



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111408866 B

(45) 授权公告日 2021.07.23

(21) 申请号 202010441923.6

B23K 3/00 (2006.01)

(22) 申请日 2020.05.22

(56) 对比文件

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 109093281 A, 2018.12.28

申请公布号 CN 111408866 A

CN 109093281 A, 2018.12.28

CN 107350655 A, 2017.11.17

(43) 申请公布日 2020.07.14

CN 104625466 A, 2015.05.20

CN 109702373 A, 2019.05.03

(73) 专利权人 北京科技大学顺德研究生院

地址 528399 广东省佛山市顺德区大良致

慧路2号

审查员 安雪

(72) 发明人 赵兴科 赵增磊

(74) 专利代理机构 北京圣州专利代理事务所

(普通合伙) 11818

代理人 王振佳

(51) Int. Cl.

B23K 35/26 (2006.01)

B23K 35/40 (2006.01)

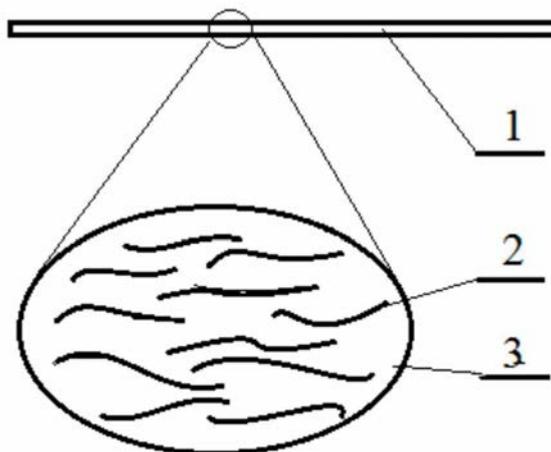
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

(54) 发明名称

一种锡-镍复合焊料片及其制备和使用方法

(57) 摘要

本发明公开了一种锡-镍复合焊料片,属于金属复合焊料技术领域。锡-镍复合焊料片由镍粉和锡粉制备而成,其中镍:锡的摩尔比为1-2:1;镍粉的纯度不低于99%,镍粉的粒度为100-200目;锡粉的纯度不低于99%,锡粉的粒度为100-150目;焊料片的厚度为0.1-0.5mm。本发明还公开了一种锡-镍复合焊料片的制备和使用方法,焊料片的制备方法主要包括原料配制-高能球磨-压制成型;焊料片的使用方式为真空回流焊。制备的焊料片焊接铜或镍时的焊接接头在500°C下的剪切强度不低于10MPa。本发明采用上述锡-镍复合焊料片及其制备方法,能够解决现有的耐高温电子封装技术存在的连接温度高、连接压力大、连接时间长的问题。



1. 一种锡-镍复合焊料片,其特征在于:由镍粉和锡粉制备而成,其中镍:锡的摩尔比为1-2:1;

镍粉的纯度不低于99%,镍粉的粒度为100-200目;

锡粉的纯度不低于99%,锡粉的粒度为100-150目;

焊料片的厚度为0.1-0.5mm;

复合焊料由锡粉和镍粉通过机械活化复合而成,机械活化复合是将锡粉和镍粉在保护气体下进行高能球磨获得复合焊料,锡粉和镍粉仍然保持各自的物质属性,原料粉末的形态消失;

焊料片微观组织为镍颗粒在锡基体上形成镍条,镍条均匀的分布在锡基体上,每个镍条的厚度为几微米至几十微米,相邻镍条间距为几微米-几十微米。

2. 根据权利要求1所述的一种锡-镍复合焊料片的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1、原料配制,将锡粉和镍粉按照成分配比进行称取,并混合在一起;

S2、高能球磨,将经过步骤S1混合后的原料与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中,加盖密封,用真空泵将不锈钢球磨罐抽真空至 1×10^{-1} Pa,向不锈钢球磨罐中充氩气至1个大气压后关闭真空阀,重复抽真空-充氮气过程3次,然后启动不锈钢球磨机;

