

DG 合金电阻性能的影响因素^①

姜国圣 王志法 张迎九 许 桢 刘 芳 赵小明

(中南工业大学材料科学与工程系, 长沙 410083)

摘 要 采用粉末冶金方法, 制备了用于电力电子半导体支撑板的一种新型的 FeNi/Cu 复合材料 (简称 DG 合金), 详细研究了 DG 合金, 电阻性能的各种影响因素——铜含量、烧结温度、FeNi 粉和铜粉的粒度、Cu 纤维的长径比。实验结果表明: DG 合金的电阻率不仅与铜含量有关, 还与 FeNi 与 Cu 相的界面扩散、分布形态、结合强度有关。

关键词 DG 合金 复合材料 电阻性能 扩散

中图法分类号 TG113.22

所谓 DG 合金, 是一种用于电力半导体支撑板材料的低膨胀、高导热复合材料。要求这些材料: ①满足热匹配条件——即热膨胀系数与 Si, Ge 等半导体材料接近, 上限小于 $7 \times 10^{-6}/\text{K}$; ②有较高的导热能力, 也即热阻 (或电阻) 要小^[1]。在传统上, 多采用 Mo 或 W 基片, 但 Mo, W 有密度大、可焊性差、脆性大、价格昂贵等缺点, 因此, 人们开发了一系列低膨胀高导热复合材料^[2], 如 SiC-Al^[3] 系, W-Cu 系^[4] 以及 FeNi-Cu-FeNi 系^[5], 堇青石/Fe^[6] 系, 并取得了不少成果。中南工业大学材料系利用 FeNi 合金低膨胀性能, Cu 的高导电性能开发了此类 DG 复合材料, 并对其使用性能^[7] 和热膨胀性能^[8] 进行了研究。这种新型复合材料, 两相之间很易相互扩散并较大影响两相的性能, 这与相当多的复合材料不同的, 因此很有必要进行系统分析。本文在原 DG 材料基础之上, 又开发了新的 Cu 纤维 DG 复合材料并做了大量实验, 全面系统分析了 DG 材料电导性能的影响因素。

1 实验方法

原 DG 合金所采用的原料为 FeNi 粉末和

Cu 粉末, 改进的 DG 合金, 采用了 Cu 短纤维, 所考虑的因素包括 Cu 含量、FeNi 和 Cu 粉末的粒度、烧结温度、Cu 短纤维的长径比。样品先采用 DG 合金普通粉末冶金制备, 再经多次轧制而得到, 各种参数在下文试验结果中说明。材料的电阻率采用 QJ19 型单、双臂两用电桥测试, 精度 3%, 试样为 $50 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$ 长方条, 侧面平行, 根据需要, 采用 X-650 型扫描电子显微镜能谱进行成分点分析和 NEOPHOT-21 金相显微镜进行显微金相分析。

2 实验结果

当 Cu 粉为 $75 \mu\text{m}$, FeNi 为 $37 \sim 300 \mu\text{m}$ 多种粒度混合粉末时, 不同 Cu 含量和不同烧结温度下 DG 材料的电阻率变化规律如图 1 所示。从图可知, 随 Cu 含量增加, 样品导电性能增强, 但随着烧结温度升高, 电阻率变化规律较复杂, 当烧结温度超过 950°C 以后, 样品电阻率随烧结温度升高而升高; 但处于 950°C 以下, 含 35% Cu 的样品随烧结温度升高而上升, 而含 30% Cu 的样品, 随温度升高而下降。

当 Cu 粉固定为 $75 \mu\text{m}$, FeNi 粒度分别为 $150 \sim 300 \mu\text{m}$, $100 \sim 150 \mu\text{m}$, $74 \sim 100 \mu\text{m}$, 74

