

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①① N° de publication : **2 865 478**
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

②① N° d'enregistrement national : **05 00428**

⑤① Int Cl⁷ : C 22 C 9/00

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 14.01.05.

③⑦ Priorité : 23.01.04 JP 04015677.

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 29.07.05 Bulletin 05/30.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO
SHO (KOBE STEEL LTD) — JP.

⑦② Inventeur(s) : ARUGA YASUHIRO et KAJIHARA
KATSURA.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : NOVAGRAAF TECHNOLOGIES.

⑤④ ALLIAGE DE CUIVRE DE HAUTE RESISTANCE MECANIQUE ET HAUTE CONDUCTIVITE.

⑤⑦ Est décrit un alliage de cuivre contenant du Fe à 0,01 à 0,5 % et du P à 0,01 à 0,3 % en masse, le reste consistant en du cuivre et des impuretés inévitables, dans lequel le rapport de teneur en masse de Fe sur P, à savoir Fe/P, est dans la gamme de 0,5 à 6,0 et la fraction en volume et le nombre de dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule dans la microstructure de l'alliage de cuivre sont de 1,0 % ou plus et de 300 pièces/ μm^2 ou plus, respectivement. L'alliage de Cu-Fe-P peut assurer une haute résistance mécanique et une haute conductivité simultanément.

FR 2 865 478 - A1



ALLIAGE DE CUIVRE DE HAUTE RESISTANCE MECANIQUE ET HAUTE
CONDUCTIVITE

La présente invention concerne un alliage de haute
5 résistance mécanique et haute conductivité, par exemple
un alliage de cuivre approprié comme matériau pour un
cadre conducteur de circuit intégré utilisé dans un
dispositif semi-conducteur. Un alliage de cuivre selon la
présente invention est utilisé dans divers domaines mais
10 la présente invention est ci-dessous expliquée sur la
base du cas où l'alliage de cuivre est utilisé pour un
cadre conducteur de circuit intégré qui est un composant
semi-conducteur comme application représentative.

Comme alliage de cuivre pour un cadre conducteur de
15 circuit intégré, un alliage de Cu-Fe-P a jusqu'ici été
généralement utilisé. A titre d'exemple, un alliage de
cuivre contenant du Fe à 0,05 à 0,15 % et du P à 0,025 à
0,040 % (alliage C19210) ou un alliage de cuivre
contenant du Fe à 2,1 à 2,6 %, du P à 0,015 à 0,15 % et
20 du Zn à 0,05 à 0,20 % (alliage CDA194) est largement
utilisé comme alliage de norme internationale puisqu'il
est excellent en résistance mécanique, conductivité
électrique et conductivité thermique parmi les alliages
de cuivre.

25 Ces dernières années, puisqu'on a exigé d'un
dispositif semi-conducteur qu'il ait une capacité plus
importante, une taille plus petite et une intégration
plus élevée, l'aire en coupe transversale d'un cadre
conducteur de circuit intégré a été réduite. Par
30 tendance, on a exigé d'un composant d'alliage de cuivre
utilisé pour un cadre conducteur de circuit intégré dans
un dispositif semi-conducteur qu'il ait une résistance
mécanique, une conductivité électrique et une
conductivité thermique encore plus élevées. La situation
35 est également applicable à un alliage de cuivre utilisé
non seulement pour des cadres conducteurs de circuit

intégré mais également pour d'autres composants conducteurs électriques tels que les connecteurs, les bornes, les commutateurs, les relais, etc. dans les composants électriques et électroniques.

5 Un avantage d'un alliage de Cu-Fe-P est qu'il a une conductivité électrique élevée et, afin d'accroître sa résistance mécanique, un moyen d'accroître les teneurs en Fe et P ou d'ajouter du Sn, du Mg, du Ca ou similaire comme troisième élément a jusqu'ici été entrepris.
10 Toutefois, l'augmentation de la quantité de tels éléments amène la résistance mécanique à augmenter mais une conductivité électrique à se détériorer inévitablement. En conséquence, il a été difficile simplement en maîtrisant la composition chimique d'un alliage de cuivre
15 de réaliser un alliage de Cu-Fe-P ayant un bon équilibre entre une conductivité plus élevée et une résistance mécanique plus élevée ou ayant simultanément les deux propriétés qui sont requises conjointement avec les tendances précitées d'une capacité plus importante, d'une
20 taille plus petite et d'une intégration plus élevée d'un dispositif semi-conducteur.

Pour faire face à cette difficulté, il a jusqu'ici été proposé d'ajuster la microstructure ou l'état de précipitation des dispersoïdes dans un alliage Cu-Fe-P. A
25 titre d'exemple, le document JP-A No. 285 261/2000 propose un alliage de cuivre excellent en stabilité de résistance mécanique et en résistance au ramollissement dans lequel la teneur en Fe est bien dans la gamme de 1,0 à 3,0 % et également la fraction en volume des
30 dispersoïdes de 0,05 à 10 μm en diamètre moyen de particule est de 0,5 à 10 %.

