

挤压与拉拔

Cu-Ni-Si 合金连续挤压短流程制造工艺

李明亮¹, 林兆擎¹, 陈中玉¹, 朱 璟¹, 刘 平², 刘新宽²

(1. 盐城工业职业技术学院 汽车与交通学院, 江苏 盐城 224001; 2. 上海理工大学 材料与化学学院, 上海 200093)

摘要: Cu-Ni-Si 合金引线框架带材的传统生产工艺流程长、成本高、材料利用率低, 且产品易产生缺陷, 利用连续挤压短流程制造工艺代替传统生产工艺, 探究了时效温度和时效时间对 Cu-Ni-Si 合金连续挤压与冷轧后的导电率、硬度、抗拉强度和伸长率的影响, 确定了 Cu-Ni-Si 合金连续挤压与冷轧后铜带的最佳时效处理工艺为 400 °C×30 min, 并对采用该时效处理和经 70% 压下率轧制后的铜带进行了研究。结果表明: 铜带的硬度为 252 HV、导电率为 23.20 MS·m⁻¹、抗拉强度为 810 MPa、伸长率为 5.3%, 均达到了引线框架带材所要求的技术指标, 验证了该时效处理工艺的合理性和连续挤压短流程工艺制造 Cu-Ni-Si 合金引线框架带材的可行性。

关键词: Cu-Ni-Si 合金; 连续挤压; 冷轧; 时效; 导电率

DOI: 10.13330/j.issn.1000-3940.2023.06.013

中图分类号: TG335.5 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-3940 (2023) 06-0091-05

Continuous extrusion manufacturing process with short process for Cu-Ni-Si alloy

Li Mingliang¹, Lin Zhaoqin¹, Chen Zhongyu¹, Zhu Jing¹, Liu Ping², Liu Xinkuan²

(1. College of Automobile and Transportation, Yancheng Industrial Vocational and Technical College, Yancheng 224001, China;
2. School of Materials and Chemistry, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai 200093, China)

Abstract: The traditional production process of Cu-Ni-Si alloy lead frame strip has long process, high cost and low material utilization rate, and the product is easy to have defects. The continuous extrusion manufacturing process with short process was used instead of the traditional production process. The influences of aging temperature and aging time on the conductivity, hardness, tensile strength and elongation of Cu-Ni-Si alloy after continuous extrusion and cold rolling were investigated, and the optimum aging process of Cu-Ni-Si alloy strip after continuous extrusion and cold rolling was determined to be 400 °C for 30 min. Then, the copper strip after aging treatment at 400 °C×30 min and rolling at 70% reduction rate was also studied. The results show that the hardness of copper strip is 252 HV, the conductivity is 23.20 MS·m⁻¹, the tensile strength is 810 MPa and the elongation is 5.3%, which meet the requirements of lead frame strip. The suitability of the aging process and the feasibility of the Cu-Ni-Si alloy lead frame strip manufactured by continuous extrusion process with short process are verified.

Key words: Cu-Ni-Si alloy; continuous extrusion; cold rolling; aging; conductivity

集成电路中引线框架所使用的铜合金材料要具备较高的硬度和强度, 良好的导热导电性、耐热性、抗氧化性、耐腐蚀性等性能。在众多铜基引线框架材料中, Cu-Ni-Si 系合金因具有高强度、高导电率、良好的焊接性能和低廉的价格等优点, 获得了广泛的研究^[1]。其中, Cu-Ni-Si 系 C70250 合金因具有高强度、高导热性能和优良的综合性能而备受关注, 其非常适用于引线框架合金, 已经成为铜基引线框架材料的重要发展方向^[1-2]。

