

[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 200910076966.2

[51] Int. Cl.

B22F 3/16 (2006.01)

B22F 3/26 (2006.01)

C22C 1/04 (2006.01)

[43] 公开日 2009年6月10日

[11] 公开号 CN 101450381A

[22] 申请日 2009.1.15

[21] 申请号 200910076966.2

[71] 申请人 北京天龙钨钼科技有限公司

地址 101117 北京市通州区潞城镇召里工业
区

[72] 发明人 苏国平 刘俊海 苏国军 王 峥

[74] 专利代理机构 北京海虹嘉诚知识产权代理有
限公司
代理人 张 涛

权利要求书 2 页 说明书 7 页

[54] 发明名称

一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺

[57] 摘要

为克服现有的钨铜热沉和封装材料的品质不够优良,制备成本高、生产效率低的问题,本发明提供一种新的制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,包括粉末准备,添加诱导剂及混料,模压自动成型和等静压覆压,预烧结,液铜浸渗工艺步骤,采用该工艺制备钨铜热沉和电子封装材料所用成本低、生产效率高并且制得的钨铜热沉和电子封装材料结构致密、在各个方面都表现出优越的性能。

1.一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,所述工艺包括如下步骤:

A、粉末准备

取纯度 $\geq 99.95\%$,平均费氏粒度为3~8微米的钨粉,取纯度 $\geq 99.95\%$,平均粒度为-300目的电解铜粉待用;

B、添加诱导剂及混料

将所述电解铜粉作为诱导剂与所述钨粉在粉末混料机中混合均匀;

C、压制成型

包括:将所述混合料按照预定形状模压自动成型,和对模压自动成型后的钨铜生坯进行等静压覆压处理;

D、预烧结

对步骤C压制成型后的钨铜生坯在钨丝炉中进行预烧结,得到钨铜合金坯体;

E、液铜浸渗

在渗铜炉中盛装纯度 $\geq 99.95\%$ 的液态电解铜,将预烧结得到的钨铜合金坯体浸入 $1200^{\circ}\text{C}\sim 1400^{\circ}\text{C}$ 的所述液态电解铜中进行液铜浸渗处理1~2.5个小时,该处理过程在还原性气体或还原性气体和惰性气体的混合气的保护下进行,而后将钨铜合金坯体从液态电解铜中提出,进行冷却,得到钨铜合金;

步骤B中所述电解铜粉的加入量占所述钨铜合金总重量的0~6%,步骤B中所述电解铜粉的加入量与步骤E中所述液态电解铜的渗入量之和占钨铜合金总重量的15~25%。

2.根据权利要求1所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,在步骤E之后,还包括对所述的钨铜合金进行双面磨削加工,得到钨铜热沉和电子封装材料成品。

3.根据权利要求1或2所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,步骤C中所述的模压自动成型为,将所述混合料置于与预定形状相应的模具内,并在压机上压制成型,压机的压强为60~180MPa。

4.根据权利要求1或2所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,步骤C中所述的等静压覆压为,将模压自动成型后的钨铜生坯用包套材料进行真空封装,然后在等静压机上等静压,等静压机的压强为150~260MPa。

5.根据权利要求4所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,所述包套材料为铝塑复合膜。

6.根据权利要求1或2所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,步骤E中所述的还原性气体为氢气,所述的惰性气体为氮气。

7.根据权利要求1或2所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,步骤E中将所述钨铜合金坯体以0.3~0.8mm/s的速度浸至液态电解铜中,渗铜完成后,以1~4mm/s的速度从液态电解铜中提出。

8.根据权利要求7所述的一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺,其特征在于,将所述钨铜合金坯体提出液态电解铜表面后,在液态电解铜上方停留20~100s,再进行冷却处理。