Un alliage de cuivre augmentant la quantité des composés chimiques de plus petites tailles est proposé. A titre d'exemple, le document JP-A No. 130 755/1998
35 propose un alliage de cuivre de haute résistance mécanique et haute conductivité contenant du Fe à 0,05 à

3,5 % et du P à 0,01 à 1,0 %, dans lequel les particules sont classées comme particules inférieures à 0,02 μm en diamètre de particule (petites particules) ou particules à 0,02 à 100 μm en diamètre de particule (particules importantes) et le rapport du nombre des petites particules sur celui des particules importantes est de un ou plus. De plus, le document JP-A No. 324 935/1998 propose un alliage de cuivre de haute résistance mécanique et haute résistance au ramollissement contenant du Fe à 0,5 à 5 % et du P à 0,01 à 0,2 %, dans lequel le rapport des particules importantes de 100 Å ou plus de diamètre de particule sur les petites particules inférieures à 100 Å ou plus de diamètre de particule est dans la gamme de 0,004 à 1,000.

De même, le document JP-A No. 220 594/1994 propose une technologie d'amélioration de la résistance mécanique et de la résistance au ramollissement par le fait de contenir du Fe à 0,01 à 0,3 %, du P à 0,005 à 0,4 %, du Zn à 1,5 à 5 % et du Sn à 0,2 à 2,5 % et en régulant les tailles des composés chimiques contenant du Fe et du P de façon à ne pas rendre les particules plus grossières en excès de 150 Å. De plus, le document JP-A No. 178 670/2000 propose un alliage de cuivre de haute résistance mécanique et haute conductivité contenant du Fe et du P à 0,05 à 2 % au total, du Zn à 5 à 35 % et du Sn à 0,1 à 3 %, dans lequel des composés chimiques contenant du Fe et du P de 0,2 μm ou moins de diamètre de particule se dispersent uniformément.

Toutefois, les technologies précitées de régulation de l'état de précipitation des composés chimiques contenant du Fe et du P (dispersoïdes) dans un alliage de Cu-Fe-P ne focalisent pas l'attention sur les dispersoïdes de composés chimiques contenant du Fe et du P de 20 nm ou moins de diamètre moyen de particule qui sont cependant plus petits que ceux régulés dans ces technologies.

Il est vrai qu'il existe certaines régulations contenant des dispersoïdes de composés chimiques contenant du Fe et du P ou similaire ayant un fin diamètre moyen de particule n'excédant pas 20 nm dans certaines des technologies documentaires précitées. Toutefois, l'une quelconque des technologies de maîtrise de l'état de précipitation de tels composés chimiques contenant du Fe et du P ne régule pas un grossissement d'un MET (microscope électronique à transmission) tel à être capable d'observer les dispersoïdes de composés chimiques contenant du Fe et du P ayant un fin diamètre moyen de particule n'excédant pas 20 nm. Même lorsqu'un grossissement est régulé, le grossissement dans la régulation est au plus de 10 000. Avec un MET de grossissement 10 000, de tels fins dispersoïdes ne peuvent pas être observés. Afin de comprendre l'état (taille et nombre) des dispersoïdes ayant un fin diamètre moyen de particule n'excédant pas 20 nm quantitativement et précisément, il est nécessaire de faire une observation avec un MET de grossissement d'au moins 100 000.

Par suite, les technologies documentaires précitées ne comprennent sensiblement pas les dispersoïdes eux-mêmes de composés chimiques contenant du Fe et du P ou similaire ayant un fin diamètre moyen de particule n'excédant pas 20 nm ou ne reconnaissent sensiblement pas l'influence des fins dispersoïdes sur les propriétés d'un alliage de cuivre.

De plus, parmi les technologies documentaires précitées, la teneur en Fe est aussi élevée que 0,5 % ou plus dans les cas des documents JP-A Nos. 285 261/2002 et 324 935/1998 et les teneurs en Zn et Sn sont élevées dans les cas des documents JP-A Nos. 220 594/1994 et 178 670/2000. En conséquence, ces technologies sont communes aux technologies antérieures d'accroissement des teneurs en Fe et P ou d'ajout d'un troisième élément

comme expliqué ci-dessus afin d'augmenter la résistance mécanique. A la lumière de ceci, bien que de fins dispersoïdes soient accrus, une conductivité électrique s'abaisse inévitablement.

5 En conséquence, l'atteinte simultanée d'une résistance mécanique plus élevée et d'une conductivité plus élevée n'a pas été réalisée avec les technologies classiques précitées et il existe des limitations rigides à la réalisation d'un alliage de Cu-Fe-P ayant un bon
10 équilibre entre une conductivité plus élevée et une résistance plus élevée ou ayant simultanément les deux propriétés qui sont requises conjointement avec les tendances précitées d'une capacité plus importante, d'une taille plus petite et d'une intégration plus élevée d'un
15 dispositif semi-conducteur.

La présente invention a été établie pour résoudre de tels problèmes et l'objet de celle-ci consiste à proposer un alliage de Cu-Fe-P ayant simultanément tant une résistance mécanique plus élevée qu'une conductivité
20 plus élevée.

Comme aspect préféré, le point essentiel de la présente invention est que : un alliage de cuivre de haute résistance mécanique et haute conductivité contient du Fe à 0,01 à 0,5 % (en masse, et ainsi de suite) et du
25 P à 0,01 à 0,3 %, le reste consistant en du cuivre et des impuretés inévitables ; et, dans l'alliage de cuivre, le rapport de teneur en masse de Fe sur P, à savoir Fe/P, est dans la gamme de 0,5 à 6,0 et la fraction en volume et le nombre des dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre
30 moyen de particule dans la microstructure de l'alliage de cuivre sont de 1,0 % ou plus et de 300 pièces/ μm^2 ou plus, respectivement.