S3、压制,将经过步骤S2球磨后的原料放入压模或轧机中,压制成厚度为0.1-0.5mm的焊料片。

3. 根据权利要求2所述的一种锡-镍复合焊料片的制备方法,其特征在于:所述步骤S2中,不锈钢球和原料的质量比为15:1。

4. 根据权利要求2所述的一种锡-镍复合焊料片的制备方法,其特征在于:所述步骤S2中,不锈钢球磨机的转速为200-300rpm,球磨时间为0.5-4小时。

5. 根据权利要求1所述的一种锡-镍复合焊料片的使用方法,其特征在于:将焊料片置于两个铜板试样之间,用夹具固定和施加预压力,将装配好的试样连同夹具一起放入真空回流焊机中进行焊接;

预压力为1-5MPa,焊接温度为250-280℃,焊接时间为2-20min;

制备的焊料片焊接铜或镍时的焊接接头在500℃下的剪切强度不低于10MPa。

一种锡-镍复合焊料片及其制备和使用方法

技术领域

[0001] 本发明属于金属复合焊料片技术领域,尤其涉及一种锡-镍复合焊料片及其制备方法。

背景技术

[0002] 新一代半导体高温功率芯片可以大幅提高电子器件的服役温度,耐高温封装技术需求已变得更加紧迫。高铅钎料钎焊是传统的高温封装技术,然而由于铅对环境造成的巨大危害已使得电子封装领域全面禁用含铅钎料,无铅焊料和及其连接技术成为新型电子封装的关键。

[0003] Ag-Bi基钎料和Sn-Sb基钎料具有与高铅钎料相近的固相线温度,也是综合性能较好的两类高温无铅钎料,且价格相对较低、制备工艺简单,可直接做成钎料膏,在高温电子器件连接中已经有了一定的应用。然而,高温钎料要求较高的连接温度,这种高温加热过程会加剧电子器件中各种材料热膨胀系数的不匹配而导致应力、变形、甚至电子器件的破坏,从而降低电子器件的可靠性和使用寿命。

[0004] 近年来,国内外在高温封装技术方面的开发思路是“低温连接/高温服役”,以降低封装温度,减小加热过程对电子器件的热损伤,而同时又能获得尽可能高的耐热温度。按照这一思路已开发的电子封装技术主要有纳米银颗粒烧结连接、固液互扩散连接或瞬时液相烧结连接等。纳米银烧结连接是一种利用纳米颗粒的表面效应(降低到纳米级尺寸粉末比表面积和表面能增加)在较低的温度(200~350℃)和一定的压力(一般为1~30MPa)下实现的耐高温封装连接技术。纳米银烧结接头的强度高、导电和导热性优良,耐热性好,总体来看,纳米银低温烧结连接是一种能够在较低温度下实现的耐高温封装连接技术。然而由于固态烧结连接自身存在的不足,辅助压力较大,连接时间较长,应用受到限制。

[0005] 固液互扩散连接或瞬时液相烧结连接是利用两种熔点差异较大的金属作为连接材料,连接过程中低熔点金属熔化形成液相,利用低熔点金属与高熔点金属之间固-液互扩散/反应来实现等温凝固、连接并获得耐高温接头的连接方法。目前已研究固液互扩散连接二元金属体系主要有Cu-In、Au-In、Au-Sn、Ag-In、Ag-Sn、Sn-Cu和Sn-Ni等,这些二元金属体系的共同特点是能够形成高熔点的金属间化合物,这种高熔点金属间化合物是固液互扩散连接接头耐热温度能够显著高于连接温度,从而实现“低温连接/高温服役”的关键。固液互扩散连接得优点是通常不需要压力,加热温度也相对较低;其缺点是反应动力学较慢,要想得到不含低熔点相的连接接头,连接过程通常需要数十分钟。

[0006] 从以上分析得知,现有耐高温电子封装技术存在连接温度高、连接压力大或连接时间长等缺陷,不能满足未来新一代芯片及其电子器件耐高温连接的需求。

发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种锡-镍复合焊料片,解决现有的耐高温电子封装技术存在的连接温度高、连接压力大、连接时间长的问题;本发明还公开了一种锡-镍复合焊料片