一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺

技术领域

本发明属于金属间复合材料的制备工艺领域，特别涉及一种制备钨铜复合材料的工艺。

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，兼有铜的高导电、导热性能，以及钨的高熔点、低热膨胀等性能。由于理想的热沉和电子封装材料，必须满足以下几个基本要求：材料的导热性好，能够将半导体芯片在工作时产生的热量及时散发出去；材料的热膨胀系数要与单晶硅和砷化镓等芯片相匹配，以避免芯片的热应力损坏；材料要有足够的强度和刚度，对芯片起到支撑和保护作用；材料的制造成本要尽可能低，以满足大规模商业化应用的要求。而钨铜合金作为一种复合材料，一方面利用了铜的优良的导热性能，另一方面利用了钨的低膨胀性能，而且可通过钨铜配比的变化来设计和调整材料的热膨胀系数，使之完全与芯片相匹配，同时钨铜合金也具有足够的强度和刚度，可焊性也好，因而钨铜合金成为首选的热沉和封装材料。

目前，市场上的钨铜热沉和封装材料的品质尚不够优良，成本也太高，成为制约其发展的主要瓶颈之一。因此，对钨铜热沉和封装材料研发的主攻方向是提高性能的同时降低成本。现有的制备钨铜热沉和封装材料的工艺有：混合法、熔渗法、纳米复合粉烧结法等。混合法生产出的钨铜合金密度偏低（仅有理论密度的95%），导电和导热性能均不良，因而限制了该技术及材料大规模的推广及应用。熔渗法易产生微孔、孔洞及氧化物残渣等，会大大降低材料的稳定性，而且对材料成分有很大的限制。采用纳米复合粉烧结，其中纳米级合金粉需经球磨，成本高，易引入新杂质，且成型剂不易脱尽，因此难以实现大批量生产。另外，无论采用何种工艺制备的钨铜合金在后续的磨加工过程中都极易出现热变形，为避免这种热变形，目前普遍使用的平面磨削加工方法只能减少进给量，还要频繁换面磨削，严重影响了磨削加工的效率；而且，钨铜合金没有磁性，热沉和封装材料薄片在磨床上很难有效装卡，这也给磨削加工带来了困难。

发明内容

本发明克服现有制备钨铜热沉和电子封装材料工艺中存在的缺陷和不足，提供一种新的制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺，采用本发明工艺制备的钨铜热沉和电子封装材料结

构均匀致密、性能得到显著提高的同时生产工艺合理、生产效率高、生产成本得到显著降低。

本发明所采用的技术方案如下：

一种制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺，其特征在于，所述工艺包括如下步骤：

A、粉末准备

取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均费氏粒度为 3~8 微米的钨粉，取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均粒度为 300 目的电解铜粉待用；

B、添加诱导剂及混料

将所述电解铜粉作为诱导剂与所述钨粉在粉末混料机中混合均匀；

C、压制成型

包括：将所述混合料按照预定形状模压自动成型，和对模压自动成型后的钨铜生坯进行等静压覆压处理；

D、预烧结

对步骤 C 压制成型后的钨铜生坯在钨丝炉中进行预烧结，得到钨铜合金坯体；

E、液铜浸渗

在渗铜炉中盛装纯度 $\geq 99.95\%$ 的液态电解铜，将预烧结得到的钨铜合金坯体浸入 1200 $^{\circ}\text{C}$ ~1400 $^{\circ}\text{C}$ 的所述液态电解铜中进行液铜浸渗处理 1~2.5 个小时，该处理过程在还原性气体或还原性气体和惰性气体的混合气的保护下进行，而后将钨铜合金坯体从液态电解铜中提出，进行冷却，得到钨铜合金；

步骤 B 中所述电解铜粉的加入量占所述钨铜合金总重量的 0~6%，步骤 B 中所述电解铜粉的加入量与步骤 E 中所述液态电解铜的渗入量之和占钨铜合金总重量的 15~25%。

