



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101862829 A

(43) 申请公布日 2010. 10. 20

(21) 申请号 201010177505. 7

(22) 申请日 2010. 05. 18

(71) 申请人 上海六晶金属科技有限公司

地址 200233 上海市徐汇区桂平路 680 号
518 室

(72) 发明人 罗建军 朱玉斌

(74) 专利代理机构 上海智信专利代理有限公司
31002

代理人 胡美强

(51) Int. Cl.

B22F 3/00(2006. 01)

权利要求书 1 页 说明书 6 页

(54) 发明名称

钨铜合金薄板的烧结方法

(57) 摘要

本发明公开了一种钨铜合金薄板的烧结方法。该方法包括如下步骤：在氢气保护气氛中，将 0.4mm ~ 2.0mm 厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可；其中，所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为 0.15cm/min ~ 0.5cm/min；烧结温度为 1250℃ ~ 1550℃；保温时间为 1 ~ 4 小时。该方法制备工艺简单、连续生产周期短、能耗低、无污染，并且目标产品生产效率高，生产设备投资小、占用场地小，适用于工业化生产。

1. 一种钨铜合金薄板的烧结方法,其特征在于:其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将0.4mm~2.0mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.15cm/min~0.5cm/min;烧结温度为1250℃~1550℃;保温时间为1~4小时。

2. 如权利要求1所述的钨铜合金薄板烧结方法,其特征在于:其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将0.8mm~1.1mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.2cm/min~0.45cm/min;烧结温度为1350℃~1450℃;保温时间为2~3小时。

3. 如权利要求1所述的钨铜合金薄板烧结方法,其特征在于:其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将1.2mm~1.5mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.15cm/min~0.35cm/min;烧结温度为1400℃~1470℃;保温时间为2.5~3.5小时。

4. 如权利要求1所述的钨铜合金薄板烧结方法,其特征在于:其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将0.5mm~0.7mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.2cm/min~0.5cm/min;烧结温度为1320℃~1360℃;保温时间为1.0~1.5小时。

5. 如权利要求1所述的钨铜合金薄板烧结方法,其特征在于:其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将1.5mm~1.8mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.15cm/min~0.2cm/min;烧结温度为1440℃~1500℃;保温时间为2.5~3.5小时。

6. 如权利要求1所述的钨铜合金薄板烧结方法,其特征在于:其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将1.8mm~2.0mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.15cm/min~0.2cm/min;烧结温度为1500℃~1550℃;保温时间为2.0~2.5小时。

钨铜合金薄板的烧结方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种钨铜合金薄板的烧结方法。

背景技术

[0002] 钨铜合金是一种由体心立方结构的钨颗粒和面心立方结构的铜粘结相组成,两者既不互相固溶也不形成金属间化合物,属于复合材料。钨铜合金通常被称为伪合金或假合金,它既具有钨的高强度、高硬度、低膨胀系数等特性,同时又具有铜的高塑性、良好的导电和导热性等特性,因此,在大规模集成电路和大功率微波器件中钨铜合金材料作为基片、嵌块、连接件和散热元件得到迅速发展。钨铜合金的高导热及耐热性大大提高了微电子器件的使用功率,使器件小型化;并且适宜的热膨胀系数可以与微电子器件中硅片、砷化镓等半导体材料及管用陶瓷材料很好匹配连结,避免热应力所引起的热疲劳破坏;这些特有的综合性能使钨铜合金薄板在大规模集成电路和大功率电子器件中作为电子封装和热沉积材料得到广泛的应用。

[0003] 现有的钨铜合金薄板烧结技术包括以下几种:

[0004] (1) 超细/纳米化合金粉末的直接烧结法;该方法利用机械合金化、溶胶-凝胶法、机械-热化学工艺合成法制得超细钨铜混合粉,之后成形,在 $1200^{\circ}\text{C}\sim 1350^{\circ}\text{C}$ 烧结,即可直接制成各种成分的钨铜高致密度合金。

[0005] (2) 活化液相烧结法;该方法在钨铜材料中加入微量(0.1wt%~0.5wt%)Pd、Ni、Co或Fe等第三种金属元素,促使不溶解于铜的钨相溶解于铜相中,通过在液相烧结过程中形成含有这些金属元素的 γ 相,从而降低了烧结温度,缩短烧结时间,并且大大提高烧结致密度。