① 收稿日期: 1997-10-28; 修回日期: 1998-03-03 姜国圣, 男, 28 岁, 工程师

μm 时, 样品的电阻率随 FeNi 粒度变化规律见表 1; 当 FeNi 粉末固定为 $75\mu\text{m}$, Cu 粉末粒度分别为 $150\sim 300\mu\text{m}$, $100\sim 150\mu\text{m}$, $74\mu\text{m}$ 时, 样品的电阻率随 Cu 粉末粒度的变化规律见表 2。从两表可知, 无论 Cu 粉末还是 FeNi 粉末尺寸变小, 都导致样品的电阻率增大。由于各烧结温度情况下上述变化规律相似, 只列出了一个烧结温度下的结果。

新研制的 DG 合金采用了短的 Cu 纤维, 其长径比 k 分别为 6, 18, 30。其中 $k = 30$, $k = 18$ 的 Cu 纤维直径相同, $k = 6$ 的 Cu 纤维的直径为前者的 3.8 倍。在此情况下, 样品电阻率随长径比的变化见图 2。由图 2 可知, 长径比增加, 样品电阻率增加, 且 $k = 18$ 和 $k = 30$ 的电阻率相近, 远大于 $k = 6$ 的样品电阻率。

表 1 不同成分不同 FeNi 粉末粒度
对样品电阻率的影响

Table 1 Effect of composition
and FeNi powder particle
size on electrical resistivity of
DG alloy (Cu powder particle
size is $74\mu\text{m}$)

Cu content / %	$\rho / (\mu\Omega \cdot \text{cm})$			
	300~ 150 μm	150~ 100 μm	100~ 74 μm	< 74 μm
30	31.2	40.3	43.6	47.5
35	25.1	30.2	35.5	38.8
40	23.3	25.7	27.7	29.5

表 2 不同成分不同铜粉末粒度
对样品电阻率的影响

Table 2 Effect of composition
and Cu powder particle
size on electrical resistivity of
DG alloy (FeNi powder particle
size is $74\mu\text{m}$)

Cu content / %	$\rho / (\mu\Omega \cdot \text{cm})$		
	300~ 150 μm	150~ 100 μm	100~ 74 μm
30	25.1	26.7	28.4
35	22.0	24.1	26.5
40	18.9	21.5	23.5

3 分析与讨论

从图 1 及表 1、表 2 可知, Cu 含量增加, 样品的电阻率下降, 电导性能单调提高, 这是显而易见的。因为 Cu 有好的导电导热性能, 在本材料中, 起导电 (热) 作用, 所以 Cu 含量增加, 导电性能也提高, 这是符合复合材料性质相加规律的。

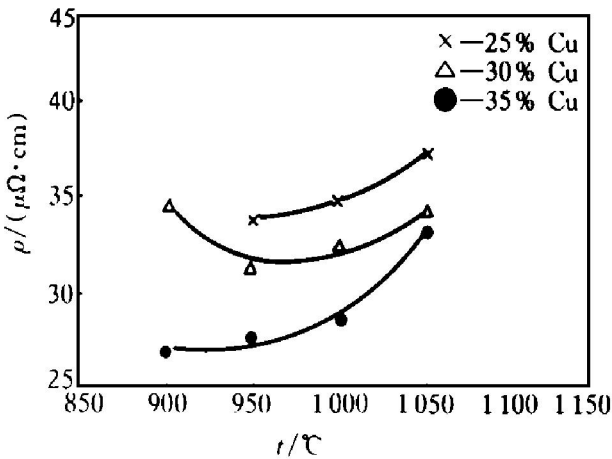


图 1 不同成分不同烧结温度下样品的电阻率
Fig. 1 Effect of compoition and
sinter temperature on electrical
resistivity of DG alloy

