nm。最后将已经过双面生长金刚石的填充金刚石棒的钼板置于王水中超声清洗,得到开放式全金刚石散热结构。

[0044] 实施例二

[0045] 对经过抛光处理的厚度为3mm的钼板进行精密钻孔加工,得到3mm的圆形通孔,并且每个孔距离为3mm。采用Nd:YAG激光以电流为70A,频率150Hz,激光给进速度100mm/min切割厚度为3mm的金刚石厚板,得到3mm长的金刚石棒。将金刚石棒依次填充至钼板的通孔中,以保证钼板上下表面呈现出水平一致。将填充有金刚石棒的钼板置于金刚石抛光盘上,添加金刚石纳米粉溶液进行双面抛光。采用颗粒度为500nm、200nm、50nm的金刚石微粉,分别进行研磨预抛光50小时。然后更换金刚石粉颗粒度依次为20nm和10nm,并重复上述步骤。随后将其置于精密金刚石抛光盘上,在精密抛光盘上以线速度为30m/min,60m/min情况下分别进行15小时最终得到表面粗糙度低至10nm。在填充有金刚石棒的钼板上表面涂抹5nm的金刚石粉末溶液,并静置于烘箱中80℃加热去除溶液中的水分。并将填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材,置于直流电弧等离子体喷射CVD装置中。以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%$),温度为800℃条件下进行金刚石的外延生长。直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材上表面实现金刚石全覆盖,提高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%$),温度为850℃并保持金刚石生长至2mm。将长有金刚石膜层的钼板上表面重复上述研磨抛光工艺使表面粗糙度低至10nm。将钼板下表面朝上生长金刚石,重复上述预处理及生长过程,直至填充金刚石棒的钼板作为金刚石生长的基材下表面实现金刚石全覆盖,并保持金刚石生长至2mm。接着重复金刚石研磨抛光步骤,使填充金刚石棒的钼板下表面的金刚石膜表面粗糙度同样低至10nm。最后将已经过双面生长金刚石的填充金刚石棒的钼板置于浓硫酸中加热酸煮,得到开放式全金刚石散热结构。

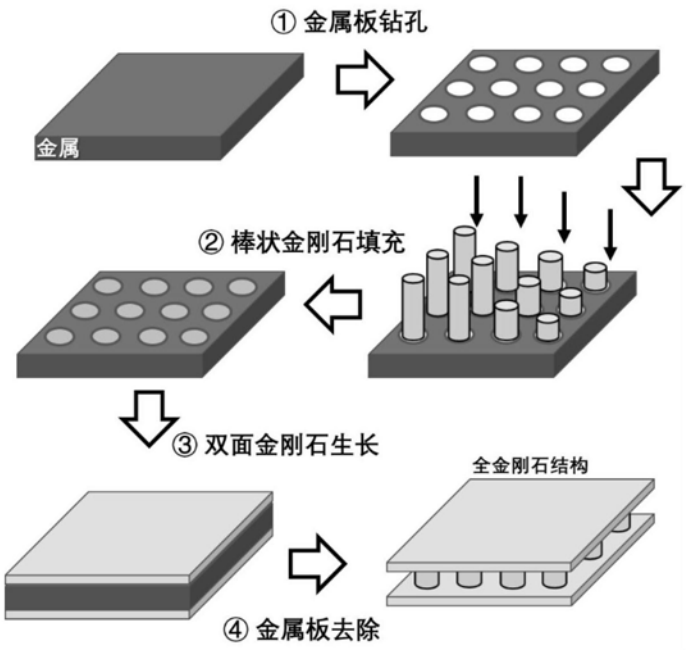


图1