



# (12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114990473 B

(45) 授权公告日 2023.08.01

(21) 申请号 202210430568.1	C09J 179/08 (2006.01)
(22) 申请日 2022.04.22	C09J 11/04 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号	C09J 5/02 (2006.01)
申请公布号 CN 114990473 A	B32B 15/18 (2006.01)
(43) 申请公布日 2022.09.02	B32B 15/20 (2006.01)
(73) 专利权人 江西省航宇电子材料有限公司	B32B 15/01 (2006.01)
地址 336000 江西省宜春市袁州区机电产	B32B 7/12 (2006.01)
业基地工业大道16号(自主承诺)	B32B 38/00 (2006.01)
(72) 发明人 陈永华 张运东 甘鹏程	B32B 38/16 (2006.01)
(74) 专利代理机构 南昌金轩知识产权代理有限	B32B 37/00 (2006.01)
公司 36129	B32B 37/06 (2006.01)
专利代理师 陈梅	B32B 37/10 (2006.01)
	B32B 37/12 (2006.01)

### (56) 对比文件

(51) Int.Cl.	JP 2005097651 A, 2005.04.14
G23C 8/38 (2006.01)	JP 2011208281 A, 2011.10.20
G23C 8/02 (2006.01)	WO 2007089216 A1, 2007.08.09
G23C 14/06 (2006.01)	
G23C 14/35 (2006.01)	
C09J 163/00 (2006.01)	

审查员 肖峰

权利要求书1页 说明书9页

### (54) 发明名称

不锈钢基表面处理方法、覆铜板及制备方法

### (57) 摘要

本发明涉及不锈钢基表面处理方法、覆铜板及制备方法,属于覆铜板制备技术领域。一种不锈钢基表面处理方法,包括以下步骤:选用不锈钢板作为覆铜板基板,对基板进行预处理;对预处理后的基板进行离子氮化处理;以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层。该方法依次对不锈钢基板进行离子氮化和采用特定靶材磁控溅射制备纳米过渡层,能够提高不锈钢基板的耐腐蚀性,增强基板与绝缘介质层之间的结合力;利用前述制备得到的基板,并在树脂胶液中加入了纳米氮化硼和四钛酸钾晶须,所制备的覆铜板具有导热性好、剥离强度高,且可靠性好的优点。

1. 一种不锈钢基表面处理方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、预处理:选用不锈钢板作为覆铜板基板,对基板进行预处理;

S2、离子氮化处理:对预处理后的基板进行离子氮化处理;

S3、制备纳米过渡层:以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层;纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用(10~20):1;

S2所述离子氮化的具体工艺是:采用氮气和氢气作为氮化介质,氮气和氢气的体积比为(4~6):1,氮化气压为1pa~20pa,氮化电压为500V~650V,氮化温度为500℃~600℃,氮化时间为2h~4h,氮化结束后冷却至室温;

S3所述真空磁控溅射的工艺是:基板与靶材之间的距离为10cm~30cm,以氩气作为工艺气体,流量为100sccm~200sccm,溅射功率为300W~500W,溅射时间为10min~30min。

2. 根据权利要求1所述一种不锈钢基表面处理方法,其特征在于,S1中所述预处理为将基板依次进行碱洗脱脂、酸洗除氧化层和水洗干燥。

3. 根据权利要求2所述一种不锈钢基表面处理方法,其特征在于,S1所述碱洗脱脂的具体工艺是:将基板在碱洗液中浸渍处理5min~10min,浸渍温度控制在35℃~50℃;

碱洗液包括以下质量百分比的各组分:氢氧化钠10%~15%,碳酸钠1%~2%,脂肪醇聚氧乙烯醚1%~2%,余量为水。

4. 根据权利要求2所述一种不锈钢基表面处理方法,其特征在于,S1所述酸洗除氧化层的具体工艺是:将碱洗脱脂后的基板在酸洗液中浸渍处理5min~10min,浸渍温度控制在45℃~55℃;