的制备和使用方法。

[0008] 为实现上述目的,本发明提供了一种锡-镍复合焊料片,由镍粉和锡粉制备而成,其中镍:锡的摩尔比为1-2:1。

[0009] 优选的,所述镍粉的纯度不低于99%,镍粉的粒度为100-200目。

[0010] 优选的,所述锡粉的纯度不低于99%,锡粉的粒度为100-150目。

[0011] 优选的,所述焊料片的厚度为0.1-0.5mm。

[0012] 上述锡-镍复合焊料片的制备和使用方法,包括以下步骤:

[0013] S1、原料配制,将锡粉和镍粉按照成分配比进行称取,并混合在一起;

[0014] S2、高能球磨,将经过步骤S1混合后的原料与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中,加盖密封,用真空泵将不锈钢球磨罐抽真空至 1×10^{-1} Pa,向不锈钢球磨罐中充氩气至1个大气压后关闭真空阀,重复抽真空-充氮气过程3次,然后启动不锈钢球磨机;

[0015] S3、压制,将经过步骤S2球磨后的原料放入压模或轧机中,压制成厚度为0.1-0.5mm的焊料片;

[0016] S4、真空回流焊,将经过步骤S3制备的焊料片置于两个铜板试样之间,用夹具固定和施加预压力,将装配好的试样连同夹具一起放入真空回流焊机中进行焊接。

[0017] 优选的,所述步骤S2中,不锈钢球和原料的质量比为15:1。

[0018] 优选的,所述步骤S2中,不锈钢球磨机的转速为200-300rpm,球磨时间为0.5-4小时。

[0019] 优选的,所述步骤S4中,预压力为1-5MPa,焊接温度为250-280℃,焊接时间为2-20min。

[0020] 采用上述方法制备的焊料片焊接铜或镍时的焊接接头在500℃下的剪切强度不低于10MPa。

[0021] 本发明所述的一种锡-镍复合焊料片及其制备方法的有益效果是:

[0022] (1) 能够获得微观组织为镍颗粒在锡基体上形成镍条,镍条均匀的分布在锡基体上,每个镍条的厚度为几微米至几十微米,相邻镍条间距为几微米-几十微米。锡、镍在微米尺度内密切复合,增加两者的接触面积和反应活性,改善高熔点金属化合物的反应动力学,从而减小焊接压力、降低焊接温度和缩短焊接时间。

[0023] (2) 锡、镍原料来源比较广,焊料的价格低。

[0024] (3) 锡镍复合焊料片高能球磨和常温制备的工艺简单,焊料片的质量容易控制。

[0025] 下面通过附图和实施例,对本发明的技术方案做进一步的详细描述。

附图说明

[0026] 图1为本发明一种锡-镍复合焊料片及其制备方法实施例的焊料结构示意图;

[0027] 图2为本发明一种锡-镍复合焊料片及其制备方法实施例的焊料金相组织。

[0028] 附图标记

[0029] 1、焊料片;2、镍条;3、锡基体。

具体实施方式

[0030] 以下将结合附图对本发明作进一步的描述,需要说明的是,以下实施例以本技术

方案为前提,给出了详细的实施方式和具体的操作过程,但本发明的保护范围并不限于本实施例。

[0031] 本发明提供了一种锡-镍复合焊料片,由镍粉和锡粉制备而成,其中镍:锡的摩尔比为1-2:1。

[0032] 镍粉的纯度不低于99%,镍粉的粒度为100-200目。

[0033] 锡粉的纯度不低于99%,锡粉的粒度为100-150目。

[0034] 焊料片的厚度为0.1-0.5mm。

[0035] 上述锡-镍复合焊料片的制备和使用方法,包括以下步骤:

[0036] S1、原料配制,将锡粉和镍粉按照成分配比进行称取,并混合在一起;

[0037] S2、高能球磨,将经过步骤S1混合后的原料与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中,加盖密封,用真空泵将不锈钢球磨罐抽真空至 1×10^{-1} Pa,向不锈钢球磨罐中充氩气至1个大气压后关闭真空阀,重复抽真空-充氩气过程3次,然后启动不锈钢球磨机;

