



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106048275 B

(45)授权公告日 2018.09.28

(21)申请号 201610584289.5

G22C 9/00(2006.01)

(22)申请日 2016.07.21

G22C 32/00(2006.01)

(65)同一申请的已公布的文献号

B22F 3/105(2006.01)

申请公布号 CN 106048275 A

G22C 1/10(2006.01)

(43)申请公布日 2016.10.26

(73)专利权人 中南大学深圳研究院

地址 518057 广东省深圳市南山区科苑南路虚拟大学园楼B406室

(56)对比文件

CN 101250639 A,2008.08.27,1.

WO 2014/042161 A1,2014.03.20,1.

CN 104131184 A,2014.11.05,1.

CN 104141061 A,2014.11.12,1.

(72)发明人 刘绍军 蒋少文 刘亮 黄宗炼

刘贵民等.反应球磨烧结制备A1203/Cu复合材料的组织与性能.《机械工程材料》.2015,第39卷(第1期),第63-67页.

(74)专利代理机构 长沙市融智专利事务所

43114

代理人 刘擎天

刘贵民等.反应球磨烧结制备A1203/Cu复合材料的组织与性能.《机械工程材料》.2015,第39卷(第1期),第63-67页.

(51)Int.Cl.

G22C 1/04(2006.01)

G22C 1/05(2006.01)

审查员 孔德明

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法,利用放电等离子烧结工艺在铜合金基体上原位合成弥散强化相。本发明有效结合放电等离子烧结技术和原位生成法的优势,简单快速制备高致密高性能的陶瓷相弥散强化铜合金。利用本方法制备弥散强化铜的工艺具有工艺简单,一次合成清洁、原位匹配的陶瓷相的特点,所制备的弥散强化铜具有良好电学和力学性能。

1. 一种陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法,其特征在于,利用放电等离子烧结工艺在铜合金粉末基体上原位合成弥散强化相;

将铜合金粉末直接加入SPS装置中,在氮气或二氧化碳气氛中烧结;

或者,

将铜合金粉末与Cu<sub>2</sub>O粉末混合后,再加入SPS装置中,在真空或惰性气氛下烧结;

所述Cu<sub>2</sub>O和弥散强化相元素的摩尔比为1:1-2:1;

所述铜合金粉末通过采用水雾化或在室温和惰性气体保护下将其他金属或金属化合物与铜粉直接混合得到;

所述弥散强化相为Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、MgO、TiO<sub>2</sub>、ZrO<sub>2</sub>、AlN、TiN、ZrN、WC、TiC的一种或几种;

所述烧结温度为850-950℃,所述烧结压力30-50Mpa,升温速率为80-120℃/分钟,升温后保温10-30分钟,烧结时的气体通入量为30-60mbar。

2. 根据权利要求1所述的陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法,其特征在于,所述陶瓷相弥散强化铜合金中,弥散强化相含量为0.1-2wt.%,弥散强化相粒径为0.1-0.3μ m。

3. 根据权利要求1所述的陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法,其特征在于,所述烧结过程中的烧结压力为30-50Mpa,升温速率为80-120℃/分钟,烧结时的气体通入量为40-60mbar,电流为直流电流。

4. 根据权利要求1所述的陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法,其特征在于,其他金属或金属化合物与铜粉直接混合过程中,混料转速为80-100转/分钟,混料时间4-6小时。

## 一种陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于铜合金制备领域,具体涉及一种陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法。

### 背景技术

[0002] 弥散强化铜合金是一种高强高导的铜基复合材料。通过添加少量的第二相颗粒,弥散强化铜在保持铜合金良好导电导热性的同时又提高了机械强度。由于弥散强化铜具有优异的综合特性,弥散强化铜已在汽车、电池、电子封装等工业领域得到了广泛的应用,是制备电焊电极、开关触桥、集成电路引线框架及架空导线等的优良材料。

[0003] 经过几十年的发展,国内外已经开发的弥散强化铜粉末的生产工艺方法主要分为机械混合法、机械合金化法和内氧化法。

[0004] 机械混合法是直接陶瓷相粒子与铜基体进行机械混合均匀,随后进行成型及热变形加工增加材料的密度和性能。机械合金化法是在机械混合法作为一种简单的混合铜粉和陶瓷相的手段已不适应弥散强化铜性能要求的基础上发展起来的,是将铜粉、氧化铜粉及铝粉通过磨球的研磨,粉末重复性的被挤压变形、焊接、断裂再焊接而形成第二相分布均匀的粉末。内氧化法是利用合金中的某些活性溶质元素的选择氧化,控制温度、时间和氧分压等工艺参数获得强化相分布均匀的铜基材料的方法。

[0005] 以上的制备技术的核心是得到具有第二相颗粒大小均匀和弥散分布的铜合金粉末,其中,最为成熟的和得到广泛应用的是内氧化法,然而,内氧化法工艺存在工艺复杂且成本较高,所需时间很长且效果不佳的问题。

