

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200610136919.9

[51] Int. Cl.

C22C 45/10 (2006.01)

C22C 1/04 (2006.01)

B22F 3/16 (2006.01)

C23C 10/28 (2006.01)

[43] 公开日 2007 年 7 月 11 日

[11] 公开号 CN 1995438A

[22] 申请日 2006.12.22

[21] 申请号 200610136919.9

[71] 申请人 株洲硬质合金集团有限公司

地址 412000 湖南省株洲市荷塘区钻石路 48 号

[72] 发明人 刘孙和 傅崇伟 李 鹏 吴 昊

[74] 专利代理机构 株洲市美奇知识产权代理有限公司

代理人 王法男

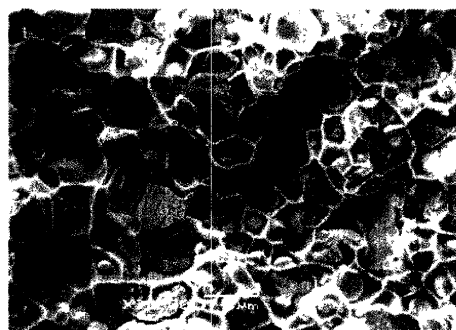
权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种制备钨铜合金的方法

[57] 摘要

本发明提供了一种制备铜为 25wt% ~ 40wt%、余量为钨的高铜含量钨铜合金的方法，采用 5wt% ~ 20wt%、纯度 $\geq 99.5\%$ 、粒度为 $15\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 的铜粉，和与所述的钨铜合金中的钨具有相同质量百分比、纯度 $\geq 99\%$ 、粒度为 $3 \sim 6\mu\text{m}$ 钨粉，均匀混合后模压成型，孔隙度 λ 控制在 $35\% \pm 2\%$ 的压坯预烧结得到钨铜合金骨架，计算渗铜量，将纯度 $\geq 99.5\%$ ，粒度 $< 76\mu\text{m}$ 的铜粉模压成与骨架表面尺寸相同的铜片置于钨铜合金骨架上，装入石墨坩埚中，采用氧化铝填埋后进行升温渗铜；获得的高铜含量钨铜合金，具有 98% 以上的高致密度，传导性能优异，适合于电触头和电极材料、电子封装材料、高温发汗材料等。



1、一种铜的质量百分比为 25%~40%、余量为钨的钨铜合金的制备方法，依次包括以下步骤：

(1) 采用质量百分比为 5%~20%的铜粉，和与所述的钨铜合金中的钨具有相同质量百分比的钨粉均匀混合 8 小时~16 小时；

(2) 将混合料在为 180 MPa~200 MPa 的压力下模压成型，得到压坯；

(3) 将压坯置于氢气炉中进行预烧结，烧结温度 900~1000° C, 保温 0.5 小时~1 小时，得到钨铜合金骨架；

(4) 通过测定预烧结后压坯的质量 M 、体积 V 后计算其孔隙度 $\lambda = (1 - \frac{M}{\rho_{\text{坯}} V})$ ，

进而计算渗铜量 $= \lambda \times V \times \rho_{\text{Cu}}$ ，其中 $\rho_{\text{坯}}$ 为与压坯成分相同的钨铜合金的理论密度、 ρ_{Cu} 为铜的理论密度；

(5) 将按步骤 (4) 计算的渗铜量的 (1.1~1.2) 倍的铜粉模压成与骨架表面尺寸相同的铜片；

(6) 将铜片置于钨铜合金骨架上面并对齐，装入石墨坩埚中，采用氧化铝埋埋，升温至 1350~1400°C 进行渗铜，保温 1~3 小时即得到铜的质量百分比为 25%~40%、余量为钨的钨铜合金。

2、按照权利要求 1 所述的钨铜合金的制备方法，其特征在于：步骤 (1) 所述铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ 、粒度为 1.5 μm ~2.0 μm ，所述钨粉的纯度 $\geq 99\%$ 、粒度为 3~6 μm 。

3、按照权利要求 1 所述的钨铜合金的制备方法，其特征在于：步骤 (4) 所述的压坯孔隙度 λ 控制在 35% \pm 2% 的范围内。

4、按照权利要求 1 所述的钨铜合金的制备方法，其特征在于：步骤 (5) 所述的铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ ，粒度 $< 7.6 \mu\text{m}$ 。

