



(12) 发明专利申请

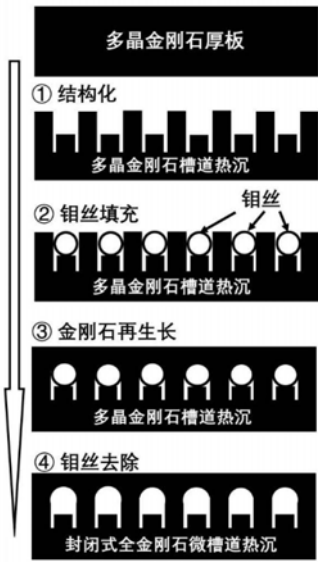
(10) 申请公布号 CN 113161307 A
(43) 申请公布日 2021. 07. 23

(21) 申请号 202110431336.3
(22) 申请日 2021.04.21
(66) 本国优先权数据
202110108187.7 2021.01.27 CN
(71) 申请人 北京科技大学
地址 100083 北京市海淀区学院路30号
(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
(51) Int.Cl.
H01L 23/367 (2006.01)
H01L 23/373 (2006.01)
H05K 7/20 (2006.01)

权利要求书2页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称
一种封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法

(57) 摘要
一种封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,属于半导体器件散热领域。基于直流电弧等离子体喷射CVD制备的高质量自支撑金刚石厚板,采用精准激光加工对其进行高低交错翅片结构雕刻成型。接着将钼丝置于低位翅片上,以填补低位翅片与高位翅片的高度差及高位翅片的横向间距。随后经过金刚石生长直至覆盖整个金刚石板并具有一定厚度。最终通过去除钼丝而获得封闭式全金刚石微槽道热沉。本发明所用金刚石厚板生长速度快、厚板均匀致密,质量优异。封闭式全金刚石微槽道换热能力强,能够大幅提升热沉部件的散热性能和应用场景多样性,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。



1. 一种封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于基于通过直流电弧等离子体喷射CVD技术制备的金刚石厚板,采用精准激光加工对金刚石厚板进行高低交错翅片结构雕刻成型;接着将钼丝置于低位翅片上,以填补翅片间高度差及高位翅片横向间距;随后经过金刚石再生长直至覆盖整个金刚石板;最终通过去除钼丝而获得封闭式全金刚石微槽道热沉。

2. 如权利要求1所述封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于具体包括以下步骤:

步骤1:超厚CVD金刚石板的制备;

选用表面镀制过渡层的石墨衬底,将预先涂覆金刚石纳米微粉的衬底放入直流电弧等离子体CVD腔室中以制备金刚石超厚板;

步骤2:金刚石厚板的研磨抛光;

为满足金刚石厚板的翅片结构加工的精准度,需将金刚石厚板通过研磨抛光过程使其表面粗糙度达到10nm-500nm之间;

步骤3:金刚石厚板的结构成型;

采用优化参数的Nd:YAG激光束流切割金刚石厚板,最终得到高低交错的翅片结构;

步骤4:填充钼丝;

采用钼质金属丝置于低位翅片上,最终钼丝与高位翅片共同形成水平的整体;

步骤5:金刚石的生长

将装有钼丝的具有翅片结构的金刚石厚板作为金刚石生长的基材,置于直流电弧等离子体CVD装置中,直至装有钼丝的具有翅片结构的金刚石厚板作为金刚石生长的基材上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6:钼丝的去除

将再生长金刚石后的带有钼丝的封闭式金刚石微槽道结构通过酸处理实现钼丝的去除,得到封闭式全金刚石微槽道热沉。

3. 如权利要求2所述的封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于步骤1所述的生长步骤为逐步增加等离子体电弧电源电流,使得石墨沉积衬底的温度达到金刚石的稳定生长温度(700-1200℃),按比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=5\%-8\%$)充入甲烷气体进行金刚石的形核20min-40min;随后降低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-2\%$);持续20min-40min,以在不刻蚀已成形的晶核的情况下有效刻蚀掉非金刚石碳;再次以比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=5\%-8\%$)充入甲烷气体进行金刚石的再形核,并重复上述步骤3-5次;随后保持甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)进行金刚石的外延生长。

4. 如权利要求2所述的封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于步骤3所述的激光参数为电流65-75A,激光频率100-200Hz,激光给进速度100-200mm/min;通过调节样品台沿X-Y方向移动和倾斜高度及小范围调节激光光束的开口角度实现金刚石激光雕刻。

