



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 108699629 B

(45) 授权公告日 2021.06.01

(21) 申请号 201780008849.5
 (22) 申请日 2017.01.27
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 108699629 A
 (43) 申请公布日 2018.10.23
 (30) 优先权数据
 15/010690 2016.01.29 US
 (85) PCT国际申请进入国家阶段日
 2018.07.27
 (86) PCT国际申请的申请数据
 PCT/US2017/015327 2017.01.27
 (87) PCT国际申请的公布数据
 W02017/132504 EN 2017.08.03
 (73) 专利权人 德林爵-内股份有限公司
 地址 美国康涅狄格州

(72) 发明人 A.S.克莱因 E.F.史密斯三世
 S.维斯瓦纳桑
 (74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
 72001
 代理人 张慧 周李军
 (51) Int.Cl.
 G22C 5/04 (2006.01)
 G22C 30/02 (2006.01)
 G22F 1/14 (2006.01)
 (56) 对比文件
 CN 104024448 A, 2014.09.03
 A. Yu. Volkov. Improvements to the
 Microstructure and Physical Properties of
 Pd-Cu-Ag Alloys.《Platinum Metals Rev》
 .2004,第48卷(第1期),

审查员 王金永

权利要求书1页 说明书11页 附图7页

(54) 发明名称

钯基合金

(57) 摘要

钯基三元或更多元合金包括大约45-55 wt%的钯、大约32-42 wt%的铜、大约8-15 wt%的银、大约0-5 wt%的铼,以及任选地至多1.0 wt%的一种或更多种改性元素。该合金是可时效硬化的,提供超过350 HK (Knoop, 100克负荷)的硬度,具有19.5%IACS (International Annealed Copper Standard, 国际退火铜标准) 以上的电导率,在高达480°F (250°C) 的温度下具有100 ksi以上的高温强度,并在其完全时效硬化的条件下保持延展性(拉伸伸长率>2%)。该合金可用于静态和可移动的电触点和探针应用。

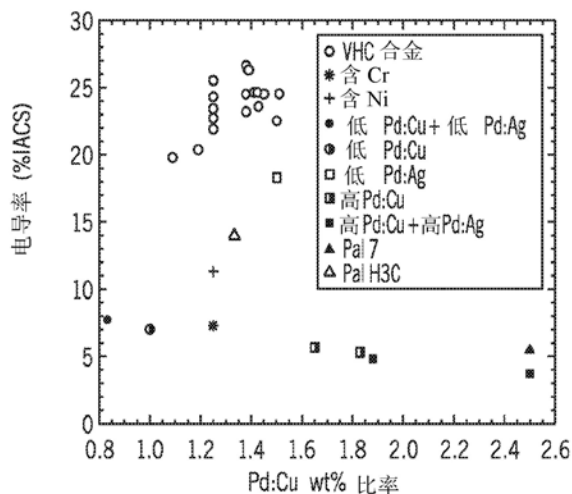


图 2A

1. 一种钯基三元或更多元合金,其包含:
 - (a) 45-55 wt%的钯;
 - (b) 32-42 wt%的铜;
 - (c) 8-15 wt%的银;
 - (d) 1.5-5 wt%的铈;和
 - (e) 至多1.0 wt%的改性元素,其选自:钨、锆、镓和铟,其中所述合金展现铈的第二相,
其中所述合金具有按重量计1.09至1.6的Pd:Cu比,
其中所述合金具有按重量计3至6的Pd:Ag比,和
其中热处理合金的电导率超过19.5% IACS。
2. 权利要求1所述的合金,其中所述钯以51-55 wt%存在,所述铜以32-40 wt%存在,所述银以8.5-14 wt%存在,且所述铈以1.5-2.5 wt%存在。
3. 权利要求1所述的合金,其中所述钯以51-55 wt%存在,所述铜以32-40 wt%存在,所述银以8.5-14 wt%存在,且所述铟以0.2-0.8 wt%存在。
4. 权利要求1所述的合金,其中所述热处理合金的硬度为至少350 Knoop。
5. 权利要求1所述的合金,其中所述合金不含以下的一种或更多种:镍、铬、金、铂、硼或铁。
6. 权利要求1所述的合金,其中所述合金经时效硬化,并在60°F至480°F下保持高于100 ksi的屈服强度。
7. 权利要求1所述的合金,其中所述合金经时效硬化,并具有大于2%的拉伸伸长率。
8. 一种包含钯基三元或更多元合金的半导体探针,所述合金包含:
 - (a) 45-55 wt%的钯;
 - (b) 32-42 wt%的铜;
 - (c) 8-15 wt%的银;
 - (d) 1.5-5 wt%的铈;和
 - (e) 至多1.0 wt%的改性元素,其选自:钨、锆、镓和铟,其中所述合金展现铈的第二相,
其中所述合金具有按重量计1.09至1.6的Pd:Cu比,
其中所述合金具有按重量计3至6的Pd:Ag比,和
其中热处理合金的电导率超过19.5% IACS。
9. 权利要求8所述的半导体探针,其中所述探针配置为Cobra探针、悬臂式探针、垂直式探针或弹簧式探针。
10. 权利要求8所述的半导体探针,其中所述热处理合金的硬度为至少350 Knoop。
11. 权利要求8所述的半导体探针,其中所述合金不含以下的一种或更多种:镍、铬、金、铂、硼或铁。
12. 权利要求8所述的半导体探针,其中所述合金经时效硬化,并在60°F至480°F下保持高于100 ksi的屈服强度。
13. 权利要求8所述的半导体探针,其中所述合金经时效硬化,并具有大于2%的拉伸伸长率。

钯基合金

技术领域

[0001] 本公开涉及贵金属合金组合物、包含该贵金属合金组合物的探针和生产此类探针的方法。

[0002] 背景

[0003] 在半导体制造领域,持续需要更小的器件尺寸(即每单位面积更高的晶体管计数)和提高的处理能力(即更快的处理速度)。

[0004] 由于它们合意的抗氧化性,使用贵金属合金用于固定的和可移动的或滑动的电触点以及测试探针广泛用于诸如滑环电刷、半导体探针、电位式传感器等等的应用。过去60年来,Paliney™7已经被认为是用于在其完全时效硬化条件下要求优异的抗氧化性和可成形性的应用的基准合金。但是,其电导率非常低,仅为大约5.5% IACS。

[0005] 授予Klein等人的美国专利5,833,774公开了用于此类应用的银/钯/铜合金组合物,并描述了一系列贵金属合金,其在经热处理时可提供一系列硬度水平,电导率在12-16% IACS范围内。即使符合该教导的商业合金(Paliney™H3C和Paliney™C)具有是Paliney 7的近乎三倍的电导率值(参见表2),它们仍缺乏许多新应用所需的载流容量。例如,对于直径在100微米以下的集成电路(IC)测试探针,可成功使用的电流水平由于过度电加热而保持在2安培以下(“New Generation of Probe Alloys”,Smith等人,IEEE SW Test Workshop, 2013年6月)。这一类中的合金的另一缺点在于当处于完全时效硬化条件下时它们难以成形为复杂的、高公差形状。

[0006] 授予Klein的美国专利6,210,636公开了适用于滑动电触点应用的低成本银/钯/铜/镍/锌高强度合金。但是,因为开发这种合金是用以提高其镍和锌含量来降低其贵金属含量和由此产生的成本,所以与具有较高贵金属含量的合金相比,其抗氧化性不佳。此外,对于这些合金而言,总电导率通常在10% IACS以下(Paliney™5,DNI网站)。

[0007] 虽然自20世纪50年代以来已经研究了Pd-Cu-Ag家族中的合金(Raub和Worwag,Z. Metallkd.,1955,46,52-57),但是大多数发表的著作集中于记录可能的关系并确定有序化对合金的电学性能的影响。如图1A和图1B中所示,有序化反应已知为显著降低电阻率。图1A包含Cu-Au二元合金的相图,其显示了有序的化学计量相Cu₃Au和CuAu的存在。图1B(Barrett,1952)例示了在二元Au-Cu合金经热处理以便由无序态转变为有序态时,其电阻率的变化。在无序态中(背景虚线),电阻率在每种纯金属态下最小化,并随着两种元素混合而逐渐提高,在50-50原子%水平附近达到最大值。但是,通过在合适的时间-温度方案中对合金进行热处理,有可能产生有序相并使25原子%和50原子%的Au水平处的电阻率均最小化。当组成由化学计量值在任一方向上改变时,电阻率值以线性对称方式变化。这种行为是有序-无序转变的普遍接受的模式。

