

Available online at www.sciencedirect.com**SciVerse ScienceDirect**

Procedia Engineering 27 (2012) 1789 – 1793

**Procedia
Engineering**www.elsevier.com/locate/procedia

2011 Chinese Materials Conference

Aging treatment of Cu-Ni-Si-Ag alloy

Yi Zhang^{a,*}, Ping Liu^b, Baohong Tian^a, ShuGuo Jia^a, Yong Liu^a^a*School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471003, China*^b*School of Materials Science and Engineering, Shanghai University of Science and Technology, Shanghai, 200093, China*

Abstract

The effect of aging temperature and time on microstructure and properties of Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag alloy were studied. The secondary phase was dispersively distributed in the alloy after the alloy was in solution at 900°C and then aged under various cold deformation time. The microhardness and electrical conductivity reach 203HV and 36.4%IACS respectively after the alloy with 40% cold deformation and then aged at 450°C in 2h. In order to obtain high microhardness and high electrical conductivity, the cold rolling prior to the aging treatment was used to increase the precipitation rate. The tensile strength can reach 675MPa after the alloy with 40% cold deformation and then aged at 450°C in 4h.

© 2011 Published by Elsevier Ltd. Selection and/or peer-review under responsibility of Chinese Materials Research Society. Open access under [CC BY-NC-ND license](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

Keywords: Cu-2.0Ni-0.5Si alloy-0.15Ag; aging; cold deformation; microhardness; electrical conductivity

Cu-Ni-Si-Ag 合金时效研究

张毅^{a,*}, 刘平^b, 田保红^a, 贾淑果^a, 刘勇^a^a 河南科技大学材料科学与工程学院, 河南洛阳 471003 ^b 上海理工大学材料科学与工程学院, 上海 200093

摘要

本文研究了时效温度和时效时间对 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金组织和性能的影响。结果表明：合金经 900°C 固溶，在经不同冷变形后时效，第二相呈弥散分布，当变形量为 40%，时效温度达到 450°C 时，时效时间为 2h，其显微硬度达到 203HV，导电率达到 36.4%IACS，与未经过预冷变形的合金时效相比，合金能

*Corresponding author. Tel.: +86-379-64229405

E-mail address: zhshgu436@163.com

获得较高的显微硬度与导电率。时效前的预冷变形能够有力的促进合金在时效过程中第二相的析出，从而提高合金的显微硬度和导电率。合金经 40%预冷变形，在 450°C×4h 时效，其抗拉强度达到 675MPa。

关键词：Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金；时效；冷变形；显微硬度；导电率

集成电路引线框架材料曾经广泛使用 Fe-Ni 合金。由于铜合金具有优良的导电和散热性能，当前已成为主要的引线框架材料。近年来，在各国所开发出的高强度高导电集成电路引线框架用合金中，具有代表性的合金有 NK120、OMCLI、KLF201 及 KFC 等^[1-5]。国际上生产铜基引线框架材料以欧美、日、韩等国家为代表，其中以日本产量最大，日本和德国是世界上最大的引线框架铜带的出口国。然而，与国外产品相比，我国的引线框架铜带生产规模小、品种规格少、质量精度差，存在一定差距^[6-10]。

据此为了探求一个较为理想的 Cu-Ni-Si 系合金成分，行之有效的加工工艺，本文研究了 Cu-Ni-Si-Ag 合金经不同时间的时效后，组织和性能的变化，同时研究了冷变形对合金后续时效处理的影响。以期为该合金的生产工艺提供理论依据。

1. 实验材料和方法

实验用 Cu-Ni-Si-P 合金，在 10Kg 中频感应熔炼炉中熔炼而成，材料质量分数为：WNi=2.0%、WSi=0.5%、WAg=0.03%，余量为铜。浇铸温度为 1300°C~1350°C。合金的固溶处理在 RJX-2.5-10 型箱式电阻炉中进行，工艺为 900°C×1h，随后水淬。合金时效处理在 SRJX-3-12 型管式电阻炉中进行。合金的冷变形在实验用自制的双辊轧机上进行，轧辊尺寸 φ100mm×200mm。电阻测量使用 ZY9987 型数字式微欧计。显微硬度测量在国产 HV1000 型数显显微硬度计上进行，载荷为 0.01Kg。用岛津 AG-1250KN 型精密万能试验机测试合金的抗拉强度。金相组织在 OLYMPUS PMG3 型显微镜上进行。微观组织观察在 H800 透射和 JSM-5610LV 型扫描电镜下进行。