Dans la présente invention, un alliage de Cu-Fe-P est agencé de façon à contenir des dispersoïdes tels que
35 de fins composés chimiques contenant du Fe et du P de 20 nm ou moins en diamètre moyen de particule, dont les

effets et les influences sur les propriétés de l'alliage de cuivre n'ont jusqu'ici pas été notés ou reconnus, autant que possible dans l'alliage de cuivre selon les régulations précitées stipulées par la fraction en volume et le nombre des particules.

En faisant ainsi, avec des teneurs relativement petites en Fe et P, un alliage de Cu-Fe-P de haute résistance mécanique et haute conductivité ayant une conductivité électrique non inférieure à 80 % IACS au niveau de 140 à 150 Hv de dureté (480 à 530 MPa en résistance à la traction) ou une conductivité électrique non inférieure à 75 % IACS même au niveau de 160 Hv de dureté (570 MPa en résistance à la traction) peut être formé.

L'expression « dispersoïdes » citée dans la présente invention signifie des dispersoïdes dont le diamètre moyen de particule est dans la gamme de 1 à 20 nm lorsqu'une microstructure d'un alliage de cuivre est observée avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000. Les composants principaux des dispersoïdes sont les composés chimiques Fe-P et les dispersoïdes sont principalement composées de composés chimiques contenant du Fe et du P et similaire formés en ajoutant du Fe, des composés chimiques de Cu-P et autres aux composants principaux.

De tels fins dispersoïdes sont nouvellement formés pendant la production d'un alliage de cuivre, par exemple pendant le recuit après laminage à froid. A savoir, de tels fins dispersoïdes forment une phase de composés chimiques finement précipités à partir d'une matrice de cuivre par recuit. En conséquence, ils sont différents des dispersoïdes grossiers qui se forment pendant le coulage et existent dans la microstructure de l'alliage de cuivre depuis le début. A la lumière de ceci, à moins que la microstructure de l'alliage de cuivre soit observée avec un microscope électronique à transmission

de grossissement non inférieur à 100 000, de tels fins dispersoïdes ne peuvent pas être observés.

La présente invention stipule que la fraction en volume et le nombre de tels fins dispersoïdes sont de 1,0
5 % ou plus et de 300 pièces/ μm^2 ou plus, respectivement. La capacité d'ancrage pour supprimer le transfert et l'extinction des dislocations de tels fins dispersoïdes est, contre toute attente, plus importante de manière marquée que celle des dispersoïdes plus gros que ceux-ci.
10 En conséquence, en agencant un alliage de Cu-Fe-P de façon à contenir les dispersoïdes tels que de fins composés chimiques contenant du Fe et du P de 20 nm ou moins en diamètre moyen de particule autant que possible dans la microstructure de l'alliage de cuivre, la
15 capacité d'ancrage précitée augmente et ainsi une résistance mécanique plus élevée peut être obtenue.

L'effet d'abaissement de la conductivité électrique d'un alliage de cuivre dans le cas de tels fins dispersoïdes de 20 nm ou moins en diamètre moyen de
20 particule est inférieur de manière marquée à celui dans le cas des dispersoïdes plus grossiers que ceux-ci. En conséquence, de fins dispersoïdes peuvent renforcer un alliage de cuivre avec moins d'abaissement de la conductivité électrique de l'alliage de cuivre que les
25 dispersoïdes plus grossiers que ceux-ci.

La capacité d'ancrage des dispersoïdes grossiers supérieurs à 20 nm en diamètre moyen de particule est faible comme établi ci-dessus. Pour cette raison, la présente invention stipule que la limite supérieure du
30 diamètre moyen de particule des dispersoïdes est de 20 nm. Par ailleurs, dans le cas de dispersoïdes inférieurs à 1 nm en diamètre moyen de particule, ils sont difficilement détectés et mesurés même avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000 et
35 en outre la capacité d'ancrage de celles-ci s'abaisse de manière inverse. Pour cette raison, la présente invention

stipule que la limite inférieure du diamètre moyen de particule des dispersoïdes est de 1 nm.

Lorsque la fraction en volume de tels fins dispersoïdes est inférieure à 1,0 % ou que le nombre de ceux-ci est inférieur à 300 pièces/ μm^2 , le nombre de particules présentant les effets est insuffisant et ainsi une haute résistance mécanique de 140 à 150 Hv en niveau de dureté (480 à 530 MPa en niveau de résistance à la traction) ne peut pas être obtenue. En outre, lorsque le nombre de tels fins dispersoïdes comme stipulé dans la présente invention est petit dans une certaine composition chimique, il est le plus probable que le reste des dispersoïdes existe sous forme de dispersoïdes plus grossiers. Par suite, la conductivité électrique s'abaisse et une haute résistance mécanique et une haute conductivité satisfaisant une conductivité électrique non inférieure à 80 % IACS au niveau de 140 à 150 Hv de dureté (480 à 530 MPa en résistance à la traction) ou une conductivité électrique non inférieure à 75 % IACS même au niveau de 160 Hv de dureté (570 MPa en résistance à la traction) ne peuvent pas être atteintes.

En outre, la présente invention stipule la quantité de fins dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule. Toutefois, tant que cette stipulation est satisfaite, il est acceptable que des dispersoïdes grossiers supérieurs à 20 nm en diamètre moyen de particule existent dans la microstructure de l'alliage de cuivre en une quantité appropriée dans une gamme ne gênant pas l'objet de la présente invention.