[0008] 钯/铜合金体系也已经是技术论文和文章的主题。A.Yu.Volkov在“Improvements to the Microstructure and Physical Properties of Pd-Cu-Ag Alloys”中考查并报道了三元合金体系的一系列组成。Volkov考查了向钯-铜合金中添加银的效果,主要集中于改善抗拉强度。尽管如Volkov的论文中所例示,这项工作显示出对强度的积极影响,所有

Ag添加剂还起提高电阻率的作用,例如对Pd-Cu二元合金达到大约 $8.5\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 的电阻率(20.3% IACS),对含有12原子%的Ag的合金由大约 $11\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 的电阻率(15.6% IACS)起。这项工作对如何同时优化机械性能和电学性能二者未呈现任何有意义的理解。

[0009] 此外,美国专利7,354,488介绍了使用Re结合其它元素(例如B、Ni和Ru)来提高高Pd含量可煅合金的强度。在不存在这些互补元素的协同影响的情况下,数据表明Re水平为至少10%才能达到300HK以上的硬度水平。这些合金通常具有在5-8% IACS水平下的非常低的电导率值。在其中Pd水平通常在75wt%以上的这些体系中,Re被认为是固溶强化剂,并且不参与第二相或有序化反应。Re偶尔也被用作牙科铸造合金中的晶粒细化添加剂,但是以非常低的浓度,通常在0.5%以下。

[0010] 概述

[0011] 根据某些实施方案,三元或更多元贵金属合金包含钯、铜、银和任选的铼。

[0012] 根据某些实施方案,钯基三元或更多元合金包括(a)大约45-55wt%的钯;(b)大约32-42wt%的铜;(c)大约8-15wt%的银;(d)大约0-5wt%的铼;和(e)至多1.0wt%的改性元素,其选自:钕、锆、镓和锌。该合金可具有按重量计大约1.05至1.6的Pd:Cu比,和按重量计大约3至6的Pd:Ag比。

[0013] 根据某些实施方案,该合金可作为探针提供或在探针中提供。根据此类实施方案,该探针可配置为Cobra探针、悬臂式探针、垂直式探针或弹簧式探针(pogo pin probe)。

[0014] 在一些实施方案和替代方案中,该合金中的钯以大约51-55wt%存在,铜以大约32-40 wt%存在,银以大约8.5-14wt%存在,且铼以大约1.1-3wt%存在。在一些实施方案和替代方案中,铼可用锌来代替,并可以大约0.2-0.7wt%存在。

[0015] 该合金可具有超过19.5% IACS的热处理电导率;可具有至少350Knoop的合金的热处理硬度;可表现出铼的第二相;可不含有以下的一种或更多种:镍、铬、金、铂和硼,或铁;当时效硬化时,可在大约60°F至大约450°F下保持100ksi以上的屈服强度;和/或当时效硬化时,可具有大于2%的拉伸伸长率。

[0016] 附图简述

[0017] 图1A例示了铜(Cu)-金(Au)二元合金的相图,其显示了 Cu_3Au 和CuAu的有序化学计量相的存在。

[0018] 图1B例示了在二元铜-金合金经热处理以便由无序态转变为有序态时,其电阻率的相应变化。

[0019] 图2A例示了各种Pd:Cu比下钯-铜-银合金的合金电导率的曲线图。

[0020] 图2B例示了叠加在二元Cu-Pd相上方的在各种Pd:Cu比下钯-铜-银合金的合金电导率的曲线图。在室温下获得对应于该图右侧刻度的电导率读数。

[0021] 图2C例示了具有各种Pd:Ag比的热处理钯-铜-银合金的电导率的曲线图。

[0022] 图3A是具有各种Pd:Cu比的钯-铜-银合金的合金硬度($\text{HK}_{0.1}$)的曲线图。

[0023] 图3B是各种Pd:Ag比下钯-铜-银合金的合金硬度($\text{HK}_{0.1}$)的曲线图。

[0024] 图4显示了类似于电导率和硬度的那些,在特定Pd:Cu比范围内实现合金的高的高温屈服强度。

[0025] 图5显示了含有铼的第二相的钯-铜-银-铼合金的扫描电子显微镜(SEM)显微照片(顶部)和基体(1)与富铼片晶(2)的能量色散谱(EDS)分析(底部)。

[0026] 图6是例示在室温下本公开的合金在拉伸试验中的总伸长率结果的条形图。

[0027] 图7是例示在室温和提高的温度下本公开的合金在拉伸试验中的屈服强度结果的图表。

[0028] 详述

[0029] 综述:在测试探针领域,随着器件尺寸的减小,各器件上可用于被电测试探针接触的离散空间也减小。同时,提高的处理能力需要测试探针带有更高的测试电流,并由此适应更高的测试温度。这些要求的结果是:1) 测试探针直径必须变得更小以确保可将它们精确地放置在测试垫上,2) 测试电流的提高结合减小的探针直径产生了对改善的测试探针材料电导率的需要以避免探针过热和损坏的危险,3) 随着测试温度的升高,合金必须在整个电流上升程序中表现出良好的强度保留以避免在触下(touch down)和擦拭(wipe)期间过早软化和损坏,以及4) 需要增强的延展性以允许在时效条件下的大幅度成形,由此确保这些微型部件中所需的严格的尺寸公差。

[0030] 由于功率耗散或探针的加热与其电阻直接相关,其中:

[0031] 耗散的功率,以瓦特为单位 = (探针电流,以安培为单位)² × (探针电阻,以欧姆为单位)

[0032] 显而易见的是,探针加热与其电阻成正比,并且降低测试探针的电阻或提高其电导率是允许更小直径的测试探针伴随提高的电流需求在合理温度下操作的关键手段。

[0033] 此外,除了降低探针线材的体电阻之外,还必须在探针反复触下至IC表面期间保持低接触电阻。通过在触下时施加在探针上的法向力和初始接触后施加的擦拭程度来控制该界面电阻。为了确保一致的性能,探针设计必须确保整体负荷在整个测试循环中保持在弹性区内。因此,在与使用更小直径探针相关的提高的电流密度下,重要的是探针线材在提高的温度下不超过其屈服强度以防止软化、应力降低和最终过早损坏。

[0034] 此外,该合金必须抵抗可能提高探针-器件接触电阻的任何氧化。贵金属合金的抗氧化性是众所周知的,而钯基贵金属合金的特殊优点是普遍公认的。

[0035] 鉴于这些目的,本文中提供的是钯基合金,其提供超过19.5% IACS的电导率,保持350HK_{0.1}以上的硬度,以便提供耐磨性,并提供抗氧化性。该合金在高达480°F的温度下包括超过100ksi的屈服强度。在完全时效硬化条件下的足够的延展性使得该钯基合金能够成形为成品测试探针或电触点,同时消除了对于成形后时效硬化的需要,由此避免了在所述时效处理期间精密成形形状的热变形的伴随风险。

[0036] 此外,并且不同于现有技术方法(其并未认识到合金体系的钯/铜比和钯/银比之间的相关性,因为它们涉及合金可硬性和电导率),已经发现一系列合金的Pd:Cu比实现Pd/Cu三元或更多元合金的时效硬度与电导率二者。此外,已经发现在此类合金中的一系列Pd:Ag比可进一步促进获得合适的硬度和电导率水平。

[0037] 因此,实施方案提供了具有铜和银的合金添加剂的Pd基合金,其具有提供提高的电导率和足以满足现有测试探针所需需求的硬度的Pd:Cu比和Pd:Ag比。特别地,我们已经发现,通过适当地控制Pd:Cu比和Pd:Ag比二者,可能产生结合高电导率、高硬度和优异的高温性能的可时效硬化的Pd合金。虽然图2B的相图表明仅存在有限范围的可发生有序化反应的Pd-Cu合金,本公开表明,这些合金中的仅少数选择能够达到超过19.5% IACS且常常超过25% IACS的电导率。对于这些合金,电导率响应似乎更像是阶跃函数,而非图1B