铜及铜合金引线框架带材制造的传统生产工艺(铸锭轧制法、铸坯轧制法)的流程长、成本高, 且工艺存在缺陷, 因此出现了短流程连续挤压的生产方法, 并已经得到规模化应用, 逐渐替代了传统的生产工艺^[3]。本文采用上引铸造铜合金杆料—连续挤压—少道次轧制(70%压下率)—时效处理(罩式炉退火)—冷轧精整(70%压下率)的制造工艺, 研究了 C70250 合金采用连续挤压短流程制造工艺的可行性。Cu-Ni-Si 合金引线框架带材的关键性能指标为^[4]: 抗拉强度>800 MPa, 14.5 MS·m⁻¹<导电率<34.22 MS·m⁻¹。

时效处理的目的是提高材料变形后的导电率和抗拉强度等。张涛^[5]研究了 Cu-Ni-Si 合金经过 60% 拉拔变形后, 在 430 °C 时效 3 h 后具有最佳的综合

收稿日期: 2022-12-15; 修订日期: 2023-03-10

基金项目: 江苏省苏北科技专项 (SZ-YC2019064); 校级跨团队基金 (ygykj202103)

作者简介: 李明亮 (1976-), 男, 硕士, 副教授

E-mail: sx31976@163.com

性能,说明时效处理能够提高材料的力学性能及电学性能。本文重点研究了时效温度和时效时间对连续挤压与轧制后 Cu-Ni-Si 合金的力学性能及电学性能的影响,确定了合适的时效处理工艺。

1 试样制备与实验方法

实验材料为连续挤压后的铜合金板坯,经线切割为厚度 2 mm 的板材,然后经少道次轧制,得到压下率为 70% 的轧制铜带,其化学成分为: Cu-2.77Ni-0.54Si-0.08Mg-0.09Zn。

Cu-Ni-Si 合金板材的轧制采用 ATMR-300 型轧机,每次压下量为 0.1~0.2 mm。采用正阳 ZY9987 型号数字微欧计测量电阻,测量误差 $\leq 1 \mu\Omega$ 。将 70% 压下率的铜带在 Nabertherm R/RS 型氮气保护的管式炉中进行时效处理, PID 控制,炉温波动为 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。在 HXD-1000TMC 型数显显微硬度计上进行硬度测量,载荷为 0.5 N,保载时间为 15 s,每个试样测量次数不少于 3 次,测量误差为 $\pm 5\%$ ^[6]。强度、伸长率测试在 ZWICK-Z0.5 型微抗拉机及配套的 Laser Xtens 型伸长测试仪上进行,拉伸试样尺寸如图 1 所示,拉伸速度设为 $1 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$ 。

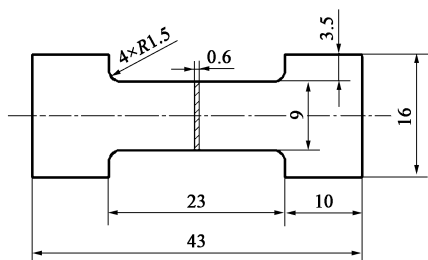


图 1 拉伸试样

Fig. 1 Tensile specimen

2 材料物理性能

对于固溶棒料(连续挤压成形前)、连续挤压板坯以及压下率为 70% 的轧制铜带,以上 3 种不同状态下材料的物理性能如表 1 所示。表 1 中,材料硬度的提高是细晶强化和析出强化耦合作用的结果,而第二相的析出导致导电率升高。在连续挤压成形阶段,Cu 基体处于过饱和状态,合金元素在基体中的含量由于第二相的析出而降低,从而减少了电子的散射作用,显著降低了合金晶格畸变程度,在一定程度上提高了合金的导电率^[7]。

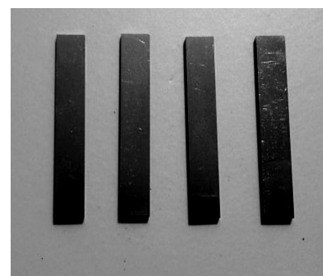
轧制铜带较连续挤压板坯的硬度值有了显著提高,而导电率略有下降。这是因为合金内部晶界、位错密度等数量由于冷轧而增加,造成了晶体结构

