



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



① Número de publicación: **2 304 314**

② Número de solicitud: 200700804

⑤ Int. Cl.:
C22C 1/10 (2006.01)
C04B 41/51 (2006.01)
H01L 23/373 (2006.01)

⑫

PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO

B2

⑫ Fecha de presentación: **27.03.2007**

⑬ Fecha de publicación de la solicitud: **01.10.2008**

Fecha de la concesión: **05.06.2009**

Fecha de modificación de las reivindicaciones:
05.05.2009

⑮ Fecha de anuncio de la concesión: **22.06.2009**

⑮ Fecha de publicación del folleto de la patente:
22.06.2009

⑰ Titular/es: **Universidad de Alicante
Ctra. San Vicente del Raspeig, s/n
03690 San Vicente del Raspeig, Alicante, ES**

⑱ Inventor/es: **Narciso Romero, Francisco Javier;
Prieto Alfonso, Richard y
Louis Cereceda, Enrique**

⑳ Agente: **Temño Ceniceros, Ignacio**

⑳ Título: **Producción de materiales compuestos con alta conductividad térmica.**

㉑ Resumen:

Producción de materiales compuestos con alta conductividad térmica.

La presente invención describe un material compuesto que presenta una alta conductividad térmica para ser utilizado en dispositivos semiconductores como disipador de calor y un método para producir dicho material. El material compuesto está constituido por tres fases, una fase formada principalmente por copos de grafito, otra fase que puede ser un material cerámico como SiC, BN o diamante o bien fibras de carbono de altas prestaciones térmicas, y finalmente una tercera fase formada por una aleación metálica cuyo componente mayoritario puede ser Al, Ag y/o Cu, formando aleación con alguno de los siguientes elementos: Si, Cr, Ti.

ES 2 304 314 B2

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 40.2.8 LP.

ES 2 304 314 B2

DESCRIPCIÓN

Producción de materiales compuestos con alta conductividad térmica.

5 La presente invención está relacionada con materiales de alta conductividad térmica para su utilización como disipadores de calor en dispositivos microelectrónicos, opto-electrónicos y generadores de potencia.

Estado de la técnica anterior

10 Siendo la disipación de calor en la nueva generación de dispositivos microelectrónicos, opto-electrónicos y electrónica de potencia, un problema de gran relevancia a resolver por las industrias del ramo, se están realizando grandes esfuerzos con objeto de desarrollar nuevos materiales con altas prestaciones térmicas que ofrezcan soluciones a este problema. Los diferentes mecanismos de transporte térmico que actúan en los dispositivos y sistemas microelectrónicos, opto-electrónicos y generadores de potencia incrementan aún más la complejidad de este problema. Muchas han sido y son las soluciones adoptadas con objeto de disminuir el exceso de calor en esos dispositivos, algunas de las cuales se describen a continuación.

Una de las cuestiones que actualmente recibe especial atención es la optimización de los materiales utilizados en los sistemas de empaquetamiento en microelectrónica, optoelectrónica y generadores de potencia, ya que es necesario eliminar el calor en los distintos componentes de su estructura: semiconductor, substratos cerámicos, uniones metálicas, polímeros, o materiales empleados en las uniones soldadas. Una de las técnicas empleadas para mantener la temperatura de los dispositivos en valores aceptables es la utilización de disipadores de calor.

25 En general un disipador de calor es un dispositivo fabricado con materiales de alta conductividad térmica que es capaz de extraer el calor generado por otro objeto con el que está en contacto térmico (o contacto directo). Los metales son los materiales preferentemente utilizados para este fin y entre los más comúnmente utilizados se puede mencionar el Al y el Cu. Estos materiales, si bien tienen altos valores de conductividad térmica (denominada en la presente invención TC, del inglés "Thermal Conductivity"), aproximadamente 235 y 398 W mK⁻¹ respectivamente, se caracterizan por sus altos coeficientes térmicos de expansión (denominado en la presente invención CTE, del inglés "Coefficient of Thermal Expansion"), de 23 y 17 x 10⁻⁶ K⁻¹, respectivamente.

Debido a esta última característica, a temperaturas elevadas surge un problema de incompatibilidad entre la expansión térmica que sufren los metales utilizados como disipadores y la experimentada por los materiales de los dispositivos microelectrónicos, en especial semiconductores y substratos cerámicos, que tienen valores de CTE relativamente bajos. Por ejemplo, los CTE del silicio Si y el arseniuro de galio GaAs son 4,2 y 6,5 x 10⁻⁶ K⁻¹, respectivamente. Por otra parte, si bien los CTE de los substratos cerámicos que actúan como aislantes eléctricos (Al₂O₃, AlN, SiC, Diamante) son similares a los de los semiconductores, en muchos casos sus valores de TC no satisfacen los requerimientos para una adecuada disipación de calor.