一种制备钨铜合金的方法

技术领域

本发明涉及钨铜复合材料的制备,特别是铜质量百分数为25%至40%的高铜含量的钨铜合金的制备方法。

背景技术

钨铜合金是由钨和铜所组成的两相均匀分布的既不固溶又不形成化合物的一类复合材料,兼有钨的高熔点、抗电蚀性、抗熔焊性和高温强度,以及铜的高导电性、高导热性、塑性和易加工性,而且铜在电弧高温下蒸发时可吸收大量电弧能量,降低电弧温度,改善使用条件和降低电蚀作用。由于钨铜合金具有以上优点,作为电触头和电极材料得到了广泛应用,并且越来越多的作为喷管喉衬、电子束靶和封装材料等应用于航空航天,核工业及电子工业等高科技领域中。

由于钨与铜的熔点相差很大,很难用常规烧结方法一次性制得高致密的钨铜合金。比较常用的有混合法、熔渗法、纳米复合粉烧结法等等。传统的混合法将设定成分的钨粉和铜粉进行混合,再成型和烧结,这种方法可以制备各种成分配比的钨铜合金,但在不添加活化剂(镍、钴、铁等)的情况下,很难达到致密,如果添加活化剂,却会使合金的传导性能大大下降,满足不了使用要求。而传统的熔渗法是先制备纯钨骨架(或骨架中加入极少量的铜),再用铜液进行熔渗,或直接浸入铜池进行渗铜。这种方法只能制备铜含量5~25%的钨铜合金,钨含量过低难以形成稳定的骨架。另外,目前研究比较多的通过制备钨铜纳米复合粉的方法来制取高致密钨铜合金方面,也集中在铜含量25%以下的钨铜合金,而且由于纳米粉末中容易存在很高的氧等气体含量以及压坯

密度相对低的问题，导致实际生产时直接烧结法也难以致密。

发明内容

本发明的目的在于提供一种制备铜的质量百分比为 25%~40%、余量为钨的高铜含量钨铜合金的方法，可以获得 98% 以上的高致密度，传导性能优异，适合于电触头和电极材料、电子封装材料、高温发汗材料等。

本发明的铜质量百分比为 25%~40%、余量为钨的高铜含量的钨铜合金的制备方法，依次包括以下步骤：

(1) 采用质量百分比为 5%~20%的铜粉，和与所述的钨铜合金中的钨具有相同质量百分比的钨粉均匀混合 8 小时~16 小时；

(2) 将混合料在为 180 MPa~200 Mpa 的压力下模压成型，得到压坯；

(3) 将压坯置于氢气炉中进行预烧结，烧结温度 900~1000° C, 保温 0.5 小时~1 小时，得到钨铜合金骨架；

(4) 通过测定预烧结后压坯的质量 M 、体积 V 后计算其孔隙度 $\lambda = (1 - \frac{M}{\rho_{\text{坯}} V})$ ，进而计算渗铜量 $= \lambda \times V \times \rho_{\text{Cu}}$ ，其中 $\rho_{\text{坯}}$ 为与压坯成分相同的钨铜合金的理论密度、 ρ_{Cu} 为铜的理论密度；

(5) 将按步骤 (4) 计算的渗铜量的 1.1 倍~1.2 倍量的铜粉模压成与骨架表面尺寸相同的铜片；

(6) 将铜片置于钨铜合金骨架上面并对齐，装入石墨坩埚中，采用氧化铝埋，升温至 1350~1400°C 进行渗铜，保温 1~3 小时即得到铜的质量百分比为 25%~40%、余量为钨的钨铜合金。

步骤 (1) 所述铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ 、粒度为 1.5 μm ~2.0 μm ，所述钨粉的纯度 $\geq 99\%$ 、粒度为 3~6 μm ；步骤 (4) 所述的压坯孔隙度 λ 控制在 35% \pm 2% 的

范围内；步骤（5）所述的铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ ，粒度 $< 7.6 \mu\text{m}$ 。