[0038] S3、压制,将经过步骤S2球磨后的原料放入压模或轧机中,压制成厚度为0.1-0.5mm的焊料片;

[0039] S4、真空回流焊,将经过步骤S3制备的焊料片置于两个铜板试样之间,用夹具固定和施加预压力,将装配好的试样连同夹具一起放入真空回流焊机中进行焊接。

[0040] 步骤S2中,不锈钢球和原料的质量比为15:1。

[0041] 步骤S2中,不锈钢球磨机的转速为200-300rpm,球磨时间为0.5-4小时。

[0042] 步骤S4中,预压力为1-5MPa,焊接温度为250-280℃,焊接时间为2-20min。

[0043] 采用上述方法制备的焊料片焊接铜或镍时的焊接接头在500℃下的剪切强度不低于10MPa。

[0044] 图1为本发明一种锡-镍复合焊料片及其制备方法实施例的焊料片结构示意图,图2为本发明一种锡-镍复合焊料片及其制备方法实施例的焊料片的金相显微组织。本发明公开的一种锡-镍复合焊料片及其制备和使用方法,创新之处在于巧妙利用锡粉和镍粉在高能球磨过程中存在的一个亚稳定中间状态,即机械活化状态。锡粉和镍粉的机械活化状态介于这两种粉末的机械混合状态和机械合金化状态之间。机械混合状态的特征是锡粉和镍粉两种粉末颗粒保持各自的物质属性;机械合金化状态的特征是锡粉和镍粉两种粉末完全消失,取而代之的是锡镍合金粉末;机械活化粉末是锡粉和镍粉仍然保持各自的物质属性,但是原料粉末的形态消失,两种原料粉未经反复的焊合-破碎-焊合加工过程被重组成在一起,每个产物粉末颗粒内部都是由很多细小、交替分布的锡相和镍相组成,也就是本发明附图1和附图2展示的锡-镍复合焊料片微观组织形态。在附图1焊料片结构示意图中,焊料片1的微观组织为镍颗粒在锡基体3上形成镍条2,镍条2均匀的分布在锡基体3上,每个镍条2的厚度为几微米至几十微米,相邻镍条2间距为几微米-几十微米。在附图2焊料片的金相显微组织中,浅色基体相为锡、深色条状相为镍。

[0045] 从热力学角度分析,锡粉和镍粉的机械混合状态、锡粉和镍粉的机械合金化状态,两种状态都是热力学稳定状态,因为锡、镍和锡镍合金都具有热稳定性,存在各自的熔点,锡粉、镍粉的熔点分别是232℃和1455℃,镍:锡摩尔比1-2:1的锡镍合金粉末的熔化开始温度为798℃。对于本发明制备的锡-镍复合焊料片所处的机械活化状态,锡、镍在微米尺度内密切复合,增加两者的接触面积和反应活性,改善高熔点金属化合物的反应动力学。当对这

种状态的焊料片加热时,锡-镍之间将发生固相合成反应,即 $4\text{Sn}+3\text{Ni}=\text{Sn}_4\text{Ni}_3$, Sn_4Ni_3 是一种金属间化合物,其自由能低于锡和镍。上述反应是一个自发过程,并且反应过程中会释放热量。只要一个不高的触发温度,该反应就能自发、快速完成。锡粉和镍粉的机械活化状态使得本发明制备的焊料片能够在较低的温度(比如 260°C)、较短的时间内完成扩散反应连接过程;而生成的焊缝组织为高熔点的 Sn_4Ni_3 金属间化合物(熔点为 798°C),又具有良好的高温强度。因此,本发明制备的锡-镍复合焊料片能够解决现有的耐高温电子封装技术存在的连接温度高、连接压力大、连接时间长的问题,达到低温连接、高温服役的目标。

