



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 103938013 A

(43) 申请公布日 2014.07.23

(21) 申请号 201410085656.8

B22D 27/02(2006.01)

(22) 申请日 2014.03.10

(71) 申请人 中南大学

地址 410083 湖南省长沙市岳麓区麓山南路
932 号

(72) 发明人 马运柱 黄宇峰 刘文胜 王依锴
汤娅

(74) 专利代理机构 长沙市融智专利事务所
43114

代理人 颜勇

(51) Int. Cl.

C22C 5/02(2006.01)

C22F 1/14(2006.01)

C22C 1/02(2006.01)

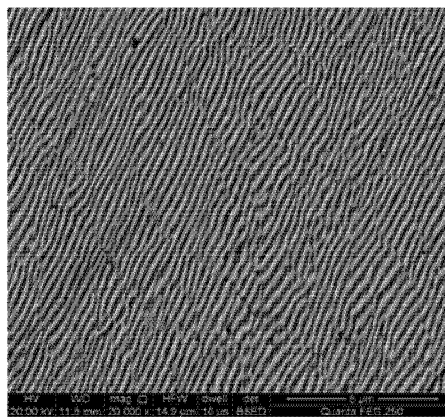
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法

(57) 摘要

一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,包括下述步骤:精确配制锡质量百分数为20%,金质量百分数为80%的金锡合金原料;在非自耗电弧熔炼炉中,真空度达 10^{-3} Pa下,重复熔炼、电磁搅拌、冷却至少3次;得到金锡合金铸锭;铸锭均匀化退火后,进行多道次热压缩,得到金锡共晶箔片;本发明采用真空电弧熔炼、循环电磁搅拌、循环热压缩,制备共晶点成分无初生相的全片层共晶组织,相比于现有技术,本发明达到了完全合金化,强度更高,焊接性能更好,未添加其他组元或调整金锡成分比例,焊接温度及性能更稳定,焊片变形受力更为均匀,不易出现焊片开裂状况,成品率高,且生产效率大大高于电镀法制备金锡焊片,生产成本降低,适用于批量生产。



1. 一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,包括下述步骤:

第一步:精确配制金锡合金原料

精确称取金锡合金原料,合金原料中,锡质量百分数为 20%,金质量百分数为 80%;

第二步:熔铸

将第一步配得的金锡合金原料置于非自耗电弧熔炼炉中,向炉内通入氩气,排除炉体中的空气,然后抽真空,至真空度达到 10^{-3} Pa 后,在 900-1000A 工作电流下引弧熔炼,熔炼峰值温度 1290-1310°C,得到金锡合金熔体,对熔体进行电磁搅拌,然后,以 $1.0-1.5 \times 10^3$ K/min 的速率冷却至室温;重复熔炼、搅拌、冷却过程至少 3 次;得到无初生相的全片层状共晶组织金锡合金铸锭;

第三步:热压变形

将第二步得到的金锡合金铸锭进行均匀化退火后,在 240°C -260°C 下,进行多道次循环热压缩,得到金锡共晶箔片;每道次热压缩变形速率为 0.01-0.02mm/s,每道次变形量 $\leq 20\%$,道次间进行退火。

2. 根据权利要求 1 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:对热压缩变形得到的金锡共晶箔片进行 250-260°C,时间 0.5-1 小时的退火。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:第二步中,电磁搅拌速度为 1000-1500r/min,搅拌时间 1-2 分钟。

4. 根据权利要求 3 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:第二步中,重复熔炼、搅拌、冷却过程 4-6 次。

5. 根据权利要求 4 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:金锡合金熔体用熔炼炉自带的水冷铜坩埚冷却。

6. 根据权利要求 5 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:第三步中,均匀化退火温度为 230-270°C 温度,保温时间 1-5 小时,随炉冷却至室温。

7. 根据权利要求 6 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:第三步中,热压缩压力为 10-20MPa,保压时间为 1-2 分钟,道次变形量 10-15%。

8. 根据权利要求 7 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:第三步中,道次间退火温度为 240-260°C 退火保温时间 10-20 分钟。

9. 根据权利要求 8 所述的一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,其特征在于:经多道次热压缩后,得到厚度为 0.1mm-0.2mm 的金锡共晶箔片。

一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及难变形合金箔材加工工艺,尤其涉及一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法。属于金属材料制备技术领域。