中所见的锯齿状响应。如表2中所示和图2A中示意性例示的那样,该合金的电导率随着Pd:Cu比落在1.05至1.6的重量比之外而急剧下降。关于表2,合金1945和1932具有在1.05以下的Pd:Cu比,且各自具有在8% IACS以下的电导率;合金1946、1924、1925和1926具有在1.6以上的Pd:Cu比,且各自具有在6% IACS以下的电导率。还应当注意的是,如由合金1879和1856所例示的那样,Cr和Ni添加剂二者也显著降低该类中的合金的电导率。在附图中,术语VHC用于表示落在本发明范围内的合金组合物。图2A中确定的VHC包括表1中列举的合金组合物,并包括合金1907、1941、1910、1900、1904、1859、1948、1929、1933、1937、1943、1930、1934、1938、1935、1912、1936、1931和1928。在图2B中,电导率数据叠加在Pd-Cu相图上方。这显示出对于这些合金,在图1A中所见的对称性不复存在,并且仅在有序相场的上半(高Pd)部分中令人惊讶地保持了高电导率。在推荐的Pd:Cu比之内,电导率通常在19.5% IACS以上且常常超过25% IACS。但是,如图2C中所示,同样重要的是将Pd:Ag比保持在3至6重量比的范围内。在图2C中,VHC包括表1中列举的和上文列举的合金组合物。如表2中所示,合金的电导率随着Pd:Ag比落在3至6的重量比之外而急剧下降。合金1945和1913具有落在3以下的Pd:Ag比,并具有在19% IACS以下的电导率。合金1925和1926具有超过6的Pd:Ag比,并具有在5% IACS以下的电导率。数据清楚地显示,为了确保总是达到19.5%的电导率阈值,两种比率都必须满足。不幸的是,单独的电导率就足以提供足够的性能的应用极少。许多应用还要求高硬度或高屈服强度水平,因该材料用作弹簧构件或磨损表面。

[0038] 图3A和图3B分别显示了随Pd:Cu比或Pd:Ag比而改变的在由退火进行热处理条件下的合金硬度。与电导率相同,只要Pd:Cu比保持在1.05至1.6的范围内,就能保持最佳硬度性质(图3A)。但是,再一次,单独的Pd:Cu比不足以确保所需硬度,并且在这种情况下,Pd:Ag必须为6或6以下,以确保350HK以上的硬度最小值(图3B)。在表2中,合金1856、1945、1932、1946、1924、1925和1926落在这些Pd:Cu比和/或Pd:Ag比之外,并表现出低硬度。因此,为了实现所需硬度和电导率二者,必须严格控制Pd:Cu比和Pd:Ag比二者。

[0039] **合金组成:**本公开的钯基合金是三元或更多元合金。合金添加剂可包括铜(Cu)、银(Ag)和/或铼(Re)。表1和表2提供了本公开的示例性合金的合金组成、Pd:Cu比和Pd:Ag比以及合金性质。这些包括合金1907、1941、1910、1900、1904、1859、1948、1929、1933、1937、1943、1930、1934、1938、1935、1912、1936、1931和1928中的任一种、任意组合或全部。

[0040] 该合金可包括大约45-55wt%、大约45-50wt%、大约47-55wt%、大约50-55wt%、大约50-54wt%或大约51-55wt%的钯。

[0041] 铜可以大约30-45wt%、大约30-40wt%、大约32-40wt%、大约32-42wt%、大约35-45wt%或大约36-43wt%存在于该合金中。

[0042] 银可以大约8-25wt%、大约8-20wt%、大约8-16wt%、大约8-15wt%、大约8-14wt%、大约8.5-14wt%、大约8-13wt%、大约8-12wt%、大约8-11wt%、大约9-15wt%、大约9-14wt%、大约9-13wt%、大约9-12wt%、大约9-11wt%或大约8-10wt%存在于该合金中。

[0043] 铼可以大约0-5wt%、大约0.5-5wt%、大约0.5-4.5wt%、大约0.5-4wt%、大约0.5-3.5 wt%、大约0.5-3.0wt%、大约1.1-3.0wt%、大约0.5-2.5wt%、大约0.5-2.0wt%或大约0.5-1.5 wt%存在于该合金中。

[0044] 锌可以大约0-3wt%、大约0.1-1.0wt%、大约0.2-0.7wt%、大约0.5-3wt%、大约1.0-3.0 wt%或大约0.5-1.5wt%存在于该合金中。

[0045] 该钯基合金可附加地包括至多大约1%的改性元素,其包括钨、锆、镓和铟。

[0046] 本公开的合金可仅由具体列举的元素组成,使得该合金为基本上纯的形式。例如,当钯以合金的至少50wt%存在时,钯构成所述合金的剩余部分,而排除所有其它(未列举的)替代物。或者,要理解的是,本发明所述的钯基合金还可包含其它替代物以及具体列举的那些,如可能有利地需要的那样。所述合金还可含有各种杂质和其它少量物质,但其量不会影响本发明合金的有利性质。优选地,此类痕量材料将以小于1000ppm存在。

[0047] 本公开的合金可不含镍、铬、金、铂、硼、铁、锌、镓和铟,以及任何其它元素添加剂。关于至少镍、铬、金、铂、硼、铁,这些可从公开的合金中排除,因其对电导率和/或时效硬度有害。例如,合金1856是具有合金添加剂——镍的Pd-Cu-Ag合金,其导致电导率的显著下降(11.3IACS)并且与Pd-Cu-Ag三元合金1943(51.5Pd-37.5Cu-10.9 Ag)相比具有降低的性能。合金1879是具有合金添加剂——铬的另一种Pd-Cu-Ag合金,其与合金1943相比也导致电导率的显著下降(7.3IACS)。如金属铸造和加工领域的技术人员众所周知的那样,可能存在各种痕量元素,这是由于其在合金的铸造和加工期间的无意引入。

[0048] 合金比率和性质:

[0049] 钯对铜的重量比按重量计可为1.05或大约1.05,且至多为1.6或至多为大约1.6。钯对银的重量比按重量计可为3或大约3,且至多为6或至多为大约6。

[0050] 该合金在其完全时效硬化条件下可具有至少350HK_{0.1}的硬度、至少19.5% IACS的电导率、2英寸内大于2%的拉伸伸长率、在480°F下至少100ksi的高温屈服强度。

[0051] 转向附图,图2B例示了钯-铜合金的相图。该图在钯-铜相图上例示了Pd:Cu比(基于wt%) (2007 Huang W, Alloy Phase Diagram Database, ASM International),其中可获得最大的电导率、硬度和高温强度。在室温下进行电导率测试。覆盖该曲线图的电导率结果显示了在时效条件下的高电导率限于有序相场的高Pd半区,并且在大约1.05至1.6的Pd:Cu比处为最大。

[0052] 图3A是随Pd:Cu比而改变的钯-铜-银合金的合金硬度(HK_{0.1})的曲线图,其显示在大约1.05和1.6之间的Pd:Cu比(基于wt%)下获得了高硬度(>350HK_{0.1})。图1和图2例示在Pd:Cu比的特定范围处获得了高硬度和电导率。

[0053] 图3B是随Pd:Ag比而改变的钯-铜-银合金的合金硬度(HK_{0.1})的曲线图,并显示在1.05和1.6之间的Pd:Cu比(基于wt%)以及3和6之间的Pd:Ag比下获得了高硬度(>350 HK_{0.1})。数据显示合金Pd:Cu比落在1.05-1.6比率之外但是具有3和6之间的Pd:Ag比,显示了合金的硬度取决于Pd:Cu比和Pd:Ag比均落在规定范围内。

[0054] 以下发现是预料不到的:在时效硬化后,仅具有大约1.05至1.6的特定Pd:Cu比范围的显示在钯-铜相图上的有序区域中的一部分产生了高硬度与异常高的电导率二者的组合。一般而言,假定对有序相场中的所有组成都将产生大致类似的硬度。