酸洗液包括以下质量百分比的各组分:硫酸20%~25%,柠檬酸3%~5%,脂肪醇聚氧乙烯醚0.5%~1.5%,余量为水。

5. 一种覆铜板的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 制备树脂胶液:其包括以下重量份的各组分,双酚A型环氧树脂30份~40份,双马来酰亚胺5份~10份,2-甲基咪唑0.1份~0.5份,纳米氮化硼3份~7份,四钛酸钾晶须2份~5份,丙酮50份~60份;

(2) 在处理后的不锈钢基板表面涂覆10μm~15μm厚的树脂胶液,置于120℃~130℃的烘箱中烘烤20min~40min,制得具有半固化绝缘层的不锈钢基板;

其中,所述处理后的不锈钢基板为根据权利要求1~4任一项所述方法制备而得;

(3) 将具有半固化绝缘层的不锈钢基板与电解铜箔进行热压制备得到覆铜板。

6. 根据权利要求5所述一种覆铜板的制备方法,其特征在于,步骤(1)所述树脂胶液的制备方法为:取配方量1/4~1/3的双酚A型环氧树脂加入丙酮搅拌混匀,加入四钛酸钾晶须混合30min后加入纳米氮化硼继续分散1h,再加入剩余的双酚A型环氧树脂、双马来酰亚胺和2-甲基咪唑搅拌分散30min,制得树脂胶液。

7. 根据权利要求5所述一种覆铜板的制备方法,其特征在于,步骤(1)中纳米氮化硼的粒径为30nm。

8. 一种覆铜板,其特征在于,为采用权利要求5~7任一项所述方法制备得到。

## 不锈钢基表面处理方法、覆铜板及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及覆铜板制备技术领域,具体涉及不锈钢基表面处理方法、覆铜板及制备方法。

### 背景技术

[0002] 覆铜板又称覆铜箔层压板,是印制电路板制造中的基板材料,对印制电路板主要起互连导通、绝缘和支撑的作用,且印制电路板在制作过程中,需要涉及到孔加工、铜电镀和蚀刻等操作,因此,覆铜板的好坏对于印制电路板的品质、加工性、长期的可靠性和稳定性具有非常重要的作用。

[0003] 不锈钢基覆铜板具有高机械强度和良好的平整度,此点大大优于常见的铝基覆铜板,因此,对不锈钢基覆铜板的研究非常必要,不锈钢基覆铜板一般是由不锈钢板、绝缘介质层和铜箔三部分经热压复合而成。

[0004] 目前,对于不锈钢基覆铜板的制备工艺的相关现有技术较少,且多数研究都是集中于绝缘介质层的制备和改进上,然而实际的研究过程中发现,单一改进绝缘介质层的配方和制备方法,对于不锈钢基覆铜板的性能的提升幅度非常有限,所制备的覆铜板在腐蚀性试剂和外力的影响下,覆铜板发生腐蚀,断裂和分层的情况仍时有发生,可靠性和导热效果较差。

[0005] 基于上述缺陷,本申请将从不锈钢基表面处理方法、覆铜板及制备方法的角度来提升覆铜板的耐腐蚀性、可靠性和导热性能。

### 发明内容

[0006] 针对现有技术的不足之处,本发明的目的之一在于提供不锈钢基表面处理方法,该方法依次对不锈钢基板进行离子氮化和采用特定靶材磁控溅射制备纳米过渡层,能够提高不锈钢基板的耐腐蚀性,增强基板与绝缘介质层之间的结合力;本发明的另一目的在于,提供覆铜板的制备方法,利用前述制备得到的基板,并在树脂胶液中加入了纳米氮化硼和四钛酸钾晶须,所制备的覆铜板具有导热性好、剥离强度高,且可靠性好的优势。。

[0007] 为了达到上述目的,本发明采用如下技术方案:

[0008] 一方面,本发明提供一种不锈钢基表面处理方法,包括以下步骤:

[0009] S1、预处理:选用不锈钢板作为覆铜板基板,对基板进行预处理;

[0010] S2、离子氮化处理:对预处理后的基板进行离子氮化处理;

[0011] S3、制备纳米过渡层:以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层。

[0012] 进一步地,S1中所述预处理为将基板依次进行碱洗脱脂、酸洗除氧化层和水洗干燥。

[0013] 进一步地,S1所述碱洗脱脂的具体工艺是:将基板在碱洗液中浸渍处理5min~10min,浸渍温度控制在35℃~50℃;

[0014] 碱洗液包括以下质量百分比的各组分:氢氧化钠10%~15%,碳酸钠1%~2%,脂肪醇聚氧乙烯醚1%~2%,余量为水。

[0015] 进一步地,S1所述酸洗除氧化层的具体工艺是:将碱洗脱脂后的基板在酸洗液中浸渍处理5min~10min,浸渍温度控制在45℃~55℃;

[0016] 酸洗液包括以下质量百分比的各组分:硫酸20%~25%,柠檬酸3%~5%,脂肪醇聚氧乙烯醚0.5%~1.5%,余量为水。

[0017] 进一步地,S2所述离子氮化的具体工艺是:采用氮气和氢气作为氮化介质,氮气和氢气的体积比为(4~6):1,氮化气压为1pa~20pa,氮化电压为500V~650V,氮化温度为500℃~600℃,氮化时间为2h~4h,氮化结束后冷却至室温。

[0018] 进一步地,S3所述真空磁控溅射的工艺是:基板与靶材之间的距离为10cm~30cm,以氩气作为工艺气体,流量为100sccm~200sccm,溅射功率为300W~500W,溅射时间为10min~30min。

[0019] 另一方面,本发明还提供一种覆铜板的制备方法,包括以下步骤:

[0020] (1) 制备树脂胶液:其包括以下重量份的各组分,双酚A型环氧树脂30份~40份,双马来酰亚胺5份~10份,2-甲基咪唑0.1份~0.5份,纳米氮化硼3份~7份,四钛酸钾晶须2份~5份,丙酮50份~60份;

[0021] (2) 在处理后的不锈钢基板表面涂覆10μm~15μm厚的树脂胶液,置于120℃~130℃的烘箱中烘烤20min~40min,制得具有半固化绝缘层的不锈钢基板;

[0022] 其中,所述处理后的不锈钢基板为根据上述方法制备而得;

[0023] (3) 将具有半固化绝缘层的不锈钢基板与电解铜箔进行热压制备得到覆铜板。

[0024] 进一步地,步骤(1)所述树脂胶液的制备方法为:取配方量1/4~1/3的双酚A型环氧树脂加入丙酮搅拌均匀,加入四钛酸钾晶须混合30min后加入纳米氮化硼继续分散1h,再加入剩余的双酚A型环氧树脂、双马来酰亚胺和2~甲基咪唑搅拌分散30min,制得树脂胶液。

[0025] 进一步地,步骤(1)中纳米氮化硼的粒径为30nm。

[0026] 又一方面,本发明还提供一种覆铜板,其采用上述方法制备得到。

[0027] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

[0028] 1. 本发明提供了覆铜板制备适用的不锈钢基板的表面处理方法,该方法对不锈钢基板进行离子氮化处理,并对离子氮化后的不锈钢基板采用纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材真空磁控溅射制备纳米过渡层,显著提高不锈钢基板的耐腐蚀性,增强了基板与绝缘介质层之间的结合力。

[0029] 2. 本发明提供了覆铜板的制备方法,利用上述表面处理方法得到的不锈钢板作为基板,并对粘合铜箔和基板的液体胶液的配方和制备方法进行优化,液体胶液配方中添加了纳米氮化硼和四钛酸钾晶须在液体胶液中形成网络状导热通道,所制备的覆铜板具有导热性好、剥离强度高,可靠性好的优势。