30 Por otra parte, se ha utilizado con cierto éxito el diamante artificial que pese a tener excelentes propiedades, los excesivos costes de producción (siendo la imposibilidad de corte y mecanizado una de sus mayores limitaciones) podrían hacer inviable su aplicación en componentes de bajo coste.

La diferencia de la expansión de los distintos componentes puede ser parcialmente compensada utilizando aleaciones de bajo punto de fusión en la interfase entre el dispositivo semiconductor y el disipador de calor. Sin embargo su uso se encuentra limitado por su bajo límite elástico, ya que las variaciones térmicas que se producen durante el funcionamiento de los dispositivos podrían inducir fluencia térmica. Los materiales típicamente utilizados para este fin son aleaciones de Sn-Pb, etc.

50 Entre las soluciones adoptadas para resolver el problema de las marcadas diferencias en la expansión térmica de la arquitectura empaquetada, es interesante mencionar la utilización de materiales compuestos metal-metal con bajo CTE (por ej. Cu/W o Cu/Mo). Sin embargo los disipadores fabricados con estos materiales presentan una TC similar a la del aluminio, la cual resulta ser excesivamente baja.

55 Con objeto de satisfacer las necesidades de disipación térmica, en los últimos años se ha desarrollado una serie de materiales compuestos de altas prestaciones, entre los que destaca el Al/SiC de amplia difusión industrial, y cuya conductividad térmica oscila en el intervalo 180-240 W/mK y con valores de CTE de 7-9 10⁻⁶ K⁻¹.

60 Actualmente en el mercado podemos encontrar materiales compuestos basados en el diamante cuyas propiedades son muy superiores a las mencionadas anteriormente, ya que su TC supera ampliamente los 500 W/mK y su CTE varía en el intervalo 5-7 10⁻⁶ K⁻¹. El proceso de fabricación, descrito en las patentes japonesas 11-67991 y 10-223812, consiste en hacer una preforma porosa de diamante, seguido de una modificación de su superficie recubriéndola con un agente que tenga una buena adherencia con el metal, como por ejemplo el TiC. Posteriormente la preforma porosa se infiltra con una aleación metálica de base Ag o Cu. El principal problema de estos materiales compuestos son sus excesivos costes de producción, siendo las materias primas y los costes de mecanización los principales responsables de sus elevados precios.

ES 2 304 314 B2

Una posible solución a este problema se puede encontrar en la solicitud de patente europea EP 1168438 A2 donde se sustituye el diamante por grafito pirolítico. Desafortunadamente, y a pesar de que con estos materiales se puede reducir los costes de mecanizado, el tipo de grafito utilizado hace que los costes de producción sigan siendo elevados.

5 Explicación de la invención

La presente invención tiene como objetivo fundamental el desarrollo de un material compuesto de altas prestaciones térmicas y de bajos costes de producción para ser utilizado en dispositivos semiconductores como disipador de calor, y de un proceso para producir ese material. En particular, los materiales objeto de esta invención tienen una conductividad térmica superior a $200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ y un coeficiente térmico de expansión en el intervalo $2-10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (medido en el intervalo de temperatura $20-300^\circ\text{C}$, en al menos dos direcciones).

El material compuesto está constituido por tres fases: 1) una fase formada principalmente por copos de grafito (fase A); 2) una segunda fase (fase B) que comprende partículas o fibras de un material que puede actuar como separador de los copos, seleccionado entre un material cerámico (que de modo preferente se selecciona entre SiC, BN, AlN, TiB₂ y diamante) y fibras de carbono, de altas prestaciones térmicas en al menos una dirección; y finalmente, 3) una tercera fase (fase C) formada por una aleación metálica. Las fases A y B se mezclan formando una preforma en la que capas compactas de fase A fuertemente orientadas alternan con capas de fase B más diluidas, permitiendo así la infiltración de la aleación (fase C).

Tanto los materiales utilizados como el proceso de fabricación elegido en la presente invención, permiten mantener los costes de producción dentro de valores razonables, alcanzando al mismo tiempo unas propiedades térmicas competitivas.

Aunque las tres fases deben tener buenas propiedades térmicas, es la fase A (copos de grafito) la responsable principal de las propiedades del material objeto de esta invención. La fase B por su parte actúa como separador de las capas de Fase A facilitando la infiltración de la fase C que consolida la preforma.

De acuerdo con una realización preferida de la presente invención, el componente de la fase B se selecciona entre el grupo formado por SiC, BN, AlN, TiB₂, diamante y fibras de carbono. En el contexto de la presente invención, las fibras de carbono de altas prestaciones térmicas son aquellas que presentan una conductividad térmica superior a $200 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, y un coeficiente térmico de expansión en el intervalo $2-10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (medido en el intervalo de temperatura $20-300^\circ\text{C}$, en al menos una dirección).