[0055] 图4是对Pd:Cu比绘制的合金的高温(480°F)屈服强度的图。图4的结果显示,与图2A和图3A中在室温(例如大约60°F)至高达大约480°F下的电导率和硬度类似,在大约1.05和1.6之间或在1.05和1.6之间的Pd:Cu比(基于wt%)下获得了高强度(>100ksi)。表1和表2附加地例示了与电导率和强度类似,高温强度也在有序相场的有限范围内最大化是预料

不到的。

[0056] 图5是钯基合金的扫描电子显微镜 (SEM) 显微照片,其显示在拉伸方向上取向的富铼片晶,并且下面是EDS分析,其表明该片晶几乎是纯铼。富铼第二相以片晶形式(在拉伸方向上取向)在钯基合金中的存在也是预料不到的。在室温下,铼可溶于Pd,但在Ag和Cu中均不混溶,意味着Re在三元基体中的溶解度是不可预测的。假定在熔融期间在富Pd基体中存在一定程度的Re溶解度,人们将预期该溶解度随着合金冷却而降低。这将导致在冷却期间或在后续时效热处理期间,过量的Re将可能作为小的球形富Re颗粒沉淀出来的情况。这些颗粒将可能是粘连的沉淀物,其已知引起晶格畸变并导致电导率降低。但是,通过向钯基合金中加入正确比率的铜(Cu)和银(Ag),合金基体中形成的大得多的铼沉淀物可能是不粘连的,并对电导率没有明显的不利影响。此外,并如图7中所示,铼(Re)添加剂实际上起到了改善这些合金的室温延展性和高温机械性能二者的作用。通过选择最佳微观结构和热处理,可进一步增强所述改善的延展性,下文结合合金1938进行讨论。

[0057] 特别地,转向图6,条形图例示了在室温下合金的伸长拉伸测试的结果,每种合金含有类似水平的钯、铜和银,不具有添加剂(对照)或具有不同水平的铼添加剂。图6的结果显示,铼对拉伸伸长率具有令人惊讶和显著的改善。该结果显示,添加1.5wt%的铼的钯基合金具有8.2%的拉伸伸长率,添加0.5wt%的铼的钯基合金具有5.71%的拉伸伸长率。各自存在超出不含铼添加剂的合金的改善,所述不含铼添加剂的合金具有2.2%的拉伸伸长率。

[0058] 图7是例示在提高的温度下四种合金的伸长拉伸测试结果的图表,每种合金含有类似水平的钯、铜和银,不具有添加剂(对照)、添加0.5wt%的铼、或添加1.5wt%的铼。图7的结果显示,铼对于在提高的温度下屈服强度的保留具有令人惊讶且显著的改善。

[0059] 就这些合金的高温性能而言,Re的效果非常强。如图7中所示,Re添加剂使室温屈服强度(YS)值提高了将近20%。此外,较高的Re水平使得合金能够在非常宽的温度范围内保持这些更高的机械性能,从室温至大约500°F,YS几乎没有损失。在没有Re的情况下,当温度接近500°F时,看到屈服应力下降20%以上。在铼赋予合金增加的贵金属性(nobility)的同时,我们惊人地发现其作为独特的第二相存在于合金中可增加额外的益处。在冷加工和退火期间,该铼第二相有可能保持塑性。这产生了在轧制方向上具有合意的细长形状的铼第二相。因为铼是一种延展性和可锻性非常高的元素,所以假定其合意地用于赋予制成部件改善的成形并通过阻止疲劳裂纹生长来改善疲劳强度。例如,如由图6所例示,与不含铼的类似合金相比,由于铼引起的合金的改善的可成形性由优异的拉伸伸长率来证实。

[0060] 本公开的示例性钯基合金(合金1938)包括以下标称组成:

[0061] 钯 51.5wt%,

[0062] 铜 36.5wt%,

[0063] 银 10.5wt%,

[0064] 和铼 1.5wt%。

[0065] 基于该合金的组成,钯对铜和钯对银的比率为: Pd:Cu比为1.41(按重量计),且Pd:Ag比为4.9(按重量计)。

[0066] 合金1938具有延展性,使其能够被制造成直径在0.004英寸以下的细线,使用常规

的加工中退火并在常规的线材加工设备上进行拉制。通过900℃下的带材退火对该线材进行最终退火(随后立即水淬),使合金软化并使其处于无序状态,这是随后人工时效硬化所必需的。通过将其加热至710°F并在该温度下使其保持90分钟来进行其的时效硬化。冷却至室温对速率不敏感,并花费1-2小时。在所有热处理期间保持保护气氛。在此类退火和时效热处理之后,由该合金制造的直径0.004英寸的线材的拉伸性能和电学性能为:

[0067]	硬度 (HK)	电导率 (%IACS)	UTS (ksi)	0.2% Y.S. (ksi)	伸长率 (%, 2 英寸内)	模数 (ksi×10 ⁶ psi)
	451	27.96	191	148	13.3	18.7

[0068] 添加铼并进行热处理进一步增强了延展性,并可提供适合于在电测试中使用的探针尖端的微观结构。例如,下表例示了初始冷加工和热处理温度对合金1938的机械性能和电导率的影响。

0.004"直径线材的初始冷加工和热处理后的合金 1938 的机械性能						
条件	热处理条件	硬度 (Hk)	UTS (ksi)	0.2% YS (ksi)	伸长率 %	电导率 (%IACS)
退火		227	110.1	83.9	24.2	5.8
由退火进行热处理	710°F, 90 分钟	412	181.2	157.3	6.49	24.9
由退火进行热处理	650°F, 6 小时	425	191.9	162.1	7.46	25.6
冷加工		339	196.9	156.1	2.17	6.1
由冷加工进行热处理	710°F, 90 分钟	441	210.8	156.1	12.9	26.2
由冷加工进行热处理	650°F, 6 小时	449	217.2	198.1	13.1	26.9

[0070] 表1列举了本公开的示例性钯基合金的标称合金组成、Pd:Cu比和Pd:Ag比,同时出于区别于申请人的发明的钯基合金的目的,提供了其它合金组成和比率。表2列举了这些各种合金的电导率、硬度、屈服强度和拉伸伸长率值。

表 1. 合金组成和元素比(按重量计)

合金编码	Pd (wt%)	Cu (wt%)	Ag (wt%)	Re (wt%)	其它 (wt%)	Pd:Cu	Pd:Ag	
1907	47	43	9.75		0.25 Ga	1.09	4.82	
1941	47.5	40	11	1.5		1.19	4.32	
1910	50	40	8.5	1.5		1.25	5.88	
1900	50	40	9.5		0.5 Zr	1.25	5.26	
1904	50	40	9.6		0.25 Ga 0.15 Zr	1.25	5.21	
1859	50	40	9.95		0.05B	1.25	5.03	
1948	49.2	39.3	10	1.5		1.25	4.92	
[0071] 1929	51.4	37.3	10.65		0.5 Zn 0.15 Ga	1.38	4.83	
1933	51.5	37.3	10.7		0.5 Zn	1.38	4.81	
1937	51.5	37.3	10.7	0.5		1.38	4.81	
1943	51.6	37.5	10.9			1.38	4.73	
1930	51.5	37	10	1.5		1.39	5.15	
1934	51.5	36.5	10.5		1.5 Zn	1.41	4.9	
1938	51.5	36.5	10.5	1.5		1.41	4.9	
1935	51.4	36.3	10.3	1.5	0.5 Zn	1.42	4.99	
1912	50	35	13.5	1.5		1.43	3.7	
1936	51.4	35.4	10.2	1.5	1.5 Zn	1.45	5.04	
1931	51.5	34.3	12.7	1.5		1.5	4.06	

[0072]