[0006] (3) 熔渗法;该方法是先将钨粉压制成坯块,然后在一定温度下预烧制备成具有一定密度和强度的多孔钨基体骨架,之后将熔点较低的金属铜熔化渗入到钨骨架中,从而得到致密钨铜合金材料。该方法的机理在于当金属液相润湿多孔基体时,金属液在毛细管力作用下沿颗粒间隙流动填充多孔钨骨架孔隙,从而获得致密的材料。

[0007] 然而,仔细分析上述烧结技术可知,现有钨铜合金的烧结方法均存在一系列问题:

[0008] (1) 对于超细/纳米化合金粉末直接烧结法,制备时间长(一般 $\geq 50\text{h}$)、生产量小,均限制了该方法工业化生产;并且固相烧结后晶粒尺寸明显长大,跟其他常规方法烧结后大小相似,微观结构与其他液相烧结也相似;另外,该方法还容易引入其他杂质元素影响产品最终性能。

[0009] (2) 活化液相烧结法中活化剂的加入会显著降低材料的导热导电性能,该方法对要求高导电导热性的微电子材料来说是不利的。

[0010] (3) 熔渗法在熔渗后需要进行机械加工以去除多余的金属铜,该方法反而增加了后序机加工费用,降低成品率,并且也不利于在形状复杂零部件中采用。

[0011] 分析上述现有技术各方法的存在以上诸多缺陷的主要原因在于钨和铜尽管具有

很好的润湿性,但是由于两者物理性质相差悬殊,因此在常规情况下的直接烧结,即使进行液相烧结,也不可能直接烧结得到高致密性的产品。因此,如何采用适当的方法使在不添加活化元素的基础上烧结出高致密度且两相分布均匀的钨铜合金,并生产效率高、避开后续加工工序,是克服现有技术缺陷的关键,也是制备钨铜合金技术人员亟待解决的技术问题之一。

发明内容

[0012] 本发明所要解决的技术问题是克服了现有钨铜合金烧结技术中,超细/纳米化合金粉末直接烧结法的制备时间长、生产量小、产品微观结构并没有极大改善且易引入杂质影响产品性能;或者活化液相烧结法中活化剂的加入会显著降低材料的导热导电性能,不适用于要求高导电导热性的微电子材料;或者熔渗法需要后机械加工费用,降低成品率,也不利于在形状复杂零部件中采用等的缺陷,提供了一种钨铜合金薄板的烧结方法。该方法制备工艺简单、连续生产周期短、能耗低、无污染,并且目标产品生产效率高,生产设备投资小、占用场地小,适用于工业化生产。

[0013] 本发明的钨铜合金薄板的烧结方法,其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将0.4mm~2.0mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.15cm/min~0.5cm/min;烧结温度为1250℃~1550℃;保温时间为1~4小时。

[0014] 本发明中,所述的0.4mm~2.0mm厚度的钨铜合金生板坯可按照本领域常规方法制备,一般为模压或冷等静压等方法,也市售可得。本发明中对于0.4mm~2.0mm厚度的选择,是发明人经过大量实验研究发现,在此特别选择的范围内,将该合金生板坯用于制备钨铜合金薄板,配合烧结方法的其他条件,非常有利于烧结时铜相的扩散和气孔的排出,并且直接简化烧结方法的后续加工程序。其中,所述的钨铜合金生板坯中金属钨和金属铜的含量为本领域常规钨铜合金材料中各成分的含量,一般钨含量为50wt%~90wt%;铜含量为10wt%~50wt%。

[0015] 本发明中,所述的氢气保护气氛在本发明的烧结方法中,氢气能够还原被氧化的钨和铜,使钨铜两相的比表面能增大,进一步有利于钨铜两相的结合。

[0016] 本发明中,所述的连续推舟液相烧结为本领域常规操作,一般是将合金坯料在高温炉中进行连续推舟液相烧结,具体至本发明,结合本发明特别优选的具体条件,连续推舟液相烧结能使钨铜合金板坯中的铜相自前至后熔化,先熔化的铜相可以充分渗透钨骨架,使气孔更利排出,进一步提高烧结产品致密度。

[0017] 其中,所述的连续推舟液相烧结的烧结温度为1250℃~1550℃,当钨铜合金生板坯在此温度范围内进行高温液相烧结时,该优选的温度特别有利于减小钨铜两相的润湿角,使钨铜两相分布均匀,且提高烧结致密度。