Según una realización preferida, la fase C está formada por una aleación metálica cuyo componente mayoritario se selecciona entre Al, Ag y Cu, formando aleación con al menos uno de los elementos siguientes (además de las inevitables impurezas): Si, Cr, Ti, V y B, en contenidos que pueden variar en el intervalo 0-15%. De acuerdo con una realización más preferida, la fase C está formada por alguna aleación de las familias Al-Si, Ag-Si o Cu-Cr, siendo aún más preferidas las aleaciones Al-12%Si, Ag-3%Si, Cu-0,1%Cr, Cu-0,3%Cr o Cu-1%Cr.

Según una realización preferida de la presente invención, el contenido de grafito en el material compuesto varía en el intervalo 10-80% de volumen, el de material cerámico o fibras de carbono en el intervalo 15-70% de volumen y, finalmente, el contenido de aleación infiltrada completa el porcentaje restante.

De modo preferido, el material compuesto de la invención, comprende copos de grafito (fase A) con un tamaño de partícula comprendido entre $20-1000 \mu\text{m}$, mientras que la fase B comprende fibras de carbono de un diámetro comprendido entre $5-10 \mu\text{m}$ y una longitud de $100-300 \mu\text{m}$ o, alternativamente, partículas cerámicas de tamaño comprendido en el intervalo $6-170 \mu\text{m}$.

Basado en lo expuesto anteriormente, y como se ilustra en las Figuras 1 y 2, según una realización preferida de la presente invención, el material compuesto de alta conductividad térmica propuesto en esta invención consta de una primera fase de partículas de grafito en forma de copos (fase A), como segundo material se utilizan partículas cerámicas de tamaño comprendido en el intervalo $6-170 \mu\text{m}$ (fase B) con altos valores de conductividad térmica (por ejemplo: SiC, BN, AlN, TiB₂, diamante...) o bien fibras de carbono de altas prestaciones térmicas, y un tercer constituyente (fase C) formado por aleaciones de aluminio, plata o cobre con al menos uno de estos elementos aleantes: Si, Cr, Ti, V y B.

La preforma se realiza mezclando los materiales descritos como fases A y B, variando el contenido de la fase B en el intervalo 15-70% y utilizando o no un disolvente orgánico no polar, por ejemplo, hexano o ciclohexano. La mezcla de los constituyentes, copos de grafito (fase A) y partículas (fase B) de modo preferido SiC, BN, diamante o fibras de carbono, se puede realizar mediante cualquiera de los métodos comúnmente utilizados por la industria, agitación en húmedo, mecánica, agitador magnético, etc. El disolvente no polar en exceso es retirado y eliminado de la mezcla mediante una técnica adecuada que dependerá del tipo de disolvente utilizado, siendo conocidas por el experto diversas técnicas de eliminación de disolventes.

La mezcla de los componentes descritos como fase A y B en las diferentes proporciones aquí establecidas, se realiza en un molde de metal resistente con la geometría deseada. Los émbolos introducidos en la cavidad del molde se lubrican para facilitar el desmolde. Las mezclas se compactan bajo una presión que, de modo preferente, es de 40

ES 2 304 314 B2

MPa o superior. El límite inferior de presión aplicada debe ser suficientemente alto para garantizar la consolidación de las partículas de las fases A y B, mientras que el límite superior se alcanzará cuando una cantidad sustancial de poros se cierre y no permita la infiltración de la preforma por la aleación. De este modo se obtiene una preforma porosa con la distribución deseada de las fases A y B. Una vez compactada se procede a su desmoldeo.

5 La preforma ya consolidada se coloca en un molde resistente a la temperatura (metálico, cerámico, cuarzo, etc). El proceso de infiltración se puede realizar colocando la preforma encima o debajo de la aleación metálica a infiltrar. La aleación metálica se puede utilizar en distintas formas: bloque, cilindro, escamas, polvo, etc. La aleación y la preforma porosa se mantienen separadas durante la etapa de calentamiento y fusión del metal mediante un filtro poroso (por ejemplo papel de alúmina). La cantidad de aleación debe ser suficiente para llenar todos los poros de la preforma con la finalidad de obtener un material compuesto con la mínima porosidad posible.

10 El conjunto conformado por las fases A, B y C, así como el molde metálico que los contiene, se calienta en vacío para evitar la descomposición de las fases con alto contenido de carbono (grafito) y favorecer la infiltración de la fase C. Se pueden realizar o no purgas de la cámara antes de la fase de calentamiento. El calentamiento se realiza desde temperatura ambiente hasta aproximadamente unos 60-100°C por encima del punto de fusión de la aleación utilizada. Por ejemplo, la temperatura utilizada para la infiltración en el caso de las aleaciones Al-Si se eligió en el intervalo de 660-700°C y 1000-1050°C para las infiltraciones con las aleaciones Ag-Si.

