· 试验研究 Experimental Research ·

DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.01.001

铜/钼熔接接头的结合性能研究

董运涛[1],樊科社[1],吴江涛[1],邹军涛[2],陈迪春[2]

(1.西部金属材料股份有限公司,陕西 西安 710065; 2.西安理工大学 材料科学与工程学院,陕西 西安 710048)

摘 要:采用熔接方法制备了铜/钼接头,并对其进行了静态拉伸试验,借助光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)和X射线能谱仪(EDS)分析了结合界面附近的显微组织、化学成分和断口形貌。结果表明,室温静拉伸条件下,铜/钼熔接接头在158 MPa时由钼侧产生脆性断裂,断口特征为解理+沿晶;结合界面附近形成了宽度为0.2~1.0 μm的扩散区,其原子百分比约为1:1。

关键词:铜/钼接头;熔接;结合性能

中图分类号:TG115　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2019)01-0001-04

Research on Bonding Properties of Cu/Mo Fusion Welded Joints

DONG Yuntao[1], FAN Keshe[1], WU Jiangtao[1], ZOU Juntao[2], CHEN Dichun[2]

(1.Western Metal Materials Co., Ltd., Xi'an 710065, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

Abstract: Cu/Mo joints were prepared by melt infiltration technique and their boding properties were tested by static tensile test. Microstructure, chemical composition, and fracture morphology near the Cu/Mo interface were analyzed by optical microscopy(OM), X-ray dispersion spectrometer(EDS) and scanning electron microscopy(SEM), respectively. The results show that the joints fractured by means of fragile fracture and intergranular fracture at the side of Mo at the load of 158 MPa, a diffusion region of Cu and Mo with the width of 0.2~1.0 μm formed in the interfacial region, and the atomic ratio of Cu and Mo in the diffusion region is about 1:1.

Key words: Cu/Mo joints; fusion welding technique; boding properties

金属钼具有低的热膨胀系数,特别是其CTE值与硅、砷化镓、氧化铍等半导体材料相对接近,被用于连接电子部件;金属铜具有良好的导热性,其导热率仅次于银,因此在钼的表面复合一层铜制成Cu/Mo/Cu双金属复合板,可满足电子行业对封装材料的基本要求[1,2]。

目前,Cu/Mo/Cu复合板制备的方法有爆炸复合法、轧制复合法、热压复合法、熔覆复合法以及热喷涂、电沉积等。杨扬等[3]采用爆炸复合法制备了Cu/Mo复合板并对其结合界面进行了研究,结果表明,结合界面有波形界面和平直界面两种形态,其中波形界面存在熔区,熔区内为Cu和Mo的非晶态混合组织,显微硬度介于Cu和Mo之间。王海山等[4]采用轧制复合的方法成功制备了Cu/Mo/Cu复合板并对其加工工艺进行了研究,结果表明,850 ℃的轧制温度下,初道次变形率为50%时,复合板具有较好的综合性能,并且对其界面结合机理做了深入探讨。北京有色金属研究总院[5]采用铜离子注入技术对钼表面改性,并一次覆铜制得铜过渡层,然后采用热等静压技术进行二次复合,制得高结合强度的Cu/Mo/Cu复合板。王志法等[6]采用模铸法制备了Cu/Mo/Cu复合板,工艺过程借助氢气等还原性气体做保护,加热到铜的熔点以上,但远低于钼的熔点,制得的复合板界面结合强度较传统轧制压接法高出一倍左右。

本文采用固-液连接的方法制备了铜/钼接头,测试了接头的结合性能,并借助光学显微镜和扫描电镜对其结合机理进行了研究。

1 试验材料及方法

试验材料为纯钼Mo1和纯铜T2。其中,钼为ϕ20 mm的圆棒,密度为10.1 g/cm^3,粉末冶金法生产;铜为相同规格的拉制圆棒。铜/钼接头的制备工艺为:①对钼棒进行电解抛光,对铜棒进行酸洗,彻底去除原材料表面覆盖的氧化膜及其它污染物;②将钼棒放入石墨坩埚的底部,上端放入铜棒,置于

收稿日期:2018-08-29

作者简介:董运涛(1977-),陕西蒲城人,硕士,工程师.主要从事金属复合材料研究.电话:029-86968324,E-mail:dongyt109@163.com

真空炉内。待真空度达到 10^{-2} Pa 时开始加热，1 100 ℃下保温 60 min，然后随炉冷却，制得铜 / 钼接头。

铜 / 钼接头的结合强度由室温静拉伸试验测定，试样尺寸为 ϕ10 mm×80 mm。拉伸试验在 Instron 5982 型电子拉伸实验机上进行，加载速率为 30 kN/min，直至试样发生断裂。为进一步研究其结合机理，在 GX51 型倒置式金相显微镜下观察了界面附近的显微组织，并借助 JSM-6700F 场发射扫描电镜(配 EDS)对其拉伸断口进行了分析。