Dans la présente invention, le diamètre d des dispersoïdes est défini comme moyenne du diamètre maximal de chaque dispersoïde. En d'autres termes, la valeur obtenue en moyennant le diamètre d de chaque dispersoïde dans un domaine visuel observé avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000 est le diamètre moyen de particule auquel on se réfère dans

la présente invention. Il est absolument acceptable de moyenner davantage les résultats de mesure dans plusieurs domaines visuels.

De la même manière, concernant le nombre de
5 dispersoïdes, la valeur obtenue en moyennant un nombre mesuré par μm^2 de chaque dispersoïde dans un domaine visuel observé avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000 (les images obtenues par l'observation sont soumises à une analyse
10 d'image) est le nombre de dispersoïdes auquel on se réfère dans la présente invention. Il est absolument acceptable de moyenner davantage les résultats de mesure dans plusieurs domaines visuels.

De même, concernant la fraction en volume des
15 dispersoïdes dans la présente invention, le pourcentage d'aire de dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule dans une aire de $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ ($1\ \mu\text{m}^2$) dans un champ visuel observé avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000 est obtenu et la
20 valeur obtenue est définie comme la fraction en volume des dispersoïdes.

Les raisons pour spécifier la composition chimique dans un alliage de cuivre selon la présente invention sont expliquées ci-dessous. Concernant une composition
25 chimique, afin d'atteindre une haute résistance mécanique et une haute conductivité, un alliage de cuivre selon la présente invention est agencé de façon à contenir basiquement du Fe à 0,01 à 0,5 % et du P à 0,01 à 0,3 % en masse, le reste consistant en du cuivre et des
30 impuretés inévitables, dans lequel le rapport de teneur en masse de Fe sur P, à savoir Fe/P, est dans la gamme de 0,5 à 6,0.

Comme décrit plus tôt, avec le moyen d'accroître les quantités des éléments tels que d'accroître les
35 teneurs en Fe et P ou d'ajouter un troisième élément tel que Sn, Mg, Ca ou similaire qui a jusqu'ici été adopté

pour accroître une résistance mécanique, une résistance mécanique croît mais une conductivité électrique se détériore inévitablement. Un grand avantage de la présente invention est que, bien qu'un tel moyen pour
5 accroître les quantités d'éléments afin d'accroître la résistance mécanique ne soit pas adopté, une résistance mécanique plus élevée et une conductivité plus élevée peuvent être obtenues par la stipulation précitée sur les fins dispersoïdes.

10 On notera qu'il est acceptable qu'un alliage de cuivre selon la présente invention contienne en outre du Zn à 0,005 à 0,5 % et/ou du Sn à 0,001 à 0,5 % comme nécessaire dans les gammes pour ne pas gêner la
15 résistance mécanique plus élevée et la conductivité plus élevée de la présente invention.

Fe est un élément nécessaire pour accroître la résistance mécanique et la résistance au ramollissement en précipitant sous forme des fins dispersoïdes stipulés dans la présente invention dans un alliage de cuivre.
20 Lorsqu'une teneur en Fe est inférieure à 0,01 %, les fins dispersoïdes stipulés dans la présente invention sont insuffisants. Pour cette raison, il est nécessaire qu'une teneur en Fe ne soit pas inférieure à 0,01 % afin de présenter efficacement les effets sur le renforcement et
25 similaire. Par ailleurs, lorsque du Fe est contenu en excès de 0,5 %, une conductivité élevée n'est pas assurée. En outre, s'il est tenté d'accroître la quantité de dispersoïdes afin d'assurer une conductivité élevée, le grossissement des particules précipitées est entraîné
30 et inversement les fins dispersoïdes stipulés dans la présente invention deviennent insuffisants. Par suite, la résistance mécanique s'abaisse et l'atteinte simultanée d'une résistance mécanique plus élevée et d'une conductivité plus élevée ne peut pas être réalisée. Pour
35 ces raisons, une teneur en Fe est déterminée comme étant dans la gamme de 0,01 à 0,5 % en masse.

P a une fonction d'oxydation et est également un élément nécessaire pour accroître la résistance mécanique et la résistance au ramollissement d'un alliage de cuivre en formant des dispersoïdes conjointement avec Fe.

5 Lorsqu'une teneur en P est inférieure à 0,01 %, les fins dispersoïdes stipulés dans la présente invention sont insuffisants. Pour cette raison, il est nécessaire qu'une teneur en P soit non inférieure à 0,01 % afin de présenter efficacement les effets sur le renforcement et

10 similaire. Par ailleurs, lorsque du P est contenu en excès de 0,3 %, une conductivité électrique se détériore et une conductivité élevée n'est pas assurée. De plus, l'aptitude au façonnage à chaud se détériore également. Pour ces raisons, une teneur en P est déterminée comme

15 étant dans la gamme de 0,01 à 0,3 % en masse.

Afin de précipiter une quantité stipulée ci-dessus des fins dispersoïdes stipulés dans la présente invention, la présente invention stipule non seulement les teneurs individuelles en Fe et P mais également le

20 rapport de teneur en masse de Fe sur P, à savoir Fe/P. Lorsque la valeur de Fe/P est inférieure à 0,5, P est contenu en excès et se dissout dans une matrice de cuivre, et ainsi une conductivité électrique se détériore et une conductivité élevée n'est pas assurée. Par

25 ailleurs, lorsque la valeur de Fe/P excède 6,0, inversement Fe est contenu en excès et croît sous forme de simples particules de Fe grossières et en conséquence une résistance mécanique s'abaisse. Pour ces raisons, la valeur de Fe/P est déterminée comme étant dans la gamme

30 de 0,5 à 6,0.