20 Una vez alcanzada la temperatura final de infiltración y después de transcurrido el tiempo de mantenimiento y homogenización de la temperatura, se aplica presión, utilizando como agente compresor un gas u otro medio mecánico. El material obtenido se solidifica rápidamente apartándolo de la fuente de calor y trasladándolo hacia un sumidero de calor con el objetivo de obtener un enfriamiento rápido y unidireccional.

25 A lo largo de la descripción y las reivindicaciones las palabras “comprende”, “consta” y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. El contenido de la solicitud cuya prioridad se reivindica, así como los contenidos de los resúmenes de la solicitud prioritaria y la presente solicitud, se incorporan aquí como referencia.

30 Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos y dibujos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

Breve descripción de los dibujos

35 Figura 1. Vistas longitudinal (I) y transversal (II) del material descrito en la presente invención compuesto por tres fases:

Fase A: copos de grafito.

40 Fase B: Un material separador en forma de partículas de modo preferente un cerámico.

Fase C: una aleación metálica.

45 Figura 2. Vistas longitudinal (I) y transversal (II) del material descrito en la presente invención compuesto por tres fases:

Fase A: copos de grafito.

50 Fase B: Un material separador en forma de fibras de modo preferente fibras de carbono.

Fase C: una aleación metálica.

Exposición detallada de modos de realización

55 Ejemplo 1

Para fabricar este material se utilizaron como fases A y B (ver Fig. 1) copos de grafito y partículas de SiC de 13 μm de diámetro promedio, respectivamente. Los contenidos de las fases A y B se variaron en los intervalos 30-55% y 61-33% de volumen. La fase C fue en este caso la aleación eutéctica Al-12%Si. La aleación se elige procurando minimizar la temperatura de fusión y maximizar la compatibilidad con los refuerzos. La fracción de volumen de la fase C es igual a la parte restante de la suma de las fracciones de volumen de las fases A y B. La descripción detallada de las fracciones en volumen de cada fase utilizada se muestra en la Tabla 1.

65 El material del presente ejemplo se fabricó de acuerdo con las siguientes etapas:

- a) Las fases A y B se mezclaron en húmedo con un disolvente no polar (hexano). La cantidad de disolvente debe permitir la mezcla homogénea de las fases A y B. El proceso de mezcla se realizó con agitación

ES 2 304 314 B2

mecánica. La mezcla se filtró para retirar la fase líquida, y se evaporó el disolvente remanente calentando a 90°C.

- b) La mezcla de las fases A y B se consolidó bajo presión a 40 MPa en un molde metálico lo suficientemente resistente para soportar la presión de compactación. La presión se aplicó mediante un pistón previamente lubricado. Con este procedimiento se consigue una orientación preferencial de los copos de grafito (fase A).
- c) La preforma compactada se desmoldeó y colocó en la cámara de infiltración junto a la aleación (fase C). La preforma y el metal se separaron mediante un filtro poroso durante la etapa de calentamiento, esta etapa se realizó en vacío. La temperatura de infiltración depende de la aleación elegida; en este caso fue de 660°C.
- d) La preforma se infiltró bajo presión utilizando un gas presurizado (nitrógeno). El material obtenido se solidificó rápidamente apartándolo de la fuente de calor y trasladándolo a un sumidero de calor.

El material compuesto así fabricado se caracteriza por tener capas de copos de grafito (Fase A) orientados, alternando con capas de un material compuesto formado por las Fases B y C. En la Tabla 1 se muestran los valores de la TC y del CTE para las diferentes muestras obtenidas en este ejemplo, en el plano definido por los copos de grafito. Según las normas indicadas en la tabla inferior, las probetas utilizadas para las medidas de la TC y el CTE son de dimensiones 50x10x10 mm y 8x4x4 mm, respectivamente.

TABLA 1

| Muestra | Fase A Copos de Grafito (%) | Fase B Partículas SiC (%) | Fase C Aleación Al-12%Si (%) | TC (W/mK) (en el plano) | CTE $\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (en el plano) |
|---------|--------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------------|----------------------------|---|
| 1 | 55 | 33 | resto | 415 | 7,8 |
| 2 | 45 | 48 | resto | 342 | 9,4 |
| 3 | 43 | 52 | resto | 326 | 8,4 |
| 4 | 30 | 61 | resto | 322 | 7,8 |

TC medida de acuerdo con la norma ASTM E 1225.

CTE medido de acuerdo con la norma ASTM E 831.