表 1 不同状态下材料的物理性能

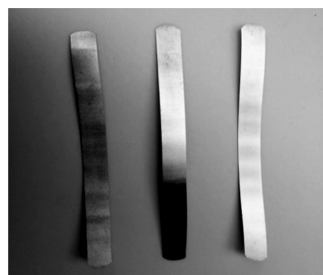
Table 1 Physical properties of materials at different states

材料	导电率/($\text{MS} \cdot \text{m}^{-1}$)	硬度/HV
固溶棒料	13.92	95
连续挤压板坯	17.98	200
压下率为 70% 的轧制铜带	16.82	260

突变,从而使电子的散射得到了增加,所以导电率略有下降。金属材料经冷轧变形后,其硬度、强度显著提高,即产生了加工硬化现象,硬度有了较大程度的升幅^[8]。在压下率为 70% 时,轧制前后的试样如图 2 所示。



(a)



(b)

图 2 轧制前 (a) 和轧制后 (b) 的试样

Fig. 2 Specimens before (a) and after (b) rolling

3 实验结果与讨论

3.1 时效温度的确定

3.1.1 时效时间为 60 min 时温度对导电率与硬度的影响

为了分析时效处理后材料的力学和电学性能的变化,将 70% 压下率轧制后的铜带分别在 300、390、420、450、480 和 540 $^\circ\text{C}$ 下时效 60 min,然后随炉冷却,得到了 Cu-Ni-Si 合金显微硬度和导电率随时效温度的变化规律,如图 3 所示。

(1) 时效温度对导电率的影响

由图 3 可知,当时效时间恒定时,Cu-Ni-Si 合金的导电率随着时效温度的升高而迅速上升。这是因为: Cu-Ni-Si 合金经连续挤压和 70% 变形后,合

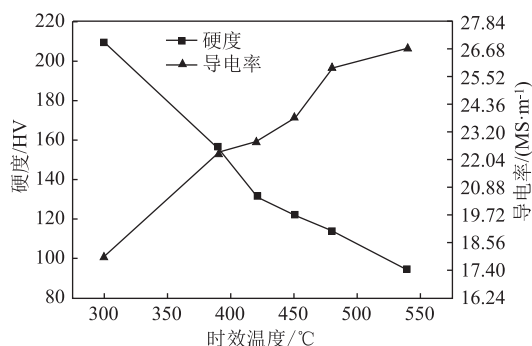


图3 不同时效温度下时效 60 min 后 Cu-Ni-Si 合金的硬度和导电率

Fig. 3 Hardnesses and conductivities of Cu-Ni-Si alloy with aging time of 60 min under different aging temperatures

金内部存在大量的位错和空位等晶体缺陷, 这为合金后续时效处理时第二相的析出提供了大量的形核核心, 促进了第二相的形成。此时, 第二相析出速度由于基体处于充分过饱和的状态而加快, 合金晶格的畸变程度由于基体中合金元素含量的迅速减少而显著降低, 从而削弱了对电子的散射作用, 使得 Cu-Ni-Si 合金的导电率迅速提高^[7]。

(2) 时效温度对硬度的影响

随着时效温度的升高, Cu-Ni-Si 合金的硬度呈持续下降的趋势, 曲线未出现预想的峰值。这是由多种因素共同作用的结果: 一方面, 连续挤压和冷轧使合金内部的晶格畸变加剧, 大量位错的出现使合金的第二相在时效初期快速析出; 另一方面, 由文献 [9] ~ 文献 [10] 中的 TEM 分析可知, 在连续挤压过程中已经有了弥散第二相的析出, 尺寸在 10 nm 左右。随着时效时间的延长, 第二相长大, 与基体的共格关系遭到破坏, 造成合金的硬度下降^[10]。并且时效温度越高, 第二相不论析出量还是析出速率也越高, 即高温时效能使合金的硬度峰值提前。此外, 时效温度越高, 析出相长大速率越快, 合金的硬度也越低。