5. 如权利要求2所述的封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于步骤4所述的钼丝的长度与金刚石微槽道热沉长度相同,并且横截面尺寸以确保能够填充高位翅片间的横向间距和低位翅片至上表面的间距。

6. 如权利要求2所述的封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于步骤5所述的金刚石生长以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-2\%$),温度为700-1200℃条件下进行金刚石

外延生长,避免基材在高位金刚石翅片上表面部分的金刚石纵向生长过快;待表面金刚石完全覆盖后升高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)进行金刚石的外延生长并保持稳定生长。

7.如权利要求2所述的封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于步骤6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,最终使用丙酮及酒精超声清洗。

一种封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法

技术领域：

[0001] 本发明属于高热流密度电子器件散热领域，特别是提供了用于超高热流密度散热的一种封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法。特点是基于直流电弧等离子体喷射CVD制备的高质量自支撑金刚石厚板，采用精准激光加工对其进行高低交错翅片结构雕刻成型。接着将钼丝置于低位翅片上，以填补高低位翅片间高度差及高位翅片横向间距。随后经过金刚石生长直至覆盖整个金刚石板并具有一定厚度。最终通过去除钼丝而获得封闭式全金刚石微槽道热沉。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] 电子器件发热问题会严重影响其运行性能及服役可靠性，研究表明，器件温度在70-80℃水平每增加1℃，可靠性就会下降5%。而且随着电子器件的小型化、高度集成化趋势的加速，电子器件运行时产生的高热流密度将是限制电力电子器件的关键问题，尤其是在诸如核电站、空间宇航器等特殊应用环境下。目前，大功率通信及导航卫星、定向高能武器以及宽禁带半导体雷达等先进设备，其核心电子器件单位热流密度已高达数百瓦甚至上千瓦。这种情况下所伴随产生的高热量必须及时排散，否则会严重影响设备的服役性能和使用寿命。

[0003] 微槽道散热是一种排散高热流密度的有效热控技术，其核心部件为具有高深宽比特征的微槽道换热器，仅需很小的体积就能带走大量的热量，而且能很好的满足温度均匀性要求，非常适合对散热量要求大而体积要求高的场合。当前常用的微槽道材料多为金属或半导体材料。然而，其中热导率最高的铜也仅仅具有398W/m·K的热导率，且铜质地较软、化学性质活泼，对高精度加工和导热介质有极高的要求。因此难以满足更高热流密度、更大热冲击、宇宙空间辐射等极端条件下的散热要求。

[0004] 金刚石因其优异的化学惰性、高硬度、耐辐照和低摩擦系数，尤其是极高的导热率(2200W/m·K)，从而使其被认为是一种极佳的微槽道系统材料。因此，对于上述应用场景下的大功率器件来说，金刚石是一种理想的散热基材，特别是具有冷却介质通过的微槽道系统，可以有效抑制器件温度的升高，从而提高输出功率密度。尽管包括Battiatto等在内的学者采用平板印刷术结合等离子体刻蚀、激光雕刻等方法实现金刚石微槽道(Microfluidics and Nanofluidics, 22, 92, (2018); Applied Physics Letters, 103, 231913, (2013); Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B, 404, 193, (2017); SPIE Proceedings, 8923, 89232X (2013))，然而所得结构均是基于小尺寸单晶或多晶金刚石薄板的尝试性加工方法试验，且非用于散热使用的热沉结构且未进行散热性能研究。基于金刚石的微槽道结构的报道依然有限，在金刚石中制造微槽道也是具有挑战性的，因为它是已知的最硬的材料，并且对几乎所有的化学物质具有高度的抵抗力。而且大尺寸单晶金刚石或多晶金刚石厚板的制备仍是技术难点，制作微槽道所需的CVD金刚石板必须具备足够的厚度，这对于当前金刚石制备来说也是极具挑战。Qi和Zheng等验证了多晶金刚石厚板的优异导热性能(Applied Thermal Engineering, 177, 115489, (2020); Vacuum, 177,