在步骤 E 之后，还包括对所述的钨铜合金进行双面磨削加工，得到钨铜热沉和电子封装材料成品。

步骤 C 中所述的模压自动成型为，将所述混合料置于与预定形状相应的模具内，并在压机上压制成型，压机的压强为 60~180MPa。

步骤 C 中所述的等静压覆压为，将模压自动成型后的钨铜生坯用包套材料进行真空封装，然后在等静压机上等静压，等静压机的压强为 150~260MPa。

所述包套材料为铝塑复合膜。

步骤 E 中所述的还原性气体为氢气，所述的惰性气体为氮气。

步骤 E 中将所述钨铜合金坯体以 0.3~0.8mm/s 的速度浸至液态电解铜中, 渗铜完成后, 以 1~4mm/s 的速度从液态电解铜中提出。

将所述钨铜合金坯体提出液态电解铜表面后, 在液态电解铜上方停留 20~100s, 再进行冷却处理。

本发明的技术效果如下:

本发明公开了一种新的制备钨铜热沉和电子封装材料的工艺, 采用该工艺制备钨铜热沉和电子封装材料所用成本低、生产效率高并且制得的钨铜热沉和电子封装材料在各个方面都表现出优越的性能。

本发明在步骤 C 压制成型中采用模压自动成型和等静压覆压相结合的方式, 兼顾了两种压制方法的优势, 使其相辅相成。其中, 就模压成型而言, 本发明采用模压自动成型代替了传统的手工模压, 降低了工人的劳动强度, 为大规模、低成本生产奠定了基础, 但无论是单向模压还是双向模压都会出现压坯密度分布不均匀的现象, 而造成坯体密度分布不均匀的主要原因是粉末颗粒与模壁之间摩擦引起压力压制沿压制方向的下降 (即压力损失)。就等静压而言, 等静压制是借助高压泵的作用把液体油压入耐高压的缸体密封容器内, 高压油的静压力直接作用在弹性模套内的粉末上, 粉末体在同一时间内在各个方向上均衡地受压而获得密度分布均匀和强度较高的压坯。若只采用模压成型坯体, 不仅压坯的密度和硬度不均匀, 还会影响后续的制备步骤, 比如, 密度不均匀的压坯在渗铜过程中, 液铜也会相应地非均匀地浸渗进入压坯导致最终钨铜合金的密度不均匀、导电和导热性能下降; 若只采用等静压成型坯体, 不容易压制成熟沉材料的形状, 但若压制一大块坯体, 制成成品坯后再进行锯加工, 会造成大量的废屑, 浪费资源, 增加成本。因此, 只有将两种成型工艺相结合, 发挥各自的优势, 使成型加工效率高、成本低, 压坯密度均匀, 利于后续制备步骤的顺利进行, 保证了最终钨铜合金具有优良的性能。

在等静压处理过程中, 若使用普通包套材料封装钨铜生坯, 经常把自动模压好的坯体弄裂, 即使真空封装过程中坯体不裂, 但经过等静压处理后, 由于包套材料自身的应力问题, 致使坯体变成粉碎性硬颗粒。经过大量包套材料的选择试验, 采用高品质的铝塑复合膜作为包套材料可以克服上述缺陷, 很容易将自动模压好的坯体真空封装好, 进行等静压覆压处理后坯体仍然完好无损, 而且更加密实坚硬。

本发明在渗铜步骤中采用液铜浸渗制备工艺取代传统的推舟式熔渗铜制备工艺, 可确保铜的充分完全渗入, 表面不会残留铜, 而且避免了在实际操作中采用传统的推舟式熔渗

铜制备工艺，其渗铜温度、时间、渗铜量还要根据钨铜生坯进行计算，容易出现误差，导致无法精确控制的问题。采用传统推舟式熔渗铜制备工艺，其微观组织有孔洞、不致密；而采用液铜浸渗制备工艺生产出的钨铜合金，其显微结构均匀致密，不存在残留的孔隙。另外，采用液铜浸渗制备工艺生产的钨铜合金的在密度、硬度、导电性和导热性等方面均得到显著的提高，见表 1，为其他制备条件相同时采用不同的渗铜工艺下钨铜合金 W80Cu20(wt%)性能对比。