Ejemplo 2

Para fabricar este material se utilizaron como fases A y B (ver Fig. 1) copos de grafito y partículas de SiC de 22 μm de diámetro promedio, respectivamente. Los contenidos de las fases A y B se variaron en los intervalos 32-60% y 53-27% de volumen, respectivamente. La Fase C fue en este caso la aleación eutéctica Al-12%Si. La aleación se elige procurando minimizar la temperatura de fusión y maximizar la compatibilidad con los refuerzos. La fracción de volumen de la fase C es igual a la parte restante de la suma de las fracciones de volumen de las fases A y B. La descripción detallada de las fracciones en volumen de cada una de las fases utilizada se muestra en la Tabla 2.

El material del presente ejemplo se fabricó siguiendo los procedimientos descritos en las etapas a)-d) del Ejemplo 1: Mezcla, consolidación de la preforma, etapa de fusión del metal, infiltración y finalmente solidificación del metal.

El material compuesto así fabricado se caracteriza por tener capas de copos de grafito (fase A) orientados, alternando con capas de un material compuesto formado por las fases B y C. En la Tabla 2 se muestran los valores de la TC y del CTE para las diferentes muestras obtenidas en este ejemplo, en el plano definido por los copos de grafito. Según las normas indicadas en la tabla inferior, las probetas utilizadas para las medidas de la TC y el CTE son de dimensiones 50x10x10 mm y 8x4x4 mm, respectivamente.

ES 2 304 314 B2

TABLA 2

| Muestra | Fase A Copos de Grafito (%) | Fase B Partículas SiC (%) | Fase C Aleación Al-12%Si (%) | TC (W/mK) (en el plano) | CTE $\times 10^{-6} K^{-1}$ (en el plano) |
|---------|--------------------------------------|------------------------------------|---------------------------------------|----------------------------|---|
| 1 | 60 | 27 | resto | 390 | 6,0 |
| 2 | 53 | 35 | resto | 368 | 7,0 |
| 3 | 32 | 48 | resto | 323 | 9,0 |
| 4 | 32 | 53 | resto | 294 | 9,6 |

TC medida de acuerdo con la norma ASTM E 1225.

CTE medido de acuerdo con la norma ASTM E 831.

Ejemplo 3

Para fabricar el material de este ejemplo se utilizaron como fases A y B (ver Fig. 1) copos de grafito y partículas de SiC de diámetros comprendidos en el intervalo 6-170 μm , respectivamente. Los contenidos de las fases A y B se variaron en los intervalos 42-77% y 44-18% de volumen, respectivamente. La Fase C fue en este caso la aleación eutéctica Al-12%Si. La aleación se elige procurando minimizar la temperatura de fusión y maximizar la compatibilidad con los refuerzos. La fracción de volumen de la Fase C es igual a la parte restante de la suma de las fracciones de volumen de las fases A y B. La descripción detallada de la fracciones en volumen de cada una de las fases utilizada se muestra en la Tabla 3.

El material del presente ejemplo se fabricó siguiendo los procedimientos descritos en las etapas a)-d) del Ejemplo 1: Mezcla, consolidación de la preforma, etapa de fusión del metal, infiltración y finalmente solidificación del metal.

El material compuesto así fabricado se caracteriza por tener capas de copos de grafito (fase A) orientados, alternando con capas de un material compuesto formado por las Fases B y C. En la Tabla 3 se muestran los valores de la TC y del CTE para las diferentes muestras obtenidas en este ejemplo, en el plano definido por los copos de grafito. Según las normas indicadas en la tabla inferior, las probetas utilizadas para las medidas de la TC y el CTE son de dimensiones 50x10x10 mm y 8x4x4 mm, respectivamente.

TABLA 3

| Muestra | Fase A Copos de Grafito (%) | Fase B Partículas SiC (%) | Fase C Aleación Al-12%Si (%) | Tamaño de partícula (μm) Fase B | TC (W/mK) (en el plano) | CTE $\times 10^{-6} K^{-1}$ (en el plano) |
|---------|--------------------------------------|---------------------------------|---------------------------------------|---|----------------------------|---|
| 1 | 46 | 44 | resto | 6 | 342 | 7,7 |
| 2 | 42 | 42 | resto | 8 | 399 | 7,8 |
| 3 | 55 | 33 | resto | 12 | 415 | 7,8 |
| 4 | 53 | 35 | resto | 25 | 368 | 7,0 |
| 5 | 48 | 44 | resto | 40 | 400 | 6,5 |
| 6 | 77 | 18 | resto | 170 | 437 | 5,8 |

TC medida de acuerdo con la norma ASTM E 1225.

CTE medido de acuerdo con la norma ASTM E 831.