Zn est un élément efficace dans l'amélioration de la résistance à l'abrasion thermique de plaquage ou de brasage au Sn utilisé pour les joints des composants électroniques et dans la suppression de l'abrasion

35 thermique. Il est préférable de contenir du Zn à pas moins de 0,005 % afin de présenter un tel effet

efficacement. Toutefois, lorsque Zn est contenu en excès de 0,5 %, non seulement l'aptitude à l'étalement par voie humide du Sn fondu ou de la brasure se détériore plutôt mais également une conductivité électrique se détériore
5 considérablement. Pour ces raisons, Zn est contenu sélectivement dans la gamme de 0,005 à 0,5 % en masse.

Sn contribue à l'accroissement de la résistance mécanique d'un alliage de cuivre. Il est préférable de contenir Sn à pas moins de 0,001 % afin de présenter un
10 tel effet efficacement. Toutefois, lorsque Sn est contenu en excès de 0,5 %, l'effet est saturé et une conductivité électrique se détériore considérablement. Pour ces raisons, Sn est contenu sélectivement dans la gamme de 0,001 à 0,5 % en masse.

15 D'autres éléments, par exemple Al, Cr, Ti, Be, V, Nb, Mo, W, Mg, Ni, etc., sont des impuretés et facilitent non seulement la formation de dispersoïdes grossiers mais également la détérioration d'une conductivité électrique. Pour cette raison, il est préférable d'abaisser la teneur
20 autant que possible dans la gamme n'excédant pas 0,5 % en masse au total. D'autres éléments, tels que B, C, Na, S, Ca, As, Se, Cd, In, Sb, Pb, Bi, MM (mischmetal), etc., contenus dans un alliage de cuivre en quantité minuscule facilitent également la détérioration d'une conductivité
25 électrique. Pour cette raison, il est préférable d'abaisser la teneur autant que possible dans la gamme n'excédant pas 0,1 % en masse au total.

Ensuite, des conditions de production préférables pour former la microstructure de l'alliage de cuivre en
30 une structure stipulée dans la présente invention sont expliquées ci-dessous. Il n'est pas nécessaire de changer grandement le procédé de production lui-même dans la production d'un alliage de cuivre selon la présente invention et un procédé de production ordinaire peut être
35 employé pour la production. A savoir, un alliage de cuivre fondu dont la composition chimique est ajustée

comme décrit ci-dessus est coulé. Ensuite, la surface du lingot coulé est rectifiée, par la suite le lingot rectifié est laminé à chaud après être soumis à un traitement thermique ou une immersion, et la plaque, après être laminée à chaud est refroidie avec de l'eau. Par la suite, la plaque est soumise à un laminage à froid primaire appelé laminage intermédiaire, puis à un recuit, un nettoyage et par la suite un laminage à froid de finition (final), et par suite produit en une plaque d'alliage de cuivre ou similaire d'une épaisseur de produit.

Dans le procédé de production, il est efficace d'appliquer le recuit dans les conditions suivantes à la production afin d'ajuster le procédé de production de façon à former la structure de dispersoïde dans laquelle la fraction en volume et le nombre de dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule sont de 1,0 % ou plus et de 300 pièces/ μm^2 ou plus, respectivement, comme décrit ci-dessus.

A savoir, comme décrit plus tôt, les fins dispersoïdes stipulés dans la présente invention forment une phase de composé chimique finement précipitée nouvellement à partir d'une matrice de cuivre par recuit. Afin de précipiter de tels fins dispersoïdes, le recuit est appliqué après laminage à froid primaire dans le procédé de production de l'alliage de cuivre.

Ici, s'il est prévu d'obtenir une haute conductivité seulement par un recuit d'une fois, il est essentiel d'élever la température du recuit. Si une température de recuit est élevée, la quantité de dispersoïdes augmente et ceci entraîne la croissance et le grossissement des dispersoïdes. A la lumière de ceci, il est préférable d'ajuster le procédé de recuit de façon à former la structure de dispersoïdes composée des fins dispersoïdes comme mentionné ci-dessus en : appliquant un recuit divisé en plusieurs fois ; ajustant une

température de recuit par recuit en une fois à 430°C ou inférieur ; en obtenant ainsi une conductivité élevée ; et en supprimant la croissance et le grossissement des dispersoïdes.

5 En outre, lorsqu'un laminage à froid est appliqué entre le recuit et un recuit ultérieur, le laminage à froid amène les défauts de réseau cristallin à croître, les défauts de réseau agissent comme noyaux de précipitation au recuit ultérieur et en conséquence la
10 structure de dispersoïdes composée des fins dispersoïdes comme mentionné ci-dessus est susceptible d'être obtenue.

 En conséquence, en vue des conditions ci-dessus, un tel procédé consistant à appliquer de manière répétée un laminage à froid et un recuit deux fois chacun entre la
15 fin du laminage à chaud et le laminage à froid de finition (final) dans le procédé de production d'un alliage de cuivre est préférable du fait qu'une telle structure de dispersoïdes composée des fins dispersoïdes comme mentionné ci-dessus est susceptible d'être obtenue.

20 Le temps de maintien à la température maximale dans le recuit est déterminé comme étant dans la gamme de 0,5 à 20 heures. Lorsqu'un temps de maintien est plus court que 0,5 heure, la quantité des précipités est insuffisante et une conductivité électrique ne s'améliore
25 pas. Au contraire, lorsqu'un temps de maintien excède 20 heures, même à une température de 430°C ou moins, les particules de précipités croissent et grossissent.