表1 不同渗铜工艺生产的钨铜合金 W80Cu20(wt%)性能对比

渗铜工艺	液铜浸渗工艺	推舟熔渗工艺
密度g/(cm ³)	15.48	15.15
硬度 (HB)	240	226
导电度IACS%	45	34
热导率W/m·K	211.4	185.6

液铜浸渗制备工艺中的保护气体优选为氢气，一方面氢气在工业生产中较常使用，更为重要的原因在于，氢气为还原性气体，在高温状态下可以使钨铜合金中钨表面被氧化的部分重新被还原，确保在渗铜工艺中液态电解铜对钨铜合金骨架的充分浸润。

严格控制钨铜合金坯体的浸入及提升的速度，保证液态电解铜与钨铜合金坯体的充分浸润，使渗铜完全。

液铜浸渗完成，钨铜合金坯体被提出液态电解铜表面后，要在液态电解铜上方停留 20s~100s 使残余其上的液态电解铜流走，避免多余铜液残留在钨铜合金表面，再进行冷却处理。

首次采用双面磨削设备对钨铜合金进行磨削加工，方便了合金材料的装卡，尤其适合本发明中的钨铜热沉和电子封装材料薄片的装卡，同时避免了磨削加工过程中钨铜合金的热变形，保证了钨铜合金成品的性能，提高了磨削加工的效率，实现了大规模、低成本的磨削加工。

具体实施方式

为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白，以下结合实施例，对本发明进行进一步详细说明。应当理解，此处所描述的具体实施例仅仅用以解释本发明，并不用于限定本发明。

以下所涉及到的原料包括，钨粉（纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均费氏粒度为 3~8 微米）、电解铜

粉（纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均粒度为 -300 目）和液态电解铜（纯度 $\geq 99.95\%$ ）为市售产品，也可以通过常规手段自制。

实施例 1

一种钨铜合金，该钨铜合金包括以下组分及含量（重量）：钨 85%，铜 15%。其制备工艺包括以下步骤：

（1）粉末准备

取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均费氏粒度为 $3\sim 8$ 微米的钨粉，取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均粒度为 -300 目的电解铜粉待用。

（2）混料

采用步骤（1）中的钨粉，不添加诱导剂（电解铜粉），在粉末混料机上混合均匀。

（3）压制成型

将步骤（2）处理后的混合料置于与预定形状相应的模具内，并在压机上压制成型，压机的压强为 180MPa ；

将模压自动成型的钨铜生坯用铝塑复合膜进行真空封装后，在等静压机上等静压，等静压机的压强为 260MPa ，再将等静压处理后的钨铜生坯从真空铝塑复合膜中取出。

（4）预烧结

将步骤（3）压制成型的钨铜生坯经 1500°C 通氢钼丝炉烧结，并保温 75 分钟，得到致密的钨铜合金坯体。

（5）液铜浸渗

在渗铜炉中盛装纯度 $\geq 99.95\%$ 的液态电解铜，在氢气的保护下，将钨铜合金坯体以 0.8mm/s 的速度浸至 1400°C 的液态电解铜中，液铜浸渗 2.5 小时，渗铜完成后，以 1mm/s 的速度从液态电解铜中提出，并在液态电解铜上方停留 30s 使残余液态电解铜流走后，再进行冷却，得到钨铜合金。

（6）双面磨削加工

对步骤（5）得到的钨铜合金进行双面磨削加工，每次进给 0.05mm ，得到钨铜热沉和电子封装材料成品。

本实施例制得的钨铜合金的物理参数为：密度 16.28g/cm^3 ，为理论密度的 98.5% ；热导率为 $200.6\text{W/m}\cdot\text{K}$ 。