ES 2 304 314 B2

Ejemplo 4

Para fabricar el material de este ejemplo se utilizaron como fases A y B (ver Fig. 1) copos de grafito y partículas de SiC de 13 μm de diámetro promedio. Los contenidos de las fases A y B se variaron en los intervalos 32-56% y 49-24% de volumen, respectivamente. La fase C fue en este caso la aleación eutéctica Ag-3%Si. La aleación se elige procurando minimizar la temperatura de fusión y maximizar la compatibilidad con los refuerzos. La fracción de volumen de la fase C es igual a la parte restante de la suma de las fracciones de volumen de las fases A y B. La descripción detallada de la fracciones en volumen de cada una de las fases utilizada se muestra en la Tabla 4.

El material del presente ejemplo se fabricó siguiendo los procedimientos descritos en las etapas a)-d) del Ejemplo 1: Mezcla, consolidación de la preforma, etapa de fusión del metal, infiltración y finalmente solidificación del metal. Dos fueron las diferencias respecto del proceso seguido en el Ejemplo 1: i) la mezcla de las fases A y B se realizó utilizando como disolvente ciclohexano en lugar de hexano, y, ii) la fusión de la fase C se realizó a 1000°C.

El material compuesto así fabricado se caracteriza por tener capas de copos de grafito (fase A) orientados, alternando con capas de un material compuesto formado por las fases B y C. En la Tabla 4 se muestran los valores de la TC y del CTE para las diferentes muestras obtenidas en este ejemplo, en el plano definido por los copos de grafito. Según las normas indicadas en la tabla inferior, las probetas utilizadas para las medidas de la TC y el CTE son de dimensiones 50x10x10 mm y 8x4x4 mm, respectivamente.

TABLA 4

| Muestra | Fase A Copos de Grafito (%) | Fase B Partículas SiC (%) | Fase C Aleación Ag-3%Si (%) | TC (W/mK) (en el plano) | CTE $\times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (en el plano) |
|---------|--------------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|----------------------------|--|
| 1 | 56 | 24 | resto | 413 | 7.3 |
| 2 | 53 | 31 | resto | 360 | 8.2 |
| 3 | 32 | 49 | resto | 302 | 8.6 |

TC medida de acuerdo con la norma ASTM E 1225.

CTE medido de acuerdo con la norma ASTM E 831.

Ejemplo 5

Para fabricar este material se utilizaron como fases A y B (ver Fig. 1) copos de grafito y fibras de carbono de altas prestaciones térmicas, longitud media de 100-300 μm y un diámetro medio de 5-10 μm . Los contenidos de las fases A y B se fijaron en el 75% y 10% de volumen, respectivamente. Como Fase C se eligieron las aleaciones eutécticas Al-12%Si y Ag-3%Si y las aleaciones Cu-x%Cr ($x=0,0, 0,1, 0,3$ y 1). La aleación se elige procurando minimizar la temperatura de fusión y maximizar la compatibilidad con los refuerzos. La fracción de volumen de la fase C es igual a la parte restante de la suma de las fracciones de volumen de las fases A y B. La descripción detallada de la fracciones en volumen de cada una de las fases utilizada se muestra en la Tabla 5.

El material del presente ejemplo se fabricó siguiendo los procedimientos descritos en las etapas a)-d) del Ejemplo 1: Mezcla, consolidación de la preforma, etapa de fusión del metal, infiltración y finalmente solidificación del metal. En este caso las temperaturas de fusión elegidas fueron: 660°C para la aleación Al-12%Si, 1000°C para Ag-3%Si, y 1200°C para las aleaciones Cu-x%Cr.

El material compuesto así fabricado se caracteriza por tener capas de copos de grafito (fase A) orientados, alternando con capas de un material compuesto formado por las Fases B y C. En la Tabla 5 se muestran los valores de la TC y del CTE para las diferentes muestras obtenidas en este ejemplo, en el plano definido por los copos de grafito. Según las normas indicadas en la tabla inferior, las probetas utilizadas para las medidas de la TC y el CTE son de dimensiones 50x10x10 mm y 8x4x4 mm, respectivamente.

TABLA 5

| Muestra | Fase A Copos de Grafito (%) | Fase B Fibra de carbono (%) | Fase C Aleación (%) | Aleación fase C | TC (W/mK) (en el plano) | CTE $\times 10^{-6} K^{-1}$ (en el plano) |
|---------|--------------------------------------|--------------------------------------|---------------------------|--------------------|----------------------------|---|
| 1 | 75 | 10 | resto | Al-12%Si | 367 | 3,0 |
| 2 | 75 | 10 | resto | Cu | 403 | 2,5 |
| 3 | 75 | 10 | resto | Cu-0,1%Cr | 231 | 3,0 |
| 4 | 75 | 10 | resto | Cu-0,3%Cr | 457 | 3,0 |
| 5 | 75 | 10 | resto | Cu-1%Cr | 298 | 2,0 |
| 6 | 75 | 10 | resto | Ag-3%Si | 548 | 3,0 |

TC medida de acuerdo con la norma ASTM E 1225.

CTE medido de acuerdo con la norma ASTM E 831.