背景技术

[0002] 长期以来,锡铅焊料被广泛应用于电子封装中。近年来,由于日益增加的健康及环境保护以及现代大功率电子和光电子器件对焊点可靠性要求的提高,迫切需要具有高蠕变抗力和良好抗热疲劳性能的焊料。熔点 280℃ 的 Au80Sn20 合金焊料具有高强度、高热导率、免助焊剂等优异性能,是替代传统锡铅焊料的理想材料,尤其在高可靠电路封装、芯片焊接等方面受到了广泛的关注。但在室温下 Au80Sn20 合金是由 ζ' 相 Au₅Sn 和 δ 相 AuSn 两种脆性相组成,所以 Au80Sn20 焊料具有很大的脆性,很难用常规的加工手段制备成型。目前已经研究成熟的金锡焊料制备工艺大致可以分成三类:叠层法,铸造轧制法,电镀沉积法。专利 CN1026394C 介绍了叠轧-扩散合金化法,该方法先通过冷轧制得叠层焊片,再进行金锡层的扩散退火,最终得到金锡合金焊片。但叠层扩散法制备的 Au80Sn20 合金焊料存在不能完全合金化的问题。专利 CN102912175A 提出了一种铸造热轧的方法来制备金锡合金钎料箔材,它是通过成份微调配制金锡合金,合金中锡含量为 20.0-21.0%,合金熔炼浇注后经过均匀化处理及热轧,最终得到了金锡合金钎料箔材。但通过热轧制备金锡合金箔材易出现开裂,且成分的调整影响了其焊接性能。专利 CN102560371A 提出了一种利用电子束蒸镀制备金锡合金薄膜的工艺,在氧化铝陶瓷基片或氮化铝陶瓷基片上获得多层 Au 和 Sn 的金属层,然后通过共晶热处理得到了金锡合金薄膜。但电镀法镀速慢,制出的箔材很薄,缺乏灵活性,应用受到限制。

发明内容

[0003] 本发明的目的在于克服现有难变形金属精密箔材加工技术的缺陷,提供一种显微组织均匀细小,成分准确,焊接性能良好,厚度为 0.1mm-0.2mm 的组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法。

[0004] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,包括下述步骤:

[0005] 第一步:精确配制金锡合金原料

[0006] 精确称取金锡合金原料,合金原料中,锡质量百分数为 20%,金质量百分数为 80%;

[0007] 第二步:熔铸

[0008] 将第一步配得的金锡合金原料置于非自耗电弧熔炼炉中,向炉内通入氩气,排除炉体中的空气,然后抽真空,至真空度达到 10^{-3} Pa 后,在 900-1000A 工作电流下引弧熔炼,熔炼峰值温度 1290-1310℃,得到金锡合金熔体,对熔体进行电磁搅拌,然后,以 $1.0-1.5 \times 10^3$ K/min 的速率冷却至室温;重复熔炼、搅拌、冷却过程至少 3 次;得到无初生相的全片层状共晶组织金锡合金铸锭;

[0009] 第三步:热压缩变形

[0010] 将第二步得到的金锡合金铸锭进行均匀化退火后,在 240℃-260℃下,进行多道次循环热压缩,得到金锡共晶箔片;每道次热压缩变形速率为 0.01-0.02mm/s,每道次热压缩变形量 \leq 20%,道次间进行退火。

[0011] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,对热压缩变形得到的金锡共晶箔片进行 250-260℃,时间 0.5-1 小时的退火。

[0012] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,第二步中,电磁搅拌速度为 1000-1500r/min,搅拌时间 1-2 分钟。

[0013] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,第二步中,重复熔炼、搅拌、冷却过程 4-6 次。

[0014] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,第三步中,热压缩压力为 10-20MPa,保压时间为 1-2 分钟,道次变形量 10-15%。

[0015] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,第三步中,均匀化退火温度为 230-270℃温度,保温时间 1-5 小时,随炉冷却至室温。

[0016] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,第三步中,道次间退火温度为 240-260℃,退火保温时间 10-20 分钟。

[0017] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,经多道次热压缩后,得到厚度为 0.1mm-0.2mm 的金锡共晶箔片。

[0018] 本发明一种组织均匀金锡共晶合金箔片的制备方法,金锡合金熔体用熔炼炉自带的水冷铜坩埚冷却。

[0019] 本发明所述的金锡共晶合金箔片制备方法,对于难加工的金锡共晶合金,得到组织均匀无偏析的全片层共晶铸态组织是热加工变形的前提,再通过均匀化退火将铸态组织转变为具有良好热加工性能的等轴晶组织,在此基础上再选择合适的多道次热压缩工艺得到无开裂状况的金锡箔片,并对金锡箔片进行退火处理消除内应力及变形组织缺陷,最终得到组织均匀的金锡共晶合金箔片。