## 具体实施方式

[0030] 下面将结合本发明实施例,对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,所描述的实施例仅仅是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明的实施例,本领域普

通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0031] 本发明提供一种不锈钢基表面处理方法,包括以下步骤:

[0032] S1、预处理:选用不锈钢板作为覆铜板基板,对基板进行预处理;

[0033] S2、离子氮化处理:对预处理后的基板进行离子氮化处理;

[0034] S3、制备纳米过渡层:以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层。

[0035] 与铝基板相比,不锈钢基板更好的机械强度,本身具有一定的耐腐蚀性,但在恶劣条件下依然会产生腐蚀,对基板进行离子氮化处理,能够在不锈钢表面形成一层致密、耐磨且抗腐蚀性很好的氮化层;

[0036] 在氮化层表面采用纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材溅射制备一层纳米过渡层可进一步提高基板的抗腐蚀性能,所选择纳米氮化硼的粒径为30nm,纳米二氧化硅的粒径为50nm。纳米氮化硼具有非常好的导热性能,纳米二氧化硅与环氧树脂之间具有很好的相容性,在纳米氮化硼中加入少量的纳米二氧化硅所制备的纳米过渡层与环氧树脂之间具有较高的粘结力,所得覆铜板具有较高的剥离强度,不易分层。

[0037] 在对不锈钢基板进行离子氮化前,进行预处理去除不锈钢表面的油脂和钝化层,能够提升氮化效果,使所得氮化层更加致密。在本申请提供的优选实施方式中,S1中所述预处理为将基板依次进行碱洗脱脂、酸洗除氧化层和水洗干燥。

[0038] 其中,碱洗脱脂的具体工艺是:将基板在碱洗液中浸渍处理5min~10min,浸渍温度控制在35℃~50℃;碱洗液包括以下质量百分比的各组分:氢氧化钠10%~15%,碳酸钠1%~2%,脂肪醇聚氧乙烯醚1%~2%,余量为水。

[0039] 酸洗除氧化层的具体工艺是:将碱洗脱脂后的基板在酸洗液中浸渍处理5min~10min,浸渍温度控制在45℃~55℃;酸洗液包括以下质量百分比的各组分:硫酸20%~25%,柠檬酸3%~5%,脂肪醇聚氧乙烯醚0.5%~1.5%,余量为水。

[0040] 与普通氮化相比,离子氮化具有的氮化效率更高,且氮化层脆性较小不影响后续印制电路板的打孔。在本申请的一些实施方式中,离子氮化的具体工艺是:采用氮气和氢气作为氮化介质,氮气和氢气的体积比为(4~6):1,氮化气压为1pa~20pa,氮化电压为500V~650V,氮化温度为500℃~600℃,氮化时间为2h~4h,氮化结束后冷却至室温。

[0041] 根据本申请另一些具体的实施方式,真空磁控溅射的工艺是:基板与靶材之间的距离为10cm~30cm,以氩气作为工艺气体,流量为100sccm~200sccm,溅射功率为300W~500W,溅射时间为10min~30min。

[0042] 根据本申请的一些具体的实施方式,纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用(10~20):1,以15:1为最佳。

[0043] 本发明还提供一种覆铜板的制备方法,包括以下步骤:

[0044] (1) 制备树脂胶液:其包括以下重量份的各组分,双酚A型环氧树脂30份~40份,双马来酰亚胺5份~10份,2-甲基咪唑0.1份~0.5份,纳米氮化硼3份~7份,四钛酸钾晶须2份~5份,丙酮50份~60份;所述树脂胶液的制备方法具体为:取配方量1/4~1/3的双酚A型环氧树脂加入丙酮搅拌均匀,加入四钛酸钾晶须混合30min后加入纳米氮化硼继续分散1h,再加入剩余的双酚A型环氧树脂、双马来酰亚胺和2-甲基咪唑搅拌分散30min,制得树脂胶液;