附图说明

图1为本发明的质量百分比为25%、余量为钨的钨铜合金的断面SEM照片；

图2为本发明的质量百分比为35%、余量为钨的钨铜合金的断面SEM照片；

图3为本发明的质量百分比为40%、余量为钨的钨铜合金的断面SEM照片。

具体实施方式

实施例1：铜质量百分比为25%、余量为钨的钨铜合金的制备

采用5wt%、纯度 $\geq 99.5\%$ 、粒度为 $1.5 \mu\text{m}$ 的铜粉，和与所述的25wt%铜含量的钨铜合金中的钨具有相同质量百分比的钨粉，即质量75wt%、且纯度99.5%、粒度为 $4.2 \mu\text{m}$ 的钨粉，装入混合筒中，并加入少量硬质合金球，混合12小时至混合均匀，停机冷却1小时后再卸料。混合料在200Mpa的压力下模压成型（在钢模中压成直径为40mm的圆片，以下实施例同），将得到的压坯置于氢气炉中进行预烧结，烧结温度 950°C ，保温1小时，得到钨铜合金骨架。冷却卸料后，测定预烧结后压坯的质量 $M=120\text{g}$ 、体积 $V=10.30 \text{cm}^3$ 后，计算其孔隙度 λ

$$= \left(1 - \frac{M}{\rho_{\text{坯}} V}\right) = 35.2\% , \text{ 进而计算渗铜量} = \lambda \times V \times \rho_{\text{Cu}} = 32.3\text{g} \text{ (其中 } \rho_{\text{坯}} \text{ 为与压坯成分相}$$

同的钨铜合金的理论密度，即 17.98g/cm^3 ； ρ_{Cu} 为铜的理论密度，即 8.9g/cm^3 ，以下实施例同)。实际渗铜量采用计算量的1.1倍，即35.5g，模压成与骨架表面尺寸相同的铜片，即直径为40mm的圆片（以下实施例同），其中铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ ，粒度 $15 \mu\text{m}$ ；将铜片置于钨铜合金骨架上面并对齐，装入石墨坩埚中，盖好氧化铝埋料。然后将舟皿推入氢气保护炉中，升温烧结。用3小时从 950°C 升到 1400°C ，保温2小时，降温冷却，即得到钨铜合金。

对产品进行相关性能检测：铜含量24.9%，在允许含量 $25\% \pm 2\%$ 范围内；密

度 $14.8\text{g}/\text{cm}^3$ ，相对密度 99.0%，硬度 HB199，抗拉强度 685MPa。从图 1 可以看出，形成了非常好的铜网结构，每个钨粒子周围都填充满铜，结构均匀致密；测定其电导率为 $22.3\text{MS}\cdot\text{m}^{-1}$ 。

以上检测结果表明，得到的是铜质量百分比为 25%、余量为钨的钨铜合金，且在保证 25wt% 的高铜含量的同时，致密度 $\geq 98\%$ ，具有优越的性能。

实施例 2：铜质量百分比为 35%、余量为钨的钨铜合金的制备

采用 15wt%、纯度 $\geq 99.5\%$ 、粒度为 $1.8\mu\text{m}$ 的铜粉，和与所述的 35 wt % 铜含量的钨铜合金中的钨具有相同质量百分比的钨粉，即质量 65wt%、且纯度 99.5%、粒度为 $3.7\mu\text{m}$ 的钨粉，装入混合筒中，并加入少量硬质合金球，混合 12 小时至混合均匀，停机冷却 1 小时后再卸料。混合料在 190Mpa 的压力下模压成型（在钢模中压成直径为 40mm 的圆片），将得到的压坯置于氢气炉中进行预烧结，烧结温度 900°C ，保温 1.5 小时，得到钨铜合金骨架。冷却卸料后，测定预

烧结后压坯的质量 $M=120\text{g}$ 、体积 $V=11.59\text{cm}^3$ 后，计算其孔隙度 $\lambda = (1 - \frac{M}{\rho_{\text{K}} V}) = 34.6\%$ ，进而计算渗铜量 $= \lambda \times V \times \rho_{\text{Cu}} = 35.7\text{g}$ 。实际渗铜量采用计算量的 1.1 倍，即 39.3g ，模压成与骨架表面尺寸相同的铜片，即直径为 40mm 的圆片，其中铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ ，粒度 $40\mu\text{m}$ ；将铜片置于钨铜合金骨架上面并对齐，装入石墨坩埚中，盖好氧化铝埋料。然后将舟皿推入氢气保护炉中，升温烧结。用 3 小时从 950°C 升到 1380°C ，保温 2 小时，降温冷却，即得到钨铜合金。