[0046] 实施例一

[0047] 镍:锡的摩尔比为1:1。镍粉的纯度为99.9%,镍粉的粒度为200目。锡粉的纯度为99.9%,锡粉的粒度为150目。

[0048] 锡-镍复合焊料片的制备方法,包括以下步骤:

[0049] S1、原料配制。将镍粉和锡粉按照镍:锡摩尔比为1:1进行称取,并混合在一起。

[0050] S2、高能球磨。将经过步骤S1混合后的原料按球料质量比为15:1与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中,加盖密封,用真空泵将不锈钢球磨罐抽真空至 $1\times 10^{-1}\text{Pa}$ 后关闭真空阀;然后打开真空阀向不锈钢球磨罐中充氩气至1大气压后关闭真空阀,重复抽真空-充氩气过程3次,然后启动球磨机,球磨转速300rpm,球磨时间4小时。

[0051] S3、压制。将经过步骤S2球磨后的原料加入到内腔直径为 $\phi 6\text{mm}$ 压模中,用液压机施加300MPa的压力压制成金属焊料片,金属焊料片的厚度为0.4mm。

[0052] S4、真空回流焊。将经过步骤S3制备的焊料片置于两个铜板试样之间,用夹具固定和施加预压力。然后将装配好的试样连同夹具放入真空回流焊机进行焊接,焊接工艺参数为:预压力为1MPa、焊接温度为 250°C 、焊接时间为20min。

[0053] 500°C 进行剪切试验,得到的剪切强度为12.6MPa。

[0054] 实施例二

[0055] 镍:锡的摩尔比为2:1。镍粉的纯度为99%,镍粉的粒度为100目。锡粉的纯度为99.9%,锡粉的粒度为100目。

[0056] 锡-镍复合焊料片的制备方法,包括以下步骤:

[0057] S1、原料配制。将镍粉和锡粉按照镍:锡摩尔比为2:1进行称取,并混合在一起。

[0058] S2、高能球磨。将经过步骤S1混合后的原料按球料质量比为15:1与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中,加盖密封,用真空泵将不锈钢球磨罐抽真空至 $1\times 10^{-1}\text{Pa}$ 后关闭真空阀;然后打开真空阀向不锈钢球磨罐中充氩气至1大气压后关闭真空阀,重复抽真空-充氩气过程3次,然后启动球磨机,球磨转速300rpm,球磨时间2小时。

[0059] S3、压制。将经过步骤S2球磨后的原料加入到内腔直径为 $\phi 6\text{mm}$ 压模中,用液压机施加300MPa的压力压制成金属焊料片,金属焊料片的厚度为0.2mm。

[0060] S4、真空回流焊。将经过步骤S3制备的焊料片置于两个镍板试样之间,用夹具固定和施加预压力。然后将装配好的试样连同夹具放入真空回流焊机进行焊接,焊接工艺参数为:预压力为4MPa、焊接温度为 280°C 、焊接时间为10min。

[0061] 500°C 进行剪切试验,得到的剪切强度为10.8MPa。

[0062] 实施例三

[0063] 镍:锡的摩尔比为2:1。镍粉的纯度为99.9%,镍粉的粒度为200目。锡粉的纯度为

99%，锡粉的粒度为150目。

[0064] 上述锡-镍复合焊料片的制备方法，包括以下步骤：

[0065] S1、原料配制。将镍粉和锡粉按镍：锡摩尔比2:1称取，并混合在一起。

[0066] S2、高能球磨。将经过步骤S1混合后的原料按球料质量比15:1与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中，加盖密封，用真空泵对不锈钢球磨罐抽真空至 1×10^{-1} Pa后关闭真空阀，然后打开真空阀向不锈钢球磨罐充氩气至1个大气压后关闭真空阀，重复抽真空-充氩气过程3次，然后启动球磨机，球磨转速200rpm，球磨时间0.5小时。

[0067] S3、压制。将经过步骤S2球磨后的原料采用四辊轧机轧，经过3道次冷轧，最终制成厚度为0.2mm的焊料片。

[0068] S4、真空回流焊。将经过步骤S3制备的焊料片置于两个铜板试样之间，用夹具固定和施加预压力。然后将装配好的试样连同夹具放入真空回流焊机进行焊接，焊接工艺参数为：预压力为1MPa、焊接温度为250℃、焊接时间为2min。