[0018] 本发明的钨铜合金薄板的烧结方法一较佳实例,其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将0.8mm~1.1mm厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为0.2cm/min~0.45cm/min;烧结温度为1350℃~1450℃;保温时间为2~3小时。

[0019] 本发明的钨铜合金薄板的烧结方法又一较佳实例,其包括如下步骤:在氢气保

护气氛中,将 1.2mm ~ 1.5mm 厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为 0.15cm/min ~ 0.35cm/min;烧结温度为 1400°C ~ 1470°C;保温时间为 2.5 ~ 3.5 小时。

[0020] 本发明的钨铜合金薄板的烧结方法再一较佳实例,其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将 0.5mm ~ 0.7mm 厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为 0.2cm/min ~ 0.5cm/min;烧结温度为 1320°C ~ 1360°C;保温时间为 1.0 ~ 1.5 小时。

[0021] 本发明的钨铜合金薄板的烧结方法再一较佳实例,其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将 1.5mm ~ 1.8mm 厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为 0.15cm/min ~ 0.2cm/min;烧结温度为 1440°C ~ 1500°C;保温时间为 2.5 ~ 3.5 小时。

[0022] 本发明的钨铜合金薄板的烧结方法再一较佳实例,其包括如下步骤:在氢气保护气氛中,将 1.8mm ~ 2.0mm 厚度的钨铜合金生板坯进行连续推舟液相烧结即可;其中,所述的连续推舟液相烧结的条件中推舟速度为 0.15cm/min ~ 0.2cm/min;烧结温度为 1500°C ~ 1550°C;保温时间为 2.0 ~ 2.5 小时。

[0023] 本发明所用试剂和原料均市售可得。

[0024] 在符合本领域常识的基础上,本发明中上述的各技术特征的优选条件可以任意组合得到较佳实例。

[0025] 本发明的积极进步效果在于:本发明提供了一种钨铜合金薄板的烧结方法。该方法利用常规工业级的钨铜粉末直接制备高致密度的钨铜合金薄板,省去后续加工工序,生产周期较短,以生产厚度为 1mm 以下的合金薄板为例,其能在 1 天内制备完成;并且该方法省去了粉末细化处理、预烧结、高温轧制开坯、热轧、退火等多道高能耗工序,节省能源;并且该方法可根据产品成品要求,灵活调整坯料尺寸,最大限度地减少边角料损耗,且坯料不良品和边角料可直接回收再利用,原材料利用率高,生产产品的综合成品率最高可达 95% 以上;该方法没有额外的修磨、碱洗和酸洗等产生废尘、废气和废液的工序,没有环境污染;并且该方法使用的生产设备投资小、占用场地小,特别适用于工业化生产。

具体实施方式

[0026] 下面通过实施例的方式进一步说明本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之内。

[0027] 下述实施例中涉及的钨铜合金薄板生坯均市售可得。

[0028] 下述实施例中产品的相对密度测量依据 GB3580-83 所规定方法测定。

[0029] 实施例 1

[0030] 合金材料的成分百分比为钨 85wt%,铜 15wt%,采用 1.1mm 厚度的钨铜合金薄板生坯,将其在氢气保护气氛中,高温炉中进行连续推舟液相烧结,其中,推舟速度为 0.45cm/min;烧结温度为 1375°C;保温时间为 2 小时。

[0031] 经检测产品相对密度达到 94%,成品率达到 90%,生产周期为 9.5 小时。

[0032] 实施例 2

[0033] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%,铜 20wt%,采用 1.5mm 厚度的钨铜合金薄板

生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.35cm/min; 烧结温度为 1425℃; 保温时间为 2.5 小时。

[0034] 经检测产品相对密度达到 95%, 成品率达到 90%, 生产周期为 10 小时。

[0035] 实施例 3

[0036] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%, 铜 20wt%, 采用 0.7mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.5cm/min; 烧结温度为 1350℃; 保温时间为 1.5 小时。

[0037] 经检测产品相对密度达到 94%, 成品率达到 85%, 生产周期为 9 小时。

[0038] 实施例 4

[0039] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%, 铜 10wt%, 采用 1.8mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.2cm/min; 烧结温度为 1450℃; 保温时间为 2.5 小时。

[0040] 经检测产品相对密度达到 95%, 成品率达到 95%, 生产周期为 12 小时。

[0041] 实施例 5

[0042] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%, 铜 20wt%, 采用 2.0mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.15cm/min; 烧结温度为 1500℃; 保温时间为 2.5 小时。