对产品进行相关性能检测：铜含量 35.7%（在允许含量 $35\% \pm 2\%$ 范围内），密度 $13.5\text{g}/\text{cm}^3$ ，相对密度 99.2%，硬度 HB166，抗拉强度 496MPa。从图 2 可以看出，形成了非常好的铜网结构，每个钨粒子周围都填充满铜，结构均匀致密；测定其电导率为 $27.4\text{MS}\cdot\text{m}^{-1}$ 。

以上检测结果表明，得到的是铜质量百分比为 35%、余量为钨的钨铜合金，且在保证 35wt%的高铜含量的同时，致密度 $\geq 98\%$ ，具有优越的性能。

实施例 3：铜质量百分比为 40%、余量为钨的钨铜合金的制备

采用 20wt%、纯度 $\geq 99.5\%$ 、粒度为 $20\mu\text{m}$ 的铜粉，和与所述的 40 wt %铜含量的钨铜合金中的钨具有相同质量百分比的钨粉，即质量 60wt%、且纯度 99.5%、粒度为 $5.0\mu\text{m}$ 的钨粉，装入混合筒中，并加入少量硬质合金球，混合 16 小时至混合均匀，停机冷却 1 小时后再卸料。混合料在 180Mpa 的压力下模压成型（在钢模中压成直径为 40mm 的圆片），将得到的压坯置于氢气炉中进行预烧结，烧结温度 900°C ，保温 1 小时，得到钨铜合金骨架。冷却卸料后，测定预烧结后

压坯的质量 $M=120\text{g}$ 、体积 $V=12.35\text{cm}^3$ 后，计算其孔隙度 $\lambda = (1 - \frac{M}{\rho_{\text{实}} V}) = 34.9\%$ ，进而计算渗铜量 $= \lambda \times V \times \rho_{\text{Cu}} = 38.4\text{g}$ 。实际渗铜量采用计算量的 1.1 倍，即 42.2g，模压成与骨架表面尺寸相同的铜片，即直径为 40mm 的圆片，其中铜粉的纯度 $\geq 99.5\%$ ，粒度 $75\mu\text{m}$ ；将铜片置于钨铜合金骨架上面并对齐，装入石墨坩埚中，盖好氧化铝埋料。然后将舟皿推入氢气保护炉中，升温烧结。用 3 小时从 950°C 升到 1350°C ，保温 2 小时，降温冷却，即得到钨铜合金。

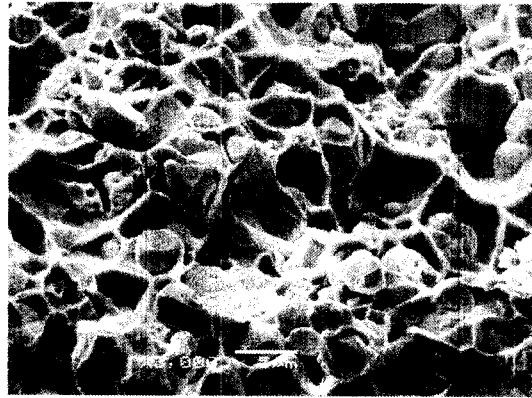
对产品进行相关性能检测：铜含量 39.7%（在允许含量 $40\% \pm 2\%$ 范围内），密度 $12.77\text{g}/\text{cm}^3$ ，相对密度 99.8%，硬度 HB143，抗拉强度 445MPa。从图 3 可以看出，形成了非常好的铜网结构，每个钨粒子周围都填充满铜，结构均匀致密；测定其电导率为 $27.8\text{MS} \cdot \text{m}^{-1}$ 。

以上检测结果表明，得到的是铜质量百分比为 40%、余量为钨的钨铜合金，且在保证 40wt%的高铜含量的同时，致密度 $\geq 98\%$ ，具有优越的性能。



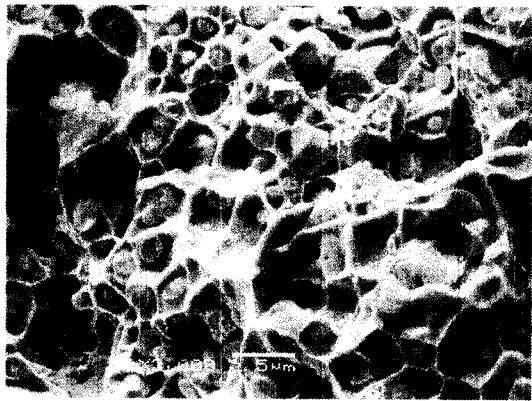
X3000

图 1



X3000

图 2



X3000

图 3