1928	51.5	34.2	9.8	4.5		1.51	5.26	
降低的性能								
1879	50	40	9.2		0.8 Cr	1.25	5.44	含 Cr
1856	50	40	9.32		0.68Ni	1.25	5.36	含 Ni
1945	38.5	46.5	13.5	1.5		0.83	2.85	低 Pd:Cu + 低 Pd:Ag
1932	43	43	12.5	1.5		1	3.44	低 Pd:Cu
1913	45	30	25			1.5	1.8	低 Pd:Ag
1946	54.5	33	11	1.5		1.65	4.95	高 Pd:Cu
1924	55	30	13.5	1.5		1.83	4.07	高 Pd:Cu
1925	60	32	6.5	1.5		1.88	9.23	高 Pd:Cu + 高 Pd:Ag
1926	65	26	7.5	1.5		2.5	8.67	高 Pd:Cu + 高 Pd:Ag
Paliney 7	35	14	30		Au=10 Pt=10 Zn=1	2.5	1.17	高 Pd:Cu + 低 Pd:Ag
H3C	40	29.9	29		Zn=1 B=0.1	1.34	1.38	低 Pd:Ag

[0073]

表 2. 合金组合物、元素比(按重量计)和关键性能(电导率、硬度、室温和高温屈服强度、以及室温拉伸伸长率)(热处理条件: 在 710°F 下 60 至 90 分钟)								
合金编 码	Pd: Cu	Pd:Ag	退火/时效下的 电导率 (%IACS)	退火/时 效下的硬 度(Hk)	室温下 的 YS (ksi)	480°F 下 的 YS (ksi)	%El(室温) 退火/时效	
1907	1.09	4.82	19.8	378	132	101	2.1	

[0074]

1941	1.19	4.32	20.4	392	165	137	4.5	
1910	1.25	5.88	25.5	369	117	119	24.4	
1900	1.25	5.26	24.3	400				
1904	1.25	5.21	23.4	361				
1859	1.25	5.03	21.9	359				
1948	1.25	4.92	22.7	397	139	135	9.8	
1929	1.38	4.83	24.5	385	156		4.4	
1933	1.38	4.81	26.4	404	140	134	3.2	
1937	1.38	4.81	23.2	399	164	152	5.7	
1943	1.38	4.73	26.6	392	142	133	2.2	
1930	1.39	5.15	26.3	400	146		4.0	
1934	1.41	4.9	24.6	392	163		4.2	
1938	1.41	4.9	24.6	428	165	165	8.2	
1935	1.42	4.99	24.6	423	161	163	6.0	
1912	1.43	3.7	23.6	456	198	169	5.3	
1936	1.45	5.04	24.5	411	166	166	3.2	
1931	1.5	4.06	22.5	460	193		3.2	
1928	1.51	5.26	24.5	425	170		4.6	
降低的性能								
1879	1.25	5.43	7.3	352				低电导率
1856	1.25	5.36	11.3	339				低电导率 /硬度
1945	0.83	2.85	7.7	310	113	48	15.0	低电导率 /硬度
1932	1	3.44	7.0	253	95	82	17.9	低电导率 /硬度

[0075]	1913	1.5	1.8	18.3	511	160	132	0.9	低电导率 /伸长率
	1946	1.65	4.95	5.7	221	83	61	23.2	低电导率 和低硬度 和低强度
	1924	1.83	4.07	5.3	229	93	64	16.0	
	1925	1.88	9.23	4.8	224	88	66	18.6	
	1926	2.5	8.67	3.7	228	94	94	21.4	
	Paliney 7	2.5	1.17	5.5	350	183	155	2.2	
	H3C	1.34	1.38	14.0	450	256	129	2.5	

[0076] 本公开的合金的示例性用途在电测试和医疗设备领域。关于电测试,该合金可用于静态和可移动的电触点和探针应用。例如,可包含该合金作为探针的部件、滑环组装件(作为环或刷),或作为在诸如电位式传感器的应用中的滑动触点。探针可包括与半导体测试结合使用的电探针。半导体测试探针可形成本公开的合金,或者该合金可形成探针的一部分,并且探针尖端可连接至其上。测试探针可配置为Cobra探针、悬臂式探针、弹簧式探针和垂直式探针。

[0077] 由以上描述和附图,本领域普通技术人员将理解,所显示和描述的特定实施方案仅用于例示的目的,并且不意欲限制本发明的范围。本领域普通技术人员将认识到,在不偏离本发明的精神或基本特征的情况下,本发明可以其它特定形式实施。对特定实施方案的细节的参考不意欲限制本发明的范围。