[0069] 500℃进行剪切试验，得到的剪切强度为14.3MPa。

[0070] 实施例四

[0071] 镍：锡的摩尔比为1:1。镍粉的纯度为99.9%，镍粉的粒度为200目。锡粉的纯度为99.9%，锡粉的粒度为150目。

[0072] 上述锡-镍复合焊料片的制备方法，包括以下步骤：

[0073] S1、原料配制。将镍粉和锡粉（按镍：锡摩尔比2:1称取，并混合在一起。

[0074] S2、高能球磨。将经过步骤S1混合后的原料按球料质量比15:1与不锈钢球一起放入不锈钢球磨罐中，加盖密封，用真空泵对不锈钢球磨罐抽真空至 1×10^{-1} Pa后关闭真空阀，然后打开真空阀向不锈钢球磨罐充氩气至1个大气压后关闭真空阀，重复抽真空-充氩气过程3次，然后启动球磨机，球磨转速300rpm，球磨时间3小时。

[0075] S3、压制。将经过步骤S2球磨后的原料采用四辊轧机轧，经过3道次冷轧，最终制成厚度为0.3mm的焊料片。

[0076] S4、真空回流焊。将经过步骤S3制备的焊料片置于两个镍板试样之间，用夹具固定和施加预压力。然后将装配好的试样连同夹具放入真空回流焊机进行焊接，焊接工艺参数为：预压力为3MPa、焊接温度为260℃、焊接时间为5min。

[0077] 500℃进行剪切试验，得到的剪切强度为13.1MPa。

[0078] 因此，本发明采用上述锡-镍复合焊料片及其制备方法，能够解决现有的耐高温电子封装技术存在的连接温度高、连接压力大、连接时间长的问题。

[0079] 最后应说明的是：以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对其进行限制，尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细的说明，本领域的普通技术人员应当理解：其依然可以对本发明的技术方案进行修改或者等同替换，而这些修改或者等同替换亦不能使修改后的技术方案脱离本发明技术方案的精神和范围。

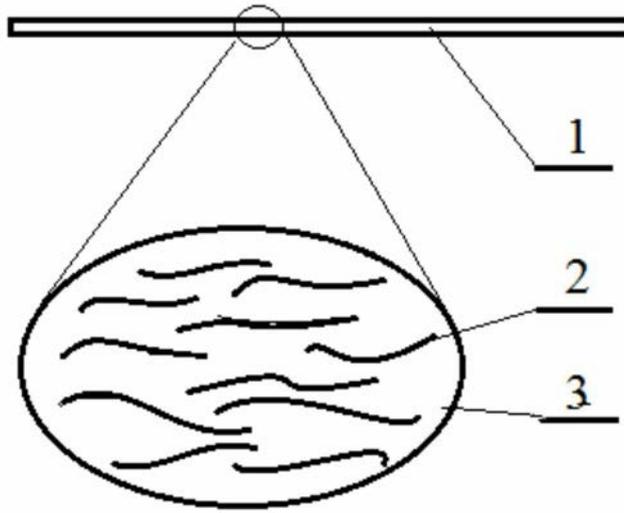


图1

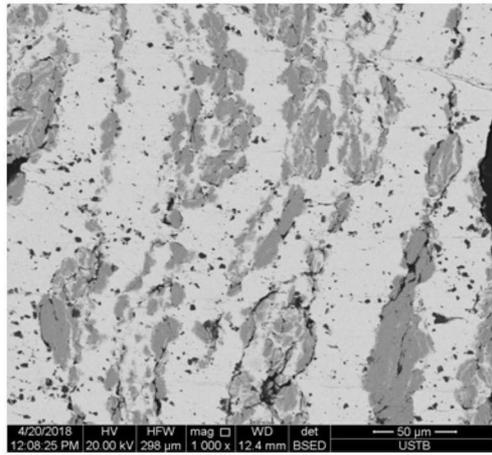


图2