Ejemplo 6

Para fabricar este material se utilizaron como fases A y B (ver Fig. 1) copos de grafito y partículas de diamante de 100 μm de diámetro. Los contenidos de las fases A y B se fijaron en el 60% y 20% de volumen, respectivamente. Como fase C se eligieron las aleaciones eutécticas Al-12%Si y Ag-3%Si. La aleación se elige procurando minimizar la temperatura de fusión y maximizar la compatibilidad con los refuerzos. La fracción de volumen de la fase C es igual a la parte restante de la suma de las fracciones de volumen de las fases A y B. La descripción detallada de las fracciones en volumen de cada una de las fases utilizada se muestra en la Tabla 6.

El material del presente ejemplo se fabricó siguiendo los procedimientos descritos en las etapas a)-d) del Ejemplo 1: Mezcla, consolidación de la preforma, etapa de fusión del metal, infiltración y finalmente solidificación del metal. En este caso las temperaturas de fusión elegidas fueron: 660°C para la aleación Al-12%Si, 1000°C para Ag-3%Si.

El material compuesto así fabricado se caracteriza por tener capas de copos de grafito (fase A) orientados, alternando con capas de un material compuesto formado por las fases B y C. En la Tabla 6 se muestran los valores de la TC y del CTE para las diferentes muestras obtenidas en este ejemplo, en el plano definido por los copos de grafito. Según las normas indicadas en la tabla inferior, las probetas utilizadas para las medidas de la TC y el CTE son de dimensiones 50x10x10 mm y 8x4x4 mm, respectivamente.

TABLA 6

| Muestra | Fase A Copos de Grafito (%) | Fase B Partículas Diamante (%) | Fase C Aleación (%) | Aleación Fase C | TC (W/mK) (en el plano) | CTE $\times 10^{-6} K^{-1}$ (en el plano) |
|---------|--------------------------------------|---|---------------------------|--------------------|----------------------------|--|
| 1 | 60 | 20 | resto | Al-12%Si | 451 | 4.4 |
| 2 | 60 | 20 | resto | Ag-3%Si | 253 | 6,4 |

TC medida de acuerdo con la norma ASTM E 1225.

CTE medido de acuerdo con la norma ASTM E 831.

ES 2 304 314 B2

REIVINDICACIONES

1. Material compuesto **caracterizado** porque comprende tres fases:

- 5
- i) Fase A: partículas de grafito en forma de copos.
 - ii) Fase B: partículas o fibras de una material que pueda actuar como separador de los copos
 - 10 iii) Fase C: aleación metálica, constituida por una aleación que comprende como componente mayoritario un metal seleccionado del grupo formado por aluminio, plata y cobre; formando aleación con al menos uno de los siguientes elementos: Si, Cr, Ti, V y B, junto con las inevitables impurezas.

15 2. El material compuesto de acuerdo con la reivindicación anterior, **caracterizado** porque el componente de la fase B se selecciona entre el grupo formado por SiC, BN, AlN, TiB₂, diamante y fibras de carbono.

20 3. El material compuesto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1-2, **caracterizado** porque la fase A y la fase B se encuentran íntimamente mezcladas formando una preforma compacta en la que se encuentra infiltrada la fase C.

4. El material compuesto, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1-3, **caracterizado** porque se utiliza una aleación Al-Si, Ag-Si o Cu-Cr en la fase C.

25 5. El material compuesto, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1-4, **caracterizado** porque comprende:

- i) entre 10-80% de volumen de fase A;
- ii) entre 15-70% en volumen de fase B;
- 30 iii) el resto de fase C.

6. El material compuesto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1-5, **caracterizado** porque:

- 35 i) los copos de grafito tienen un tamaño de partícula de entre 20-1000 μm ;
- ii) la fase B comprende fibras de carbono de un diámetro medio de 5-10 μm y una longitud media de 100-300 μm , o, alternativamente, partículas cerámicas de diámetro medio comprendido en el intervalo 6-200 μm .

40 7. El material compuesto de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1-6, **caracterizado** por tener capas de copos de grafito orientados (fase A) alternando con capas de un material compuesto formado por las fases B y C.