 Des exemples selon la présente invention sont expliqués ci-dessous. On a produit des plaques d'alliage
30 de cuivre en coulant des alliages de cuivre ayant diverses compositions montrées dans le tableau 1 ci-dessous et on a évalué leurs propriétés. Ici, dans les plaques d'alliage de cuivre ayant diverses compositions montrées dans le tableau 1, la quantité totale de Al, Cr,
35 Ti, Be, V, Nb, Mo, W, Mg, Ni, etc. comme éléments autres que les éléments montrés dans le tableau 1 n'étaient pas

supérieures à 0,5 % en masse. En outre, la quantité totale de B, C, Na, S, Ca, As, Se, Cd, In, Sb, Pb, Bi, MM (mischmetal), etc. contenue légèrement dans les alliages de cuivre comme élément encore autre que les éléments ci-dessus n'étaient pas supérieure à 0,1 % en masse.

Le procédé de production concret des plaques d'alliage de cuivre est comme suit. On a fait fondre les alliages de cuivre et on les a raffinés dans un four sans noyau et par la suite coulés par un procédé de coulage semi-continu, et on a ainsi produit des lingots de 70 mm d'épaisseur, de 200 mm de largeur et de 500 mm de longueur. Ensuite, on a rectifié la surface de chacun des lingots et on a chauffé les lingots et on les a par la suite laminés à chaud à l'épaisseur de 16 mm à une température de 950°C. On a de nouveau rectifié la surface de chacune des plaques laminées à chaud pour éliminer les pailles d'oxyde et par la suite on a soumis chaque plaque laminée à chaud à un laminage à froid et à un recuit de manière répétée pendant des temps prédéterminés dans la gamme d'une à trois fois (le nombre de fois de laminage à froid était identique à celui du recuit), le nombre de fois de recuit pour chaque exemple étant montré dans le tableau 1. Par la suite, on a soumis les plaques d'alliage de cuivre à un laminage à froid final et on a produit des plaques d'alliage de cuivre de 0,2 mm d'épaisseur. On a défini la température de recuit la plus élevée parmi les températures dans la répétition du recuit comme la température de recuit maximale et la température de recuit maximale est montrée dans le tableau 1 pour chaque exemple.

On a découpé des éprouvettes à partir des plaques d'alliage de cuivre de tous les exemples ainsi produits et on les a soumises à la mesure de la fraction en volume (%) et du nombre de fins dispersoïdes par l'observation de chaque structure, à un essai de traction, à une mesure

de dureté et à une mesure de conductivité électrique. Les résultats sont montrés dans le tableau 1.

Dans l'observation d'une structure, on a mesuré la fraction en volume et le nombre de dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule au moment où l'on a observé la microstructure de l'alliage de cuivre avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000 par le procédé de mesure précité.

On a appliqué un essai de traction à une éprouvette d'essai JIS #13 produite en la découpant dans une direction parallèle à la direction de laminage. On a mesuré la dureté avec un micro-dispositif d'essai de dureté Vickers tandis que l'on a appliqué une charge de 0,5 kg.

On a obtenue une conductivité électrique en : formant une éprouvette rectangulaire de 10 mm de large et 300 mm de long par laminage ; mesurant une résistance électrique avec un dispositif de mesure de résistance de type à double pont ; puis calculant par le procédé de section transversale moyenne.

Comme cela est évident à partir du tableau 1, dans le cas des exemples de l'invention 1 à 9, chaque plaque d'alliage de cuivre contenait du Fe à 0,01 à 0,5 % et du P à 0,01 à 0,3 % dans laquelle la valeur de Fe/P était dans la gamme de 0,5 à 6,0, ces valeurs étant bien dans la gamme de composition d'un alliage de cuivre selon la présente invention, et contenait également sélectivement du Zn et du Sn dans les gammes stipulées respectivement. En outre, concernant le procédé de production, on a produit les plaques d'alliage de cuivre dans les conditions de recuit préférables.

Par suite, dans les cas des exemples 1 à 9 de l'invention, la fraction en volume et le nombre de dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule étaient de 1,0 % ou plus et de 300 pièces/ μm^2 ou plus, respectivement, lorsque l'on a observé chaque

microstructure de l'alliage de cuivre avec un microscope électronique à transmission de grossissement 100 000.

Par suite, chacune des plaques d'alliage de cuivre obtenait une conductivité électrique de 83 à 80 % IACS au niveau de 144 à 157 Hv de dureté (503 à 552 MPa en résistance à la traction) ou une conductivité électrique de 86 à 82 % IACS même au niveau de 161 à 165 Hv de dureté (570 à 581 MPa en résistance à la traction) et avaient ainsi une haute résistance mécanique et une haute conductivité.

Au contraire, comme cela est évident à partir du tableau 1, dans le cas de l'exemple comparatif 10, la teneur en Fe dans l'alliage de cuivre était de 0,007 % et inférieure à la limite inférieure. Par suite, bien que l'on ait appliqué le recuit dans des conditions préférables, la fraction en volume des fins dispersoïdes était de 0,8 % et inférieure à la limite inférieure, et ainsi la totalité de la dureté, de la résistance à la traction et de la conductivité électrique était faible.