109377, (2020))。然而所述金刚石热沉是开放式结构,导热应用范围仍然有限。因此,基于金刚石厚板的封闭式全金刚石微槽道热沉成为了极端应用及工程应用领域的期望。该封闭结构全金刚石微槽道热沉能够充分发挥金刚石优异导热率在高效散热方面显示无可比拟的优势的同时还能够不同条件下发挥金刚石其他优异特性,如耐辐射、高硬度、抗腐蚀等,进一步扩宽金刚石的导热应用领域,提高不同应用场景下的热管理效率。

发明内容

[0005] 为了实现上述期望,本发明针对更高热流密度、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封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法。基于直流电弧等离子体喷射CVD制备的高质量自支撑金刚石厚板,采用精准激光加工对其进行高低交错翅片结构雕刻成型。接着将钼丝置于低位翅片上,以填补高低位翅片间高度差及高位翅片横向间距。随后经过金刚石生长直至覆盖整个金刚石板并具有一定厚度。最终通过去除钼丝而获得封闭式全金刚石微槽道热沉。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。

[0006] 本发明的技术方案为:

[0007] 一种封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于基于通过直流电弧等离子体喷射CVD技术制备的金刚石厚板,采用精准激光加工对金刚石厚板进行高低交错翅片结构雕刻成型;接着将钼丝置于低位翅片上,以填补翅片间高度差及高位翅片横向间距;随后经过金刚石再生长直至覆盖整个金刚石板;最终通过去除钼丝而获得封闭式全金刚石微槽道热沉。

[0008] 如上所述封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法,其特征在于具体包括以下步骤:

[0009] 步骤1:超厚CVD金刚石板的制备;

[0010] 选用表面镀制过渡层的石墨衬底,将预先涂覆金刚石纳米微粉的衬底放入直流电弧等离子CVD腔室中以制备金刚石超厚板。

[0011] 步骤2:金刚石厚板的研磨抛光;

[0012] 为满足金刚石厚板的翅片结构加工的精准度,需将金刚石厚板通过研磨抛光过程使其表面粗糙度达到10nm-500nm之间。

[0013] 步骤3:金刚石厚板的结构成型;

[0014] 采用优化参数的Nd:YAG激光束流切割金刚石厚板,最终得到高低交错的翅片结构。

[0015] 步骤4:填充钼丝;

[0016] 采用钼质金属丝置于低位翅片上,最终钼丝与高位翅片共同形成水平的整体。

[0017] 步骤5:金刚石的生长

[0018] 将装有钼丝的具有翅片结构的金刚石厚板作为金刚石生长的基材,置于直流电弧等离子体CVD装置中,直至装有钼丝的具有翅片结构的金刚石厚板作为金刚石生长的基材上表面实现金刚石全覆盖,并保持金刚石生长至一定厚度。

[0019] 步骤6:钼丝的去除

[0020] 将再生长金刚石后的带有钼丝的封闭式金刚石微槽道结构通过酸处理实现钼丝

的去除,得到封闭式全金刚石微槽道热沉。

[0021] 进一步地,步骤1所述的生长步骤为逐步增加等离子体电弧电源电流,使得石墨沉积衬底的温度达到金刚石的稳定生长温度(700-1200℃),按比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=5\%-8\%$)充入甲烷气体进行金刚石的形核20min-40min;随后降低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-2\%$),持续20min-40min,以在不刻蚀已成形的晶核的情况下有效刻蚀掉非金刚石碳;再次以比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=5\%-8\%$)充入甲烷气体进行金刚石的再形核,并重复上述步骤3-5次;随后保持甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)进行金刚石的外延生长。

[0022] 进一步地,步骤3所述的激光参数为电流65-75A,激光频率100-200Hz,激光给进速度100-200mm/min;通过调节样品台沿X-Y方向移动和倾斜高度及小范围调节激光光束的开口角度实现金刚石激光雕刻。

[0023] 进一步地,步骤4所述的钼丝的长度与金刚石微槽道热沉长度相同,并且横截面尺寸以确保能够填充高位翅片间的横向间距和低位翅片至上表面的间距。

[0024] 进一步地,步骤5所述的金刚石生长以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-2\%$),温度为700-1200℃条件下进行金刚石的外延生长,避免基材在高位金刚石翅片上表面部分的金刚石纵向生长过快;待表面金刚石完全覆盖后升高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)进行金刚石的外延生长并保持稳定生长。