2. 实验结果与分析

2.1. 时效温度及时效时间对合金显微硬度和导电率的影响

时效温度对 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金显微硬度和导电率的影响规律如图 1 所示。从图 1 (a) 中可以看出，随着时效温度的提高，合金在时效初期的硬度增幅较大，如合金在 450°C 时效 15 min 时，硬度为 156 HV，而 400°C 时效 15 min 其硬度仅为 111 HV。合金在 500°C 时效时，由于析出相的长大，使部分析出相与基体保持的共格效应丧失，时效过程中出现了峰值。合金在 500°C 时效 2 h 硬度出现峰值，其值为 220 HV。随着时效时间的延长，合金内溶质原子不断析出，导电率不断提高，且时效温度越高，合金的导电率回复越快，如图 1 (b)。如合金在 450°C 时效 2 h 时，导电率为 35.4%IACS，而在 400°C 时效时为 28.9%IACS。

将 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金进行不同程度冷变形后，再在 450°C 时效后的显微硬度和导电率的变化规律如图 2 所示。从图 2 (a) 中可以看出，其变化规律与 Cu-2.0Ni-0.5Si 合金基本一致。由于冷变形对析出的促进作用，使得在时效初期显微硬度的增幅随着变形量的增大而增大，进行 40%变形的合金 450°C 时效 2h 时的显微硬度达 203 HV，而同等条件下不变形的合金硬度为 192 HV，其硬度提高了 6%。由于第二相的析出越快，其长大倾向越大，所以变形量大的合金的显微硬度到达峰值的时间越短，如 80%变形的合金在时效 1 h 到达峰值 221 HV。但峰值过后，其显微硬度迅速下降。由图 2 (b) 可见，合金变形量越大，对溶质原子析出的促进作用越大，从而对时效初期导电率的回复就越显著，合金经 40%变形时效 2h 后导电率可达 36.4%IACS，比同等条件下不变形的合金提高 3%。

综上所述，Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金固溶后经 40%变形在 450℃时效的综合性能较好，时效 2 h 后其显微硬度和导电率分别可达 203 HV 和 36.4%IACS。

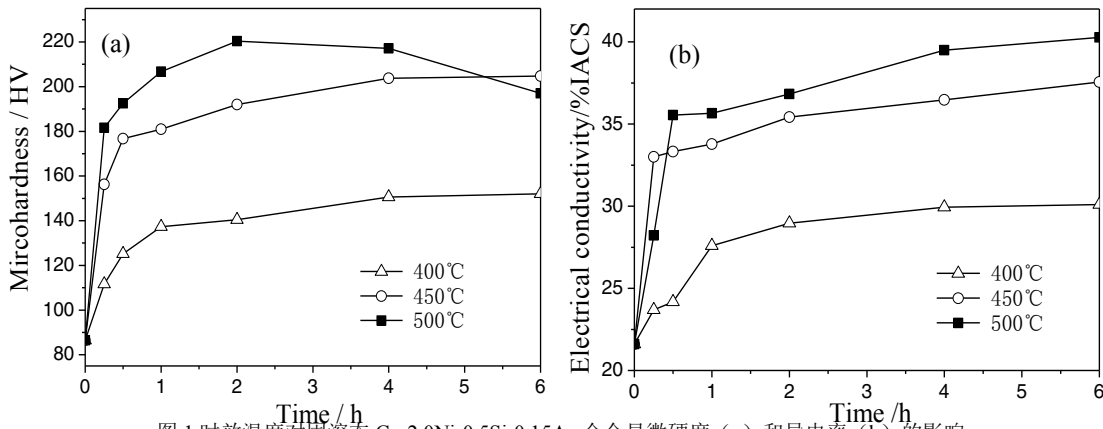


图 1 时效温度对固溶态 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金显微硬度 (a) 和导电率 (b) 的影响