Dans le cas de l'exemple comparatif 11, on a appliqué le recuit dans des conditions préférables et de même la fraction en volume et le nombre de fins dispersoïdes étaient bien dans les gammes stipulées dans la présente invention. Toutefois, la teneur en Fe dans l'alliage de cuivre était de 0,66 % et excédait la limite supérieure, et en conséquence la conductivité électrique était extrêmement faible et ainsi l'atteinte simultanée d'une résistance mécanique plus élevée et d'une conductivité plus élevée n'était pas réalisée.

Dans le cas de l'exemple comparatif 12, la teneur en P dans l'alliage de cuivre était de 0,008 % et inférieure à la limite inférieure. Par suite, bien que l'on ait appliqué le recuit dans des conditions préférables, la fraction en volume des fines dispersoïdes était de 0,9 % et inférieure à la limite inférieure, et

ainsi la totalité de la dureté, de la résistance à la traction et de la conductivité électrique était faible.

Dans le cas de l'exemple comparatif 13, on a appliqué le recuit dans les conditions préférables et de même la fraction en volume et le nombre de fins dispersoïdes étaient bien dans les gammes stipulées dans la présente invention. Toutefois, la teneur en P dans l'alliage de cuivre était de 0,33 % et excédait la limite supérieure, et en conséquence la conductivité électrique était extrêmement faible et ainsi l'atteinte simultanée d'une résistance mécanique plus élevée et d'une conductivité plus élevée n'était pas réalisée.

Dans le cas de l'exemple comparatif 14, bien que les teneurs en Fe et P dans l'alliage de cuivre fussent bien dans les gammes stipulées dans la présente invention, la valeur de Fe/P était de 0,31 et inférieure à la limite inférieure. Par suite, bien que l'on ait appliqué le recuit dans des conditions préférables et de même que la fraction en volume et le nombre de fins dispersoïdes fussent bien dans les gammes stipulées dans la présente invention, la conductivité électrique était considérablement faible en comparaison à la dureté et à la résistance à la traction.

Dans le cas de l'exemple comparatif 15, bien que les teneurs en Fe et P dans l'alliage de cuivre fussent bien dans les gammes stipulées dans la présente invention, la valeur de Fe/P était de 6,50 et excédait la limite supérieure. Pour cette raison, bien que l'on ait appliqué le recuit dans les conditions préférables, le nombre de fins dispersoïdes était de 250 pièces/ μm^2 et inférieur à la limite inférieure. Par suite, la totalité de la dureté, de la résistance à la traction et de la conductivité électrique était considérablement faible.

Dans le cas de l'exemple comparatif 16, on a appliqué le recuit dans des conditions préférables et de même la fraction en volume et le nombre de fins

dispersoïdes étaient bien dans les gammes stipulées dans la présente invention. Toutefois, la teneur en Zn dans l'alliage de cuivre était de 1,2 % et excédait la limite supérieure, et par suite la conductivité électrique était
5 considérablement faible en comparaison à la dureté et ainsi l'atteinte simultanée d'une résistance mécanique plus élevée et d'une conductivité plus élevée n'était pas réalisée. En outre, puisque la teneur en Zn était élevée, il y avait possibilité d'un brasage médiocre.

10 Dans le cas de l'exemple comparatif 17, on a appliqué le recuit dans des conditions préférables et de même la fraction en volume et le nombre de fins dispersoïdes étaient bien dans les gammes stipulées dans la présente invention. Toutefois, la teneur en Sn dans
15 l'alliage de cuivre était de 0,9 % et excédait la limite supérieure, et en conséquence la conductivité électrique était considérablement faible en comparaison à la dureté et à la résistance à la traction et ainsi l'atteinte simultanée d'une résistance mécanique plus élevée et
20 d'une conductivité plus élevée n'était pas réalisée.

Dans le cas de l'exemple comparatif 18, bien que la composition de l'alliage de cuivre fut dans les gammes stipulées dans la présente invention, la température de recuit maximale était de 500°C et excédait la limite
25 supérieure préférable, la fraction en volume des fins dispersoïdes était de 1,8 % et proche de la limite inférieure, et en outre le nombre de celles-ci était de 200 pièces/ μm^2 et inférieur à la limite inférieure. Par suite, tant la dureté que la conductivité électrique
30 étaient considérablement faibles.

Dans le cas de l'exemple comparatif 19, bien que la composition de l'alliage de cuivre fut dans les gammes stipulées dans la présente invention de même, on a appliqué le recuit seulement une fois et on n'a pas
35 appliqué plusieurs fois un recuit, et de même le nombre de fins dispersoïdes était de 150 pièces/ μm^2 et inférieur

à la limite inférieure. Par suite, la totalité de la dureté, de la résistance à la traction et de la conductivité électrique était considérablement faible.

5 Dans le cas de l'exemple comparatif 20, bien que la composition fut identique à celle de l'exemple de l'invention 1 et fut dans les gammes stipulées dans la présente invention de même, le temps de maintien à la température de recuit maximale était de 0,2 heure et inférieur à la limite inférieure préférable, et la
10 fraction en volume et le nombre de fins dispersoïdes étaient de 0,6 % et de 250 pièces/ μm^2 , respectivement, et les deux étaient inférieurs aux limites inférieures. Par suite, la conductivité électrique était considérablement inférieure à celle de l'exemple 1 de l'invention.

15 Dans le cas de l'exemple comparatif 21, bien que la composition fut identique à celle de l'exemple 5 de l'invention et fut dans les gammes stipulées dans la présente invention de même, le temps de maintien à la température de recuit maximale était de 30 heures et excédait la limite supérieure préférable, et le nombre de
20 fins dispersoïdes était de 280 pièces/ μm^2 et inférieur à la limite inférieure. Par suite, la dureté et la résistance à la traction étaient inférieures à l'exemple 5 de l'invention.