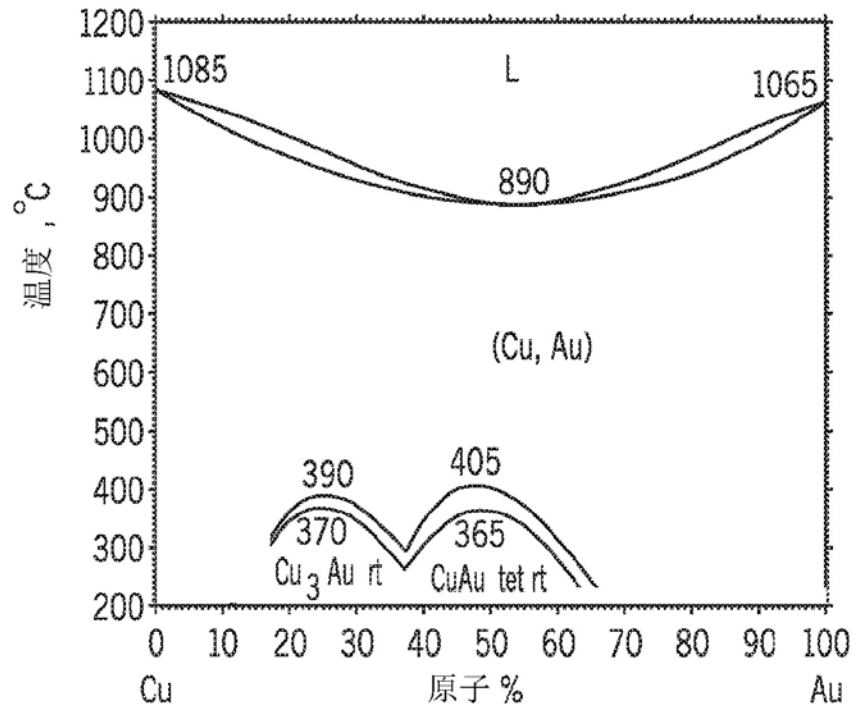


图 1A

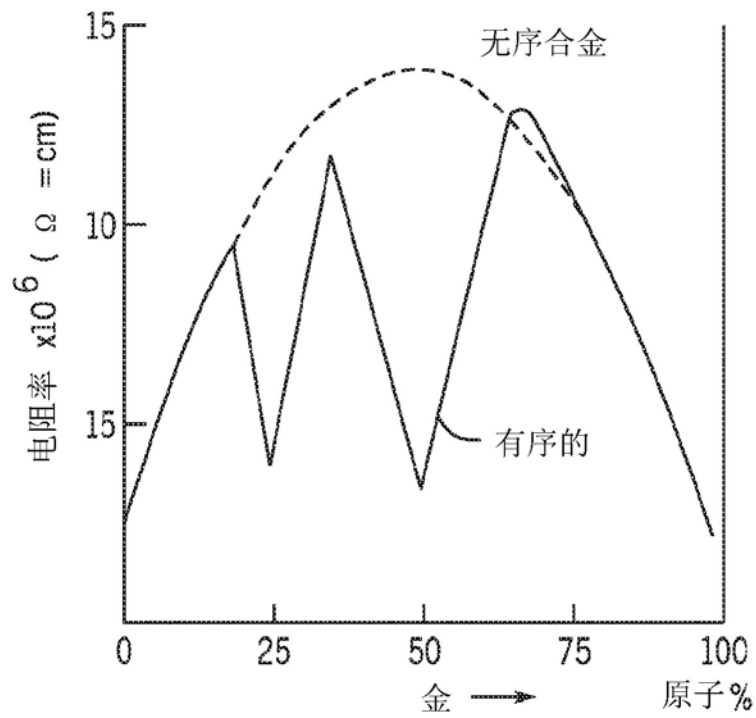


图 1B

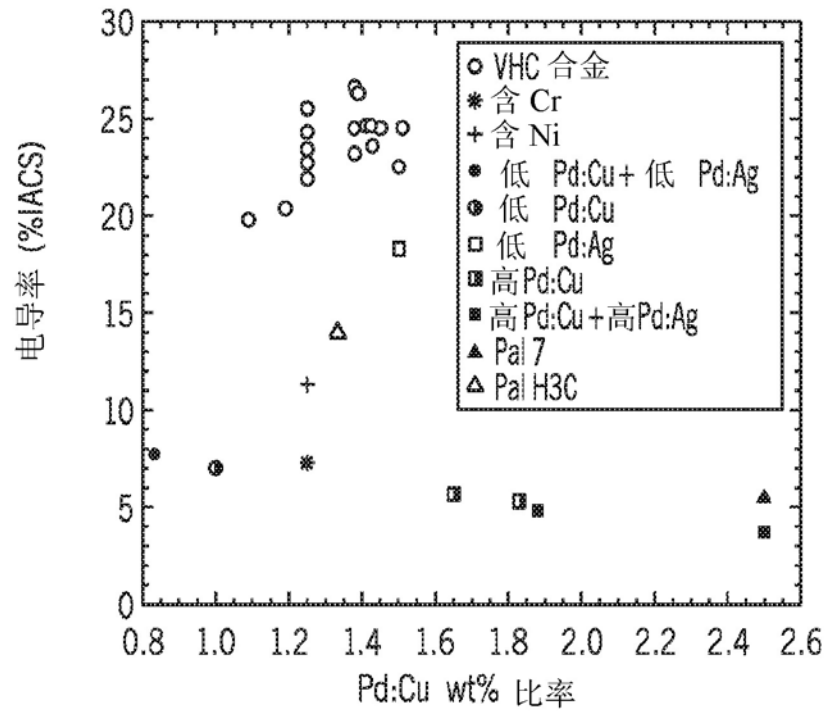


图 2A

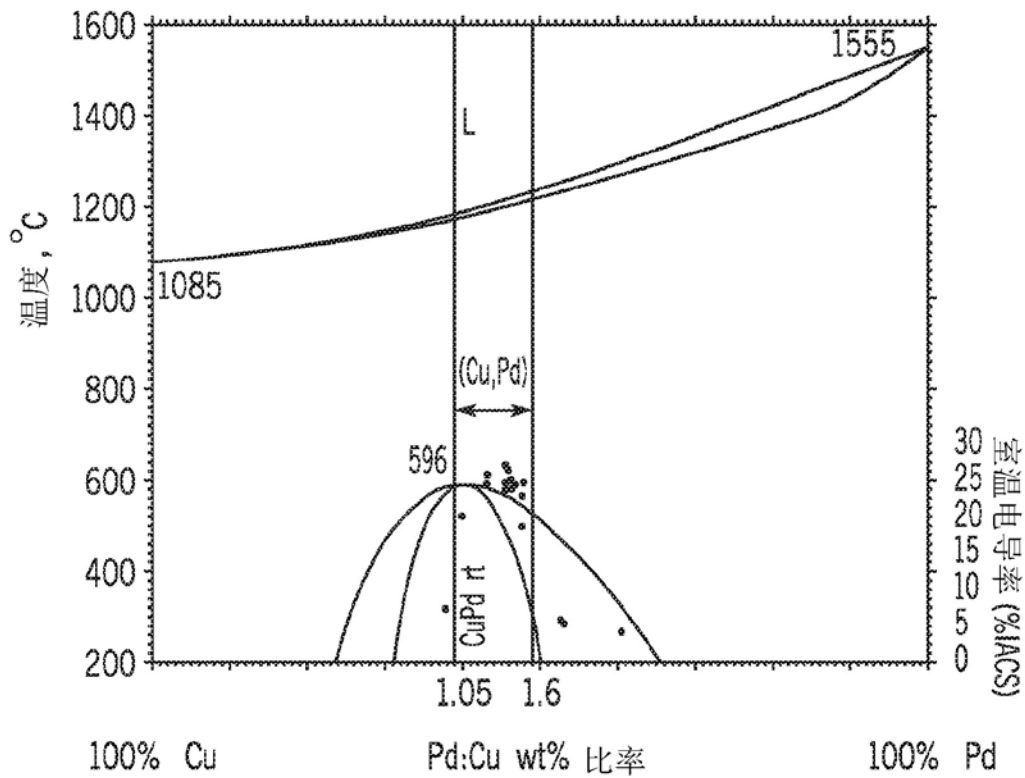


图 2B