上述实验结果表明: 70% 压下率的轧制铜带, 在时效时间为 60 min 的条件下, 在任何时效温度下 Cu-Ni-Si 合金均会发生时效。

3.1.2 时效时间为 30 min 时温度对导电率、硬度、强度与伸长率的影响

由于时效时间为 60 min 的条件下 Cu-Ni-Si 合金均发生过时效, 因此, 将时效时间调整为 30 min, 时效温度分别设定为 350、400、450、500、550 和 600 °C, 时效处理后得到合金硬度、导电率与时效温度的关系如图 4 所示, 抗拉强度、伸长率与时效温度的关系如图 5 所示。

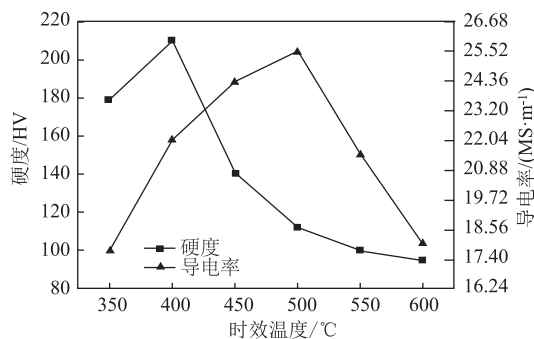


图4 不同时效温度下时效 30 min 后 Cu-Ni-Si 合金的硬度和导电率

Fig. 4 Hardnesses and conductivities of Cu-Ni-Si alloy with aging time of 30 min under different aging temperatures

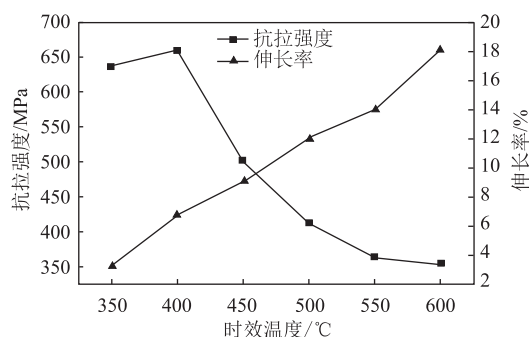


图5 不同时效温度下时效 30 min 后 Cu-Ni-Si 合金的抗拉强度和伸长率

Fig. 5 Tensile strength and elongation of Cu-Ni-Si alloy with aging time of 30 min under different aging temperatures

(1) 时效温度对硬度和导电率的影响

Cu-Ni-Si 合金在 350~400 °C 范围内时效时, 时效后的硬度随着时效温度的提高而上升, 并在 400 °C 时达到峰值, 峰值硬度为 210 HV, 此时析出相在基体内弥散分布, 对合金产生强化作用, 析出相在时效温度超过 400 °C 时随着时效温度的提高开始聚集长大, 从而使得硬度降低。同样地, Cu-Ni-Si 合金的导电率随着时效温度的升高先上升后下降, 当时效温度为 500 °C 时, 导电率最大为 25.52 MS·m⁻¹。这是因为: 在 350~500 °C 范围内时效时, 随着时效温度的提高, Ni、Si 原子活动能力逐渐增强, 溶质原子对电子的散射作用随着 Ni₂Si 自 Cu 基体中的析出速度加快而减弱, 所以导电率上升。但时效温度升高的同时, 自由焓差及合金的过饱和度也随之下降, 因此, 当高于 500 °C 时效时导电率反而下降^[11]。

(2) 时效温度对抗拉强度和伸长率的影响

Cu-Ni-Si 合金的抗拉强度在 400 °C 时达到了最大值 660 MPa, 与硬度影响因素相同, 在 350~400 °C 范围内时效时第二相快速析出, 合金的强度由于析出相与基体保持共格关系, 且在基体内弥散

分布从而大幅度提高;当时效温度超过 400 ℃ 后,第二相开始聚集长大,与基体的共格关系被破坏,合金强度降低。Cu-Ni-Si 合金的伸长率随着时效温度的升高而上升,这是因为:时效温度越高,合金的再结晶程度越完全,晶粒逐渐恢复了无畸变的状态,塑性得到了改善。