[0020] 本发明配置精确配比的金锡共晶合金,采用 1300℃真空非自耗电弧熔炼,经过至少三次转速为 1200r/min 的循环电磁搅拌,并用水冷铜坩埚冷却,冷却速率约 $1.2 \times 10^3 \text{K/min}$,冷却后得到金锡铸锭,铸锭在 230-270℃温度下进行均匀化热处理,热处理时间 1-5 小时,并在 240-260℃下热压缩,最大道次变形量控制在 20% 以内,道次变形量通常可达 10-15%,压力为 10-20MPa,变形速率为 0.01-0.02/s,道次间中间退火时间大于 10 分钟,压制最终厚度为 0.1-0.2mm。熔炼得到了一种无枝晶偏析的(ζ' -Au₅Sn+ δ -AuSn)全片层共晶组织,然后对铸态合金进行均匀化处理,并采用多道次循环热压缩技术及后续退火,可快速地制备出厚度为 0.1-0.2mm 的金锡共晶合金箔片。

[0021] 本发明采用真空电弧熔炼并伴有多次循环电磁搅拌的技术,成功得到了共晶点成分无初生相的全片层共晶组织,相比于叠层法制备的金锡焊片,本发明达到了完全合金化,强度更高,焊接性能更好,而相比与以往铸造拉拔轧制法,本发明未添加其他组元或调整金锡成分比例,焊接温度及性能更为稳定。而本发明后续采取循环热压缩技术,相比热轧技术,焊片变形受力更为均匀,不易出现焊片开裂状况,成品率高,且生产效率大大高于电镀法制备金锡焊片,生产成本降低,适用于批量生产。

附图说明

- [0022] 附图 1 是本发明实例 3 得到的真空非自耗电弧熔炼后的显微组织。
- [0023] 附图 2 是本发明实例 3 得到的铸锭经均匀化热处理后的显微组织。
- [0024] 附图 3 是本发明实例 3 得到的金锡共晶箔片的显微组织。
- [0025] 附图 4 是本发明实例 3 得到的箔片变形组织经退火处理后的显微组织。
- [0026] 从图 1 可看出,真空非自耗电弧熔炼后铸锭的显微组织是无初生相的全片层状共晶组织;
- [0027] 从图 2 可看出,铸锭经均匀化热处理后的显微组织为等轴状的两相共晶组织;
- [0028] 从图 3 可看出,压制后得到的金锡共晶箔片的部分晶粒断裂伴有胞状亚结构的变形组织;
- [0029] 从图 4 可看出,箔片变形组织经退火处理后的显微组织中不均匀的变形组织基本消除,得到均匀的等轴状两相共晶组织。

具体实施方式

[0030] 下面结合实施例对本发明的内容作进一步详述,实施例中所提及的内容并非对本发明的限定。

[0031] 实施例 1:

[0032] 精确配置成分为锡质量百分数为 20%,金质量百分数为 80%的金锡共晶合金,将配制的原料置入真空非自耗电弧熔炼炉中,向炉内通入氩气,排除炉体中的空气,然后抽真空,至真空度达到 10^{-3} Pa 后,在 900A 工作电流下引弧熔炼,熔炼峰值温度 1300°C ,得到金锡合金熔体,对熔体进行电磁搅拌,电磁搅拌速度为 1100r/min,搅拌时间 1-2 分钟,然后,用水冷铜坩埚冷却至室温,控制冷却速率为 $1.0-1.1 \times 10^3\text{K}/\text{min}$;重复熔炼、搅拌、冷却过程 4 次;取出铸锭在 240°C 温度下保温 2 小时,进行均匀化退火后,铸锭再在 240°C 下热压缩,热压缩压力为 20MPa,变形速率为 $0.02\text{mm}/\text{s}$,保压时间为 2 分钟,道次变形量控制在 17-19%,道次间进行 $240-260^{\circ}\text{C}$ 退火,退火保温时间为 10 分钟,热压缩至最终厚度为 0.2mm,对压制后的金锡共晶箔片在 260°C 下退火 1 小时,最后对箔片进行表面精整。

[0033] 本实施例制备的金锡共晶箔片,采用化学元素分析,DSC 分析及焊点拉伸试验进行检测,其性能参数分别为: Au 元素含量 80.27%, Sn 元素含量 19.73%,焊料熔点 278.2°C ,焊接后焊点剪切强度为 51.69MPa。

[0034] 实施例 2:

[0035] 精确配置成分为锡质量百分数为 20%,金质量百分数为 80%的金锡共晶合金,将配制的原料置入真空非自耗电弧熔炼炉中,向炉内通入氩气,排除炉体中的空气,然后抽真空,至真空度达到 10^{-3} Pa 后,在 950A 工作电流下引弧熔炼,熔炼峰值温度 1300°C ,得到金锡合金熔体,对熔体进行电磁搅拌,电磁搅拌速度为 1300r/min,搅拌时间 1-2 分钟,然后,用水冷铜坩埚冷却至室温,控制冷却速率为 $1.2-1.3 \times 10^3\text{K}/\text{min}$;重复熔炼、搅拌、冷却过程 5 次;取出铸锭在 250°C 温度下保温 3 小时,进行均匀化退火后,铸锭再在 250°C 下热压缩,热压缩压力为 10MPa,变形速率为 $0.01\text{mm}/\text{s}$,保压时间为 2 分钟,道次变形量控制在 16-18%,道次间进行 $240-260^{\circ}\text{C}$ 退火,退火保温时间为 10 分钟,热压缩至最终厚度为 0.2mm,对压制后的金锡共晶箔片在 260°C 下退火 0.5 小时,最后对箔片进行表面精整。