### 发明内容

[0006] 本发明针对传统的内氧化工艺所存在的工艺复杂,耗时间长的不足,提供一种简单快速制备高致密高性能陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法。

[0007] 本发明的技术方案在于提供一种陶瓷相弥散强化铜合金的制备方法,利用放电等离子烧结工艺在铜合金粉末基体上原位合成弥散强化相。

[0008] 本发明进一步包括以下的优选方案:

[0009] 优选的方案中,将铜合金粉末直接加入SPS装置中,在氮气或二氧化碳气氛中烧结;

[0010] 或者,

[0011] 将铜合金粉末与Cu<sub>2</sub>O粉末混合后,再加入SPS装置中,在真空或惰性气氛下烧结。

[0012] 优选的方案中,所述铜合金粉末通过采用水雾化或在室温和惰性气体保护下将其他金属或金属化合物与铜粉直接混合得到。

[0013] 优选的方案中,所述烧结温度为850-950℃,升温后保温10-30分钟。

[0014] 优选的方案中,所述烧结压力30-50Mpa。

[0015] 优选的方案中,所述陶瓷相弥散强化铜合金中,弥散强化相含量为0.1-2wt.%,弥散强化相粒径为0.1-0.3μm。

[0016] 优选的方案中,所述弥散强化相为 $Al_2O_3$ 、 $MgO$ 、 $TiO_2$ 、 $ZrO_2$ 、 $AlN$ 、 $TiN$ 、 $ZrN$ 、 $WC$ 、 $TiC$ 的一种或几种。

[0017] 优选的方案中,所述 $Cu_2O$ 和弥散强化相元素的摩尔比为1:1-2:1。

[0018] 此处,针对不同的弥散相元素有不同的最佳摩尔比要求,如 $Cu_2O$ 和 $Al$ 的摩尔比为3:2、 $Cu_2O$ 和 $Mg$ 的摩尔比为1:1、 $Cu_2O$ 与 $Ti$ 或 $Zr$ 的摩尔比为2:1。

[0019] 优选的方案中,所述烧结过程中的烧结压力为30-50Mpa,升温速率为80-120℃/分钟,电流为直流电流。

[0020] 优选的方案中,其他金属或金属化合物与铜粉直接混合过程中,混料转速80-100转/分钟,混料时间4-6小时。

[0021] 优选的方案中,烧结时的气体通入量为30-60mbar。

[0022] 本发明的有益效果在于:

[0023] 利用SPS快速烧结且致密度高和原位反应合成法在铜基体中原位生成具有清洁、理想原位匹配、一次合成陶瓷增强相的特点,为制备具有性能优异的陶瓷弥散强化铜合金提供了一条简单易行的技术路线。

[0024] 本发明利用放电等离子烧结工艺结合原位合成法在铜基体中原位生成陶瓷相制备弥散强化铜合金。

[0025] 本发明能简单快速制备高致密高性能陶瓷相弥散强化铜合金。

[0026] 本发明的弥散强化铜工艺具有工艺简单,一次合成清洁、原位匹配的陶瓷相的特点,所制备的弥散强化铜具有良好电学和力学性能。

[0027] 本发明制备得到的陶瓷相弥散强化铜产品的相对密度高达99%,导电率高达80%,硬度高达141HV,拉伸强度高达403MPa,具有非常优异的综合性能。

### 具体实施方式

[0028] 以下将结合实施例对本发明作进一步说明,但它们不是对本发明的限定。

[0029] 实施例1

[0030] 本实施例中制备的陶瓷相弥散强化铜合金的组份为 $Cu-0.65wt.\%Al_2O_3$ ,具体工艺步骤如下:采用水雾法制备 $Cu-0.36wt.\%Al$ 合金粉末,称取合金粉末200g和 $Cu_2O$ 粉末5.72g( $Cu_2O$ 与 $Al$ 元素摩尔比为3:2)在V型混料机中进行混合。混料介质为直径7mm氧化锆球,球料比1:4。混料转速100转/分钟,混料6小时。

[0031] 称取100g混合粉末装入内径40mm的石墨模具,放入SPS装置,抽至真空后以100℃/分钟升温至850℃保温30分钟,烧结过程中压力保持在40Mpa,烧结完成后100℃/分钟冷却至室温并卸载压力取样。

[0032] 显微分析结果表明,在铜基体上弥散分布着陶瓷相 $Al_2O_3$ 颗粒,其平均粒径大约为200nm。样品性能测试结果表明,该实例制备的陶瓷相弥散强化铜的相对密度为98%,导电率为80% IACS(国际退火铜标准),样品的硬度为135HV(维氏硬度),拉伸强度为390Mpa。

[0033] 对比实施例1

[0034] 本实施例中制取的陶瓷相弥散强化铜合金的组份为 $Cu-0.94wt.\%Al_2O_3$ ,具体工艺步骤如下:称取 $Cu$ 粉199g、 $Al$ 粉1g和 $Cu_2O$ 粉6.4g( $Cu_2O$ 与 $Al$ 元素摩尔比为6:5)在V型混料机中进行混合。混料介质为直径7mm氧化锆球,球料比1:4。混料转速80转/分钟,混料4小时。