综合以上分析可知,时效温度为 400 ℃ 时,Cu-Ni-Si 合金具有最优的综合性能,材料的导电率为 $22.04 \text{ MS} \cdot \text{m}^{-1}$,伸长率为 6.8%,抗拉强度为 660 MPa,硬度为 210 HV。

3.2 时效时间的确定

为了研究 Cu-Ni-Si 合金在 400 ℃ 温度下的最佳时效时间,对时效时间为 5、15、30、60 和 120 min 时效处理后的试样进行取样研究,其硬度、导电率、抗拉强度和伸长率的变化规律如图 6 和图 7 所示。

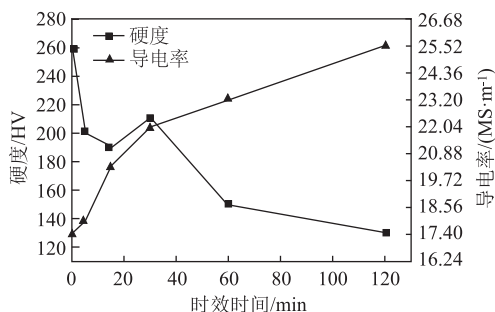


图 6 400 ℃ 时不同时效时间下 Cu-Ni-Si 合金的硬度和导电率

Fig. 6 Hardnesses and conductivities of Cu-Ni-Si alloy at 400 ℃ under different aging times

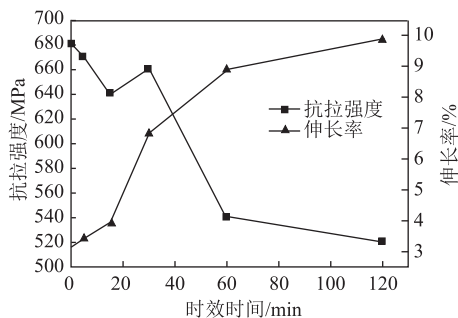


图 7 400 ℃ 时不同时效时间下 Cu-Ni-Si 合金的抗拉强度和伸长率

Fig. 7 Tensile strength and elongation of Cu-Ni-Si alloy at 400 ℃ under different aging times

(1) 时效时间对硬度和导电率的影响

当时效时间低于 15 min 时,Cu-Ni-Si 合金的硬度呈下降趋势;当时效时间为 30 min 时,合金的硬度最高,为 210 HV;当时效时间大于 30 min 后,随着时效时间的延长,合金硬度持续下降。出现这种现象是因为:Cu-Ni-Si 合金先后进行了连续挤压和冷轧加工,相比仅进行冷轧的材料,此时材料内

部有更多的晶格畸变,因此,合金在时效初期虽有第二相的析出,但基体的回复和再结晶占主导作用,宏观表现为合金硬度下降。之后,随着强化相的析出,合金硬度显著上升。随时效时间延长,析出相开始长大,且与基体的共格关系遭到破坏,晶体点阵畸变程度降低,硬度下降^[12]。

在 400 ℃ 时效时,导电率随着时效时间的延长而升高,在时效初期导电率上升迅速,当时效时间大于 60 min 时,导电率上升速率减慢。这是由于基体在时效初期时过饱和度较大,第二相析出动力大,析出速度较快且增加明显。基体中的固溶元素随着时效时间的延长而不断析出,从而提高了导电率。然而导电率的上升趋势会由于基体中逐渐减少的固溶元素、放缓的析出动力、减慢的析出速度等变缓。

(2) 时效时间对抗拉强度和伸长率的影响

Cu-Ni-Si 合金的抗拉强度变化与硬度变化相似,如图 7 所示。经过冷轧的 Cu-Ni-Si 合金,晶体内部由于空位、位错等结构缺陷的增加,以及畸变能的升高,使其处于热力学不稳定的高自由能状态,储存了大量的能量。随着时效处理的继续进行,经预先变形的过饱和固溶体,发生析出与再结晶协同作用下的相变过程。相变的驱动力来自两个方面:一方面为过饱和固溶体的分解相变动力;另一方面为来自塑性变形储存能。随着析出相对基体的强化作用,材料的抗拉强度开始呈上升趋势,在时效 30 min 后,抗拉强度达到最大值,为 660 MPa。随着时效时间的进一步延长,表现出明显的过时效特征,即抗拉强度不断下降,这与硬度的变化趋势相同。