2 试验结果

2.1 拉伸性能测试

结果表明，试样的断裂强度约为 158 MPa，断裂位置为界面附近钼侧。拉伸前后试样未发生明显的塑性变形，无颈缩产生，属脆性断裂，见图 1(a)。肉眼观察可知，断口主要由灰白色的钼构成，距离边缘约 0.5 mm 范围内为铜处断裂，呈紫红色。断面平齐而光亮，呈结晶状，旋转可见反光亮点，呈解理断裂特征，见图 1(b)。

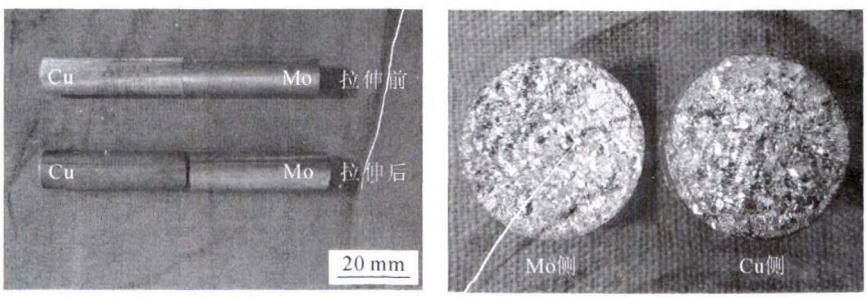
2.2 拉伸断口的 SEM 观察

接头拉伸断口的 SEM 形貌如图 2 所示。由图 2(a)、(b)可知，断口中央无明显的纤维区形成，剪切唇很小，因此整个断口主要由放射区组成。放射区内断口特征主要为解理台阶和河流花样，属典型的解理断裂。在解理刻面上，可以观察到很多孔洞，孔径不超过 1 μm，如图 2(c)中箭头所指。剪切唇的宽度在 0.5 mm 范围内，断口形貌主要由韧窝组成。在放射区和剪切唇的交界处，存在少量沿晶断裂，其断口形貌呈冰糖状，见图 2(d)，从而形成混合断裂机制。

2.3 结合界面附近的显微组织观察

接头中铜的晶粒尺寸特别粗大。肉眼观察可知，其晶粒尺寸约为 5~15 mm，晶粒尺寸变化范围较大。结合界面附近的显微组织见图 3。从图中可以看到，钼侧为粗大的等轴晶组织，但晶粒尺寸不均匀，并且随距界面距离的增加，晶粒尺寸略有增加。经测量，界面附近钼的平均晶粒尺寸约为 24 μm。

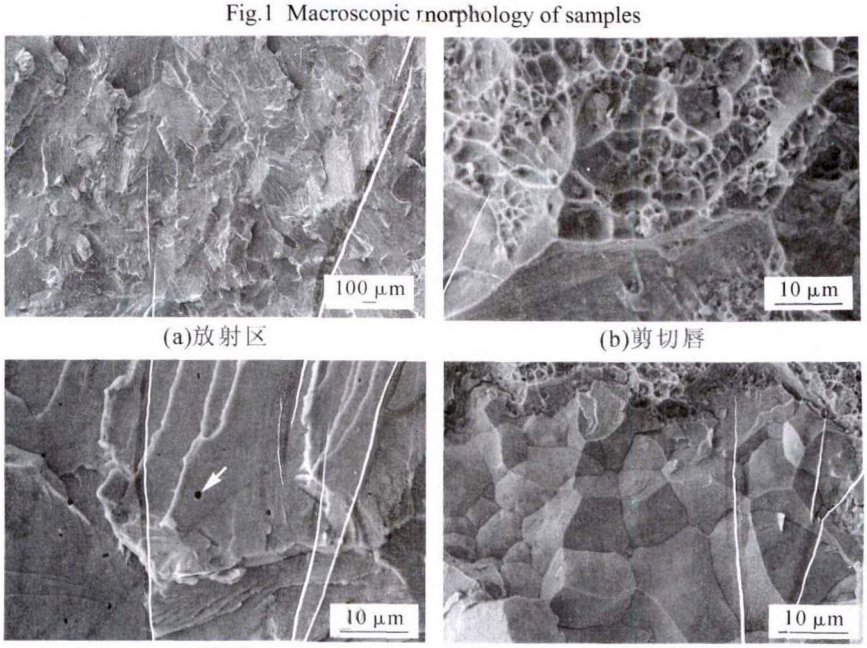
SEM 分析可知，铜和钼之间存在一个过渡区，宽度约为 0.2~1.0 μm，如图 4(a)。借助 EDS 对过渡