[0025] 进一步地,步骤6所述的酸处理可采用王水,盐酸和硫酸及硝酸等的混合溶液超声清洗,或者是高温浓硫酸酸煮,最终使用丙酮及酒精超声清洗。

[0026] 本发明实施过程的关键在于:

[0027] 1) 对于制备大面积无裂纹金刚石厚板(厚度大于3mm),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其金刚石板至关重要。本发明采用在石墨衬底上镀制复合过渡层,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,得到完整金刚石厚板提供了保证。

[0028] 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方向移动和倾斜高度及小范围调节激光光束的开口角度实现金刚石激光雕刻。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,以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。在激光加工初期,激光采用低功率、低速率设定,以避免金刚石厚板中应力在局部热集中条件下使金刚石厚板开裂。最终得到高低交错的翅片结构。

[0029] 3) 采用钼质金属丝置于低位翅片上,且钼丝的尺寸以确保能够填充高位翅片间的横向间距和低位翅片至上表面的纵向间距。最终使得钼丝与高位翅片共同形成水平的整体,以确保在同一水平面上的金刚石外延生长。

[0030] 4) 将装有钼丝的具有翅片结构的金刚石厚板作为金刚石生长的基材,再次置于直流电弧等离子体CVD装置中。以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%-2\%$),温度为700-1200℃条件下进行金刚石的外延生长。避免基材在高位金刚石翅片上表面部分的金刚石纵向生长过快,确保在钼丝部分的金刚石形核生长及金刚石横向扩展连接。直至装有钼丝的具有翅片结构的金刚石厚板作为金刚石生长的基材上表面实现金刚石全覆盖,升高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%-5\%$)进行金刚石的外延生长并保持金刚石生长至一定厚度。

[0031] 5) 将生长金刚石后的带有钼丝的封闭式金刚石微槽道结构通过酸处理实现钼丝

的去除,得到封闭式全金刚石微槽道热沉。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。最终使用丙酮及酒精超声清洗,去除有机物及可能存在的金属残留。

[0032] 本发明和现有技术相比所具有的有益效果在于:

[0033] 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,能够满足不同尺寸微槽热沉部件的要求。其直径最大可至150mm,厚度可达6mm以上,且生长速度快、厚板均匀致密,质量优异。

[0034] 2) 采用激光加工技术,基于优化工艺后获得的微通道尺寸精度高,形状好,便于在系统中的结构布局。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截面形状的微槽道,也能够获得高深宽比结构,从而增大了传热工质与微通道的接触面积,提高换热效率。

[0035] 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,全金刚石微槽道换热能力强、便于热管理系统布局设计、易于组织内部换热、安全稳定,是一种高可靠性的主动热控制技术,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。

[0036] 4) 金刚石化学性质十分稳定,能够耐强酸碱,耐腐蚀,因而金刚石微槽道热沉可以使用的传热工质种类更加多样,应用场景更加广泛。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。

[0037] 5) 尽管金刚石厚板的生长时间较长,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多个微槽道热沉部件,并满足不同的尺寸要求。

附图说明

[0038] 图1为本发明封闭式全金刚石微槽道热沉的制备方法工艺流程图。

具体实施方式

[0039] 实施例一

[0040] 使用经表面金刚石粉预处理的直径为150mm的镀有钛过渡层的石墨衬底,经过直流电弧等离子体喷射CVD法制备金刚石厚板。将衬底放入真空腔室并抽到极限真空 5×10^{-1} Pa,逐步充入氩气到5.2kPa,设定等离子体电弧电源引弧电流135A,引燃阴极和阳极间的电弧,按照比例充入氢气($\text{Ar}:\text{H}_2=0.8:1$)调节磁场线圈使得电弧在沉积衬底的上方稳定旋转运行。同时增加等离子体电弧电源电流320A,使得衬底温度升高到830℃,按照比例8%通入 CH_4 气体进行金刚石形核,形核时间为30min,降低 CH_4 气体比例到5%,进一步升高等离子体电弧电源电流使得衬底温度到860℃,随即进入金刚石膜的生长阶段,并保持稳定生长550h,可获得厚度大于4mm的金刚石厚板。使用研磨抛光机对金刚石板表面研磨抛光,抛光后厚度为3.5mm,表面粗糙度为5nm。接着采用激光加工微槽道结构,切割参数为:电流为70A,激光频率100Hz,激光给进速度100mm/min,样品进给速度为100mm/min,切割次数10次。激光程序设定为在切割线上扫掠一次后,向切割线左侧移动0.02mm后沿直线扫掠一次,接