Fig.1 Effect of aging temperature on microhardness (a) and electrical conductivity (b) of Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag alloy

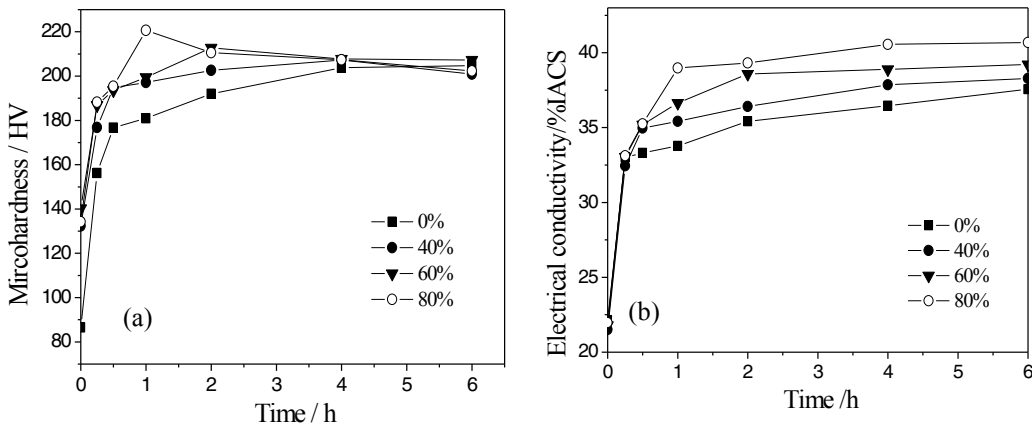


图 2 时效前变形量对 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金 450℃时效时显微硬度(a)和导电率(b)的影响

Fig.2 Effect of deformation on microhardness (a) and conductivity (b) of Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag alloy aging at 450℃

2.2. 时效时间和时效温度对合金显微组织的影响

图 3 为 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金在 450℃下分别时效 2h (图 3 (a)) 和 48h (图 3 (b)) 的显微组织图。从图中可以看出析出相细小弥散分布，当时效时间较长时，析出物已逐渐长大，这是导致显微硬度随着时效时间的延长而缓慢下降的主要原因。

本研究对 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金在 450℃下时效 48 h 的析出相进行选区电子衍射，并通过对其进行标定，发现析出相为 Ni_2Si ，其点阵常数与 $\delta\text{-Ni}_2\text{Si}$ 的点阵常数一致，具体分析如图 3 (c) 所示。

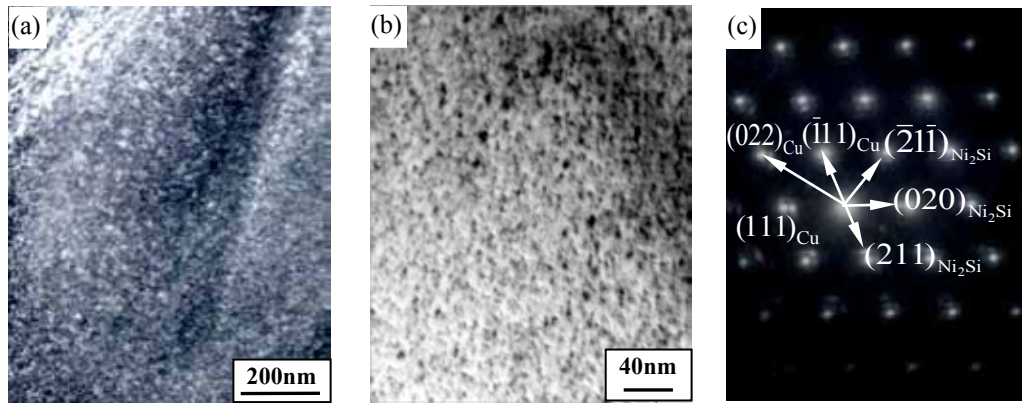


图 3 Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag 合金在 450°C 时效 2h(a) 与 48h(b) 析出相形貌及电子衍射花样标定(c)