实施例 2

一种钨铜合金，该合金包括以下组分及含量（重量）：钨 80%，铜 20%。其制备工艺包括以下步骤：

（1）粉末准备

取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均费氏粒度为 3~8 微米的钨粉，取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均粒度为 300 目的电解铜粉待用。

（2）添加诱导剂及混料

采用上述钨粉与电解铜粉（作为诱导剂）在粉末混料机上混合均匀，其中，电解铜粉的加入量占钨铜合金总重量的 2%，钨粉加入量占钨铜合金总重量的 80%。

（3）压制成型

将步骤（2）处理后的混合料置于与预定形状相应的模具内，并在压机上压制成型，压机的压强为 110MPa；

将模压自动成型的钨铜生坯用铝塑复合膜进行真空封装后，在等静压机上等静压，等静压机的压强为 200MPa，再将等静压处理后的钨铜生坯从真空铝塑复合膜中取出。

（4）预烧结

将步骤（3）压制成型的钨铜生坯经 1350℃通氢钼丝炉烧结，并保温 60 分钟，得到致密的钨铜合金坯体。

（5）液铜浸渗

在渗铜炉中盛装纯度 $\geq 99.95\%$ 的液态电解铜，在氩氢混合气的保护下，将钨铜合金坯体以 0.5mm/s 的速度浸入 1310℃的液态电解铜中，液铜浸渗 1.5 小时，渗铜完成后，以 2mm/s 的速度从液态电解铜中提出，并在液态电解铜上方停留 20s 使残余液态电解铜流走后，再进行冷却，得到钨铜合金。

（6）双面磨削加工

对步骤（5）得到的钨铜合金进行双面磨削加工，每次进给 0.06mm，得到钨铜热沉和电子封装材料成品。

本实施例制得的钨铜合金的物理参数为：密度 15.48g/cm³，为理论密度的 99%；热导率为 211.4W/m·K。

实施例 3

一种钨铜合金，该合金包括以下组分及含量（重量）：钨 75%，铜 25%。其制备工艺包括以下步骤：

（1）粉末准备

取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均费氏粒度为 3~8 微米的钨粉，取纯度 $\geq 99.95\%$ ，平均粒度为 300 目的电解铜粉待用。

（2）添加诱导剂及混料

采用上述钨粉与电解铜粉（作为诱导剂）在粉末混料机上混合均匀，其中，电解铜粉的加入量占钨铜合金总重量的 6%，钨粉加入量占钨铜合金总重量的 75%。

（3）压制成型

将步骤（2）处理后的混合料置于与预定形状相应的模具内，并在压机上压制成型，压机的压力为 60MPa；

将模压自动成型的钨铜生坯用铝塑复合膜进行真空封装后，在等静压机上等静压，等静压机的压强为 150MPa，再将等静压处理后的钨铜生坯从真空铝塑复合膜中取出。

（4）预烧结

将步骤（3）压制成型的钨铜生坯经 1100℃通氢钼丝炉烧结，并保温 60 分钟，得到致密的钨铜合金坯体。

（5）液铜浸渗

在渗铜炉中盛装纯度 $\geq 99.95\%$ 的液态电解铜，在氮氢混合气的保护下，将预热后的钨铜合金坯体以 0.3mm/s 的速度浸入 1200℃的液态电解铜中，液铜浸渗 1 小时，渗铜完成后，以 4mm/s 的速度提出液态电解铜表面，并在液态电解铜上方停留 100s 使残余液态电解铜流走后，再进行冷却，得到钨铜合金。

（6）双面磨削加工

对步骤（5）得到的钨铜合金进行双面磨削加工，每次进给 0.07mm，得到钨铜热沉和电子封装材料成品。

本实施例制得的钨铜合金的物理参数为：密度 14.84g/cm³，为理论密度的 99%；热导率为 230W/m·K。