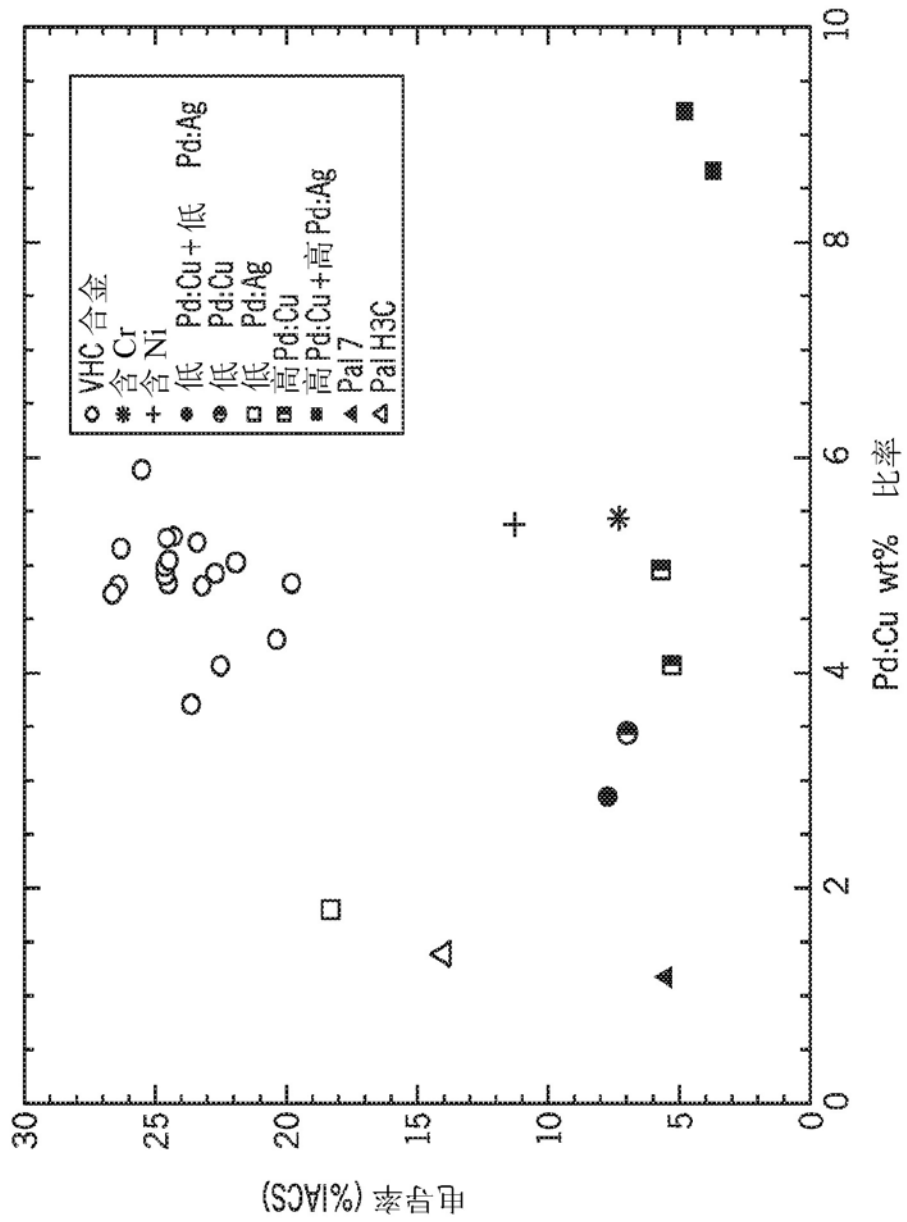


图 2C

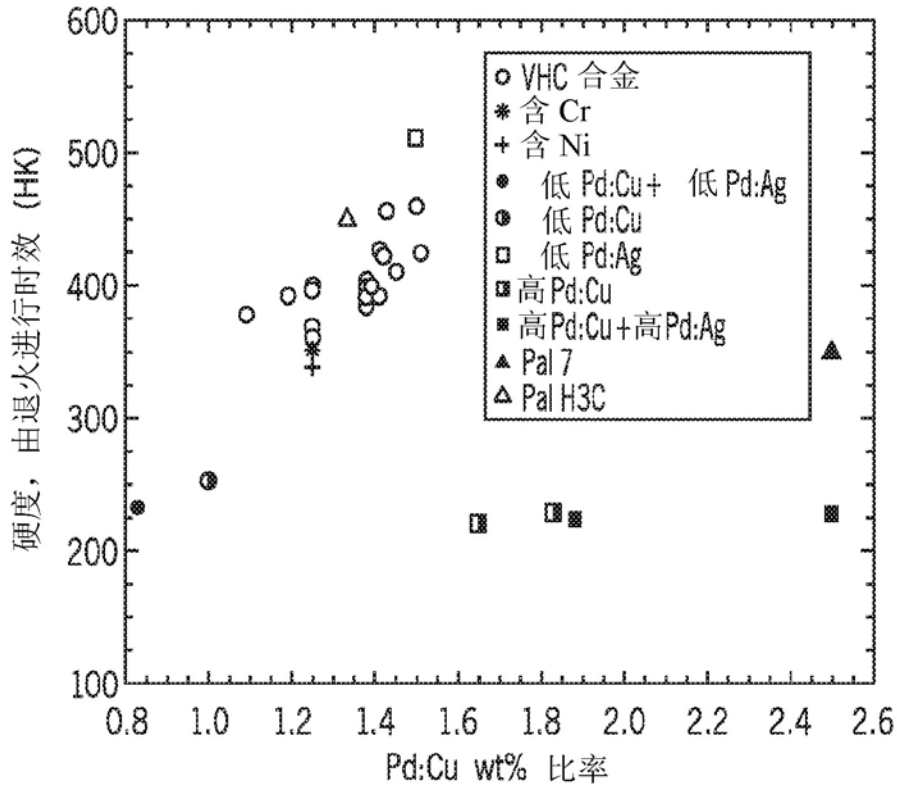


图 3A

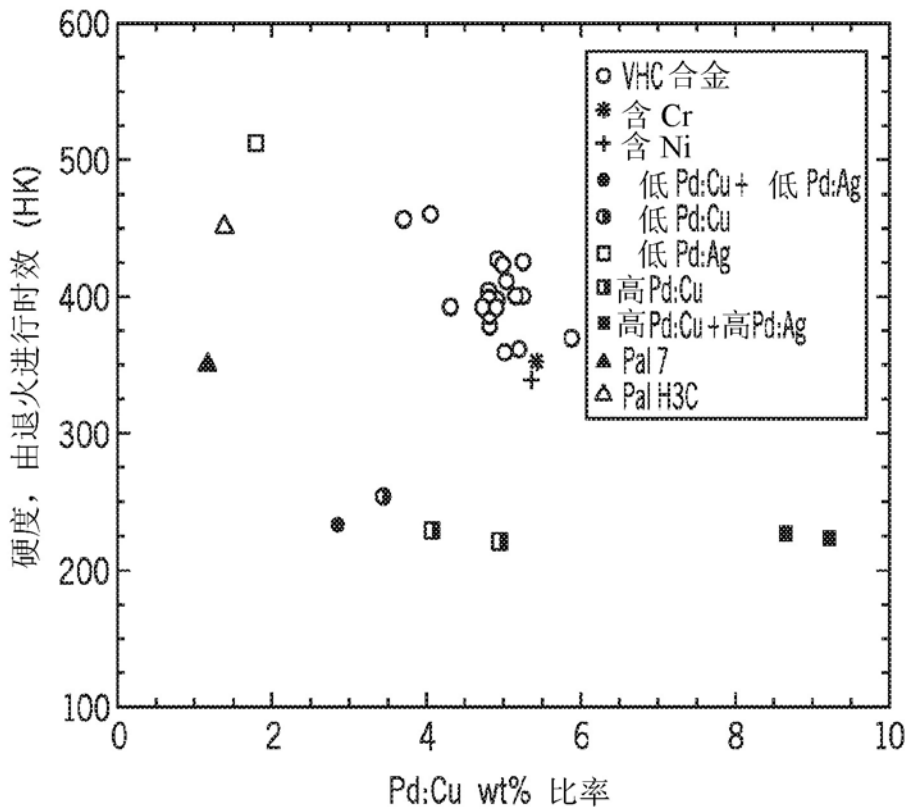


图 3B

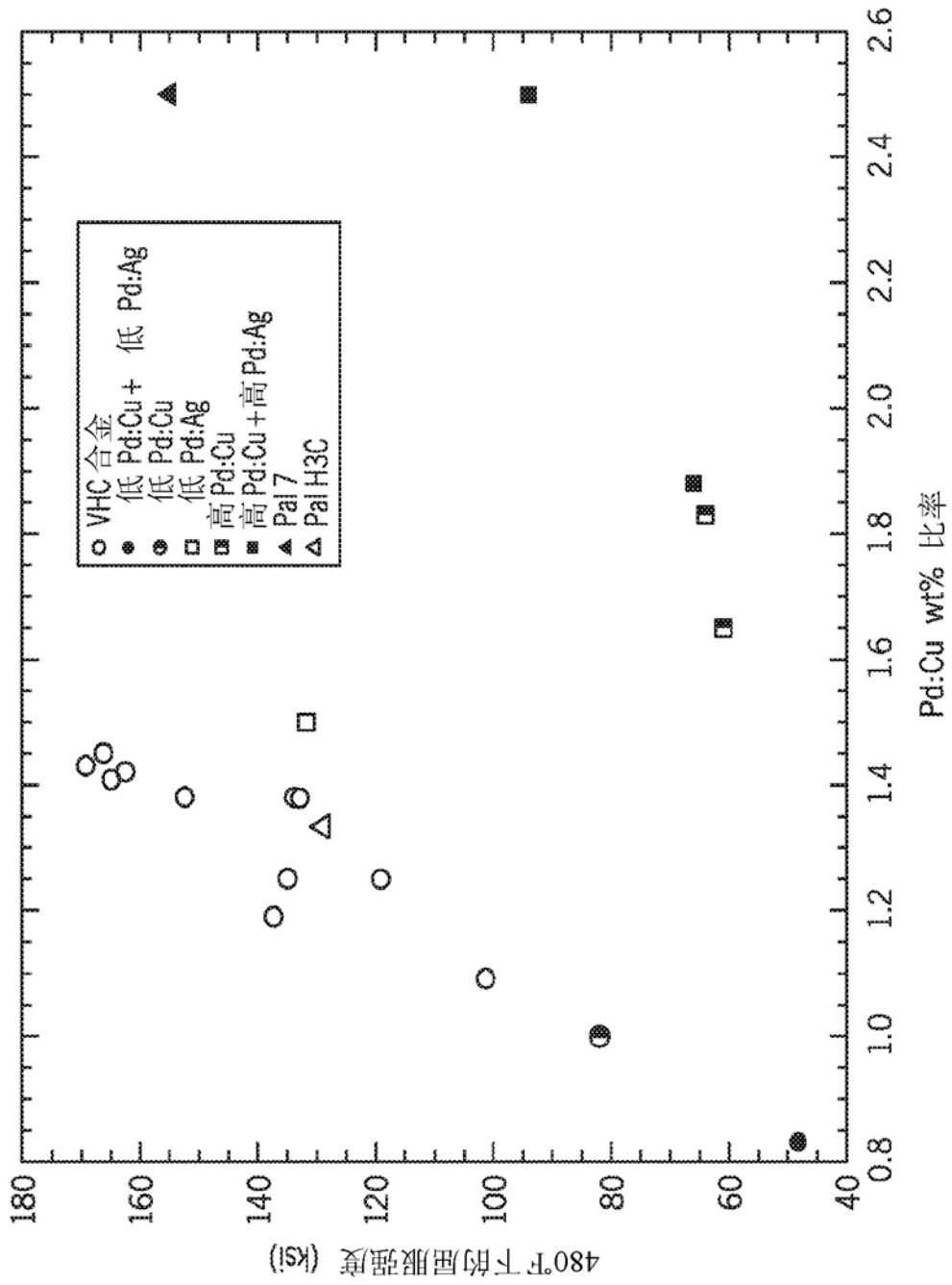
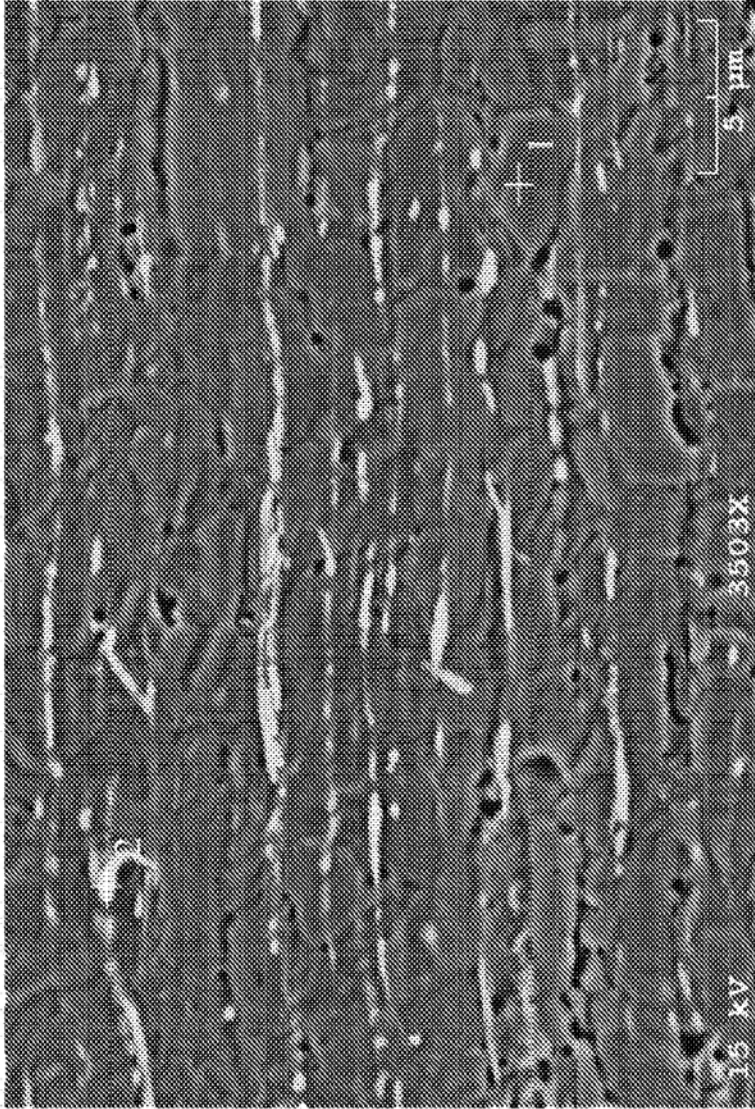