[0035] 称取100g混合粉末装入内径40mm的石墨模具,放入SPS装置,抽真空后充入60mbar 氩气,以100℃/分钟升温至800℃保温5分钟,烧结过程中压力保持在30Mpa,烧结完成后100℃/分钟冷却至室温并卸载压力取样。

[0036] 显微分析结果表明,在铜基体上弥散分布着陶瓷相 $Al_2O_3$ 颗粒,其平均粒径大约为170nm,但样品存在较多的孔隙。样品性能测试结果表明,该实例制备的陶瓷相弥散强化铜的相对密度为82%,导电率为40% IACS,样品的硬度为65HV,拉伸强度为100Mpa。

[0037] 实施例2

[0038] 本实施例中制备的陶瓷相弥散强化铜合金的组份为Cu-1.57wt.%MgO,具体工艺步骤如下:采用水雾法制备Cu-1.0wt.%Mg合金粉末,称取合金粉末200g和 $Cu_2O$ 粉末11.77g ( $Cu_2O$ 与Mg元素摩尔比为1:1)在V型混料机中进行混合。混料介质为直径7mm氧化锆球,球料比1:4。混料转速100转/分钟,混料6小时。

[0039] 称取100g混合粉末装入内径40mm的石墨模具,放入SPS装置,抽至真空后以100℃/分钟升温至900℃保温30分钟,烧结过程中压力保持在30Mpa,烧结完成后100℃/分钟冷却至室温并卸载压力取样。

[0040] 显微分析结果表明,在铜基体上弥散分布着陶瓷相MgO颗粒,其平均粒径大约为260nm。样品性能测试结果表明,该实例制备的陶瓷相弥散强化铜的相对密度为98%,导电率为71% IACS,样品的硬度为141HV,拉伸强度为403Mpa。

[0041] 实施例3

[0042] 本实施例是利用 $N_2$ 和Al反应原位生成AlN增强相,其中增强相的含量为0.76wt.%,具体工艺步骤如下:

[0043] 采用水雾法制备Cu-0.5wt.%Al合金粉末。

[0044] 称取100g合金粉末装入内径40mm的石墨模具,放入SPS装置,抽真空后充入60mbar  $N_2$ ,以100℃/分钟升温至900℃保温15分钟,烧结过程中压力保持在40Mpa,烧结完成后100℃/分钟冷却至室温并卸载压力取样。

[0045] 显微分析结果表明,在铜基体上弥散分布着陶瓷相AlN颗粒,其平均粒径大约为180nm。样品性能测试结果表明,该实例制备的陶瓷相弥散强化铜的相对密度为99%,导电率为78% IACS,样品的硬度为128HV,拉伸强度为350Mpa。

[0046] 实施例4

[0047] 本实施例是利用 $N_2$ 和Ti反应原位生成TiN增强相,其中增强相的含量为1.94wt.%,具体工艺步骤如下:

[0048] 称取Cu粉197g和Ti粉3g在V型混料机中进行混合。混料介质为直径7mm氧化锆球,球料比1:4。混料转速100转/分钟,混料6小时。

[0049] 称取100g混合粉末装入内径40mm的石墨模具,放入SPS装置,抽真空后充入60mbar  $N_2$ ,以100℃/分钟升温至950℃保温30分钟,烧结过程中压力保持在50Mpa,烧结完成后100℃/分钟冷却至室温并卸载压力取样。

[0050] 显微分析结果表明,在铜基体上弥散分布着陶瓷相TiN颗粒,其平均粒径大约为170nm。样品性能测试结果表明,该实例制备的陶瓷相弥散强化铜的相对密度为98%,导电率为74% IACS,样品的硬度为132HV,拉伸强度为365Mpa。

[0051] 对比实施例2

[0052] 本实施例是利用 $N_2$ 和Ti反应原位生成TiN增强相,其中增强相的含量为1.94wt.%,具体工艺步骤如下:

[0053] 称取Cu粉197g和Ti粉3g在V型混料机中进行混合。混料介质为直径7mm氧化锆球,球料比1:4。混料转速100转/分钟,混料6小时。

[0054] 称取100g混合粉末装入内径40mm的石墨模具,放入SPS装置,抽真空后充入40mbar  $N_2$ ,以100℃/分钟升温至900℃保温3分钟,烧结过程中压力保持在50Mpa,烧结完成后100℃/分钟冷却至室温并卸载压力取样。

[0055] 显微分析结果表明,在铜基体上弥散分布着陶瓷相TiN颗粒,其平均粒径大约为120nm。样品性能测试结果表明,该实例制备的陶瓷相弥散强化铜的相对密度为95%,导电率为55% IACS,样品的硬度为77HV,拉伸强度为186Mpa。