



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110129611 A

(43)申请公布日 2019.08.16

(21)申请号 201910519531.4

(22)申请日 2019.06.17

(71)申请人 无锡日月合金材料有限公司  
地址 214191 江苏省无锡市锡山经济开发  
区蓉洋一路9号

(72)发明人 晏弘

(74)专利代理机构 无锡华源专利商标事务所  
(普通合伙) 32228

代理人 聂启新

(51) Int. Cl.

*G22C 5/08*(2006.01)

*G22C 1/02*(2006.01)

*G22F 1/02*(2006.01)

*G22F 1/14*(2006.01)

*B23K 35/30*(2006.01)

权利要求书1页 说明书4页

(54)发明名称

一种真空封接用多元合金钎料

(57)摘要

本发明公开了一种真空封接用多元合金钎料,该合金钎料所含金属元素及各金属元素的质量百分比为:Ag 50~63.5%,Cu 24~28%,In 9~14%,Ge 2~5%、Ga 1~2%、Y 0.3~0.5%、Ce 0.2~0.5%。其制备方法为熔炼、热轧开坯、固溶、冷轧、退火、精加工。本发明制备得到的钎料合金熔点低、清洁度高、抗拉强度高、抗氧化性能好。

1. 一种真空封接用多元合金钎料,其特征在于,所述合金钎料所含金属元素及各金属元素的质量百分比为:

Ag 50~63.5%,Cu 24~28%,In 9~14%,Ge 2~5%,Ga 1~2%,Y 0.3~0.5%,Ce 0.2~0.5%。

2. 一种权利要求1所述多元合金钎料的制备方法,其特征在于,所述制备方法包括如下步骤:

(1) 将原料Ag、Cu、In、Ge、Ga、Y、Ce按配比放入真空熔炼炉中,炉内真空度抽到0.02~0.4Pa后,将炉内加热到1500~1600℃,充入氮气保护气体,保温30~40min,再将温度降至900~1000℃后,将合金液浇铸到石墨坩埚定型模中;

(2) 将浇铸后的铸锭进行真空退火,退火温度为500~550℃,保温0.5~1.5h,自然冷却至室温取出铸锭;

(3) 将步骤(2)退火处理后的铸锭进行酸洗处理,酸洗溶液为10~13%硫酸和12~14%铬酐混合溶液。

(4) 将步骤(3)处理后的铸锭热轧开坯,制得带材;温度设置为冷轧制550℃~600℃,保温时间设置为1~1.5h,带材厚度热轧至4~5mm;

(5) 将步骤(4)带材进行冷轧处理,带材变形量控制在10~12%,相邻道次间进行真空退火处理,温度设置450℃~550℃,保温1~2h;

(6) 将步骤(5)带材轧制1~2mm后,带材变形量控制在6~8%,每两道次间进行真空退火处理,退火温度400℃~450℃,保温1~1.5h;

(7) 将步骤(6)带材轧制到0.1mm后将其进行冲压出所需形状的产品。

## 一种真空封接用多元合金钎料

### 技术领域

[0001] 本发明涉及真空电子行业中真空电子管的封接钎料,尤其是涉及一种多元合金钎料。

### 背景技术

[0002] 在电真空封接领域中,银基合金钎料因其具有优异的封接性能而被广泛应用,作为代表有AgCu28、AgCuNi28-1钎料,银基合金钎料熔点大致在800~830℃之间,难以满足多级封接中对低熔点钎料的要求。金属In熔点为157℃,金属Ga熔点为29.8℃,通过适当添加这两种金属,可以有效地降低合金的熔点,同时含In钎料对铜、镍、不锈钢及可伐合金有良好的润湿性,具有较好的焊接性能。传统使用的AgCuIn合金钎料熔点在630~730℃之间,难以满足更低熔点钎料的使用要求。随着In含量的增加,可以明显地将合金熔点降至550~580℃,但同时合金中脆性相增多,在轧制过程中带材表面产生裂纹,加工性能较差。

### 发明内容

[0003] 针对现有技术存在的上述问题,本申请人提供了一种真空封接用多元合金钎料。本发明制备得到的封接钎料熔点低、清洁度高、抗拉强度高、抗氧化性能好。

[0004] 本发明的技术方案如下:

[0005] 一种真空封接用多元合金钎料,所述合金钎料所含金属元素及各金属元素的质量百分比为:

[0006] Ag 50~63.5%,Cu 24~28%,In 9~14%,Ge 2~5%,Ga 1~2%,Y 0.3~0.5%,Ce 0.2~0.5%。

[0007] 一种所述多元合金钎料的制备方法,所述制备方法包括如下步骤:

[0008] (1)将原料Ag、Cu、In、Ge、Ga、Y、Ce按配比放入真空熔炼炉中,炉内真空度抽到0.02~0.4Pa后,将炉内加热到1500~1600℃,充入氮气保护气体,保温30~40min,再将温度降至900~1000℃后,将合金液浇铸到石墨坩埚定型模中;

[0009] (2)将浇铸后的铸锭进行真空退火,退火温度为500~550℃,保温0.5~1.5h,自然冷却至室温取出铸锭;

[0010] (3)将步骤(2)退火处理后的铸锭进行酸洗处理,酸洗溶液为10~13%硫酸和12~14%铬酐混合溶液。

[0011] (4)将步骤(3)处理后的铸锭热轧开坯,温度设置为冷轧制550℃~600℃,保温时间设置为1~1.5h,带材厚度热轧至4~5mm;

[0012] (5)将步骤(4)带材进行冷轧处理,带材变形量控制在10~12%,相邻道次间进行真空退火处理,温度设置450℃~550℃,保温1~2h;

[0013] (6)将步骤(5)带材轧制1~2mm后,带材变形量控制在6~8%,每两道次间进行真空退火处理,退火温度400℃~450℃,保温1~1.5h;

[0014] (7)将步骤(6)带材轧制到0.1mm后将其进行冲压出所需形状的产品。

[0015] 本发明有益的技术效果在于：

[0016] 本发明制备的多元合金钎料熔点低。

[0017] 本发明制备的多元合金钎料，稀土元素Y、Ce的添加，抑制了合金中Ag<sub>3</sub>In和Ag<sub>6.7</sub>In脆性中间相生成，大大提升了合金的加工性能，同时通过固溶强化作用，增加了合金的抗拉性能。

[0018] 通过控制轧制道次数、变形率和退火工艺，减小晶粒尺寸，优化晶格排列，抑制合金偏析，消除残余应力、位错和缺陷，大大增加了合金的加工率。

[0019] 本发明制备的多元合金钎料中多种金属元素相互配合，协同作用，共同影响本发明合金钎料的结构特性及其加工性能。

### 具体实施方式

[0020] 下面结合实施例，对本发明进行具体描述。

[0021] 实施例1

[0022] 一种真空封接用多元合金钎料，各金属元素组成如表1所示，其制备方法包括如下步骤：

[0023] (1) 将原料Ag、Cu、In、Ge、Ga、Y、Ce按配比放入真空熔炼炉中，炉内真空度抽到0.02Pa后，将炉内加热到1500℃，充入氮气保护气体，保温40min，再将温度降至900℃后，将合金液浇铸到石墨坩埚定型模中；

[0024] (2) 将浇铸后的铸锭进行真空退火，退火温度为500℃，保温1.5h，自然冷却至室温取出铸锭；

[0025] (3) 将步骤(2)退火处理后的铸锭进行酸洗处理，酸洗溶液为10%硫酸和12%铬酐混合溶液。

[0026] (4) 将步骤(3)处理后的铸锭热轧开坯，温度设置为冷轧制550℃，保温时间设置为1.5h，带材厚度热轧至4mm；

[0027] (5) 将步骤(4)带材进行冷轧处理，带材变形量控制在10%，相邻道次间进行真空退火处理，温度设置450℃，保温2h；

[0028] (6) 将步骤(5)带材轧制1mm后，带材变形量控制在6%，每两道次间进行真空退火处理，退火温度400℃，保温1.5h；

[0029] (7) 将步骤(6)带材轧制到0.1mm后将其进行冲压出所需形状的产品

[0030] 实施例2

[0031] 一种真空封接用多元合金钎料，各金属元素组成如表1所示，其制备方法包括如下步骤：

[0032] (1) 将原料Ag、Cu、In、Ge、Ga、Y、Ce按配比放入真空熔炼炉中，炉内真空度抽到0.1Pa后，将炉内加热到1550℃，充入氮气保护气体，保温35min，再将温度降至950℃后，将合金液浇铸到石墨坩埚定型模中；