Cu-Ni-Si 合金的伸长率随着时效时间的延长而不断上升。时效初期,上升幅度比较慢,时效处理 30 min 后,上升速率明显加快。这是由于随着时效时间的增长,变形金属的再结晶程度更加完善,无畸变的晶粒逐渐取代原先的晶粒。

综合以上分析可知:当 Cu-Ni-Si 合金采用 400 ℃×30 min 时效处理时,可得到最佳的物理性能。在此工艺下 Cu-Ni-Si 合金的硬度为 210 HV,导电率为 $22.04 \text{ MS} \cdot \text{m}^{-1}$,抗拉强度为 660 MPa,伸长率为 6.8%。

4 确定时效处理工艺

连续挤压后的板材,经过 70% 压下率冷轧后,按照 400 ℃×30 min 的时效工艺处理,将时效后的

铜带再经 70%压下率冷轧，得到 Cu-Ni-Si 合金铜带最终的性能如表 2 所示，材料的抗拉强度、导电率均达到了 Cu-Ni-Si 合金引线框架的要求，抗拉强度>800 MPa、 $14.50\text{ MS}\cdot\text{m}^{-1}<\text{导电率}<34.22\text{ MS}\cdot\text{m}^{-1}$ 的关键性能指标。材料的最终性能表明， $400\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 的时效处理工艺是合适的，采用连续挤压短流程工艺制造 Cu-Ni-Si 合金引线框架是可行的。

表 2 经 $400\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 时效处理+70%压下率
冷轧后的铜带性能

Table 2 Properties of copper strip by $400\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ aging
treatment and cold rolling with reduction rate of 70%

参数	硬度/HV	导电率/ $(\text{MS}\cdot\text{m}^{-1})$	抗拉强度/MPa	伸长率/%
数值	252	23.20	810	5.30

5 结论

(1) 对连续挤压并经过 70%压下率冷轧后的铜带进行时效处理，采用 60 min 的时效时间，无论时效温度高低，从硬度、导电率的分析都为过时效状态。

(2) 将时效时间减小至 30 min 后，在不同时效温度下进行时效处理，性能分析得到：在 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时效，合金具有最优的综合性能，即导电率为 $22.04\text{ MS}\cdot\text{m}^{-1}$ 、伸长率为 6.8%、抗拉强度为 660 MPa、硬度为 210 HV。

(3) 在 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下时效，测试不同时效时间下的合金时效处理效果，结果表明：采用 30 min 时效，材料的性能达到最优，最终确定了时效处理工艺为 $400\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 。

(4) 采用连续挤压短流程制造工艺得到 Cu-Ni-Si 合金铜带的性能为：硬度为 252 HV、导电率为 $23.20\text{ MS}\cdot\text{m}^{-1}$ 、抗拉强度为 810 MPa、伸长率为 5.3%，满足引线框架铜带所要求的抗拉强度>800 MPa、 $14.50\text{ MS}\cdot\text{m}^{-1}<\text{导电率}<34.22\text{ MS}\cdot\text{m}^{-1}$ 的技术指标，说明采用 $400\text{ }^{\circ}\text{C}\times 30\text{ min}$ 时效处理工艺是合适的，采用连续挤压短流程工艺制造引线框铜带的方法是可行的。

参考文献：

[1] 侯绿林, 尹振兴, 甘春雷, 等. 引线框架用 Cu-Ni-Si 合金及其制备加工工艺的研究进展 [J]. 材料研究与应用, 2020, 14 (1): 59-65.
Hou L L, Yin Z X, Gan C L, et al. Research progress of Cu-Ni-Si alloy for lead frame and its preparation and processing technology [J]. Materials Research and Application, 2020, 14 (1): 59-65.
[2] 张英, 陆萌萌, 胡艳艳, 等. 引线框架用 Cu-Ni-Si 合金的发展