[0045] 采用少部分的环氧树脂在丙酮中先制备粘度较低的树脂胶,使得胶液具有较好的流动性,四钛酸钾晶须经搅拌后能够较好地分散于胶液中。再向其中加入纳米氮化硼,纳米级的氮化硼与四钛酸钾晶须之间具有较强的吸附作用,氮化硼能够以四钛酸钾晶须作为载体形成纳米氮化硼包裹四钛酸钾晶须的状态,纳米氮化硼通过钛酸酯晶须的作用在树脂中形成了网络状导热通道,从而大大提高了树脂胶的导热性能。

[0046] (2) 在处理后的不锈钢基板表面涂覆 $10\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 厚的树脂胶液,置于 $120^{\circ}\text{C}\sim 130^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘烤 $20\text{min}\sim 40\text{min}$ ,制得具有半固化绝缘层的不锈钢基板;

[0047] 其中,所述处理后的不锈钢基板采用前述方法制备而得;

[0048] (3) 将具有半固化绝缘层的不锈钢基板与电解铜箔进行热压制备得到覆铜板。

[0049] 纳米氮化硼的粒径对于树脂胶的制备非常重要,步骤(1)中纳米氮化硼的粒径为 $30\text{nm}$ 导热性能的改善效果最佳,粒径过小或过大,导热性能的改善效果会有下降。

[0050] 本发明还提供一种覆铜板,其采用上述方法制备得到。

[0051] 所述方法如无特别说明均为常规方法,所述原材料如无特别说明均能从公开商业途径获得,以下结合具体实施例对本发明的技术方案作进一步说明:

[0052] 实施例1

[0053] 本实施例提供不锈钢基表面处理方法,选用不锈钢板作为覆铜板基板,其制备方法为:

[0054] (1) 预处理:对覆铜板基板在 $40^{\circ}\text{C}$ 碱洗液中浸渍 $5\text{min}$ 进行脱脂,浸渍完成将基板取出,将碱洗脱脂后的基板转入 $50^{\circ}\text{C}$ 的酸洗液浸渍 $10\text{min}$ ,取出酸洗后的基板进行水洗并烘干;

[0055] 其中,碱洗液配方(质量百分比):氢氧化钠 $15\%$ ,碳酸钠 $1.5\%$ ,脂肪醇聚氧乙烯醚 $1.5\%$ ,水余量;酸洗液配方(质量百分比):硫酸 $20\%$ ,柠檬酸 $5\%$ ,脂肪醇聚氧乙烯醚 $1\%$ ,水余量;

[0056] (2) 离子氮化处理:将预处理后的基板进行离子氮化处理,采用氮气和氢气作为氮化介质,氮气和氢气的体积比为 $4:1$ ,氮化气压为 $10\text{pa}$ ,氮化电压为 $650\text{V}$ ,氮化温度为 $500^{\circ}\text{C}$ ,氮化时间为 $2\text{h}$ ,氮化结束后冷却至室温;

[0057] (3) 制备纳米过渡层:以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用 $15:1$ ,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层;真空磁控溅射的工艺是:基板与靶材之间的距离为 $20\text{cm}$ ,以氩气作为工艺气体,流量为 $200\text{sccm}$ ,溅射功率为 $300\text{W}$ ,溅射时间为 $30\text{min}$ 。

[0058] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试,耐中性盐雾试验结果为 $1500\text{h}$ 。

[0059] 实施例2

[0060] 本实施例提供不锈钢基表面处理方法,选用不锈钢板作为覆铜板基板,其制备方法为:

[0061] (1) 预处理:对覆铜板基板在 $40^{\circ}\text{C}$ 碱洗液中浸渍 $5\text{min}$ 进行脱脂,浸渍完成将基板取出,将碱洗脱脂后的基板转入 $50^{\circ}\text{C}$ 的酸洗液浸渍 $10\text{min}$ ,取出酸洗后的基板进行水洗并烘干;

[0062] 其中,碱洗液配方(质量百分比):氢氧化钠 $15\%$ ,碳酸钠 $1.5\%$ ,脂肪醇聚氧乙烯醚

1.5%，水余量；酸洗液配方(质量百分比)：硫酸20%，柠檬酸5%，脂肪醇聚氧乙烯醚1%，水余量；

[0063] (2) 离子氮化处理：将预处理后的基板进行离子氮化处理，采用氮气和氢气作为氮化介质，氮气和氢气的体积比为5:1，氮化气压为10pa，氮化电压为600V，氮化温度为550℃，氮化时间为3h，氮化结束后冷却至室温；

[0064] (3) 制备纳米过渡层：以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材，纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用15:1，采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层；真空磁控溅射的工艺是：基板与靶材之间的距离为20cm，以氩气作为工艺气体，流量为150sccm，溅射功率为400W，溅射时间为20min。

[0065] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试，耐中性盐雾试验结果为1650h。

[0066] 实施例3

[0067] 本实施例提供不锈钢基表面处理方法，选用不锈钢板作为覆铜板基板，其制备方法为：

[0068] (1) 预处理：对覆铜板基板在40℃碱洗液中浸渍5min进行脱脂，浸渍完成将基板取出，将碱洗脱脂后的基板转入50℃的酸洗液浸渍10min，取出酸洗后的基板进行水洗并烘干；

[0069] 其中，碱洗液配方(质量百分比)：氢氧化钠15%，碳酸钠1.5%，脂肪醇聚氧乙烯醚1.5%，水余量；酸洗液配方(质量百分比)：硫酸20%，柠檬酸5%，脂肪醇聚氧乙烯醚1%，水余量；

[0070] (2) 离子氮化处理：将预处理后的基板进行离子氮化处理，采用氮气和氢气作为氮化介质，氮气和氢气的体积比为4:1，氮化气压为10pa，氮化电压为650V，氮化温度为500℃，氮化时间为2h，氮化结束后冷却至室温；

[0071] (3) 制备纳米过渡层：以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材，纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用15:1，采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层；真空磁控溅射的工艺是：基板与靶材之间的距离为20cm，以氩气作为工艺气体，流量为100sccm，溅射功率为500W，溅射时间为10min。

[0072] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试，耐中性盐雾试验结果为1550h。

[0073] 实施例4

[0074] 本实施例提供不锈钢基表面处理方法，选用不锈钢板作为覆铜板基板，其制备方法为：

[0075] (1) 预处理：对覆铜板基板在40℃碱洗液中浸渍5min进行脱脂，浸渍完成将基板取出，将碱洗脱脂后的基板转入50℃的酸洗液浸渍10min，取出酸洗后的基板进行水洗并烘干；

[0076] 其中，碱洗液配方(质量百分比)：氢氧化钠15%，碳酸钠1.5%，脂肪醇聚氧乙烯醚1.5%，水余量；酸洗液配方(质量百分比)：硫酸20%，柠檬酸5%，脂肪醇聚氧乙烯醚1%，水余量；

[0077] (2) 离子氮化处理：将预处理后的基板进行离子氮化处理，采用氮气和氢气作为氮

化介质,氮气和氢气的体积比为5:1,氮化气压为10pa,氮化电压为600V,氮化温度为550℃,氮化时间为3h,氮化结束后冷却至室温;

[0078] (3) 制备纳米过渡层:以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用10:1,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层;真空磁控溅射的工艺是:基板与靶材之间的距离为20cm,以氩气作为工艺气体,流量为150sccm,溅射功率为400W,溅射时间为20min。