[0033] (2) 将浇铸后的铸锭进行真空退火，退火温度为520℃，保温1h，自然冷却至室温取出铸锭；

[0034] (3) 将步骤(2)退火处理后的铸锭进行酸洗处理，酸洗溶液为12%硫酸和13%铬酐混合溶液。

[0035] (4) 将步骤(3)处理后的铸锭热轧开坯,温度设置为冷轧制580℃,保温时间设置为1.2h,带材厚度热轧至4.5mm;

[0036] (5) 将步骤(4)带材进行冷轧处理,带材变形量控制在11%,相邻道次间进行真空退火处理,温度设置500℃,保温1.5h;

[0037] (6) 将步骤(5)带材轧制1.5mm后,带材变形量控制在7%,每两道次间进行真空退火处理,退火温度420℃,保温1.2h;

[0038] (7) 将步骤(6)带材轧制到0.1mm后将其进行冲压出所需形状的产品。

[0039] 实施例3

[0040] 一种真空封接用多元合金钎料,各金属元素组成如表1所示,其制备方法包括如下步骤:

[0041] (1) 将原料Ag、Cu、In、Ge、Ga、Y、Ce按配比放入真空熔炼炉中,炉内真空度抽到0.4Pa后,将炉内加热到1600℃,充入氮气保护气体,保温30min,再将温度降至1000℃后,将合金液浇铸到石墨坩埚定型模中;

[0042] (2) 将浇铸后的铸锭进行真空退火,退火温度为550℃,保温0.5h,自然冷却至室温取出铸锭;

[0043] (3) 将步骤(2)退火处理后的铸锭进行酸洗处理,酸洗溶液为13%硫酸和14%铬酐混合溶液。

[0044] (4) 将步骤(3)处理后的铸锭热轧开坯,温度设置为冷轧制600℃,保温时间设置为1h,带材厚度热轧至5mm;

[0045] (5) 将步骤(4)带材进行冷轧处理,带材变形量控制在12%,相邻道次间进行真空退火处理,温度设置550℃,保温1h;

[0046] (6) 将步骤(5)带材轧制2mm后,带材变形量控制在8%,每两道次间进行真空退火处理,退火温度450℃,保温1h;

[0047] (7) 将步骤(6)带材轧制到0.1mm后将其进行冲压出所需形状的产品。

[0048] 表1(单位:重量%)

[0049]

实施例	Ag	Cu	In	Ge	Ga	Y	Ce
1	50	28	14	5	2	0.5	0.5
2	56.8	26	12	3	1.5	0.4	0.3
3	63.5	24	9	2	1	0.3	0.2

[0050] 测试例:

[0051] 对各实施例钎料与AgCu28、AgCu24In15钎料进行性能测试,结果如表2所示。

[0052] 陶瓷与金属封接接头强度(用接头承载拉力表示)是指氧化铝陶瓷与可伐合金封接后的对接接头承载拉力,可伐管直径为14mm,厚度为0.5mm,磁控管对陶瓷与可伐封接接头的承载拉力要求不得低于3.5KN。

[0053] 表2

	熔点 (°C)	陶瓷与金属封接接头强度 (KN)
[0054] 实施例 1	570	5.6
实施例 2	550	5.8
实施例 3	560	5.7
[0055] AgCu28	779	5.0
AgCu24In15	660	5.1

[0056] 实施例1~3得到的钎料与AgCu28、AgCu24In15钎料进行抗氧化试验,4个样品分别放在加湿恒温箱内,温度设定300℃,湿度80%,大气气氛下放置时间60天,表面氧化渣量越多,则抗氧化性越弱,结果如表3所示。

[0057] 表3

[0058]

样品	氧化渣量 (g)
实施例1	0.51
实施例2	0.50
实施例3	0.55
AgCu28	0.70
AgCu24In15	0.75