Fig.3 Morphology and its indexing of diffraction patterns of precipitates of Cu-2.0Ni-0.5Si-0.15Ag alloy aging at 450°C for 2 h (a) and 48h (b)

3. 结论

1. Cu-Ni-Si-Ag 合金经不同温度和时间时效后，合金的显微硬度逐渐上升，但该合金在 500°C 时效时由于析出相随时效温度和时效时间的延长极易长大，而出现时效，导致合金的硬度下降。
2. Cu-Ni-Si-Ag 合金经不同的冷变形后时效，显微硬度在时效初期迅速上升，达到峰值后缓慢下降，变形量越大，达到峰值的时间越短。进行 40% 变形的合金 450°C 时效 2h 时的显微硬度达 203 HV，而同等条件下不变形的合金硬度为 192 HV，其硬度提高了 6%；合金经 40% 变形时效 2h 后导电率可达 36.4% IACS，比同等条件下不变形的合金提高 3%。
3. Cu-Ni-Si-Ag 合金在较短时间时效时，析出相细小弥散分布，当时效时间延长时，析出物逐渐长大，利用高分辨技术得到的该合金 450°C 时效 48 h 的析出相形貌，通过计算发现析出相与基体之间保持着良好的共格关系，并通过对其进行标定，发现析出相为 δ -Ni₂Si。

致谢

感谢国家自然科学基金（51101052）、国家高新技术研究发展计划（863 计划）资助项目（2006AA03Z528）、河南省教育厅自然科学研究计划（2011B430013）河南省有色金属重点实验室基金（2011YSKF12）和河南科技大学博士启动基金（09001414）的支持。

References

- [1] Liu P, Kang BX, Cao XG. Aging precipitation and recrystallization of rapidly solidified Cu-Cr-Zr-Mg alloy. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals* 1999; **9**(2): 241-246.
- [2] Su JH, Dong QM, Liu P, et al. Research on aging precipitation in a Cu-Cr-Zr-Mg alloy. *Materials Science and Engineering A* 2005;392(1-2):422-426.

- [3] Blaz L, Korbel A, Kusinski J. Retardation of fracture by static precipitation in a hot deformed Cu-Ni-Cr-Si-Mg alloy. *Script Metallurgical material* 1995;**33(4)**:657-660.
- [4] Virtanen P, Tiainen T. Stress relaxation behaviour in bending of high strength copper alloys in the Cu-Ni-Sn system. *Materials Science and Engineering A* 1997;**238**: 407-410.
- [5] Fujiwara H, Kamio A. Effect of alloy composition on precipitation behavior in Cu-Ni-Si alloys. *Japan Inst Metals* 1998;**62(4)**:301-309.
- [6] Kokorin VV, Kozlova LE, Titenko AN. Temperature hysteresis of martensite transformation in aging Cu-Mn-Al alloy. *Scripta Materialia* 2002;**47**:499-502.
- [7] Zhao DM, Dong QM, Liu P, et al. Structure and strength of the age hardened Cu-Ni-Si alloy. *Materials Chemistry and Physics* 2003;**79**:81-86.
- [8] Hong SI, Hill MA. Microstructure and conductivity of Cu-Nb microcomposites fabricated by the bundling and drawing process. *Scripta Materialia* 2001;**44(10)**:2509-2515.
- [9] Suzuki S, Shibutani N, Mimura K, et al. Improvement in strength and electrical conductivity of CuNiSi alloy by aging and cold rolling. *Journal of Alloys and Compounds* 2006;**417**:116-120.
- [10] Lei JG, Liu P, Zhao DM, et al. Study on the transformation kinetics of early stage aging of Cu-Ni-Si Alloy by measuring the electric conductivity. *Transactions of materials and heat treatment* 2003;**24(4)**: 22-26.