[0043] 经检测产品相对密度达到 96%, 成品率达到 95%, 生产周期为 14 小时。

[0044] 实施例 6

[0045] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%, 铜 20wt%, 采用 2.0mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.15cm/min; 烧结温度为 1450℃; 保温时间为 4 小时。

[0046] 经检测产品相对密度达到 95%, 成品率达到 95%, 生产周期为 14 小时。

[0047] 实施例 7

[0048] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%, 铜 20wt%, 采用 0.4mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.15cm/min; 烧结温度为 1250℃; 保温时间为 4 小时。

[0049] 经检测产品相对密度达到 95%, 成品率达到 95%, 生产周期为 14 小时。

[0050] 实施例 8

[0051] 合金材料的成分百分比为钨 50wt%, 铜 50wt%, 采用 2mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.5cm/min; 烧结温度为 1250℃; 保温时间为 1 小时。

[0052] 经检测产品相对密度达到 95%, 成品率达到 95%, 生产周期为 8 小时。

[0053] 实施例 9

[0054] 合金材料的成分百分比为钨 60wt%, 铜 40wt%, 采用 0.8mm 厚度的钨铜合金薄板生坯, 将其在氢气保护气氛中, 高温炉中进行连续推舟液相烧结, 其中, 推舟速度为 0.45cm/min; 烧结温度为 1350℃; 保温时间为 1.5 小时。

[0055] 经检测产品相对密度达到 95%, 成品率达到 95%, 生产周期为 10 小时。

[0056] 实施例 10

[0057] 合金材料的成分百分比为钨 60wt%，铜 40wt%，采用 1.1mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.25cm/min；烧结温度为 1350℃；保温时间为 3 小时。

[0058] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 12 小时。

[0059] 实施例 11

[0060] 合金材料的成分百分比为钨 70wt%，铜 30wt%，采用 1.2mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.35cm/min；烧结温度为 1400℃；保温时间为 2.5 小时。

[0061] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 11 小时。

[0062] 实施例 12

[0063] 合金材料的成分百分比为钨 70wt%，铜 30wt%，采用 1.5mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.15cm/min；烧结温度为 1470℃；保温时间为 3.5 小时。

[0064] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 13 小时。

[0065] 实施例 13

[0066] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%，铜 20wt%，采用 0.5mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.25cm/min；烧结温度为 1360℃；保温时间为 3.0 小时。

[0067] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 12 小时。

[0068] 实施例 14

[0069] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%，铜 20wt%，采用 0.7mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1340℃；保温时间为 3.5 小时。

[0070] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 13 小时。

[0071] 实施例 15

[0072] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 1.5mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1440℃；保温时间为 3.5 小时。

[0073] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 13 小时。

[0074] 实施例 16

[0075] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 1.8mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.15cm/min；烧结温度为 1500℃；保温时间为 3.5 小时。

[0076] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 14 小时。

[0077] 实施例 17

[0078] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 1.8mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1500℃；保温时间为 3.0 小时。

[0079] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 13 小时。

[0080] 实施例 18

[0081] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 2.0mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.45cm/min；烧结温度为 1550℃；保温时间为 2.5 小时。

[0082] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 12 小时。

[0083] 实施例 19

[0084] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 0.8mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1450℃；保温时间为 2.5 小时。

[0085] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 12 小时。

[0086] 实施例 20

[0087] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%，铜 20wt%，采用 0.5mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1320℃；保温时间为 1.0 小时。

[0088] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 12 小时。

[0089] 实施例 21

[0090] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 0.5mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1360℃；保温时间为 1.5 小时。

[0091] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 11.5 小时。

[0092] 实施例 22

[0093] 合金材料的成分百分比为钨 80wt%，铜 20wt%，采用 1.0mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.15cm/min；烧结温度为 1500℃；保温时间为 2.5 小时。

[0094] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 13 小时。

[0095] 实施例 23

[0096] 合金材料的成分百分比为钨 90wt%，铜 10wt%，采用 1.8mm 厚度的钨铜合金薄板生坯，将其在氢气保护气氛中，高温炉中进行连续推舟液相烧结，其中，推舟速度为 0.2cm/min；烧结温度为 1550℃；保温时间为 2.0 小时。

[0097] 经检测产品相对密度达到 95%，成品率达到 95%，生产周期为 12.5 小时。