着向切割线右侧移动0.02mm后沿直线扫掠一次,多次循环后得到所需高低交错的微槽道结构。高位翅片间距以及低位翅片距上表面距离为1mm。接着将长度与金刚石微槽道热沉长度相同且直径为1mm钼丝依次置于低位翅片上,以填充低位翅片与上表面及高位翅片横向间距的空间。随后将填充钼丝的金金刚石微槽道厚板再次置于直流电弧等离子体喷射CVD腔室内,以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=2\%$),温度为850℃条件下进行金刚石的外延生长,待表面金刚石完全覆盖后升高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=4\%$)进行金刚石的外延生长并保持稳定生长100h。随后,将生长后的样品置于王水中进行超声清洗,以有效消除钼丝的同时清除微通道内壁可能存在的非金刚石碳。最终获得封闭式全金刚石微槽道热沉结构。

[0041] 实施例二

[0042] 使用经表面金刚石粉预处理的直径为120mm的镀有钛过渡层的石墨衬底,经过直流电弧等离子体喷射CVD法制备金刚石厚板。将衬底放入真空腔室并抽到极限真空 $5\times 10^{-1}\text{Pa}$,逐步充入氩气到5.2kPa,设定等离子体电弧电源引弧电流135A,引燃阴极和阳极间的电弧,按照比例充入氢气($\text{Ar}:\text{H}_2=0.8:1$)调节磁场线圈使得电弧在沉积衬底的上方稳定旋转运行。同时增加等离子体电弧电源电流320A,使得衬底温度升高到830℃,按照比例5%通入 CH_4 气体进行金刚石形核,形核时间为30min,降低 CH_4 气体比例到3%,进一步升高等离子体电弧电源电流使得衬底温度到880℃,随即进入金刚石膜的生长阶段,并保持稳定生长650h,可获得厚度大于5mm的金刚石厚板。使用研磨抛光机对金刚石板表面研磨抛光,抛光后厚度为4mm,表面粗糙度为20nm。接着采用激光加工微槽道结构,切割参数为:电流为65A,激光频率200Hz,激光给进速度200mm/min,样品进给速度为100mm/min,切割次数15次。激光程序设定为在切割线上扫掠一次后,向切割线左侧移动0.02mm后沿直线扫掠一次,接着向切割线右侧移动0.02mm后沿直线扫掠一次,多次循环后得到所需高低交错的微槽道结构。高位翅片间距以及低位翅片距上表面距离为0.8mm。接着将长度与金刚石微槽道热沉长度相同且直径为0.8mm钼丝依次置于低位翅片上,以填充低位翅片与上表面及高位翅片横向间距的空间。随后将填充钼丝的金金刚石微槽道厚板再次置于直流电弧等离子体喷射CVD腔室内,以较低甲烷比例($\text{CH}_4:\text{H}_2=1\%$),温度为850℃条件下进行金刚石的外延生长,待表面金刚石完全覆盖后升高甲烷比例至($\text{CH}_4:\text{H}_2=3\%$)进行金刚石的外延生长并保持稳定生长150h。随后,将生长后的样品置于盐酸和硫酸及硝酸的混合溶液中进行超声清洗,以有效消除钼丝的同时清除微通道内壁可能存在的非金刚石碳。最终获得封闭式全金刚石微槽道热沉结构。

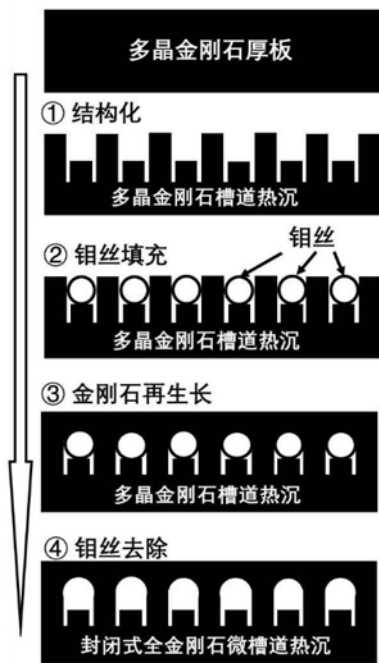


图1