及研究现状 [J]. 上海有色金属, 2014, 35 (4): 177-182.
Zhang Y, Lu M M, Hu Y Y, et al. Development and study of Cu-Ni-Si alloy for lead frame [J]. Shanghai Nonferrous Metals, 2014, 35 (4): 177-182.
[3] 孙海洋, 闫志勇, 樊志新. KFC 铜合金引线框架带材的连续挤压制造技术 [J]. 现代制造工程, 2011, 375 (12): 83-87.
Sun H Y, Yan Z Y, Fan Z X. Continual extrusion manufacturing technology of KFC copper alloy lead frame strip [J]. Modern Manufacture Engineering, 2011, 375 (12):, 12: 83-87.
[4] 刘平, 赵冬梅, 田保红. 高性能铜合金及其加工技术 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2005.
Liu P, Zhao D M, Tian B H. High Performance Copper Alloy and Its Processing Technology [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2005.
[5] 张涛. 稀土添加和时效处理对 Cu-Ni-Si 合金组织与性能的影响 [D]. 济南: 山东大学, 2017.
Zhang T. Effects of Rare Earth and Aging Treatment on Microstructure and Properties of Cu-Ni-Si Alloys [D]. Ji'nan: Shandong University, 2017.
[6] 李明亮, 刘平, 刘新宽, 等. 时效处理对冷轧 C194 铜合金性能的影响 [J]. 特种铸造及有色合金, 2017, 37 (4): 457-460.
Li M L, Liu P, Liu X K, et al. Effects of aging treatment on properties of the cold rolling C194 copper alloy [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2017, 37 (4): 457-460.
[7] 马行驰, 黄金亮, 贾淑果, 等. 时效对列车接触网导线用 Cu-Ag-Zr 合金性能的影响 [J]. 热加工工艺, 2004, (8): 35-37.
Ma X C, Huang J L, Jia S G, et al. Effect of aging on property of Cu-Ag-Zr alloy for contact wire line used in catenary of rail way [J]. Hot Working Technology, 2004, (8): 35-37.
[8] 胡庚祥, 蔡珣, 戎咏华. 材料科学基础 [M]. 第 3 版. 上海: 上海交通大学出版社, 2010.
Hu G X, Cai X, Rong Y H. Fundamentals of Materials Science [M]. 3rd Edition. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 2010.
[9] 孙健, 刘平, 刘新宽, 等. Cu-Ni-Si 合金连续挤压过程中的组织演变及性能 [J]. 中国有色金属学报, 2014, 24 (4): 943-948.
Sun J, Liu P, Liu X K, et al. Microstructure evolution and properties of Cu-Ni-Si alloy during continuous extrusion process [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24 (4): 943-948.
[10] 张毅. 微合金化高性能 Cu-Ni-Si 系引线框架材料的研究 [D]. 西安: 西安理工大学, 2009.
Zhang Y. Research on Microalloyed Cu-Ni-Si Alloy with High Performance for Lead Frame [D]. Xi'an: Xi'an University of Technology, 2009.
[11] 张凌峰, 刘平, 康布熙, 等. 时效对 Cu-1.0Ni-0.25Si-0.10Zn 合金硬度与导电率的影响 [J]. 洛阳工学院学报, 2002, 23 (3): 7-9, 16.
Zhang L F, Liu P, Kang B X, et al. Effect of aging on hardness and electrical conductivity of Cu-1.0Ni-0.25Si-0.10Zn alloy [J]. Journal of Luoyang Institute of Technology, 2002, 23 (3): 7-9, 16.
[12] 陈志龙, 顾彩香, 任祥华. 冷变形对 Cu-Ni-Si 合金时效性能的影响 [J]. 电工材料, 2016, 145 (4): 7-12.
Chen Z L, Gu C X, Ken X H. Effects of cold deformation on aging performance of Cu-Ni-Si alloy [J]. Electrical Engineering Materials, 2016, 145 (4): 7-12.