[0079] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试,耐中性盐雾试验结果为1600h。

[0080] 实施例5

[0081] 本实施例提供不锈钢基表面处理方法,选用不锈钢板作为覆铜板基板,其制备方法为:

[0082] (1) 预处理:对覆铜板基板在40℃碱洗液中浸渍5min进行脱脂,浸渍完成将基板取出,将碱洗脱脂后的基板转入50℃的酸洗液浸渍10min,取出酸洗后的基板进行水洗并烘干;

[0083] 其中,碱洗液配方(质量百分比):氢氧化钠15%,碳酸钠1.5%,脂肪醇聚氧乙烯醚1.5%,水余量;酸洗液配方(质量百分比):硫酸20%,柠檬酸5%,脂肪醇聚氧乙烯醚1%,水余量;

[0084] (2) 离子氮化处理:将预处理后的基板进行离子氮化处理,采用氮气和氢气作为氮化介质,氮气和氢气的体积比为5:1,氮化气压为10pa,氮化电压为600V,氮化温度为550℃,氮化时间为3h,氮化结束后冷却至室温;

[0085] (3) 制备纳米过渡层:以纳米氮化硼和纳米二氧化硅作为双靶材,纳米氮化硼和纳米二氧化硅的质量比采用20:1,采用真空磁控溅射的方法在氮化后的基板表面制备纳米过渡层;真空磁控溅射的工艺是:基板与靶材之间的距离为20cm,以氩气作为工艺气体,流量为150sccm,溅射功率为400W,溅射时间为20min。

[0086] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试,耐中性盐雾试验结果为1600h。

[0087] 对比例1

[0088] 本对比例提供不锈钢基表面处理的方法,与实施例2的不同之处在于,不进行纳米过渡层制作。

[0089] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试,耐中性盐雾试验结果为1150h。

[0090] 对比例2

[0091] 本对比例提供不锈钢基表面处理的方法,与实施例2的不同之处在于,纳米过渡层的制备中不加入纳米二氧化硅。

[0092] 采用ISO 9227-2017对所得不锈钢基板进行抗腐蚀性能测试,耐中性盐雾试验结果为1600h。

[0093] 从耐盐雾性能上看,实施例1~5和对比例1~2方法制备的不锈钢基板均具有较好的抗腐蚀性能,均超过1000h,实施例1~5和对比例2的抗腐蚀性要好于对比例1,且以实施例2不锈钢基板的抗腐蚀性最佳。

[0094] 实施例6

[0095] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,不锈钢基的表面处理方法如实施例1,其制备工艺为:

[0096] (1)树脂胶液的配方:按照重量百分比包括双酚A型环氧树脂35份,双马来酰亚胺8份,2-甲基咪唑0.3份,纳米氮化硼(粒径10nm)5份,四钛酸钾晶须3份,丙酮55份;

[0097] (2)树脂胶液的制备:取配方量1/4的双酚A型环氧树脂加入丙酮搅拌混匀,加入四钛酸钾晶须混合30min后加入纳米氮化硼继续分散1h,再加入剩余的双酚A型环氧树脂、双马来酰亚胺和2-甲基咪唑搅拌分散30min,制得树脂胶液;

[0098] (3)在表面处理后的不锈钢基板涂覆一层10 $\mu$ m厚的树脂胶液,置于120 $^{\circ}$ C的烘箱中烘烤30min,制得具有半固化绝缘层的不锈钢基板;

[0099] (4)将上述不锈钢基板与电解铜箔,置于真空热压机中在120 $^{\circ}$ C、0.3MPa条件下保压1h,压制得到覆铜板。

[0100] 实施例7

[0101] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例6的区别在于,不锈钢基的表面处理方法如实施例2。

[0102] 实施例8

[0103] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例6的区别在于,不锈钢基的表面处理方法如实施例3。

[0104] 实施例9

[0105] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例6的区别在于,不锈钢基的表面处理方法如实施例4。