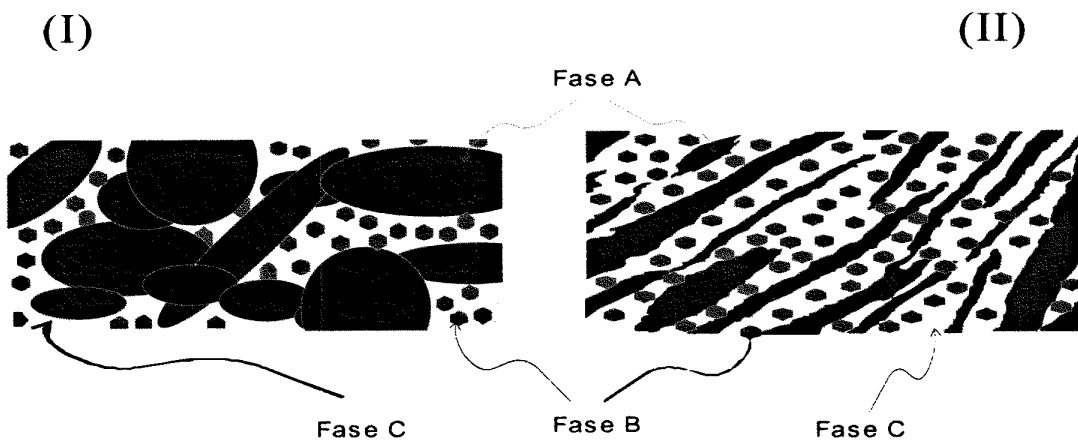
45 8. Un proceso para la fabricación de un material compuesto según las reivindicaciones 1-7 **caracterizado** porque comprende las siguientes etapas:

- a) mezcla de los copos de grafito con partículas de material cerámico o alternativamente con fibras de carbono;
- 50 b) conformado, mediante presión, de la mezcla de la etapa a) como una preforma porosa;
- c) colocación de la preforma porosa obtenida en b) junto al metal para realizar la infiltración de la aleación;
- 55 d) calentamiento del conjunto hasta una temperatura ligeramente superior al punto de fusión de la aleación y aplicación de presión para forzar a ésta a infiltrar los poros de la preforma.

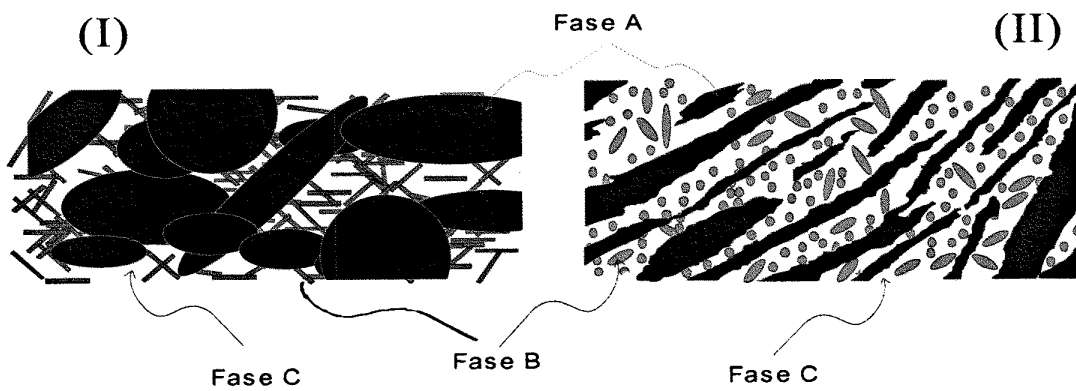
9. Uso del material compuesto según las reivindicaciones 1-7 como disipador de calor por contacto en dispositivos microelectrónicos, optoelectrónicos y generadores de potencia.

60

65



Fi g. 1



Fi g. 2



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① ES 2 304 314

② Nº de solicitud: 200700804

③ Fecha de presentación de la solicitud: 27.03.2007

④ Fecha de prioridad:

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TÉCNICA

⑤ Int. Cl.: Ver hoja adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

| Categoría | ⑥ Documentos citados | Reivindicaciones afectadas |
|-----------|---|----------------------------|
| X | EP 0370546 A1 (NUOVA SAMIM S.p.A.) 30.05.1990, columna 4, líneas 1-45; reivindicaciones 1-6. | 1-3,6,9 |
| X | EP 0765946 A1 (SUZUKI MOTOR CO) 02.04.1997, ejemplo 3; ejemplo de aplicación 1; tabla 1; reivindicaciones 5-13. | 1-3,6,7 |
| X | US 5228494 A (ROHATGI y col.) 20.07.1993, columna 1, líneas 54-63; columna 2, líneas 4-13; columna 2, líneas 61-64; ejemplos 11,12. | 1 |
| A | EP 1168438 A2 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 02.01.2002, página 3, línea 17 - página 4, línea 11; página 5, líneas 4-14. | 1-10 |
| A | MOLINA, J.M. y col., Infiltration of graphite preforms with Al-Si eutectic alloy and mercury, Scripta Materialia, 21.03.2007, Vol. 56, páginas 991-994. Página 991. | 1-10 |

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
10.09.2008

Examinador
M. García Poza

Página
1/2

CLASIFICACIÓN DEL OBJETO DE LA SOLICITUD

C22C 1/10 (2006.01)

C04B 41/51 (2006.01)

H01L 23/373 (2006.01)