[0036] 本实施例制备的金锡共晶箔片,采用化学元素分析,DSC分析及焊点拉伸试验进行检测,其性能参数分别为: Au元素含量 80.22%, Sn元素含量 19.78%, 焊料熔点 279.4℃, 焊接后焊点剪切强度为 58.25MPa。

[0037] 实施例 3:

[0038] 精确配置成分为锡质量百分数为 20%, 金质量百分数为 80% 的金锡共晶合金, 将配制的原料置入真空非自耗电弧熔炼炉中, 向炉内通入氩气, 排除炉体中的空气, 然后抽真空, 至真空度达到 10^{-3} Pa 后, 在 1000A 工作电流下引弧熔炼, 熔炼峰值温度 1300℃, 得到金锡合金熔体, 对熔体进行电磁搅拌, 电磁搅拌速度为 1500r/min, 搅拌时间 1-2 分钟, 然后, 用水冷铜坩埚冷却至室温, 控制冷却速率为 $1.4-1.5 \times 10^3$ K/min; 重复熔炼、搅拌、冷却过程 6 次; 熔炼后凝固组织如图 1 所示, 为无初生相的全片层状共晶组织; 取出铸锭在 260℃ 温度下保温 5 小时, 进行均匀化退火, 铸锭均匀化热处理后的显微组织如图 2 所示, 为等轴状的两相共晶组织, 然后, 铸锭再在 260℃ 下热压缩, 热压缩压力为 20MPa, 变形速率为 0.015mm/s, 保压时间为 2 分钟, 道次变形量控制在 10-12%, 道次间进行 240-260℃ 退火, 退火保温时间为 20 分钟, 热压缩至最终厚度为 0.1mm, 压制后变形组织如图 3 所示, 对压制后的金锡共晶箔片在 260℃ 下退火 1 小时, 退火后的组织如图 4 所示, 不均匀的变形组织基本消除, 最后对箔片进行表面精整。

[0039] 本实施例制备的金锡共晶箔片,采用化学元素分析,DSC分析及焊点拉伸试验进行检测其性能参数分别为: Au元素含量 80.11%, Sn元素含量 19.89%, 焊料熔点 278.7℃, 焊接后焊点剪切强度为 59.58MPa。

[0040] 从实施例 1、2、3 制备的金锡共晶箔片的性能参数可知, 本发明制备的金锡共晶箔片成分精确, 熔点稳定, 焊接强度高, 焊接性能良好。

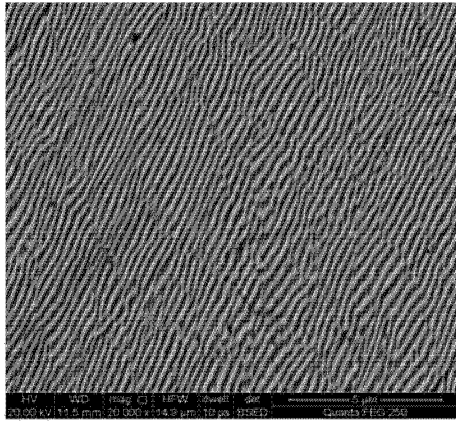


图 1



图 2

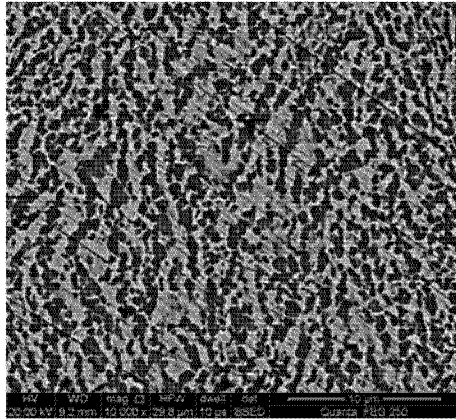


图 3

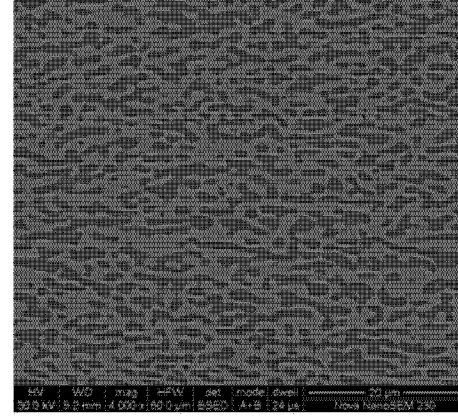


图 4