图 4



元素线	强度 (c/s)	浓度	单位	误差	MDL
Re	91.38	100.00	wt%	2-sig 5.144	3-sig 5.623
La		100.00	wt%		
kV 15.0					
取出角 35.0°					
经过活时间 33.8					

元素线	强度 (c/s)	浓度	单位	误差	MDL
Cu	252.05	30.664	wt%	2-sig 0.675	3-sig 0.477
Ka	981.70	59.225	wt%	0.647	0.420
Pd	160.06	10.111	wt%	0.382	0.446
La		100.00	wt%		
kV 15.0					
取出角 35.0°					
经过活时间 41.6					

图 5

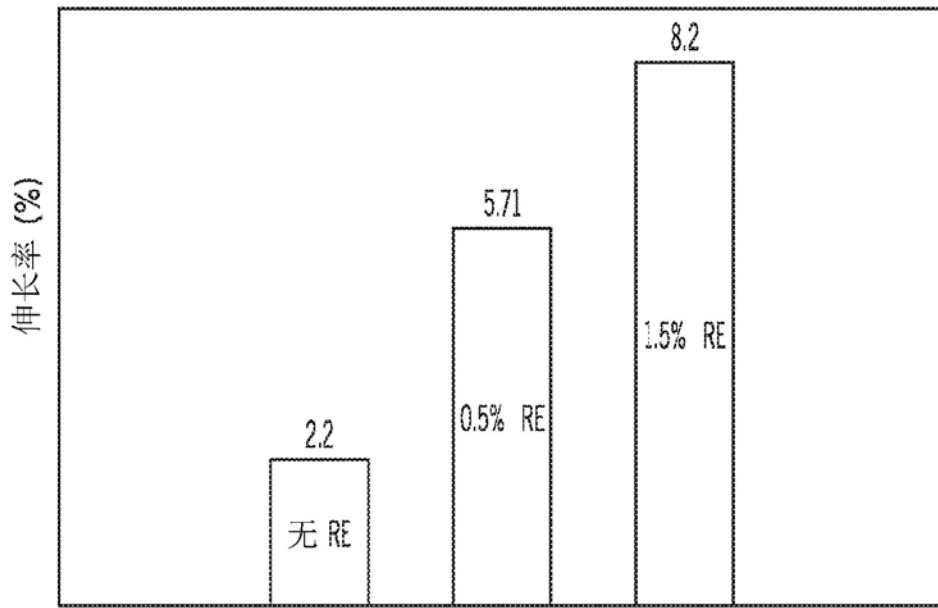


图 6

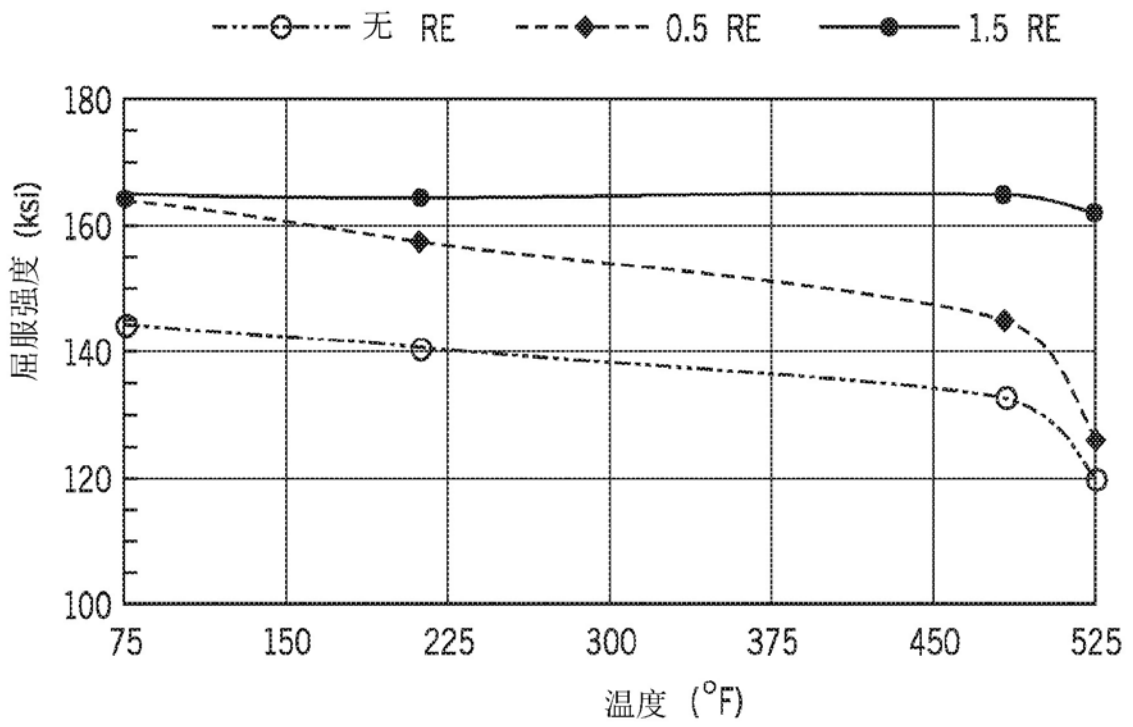


图 7