25 Dans le cas de l'exemple comparatif 22, bien que la composition fut identique à celle de l'exemple 9 de l'invention et fut dans les gammes stipulées dans la présente invention de même, la température de recuit maximale était de 460°C et excédait la limite supérieure
30 préférable, et le nombre de fins dispersoïdes était de 230 pièces/ μm^2 et inférieur à la limite inférieure. Par suite, la dureté et la résistance à la traction étaient inférieures à l'exemple 9 de l'invention.

35 Les résultats ci-dessus assurent la signification critique de la composition chimique, de la structure, des conditions de recuit préférables et similaire dans une

plaque d'alliage de cuivre selon la présente invention afin d'assurer une résistance mécanique plus élevée et une conductivité plus élevée.

No.	Composants chimiques (% en masse)					Nombre de recuits appliqués entre le laminage à chaud et le laminage à froid final	Température de recuit maximale (°C)	Temps de rétention du recuit (h)	Pourcen- tage en volume de grain (%)	Nombre de grains (pièces/ μm^2)	Caractéristiques du produit final		
	Fe	P	Fe/P	Zn	Sn						Dureté (Hv)	Résistance à la traction (MPa)	Conduc- tivité (%IAOS)
1	0,16	0,05	3,20	-	-	2	410	5	5,0	1000	155	545	89
2	0,11	0,04	2,75	-	-	2	380	8	3,7	1200	149	524	88
3	0,05	0,04	1,25	-	-	2	350	10	2,6	1400	144	503	83
4	0,45	0,24	1,88	-	-	2	430	6	7,7	800	162	572	79
5	0,38	0,08	4,75	0,03	-	2	420	7	6,0	900	157	552	80
6	0,10	0,03	3,33	0,2	-	2	380	14	4,2	1250	153	540	85
7	0,28	0,11	2,55	0,05	0,01	2	400	10	5,9	1050	165	581	82
8	0,12	0,04	3,00	0,3	0,3	2	390	2	4,4	1200	163	575	75
9	0,17	0,06	2,83	0,01	0,03	3	370	18	5,2	1300	161	570	86
10	0,007	0,01	0,70	-	-	2	340	5	0,8	1000	132	453	76
11	0,66	0,19	3,47	-	-	2	430	10	9,1	700	148	519	65
12	0,02	0,00 ⁸	2,50	-	-	2	360	5	0,9	900	133	457	75
13	0,48	0,33	1,45	-	-	2	420	12	8,8	750	149	522	61
14	0,14	0,45	0,31	-	-	2	400	8	4,7	1050	151	533	56
15	0,13	0,02	6,50	-	-	2	390	10	3,5	250	129	440	70
16	0,20	0,06	3,33	1,2	-	2	400	7	5,6	1150	157	549	62
17	0,33	0,14	2,36	-	0,9	2	420	5	7,0	1000	166	582	58
18	0,06	0,02	3,00	0,03	-	2	500	2	1,8	200	125	424	88
19	0,08	0,03	2,67	0,01	0,01	1	480	3	4,5	150	122	409	87
20	0,16	0,05	3,20	-	-	2	410	0,2	0,6	250	159	565	68
21	0,38	0,08	4,75	0,03	-	2	400	30	6,8	280	148	520	82
22	0,17	0,06	2,83	0,01	0,03	2	460	5	5,3	230	143	499	87

Exemples
comparatifs

Comme expliqué ci-dessus, la présente invention rend possible de former un alliage de cuivre qui peut satisfaire les exigences d'une résistance mécanique plus élevée et d'une conductivité plus élevée, lesquelles
5 exigences proviennent de la réduction de l'aire en coupe transversale d'un cadre conducteur de circuit intégré. En outre, la présente invention rend possible d'atteindre une résistance mécanique plus élevée et une conductivité plus élevée d'un alliage de cuivre utilisé non seulement
10 pour des cadres conducteurs de circuit intégré mais également pour d'autres composants conducteurs électriques tels que les connecteurs, les bornes, les commutateurs, les relais, etc. dans les composants électriques et électroniques.

15 L'invention précédente a été décrite en termes de modes de réalisations préférés. Toutefois, l'homme du métier reconnaîtra que de nombreuses variations de tels modes de réalisations existent. De telles variations sont entendues être dans la portée de la présente invention et
20 des revendications annexées.

REVENDEICATIONS

1. Alliage de cuivre de haute résistance mécanique
5 et haute conductivité contenant du Fe à 0,01 à 0,5 % en
masse et du P à 0,01 à 0,3 % en masse, le reste
consistant en du cuivre et des impuretés inévitables,
dans lequel :

- le rapport de teneur en masse de Fe sur P, à
10 savoir Fe/P, est dans la gamme de 0,5 à 6,0 et

- la fraction en volume et le nombre de
dispersoïdes de 1 à 20 nm en diamètre moyen de particule
dans la microstructure de l'alliage de cuivre sont de 1,0
% ou plus et de 300 pièces/ μm^2 ou plus, respectivement.

15

2. Alliage de cuivre selon la revendication 1,
contenant en outre du Zn à 0,005 à 0,5 % en masse.

3. Alliage de cuivre selon la revendication 1,
20 contenant en outre du Sn à 0,001 à 0,5 % en masse.