(a)拉伸试样　(b)宏观断口

图 1 样品的宏观形貌

Fig.1 Macroscopic morphology of samples



(a)放射区　(b)剪切唇

(c)微孔　(d)沿晶断裂

图 2 断口的微观形貌

Fig.2 Microcosmic morphology of fractures

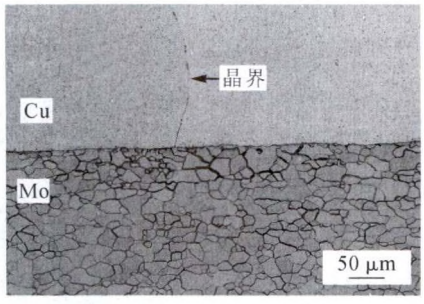
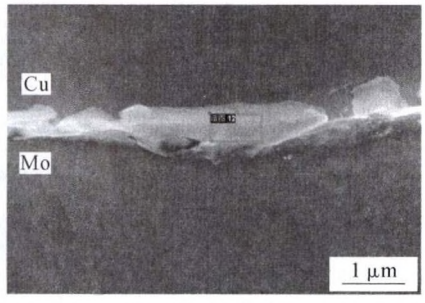
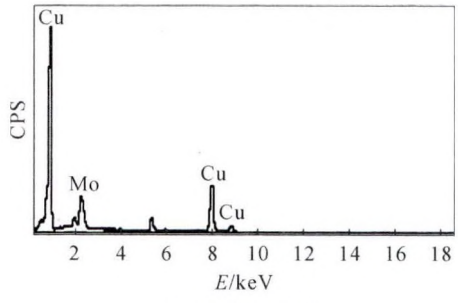


图 3 结合界面的显微组织

Fig.3 Microstructure of bonding interface



(a)界面形貌



(b)过渡层成分

图 4 结合界面的 SEM 分析

Fig.4 SEM image and EDS results?of?bonding interface

层进行成分分析，显示过渡层的成为 Cu 和 Mo，如图 4(b)所示，并且 Cu 与 Mo 的原子比为 52:48，表明 Mo 与 Cu 之间发生了扩散，形成了扩散区。

3 分析讨论

由 Cu-Mo 二元系相图[7]可知，铜和钼之间有一定的固溶度。有人[8]采用金相学分析、X 射线分析和电阻测量等方法测得，测得 950 ℃下 Cu 在 Mo 中的溶解度(at.%)约为 2.3%文献[9]采用电磁感应法测出，1 900 ℃和 2 100 ℃下 Mo 在 Cu 中的溶解度(at.%)分别为 1.91 %和 2.50 %。显然，铜和钼之间的固溶度很小，这与二者形成固溶体时引起的点阵畸变较大，二者晶体结构不同、电负性差较大以及电子浓度等因素有关。另一方面，铜和钼之间不形成金属间化合物，两类原子互扩散的结果即形成一定宽度的过渡层，从而实现两种金属之间的连接。过渡层是以一种金属原子为溶剂，另一种金属原子为溶质的固溶体，组分连续变化。本试验中，铜和钼之间发生了互扩散，并且形成了 0.2~1.0 μm 的扩散区。何忠等[10]对纯度为 99.9 %的钼粉和纯度为 99.5%的铜粉进行压制、烧结，并借助透射电镜对 Mo/Cu 界面进行了观察。结果发现，界面附近 20 nm 范围内产生了明显的过渡层，固溶度（wt.%）达到了 50%，而在界面两侧 50 nm 范围内存在扩散。

通常情况下，纯钼的强度高于纯铜。而在本试验中，试样由钼侧发生脆性断裂，这一现象可能与以下因素有关：①钼属于过渡族金属，体心立方点阵，其核外电子排布中 d 副壳层电子不满 10 个，并且分布不对称，因此造成的派氏应力较大，从而导致钼的低温脆化；②间隙元素氧、氮、碳在钼中的溶解度极小，一般熔炼工艺制得的钼锭中 O_2、N_2、C 的含量都大大超过其溶解度，超过部分将生成第二相化合物沿晶界分布，使其塑性显著降低，断口特征表现为沿晶断裂；③铜 / 钼熔接过程中，钼在高于再结晶温度下保持了较长时间，再结晶晶粒明显粗化。根据位错塞积理论，若晶粒尺寸粗大，则塑性变形过程中位错滑移距离相对增加，障碍物前塞积位错数目增加，有利于裂纹形成；另一方面，裂纹扩展过程中无需多次改变方向，消耗的能量相对较少，从而有利于解理断裂的发生，因此组织粗大是钼强度降低的又一重要因素；④试验所用钼棒的实测密度为 10.1 g/cm³，与纯钼的理论密度 10.2 g/cm³ 相比，致密度较低，显微组织中存在较多的孔洞，一定程度上减少了试样的有效承载面积。

4 结论

(1)采用熔接技术制备铜 / 钼复合接头时，当真空度为 10^{-2} Pa，1 100 ℃温度下保温 60 min，并缓慢冷却条件下，接头的抗拉强度不低于 158 MPa。

(2)室温静拉伸条件下，铜 / 钼熔接接头由钼侧发生脆性断裂，断口特征为解理和沿晶断裂。

(3)显微组织分析发现，铜 / 钼结合界面存在厚度为 0.2~1.0 μm 的 Cu、Mo 混合过渡区，并且在此区域内二者的原子比约为 1:1。

参考文献：

[1] Ronald S F, Mentor, Ohio. Composite copper-molybdenum sheet: United States, 4950554[P]. 1990-8-21.

[2] Richard D N, Chardon. Composite sheet made of molybdenum and dispersion-strengthened copper: United States, 4957823 [P]. 1990-9-18.

(下转第 15 页)