[0106] 实施例10

[0107] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例6的区别在于,不锈钢基的表面处理方法如实施例5。

[0108] 实施例11

[0109] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例7的区别在于,纳米氮化硼的粒径为30nm。

[0110] 实施例12

[0111] 本实施例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例7的区别在于,纳米氮化硼的粒径为50nm。

[0112] 对比例3

[0113] 本对比例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例7的区别在于,不锈钢基基板的表面处理如对比例2。

[0114] 对比例4

[0115] 本对比例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例7的区别在于,覆铜板制备工艺树脂胶液的配方和制备方法不同:

[0116] 树脂胶液配方为:按照重量百分比包括双酚A型环氧树脂35份,双马来酰亚胺8份,2-甲基咪唑0.3份,纳米氮化硼(粒径50nm)5份,丙酮55份。

[0117] 树脂胶液制备方法为:将双酚A型环氧树脂、双马来酰亚胺和2-甲基咪唑、丙酮搅

拌混匀,加入纳米氮化硼继续分散1h,制得树脂胶液。

[0118] 对比例5

[0119] 本对比例提供不锈钢基覆铜板的制备方法,与实施例7的区别在于,不锈钢基基板的表面处理如对比例1。

[0120] 对实施例6~12和对比例3~5生产的不锈钢基覆铜板进行剥离强度(IPC-650)、导热性(ASTM D5470)和耐浸焊性(IPC-650)测试,结果如下表1所示:

[0121] 表1:实施例6~12和对比例3~5不锈钢基覆铜板性能结果

编号	导热系数 (W/m·K)	剥离强度 (N/mm)	耐浸焊性 (300℃, 60s)
实施例 6	2.05	1.44	通过
实施例 7	2.11	1.47	通过
实施例 8	2.07	1.51	通过
实施例 9	1.95	1.53	通过
实施例 10	2.15	1.22	通过
实施例 11	2.32	1.48	通过
实施例 12	1.99	1.38	通过
对比例 3	2.35	0.86	不通过
对比例 4	1.54	1.36	通过
对比例 5	1.83	1.06	不通过

[0123] 从导热性能上看,实施例6~12和对比例3的覆铜板的导热系数明显高于对比例1,对比实施例7、实施例10和实施例11的导热系数可以看出,树脂胶液中采用纳米氮化硼的粒径大小对覆铜板的导热性能具有影响,纳米氮化硼的粒径以30nm所获得的导热性能较好。对比实施例7和对比例4可以看出,树脂胶液的配方和制备方法对覆铜板的导热性能具有非常显著的影响,在树脂胶液中加入四钛酸钾晶须,配合特定方法进行制备,能够大大提高树脂胶液和覆铜板的导热性能。从剥离强度上看,实施例6~12和对比例4中的覆铜板剥离强度要好于对比例3和5,对比实施例7、实施例9~10、对比例3和5的剥离强度试验结果,不锈钢基板的纳米过渡层的制备对本方案中覆铜板剥离强度有明显影响,纳米过渡层中添加二氧化硅会提高本方案中覆铜板的剥离强度,提高纳米过渡层中二氧化硅含量能提高覆铜板的剥离强度,含量提高至一定比例后,上升效果则不明显。从耐浸焊性上看,实施例6~12和对比例4的覆铜板的耐浸焊性优于对比例3和对比例5,在300℃条件下,样品在>60s的情况下,均没有出现鼓泡和分层情况,可靠性好。综合导热性、剥离强度和耐浸焊性看,以实施例11的覆铜板综合性能最佳。

[0124] 最后应当说明的是:以上实施例仅用以说明本申请的技术方案而非对其限制;尽管参照较佳实施例对本申请进行了详细的说明,所属领域的普通技术人员应当理解:依然

可以对本申请的具体实施方式进行修改或者对部分技术特征进行等同替换,其均应涵盖在本申请请求保护的技术方案范围当中。