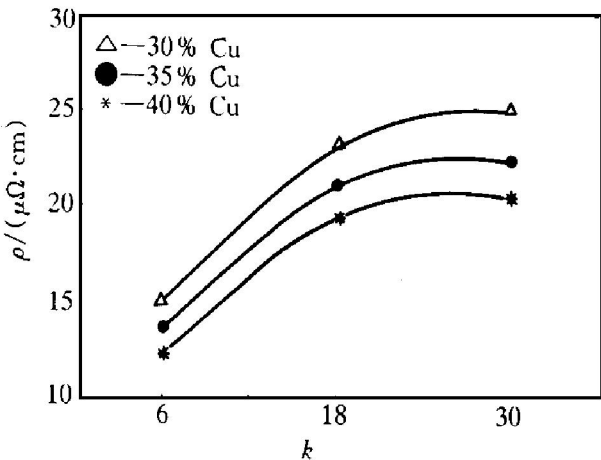


图 2 样品电阻率与纤维长径比的关系
Fig. 2 Effect of the ratio of length
to radius of Cu fiber on electrical
resistivity of DG alloy

由于本材料采用粉末冶金方法制备, 其烧结温度是一个重要因素, 其表现在于:

一方面,粉未经压型后靠机械啮合力而连在一起,颗粒之间因接触不好(如粉末界面之间的间隙与裂纹)而引起一定的电阻,在烧结温度低的情况下,FeNi 与 Cu 还没有充分反应,烧结不很理想,相与相之间接触不是很好,界面宏观缺陷较多,因界面接触不良而引起电阻较大;烧结温度升高,材料烧结更加充分,界面接触性能得到改善,界面宏观缺陷减少,接触电阻下降。但这种趋势随 Cu 含量的增加而减弱,这是由于 Cu 的熔点低, Cu 含量越高,烧结越易进行,颗粒之间连结更好,宏观缺陷越少,由接触不良引起的电阻增大的影响就越低。另一方面,FeNi 与 Cu 可形成无限固溶体,在烧结过程中,不可避免产生 Fe, Ni, Cu 原子的相互扩散, Cu 向 FeNi 中扩散破坏 FeNi 的“因瓦”效应, Fe, Ni 原子向 Cu 中扩散,形成 Cu-Fe-Ni 固溶体,显著增加 Cu 的电阻率,当 Cu 中含有 5% Fe 时, Cu 的电阻率可从 $1.7\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 增加到 $10\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 。因而,从相扩散方面说,温度越高,互扩散越严重,材料的电阻率应越高。实际上,材料电阻率是由这两方面共同决定的,并且这两方面的作用与 Cu 含量密切相关。对于含 Cu 35% 材料,铜含量高,易于烧结,界面反应明显,相之间接触联结较好,由接触不良引起的电阻较小,材料电阻主要由扩散作用决定,温度升高,扩散加剧,电阻率上升。对于含 Cu 30% 以下的材料, Cu 含量较少,通过烧结使材料联结较好时所需温度要高, $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下,界面反应弱,烧结不理想,接触电阻起决定作用;而在 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上,则电阻由相互扩散而增加的电阻所决定,因此表现为随着烧结温度的升高,电阻先下降,超过 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,电阻由于扩散作用而上升。

粉末粒度对材料电阻率的影响,首先在于粉末粒度不同,两种粉末互相扩散的程度不同,粉末尺寸越小,粉末之间越易扩散, Cu 相电阻率的增加就越多,导电性能越差。如表 3 所示,在 FeNi 粒度固定情况下,采用 SEM 能谱分析所得的不同粒度 Cu 粉末内部 Fe, Ni, Cu 的含量。同理 Cu 粉末粒度固定 FeNi 粒度

变化的情况下亦然。另外,粉末尺寸越小,界面越多,界面附加的电阻亦越多,也越促进扩散。其次,如果某种粉末尺寸越小,那么其比表面积则会越大,在压制和烧结过程中,这种粉末就越容易靠近,联系而形成网络。Cu 粉末粒度固定的情况下, FeNi 粉末尺寸较大时形成 Cu 网络,有利于电导性能, FeNi 尺寸较小时却形成 FeNi 网络,不利于电导性能,因此从二方面来说粉末 Cu 粒度固定, FeNi 粉末尺寸越大,材料电阻率越小,电导性能越好。对于不同粒度的 Cu 粉末、Cu 颗粒在轧制过程中将沿轧向伸长, Cu 颗粒尺寸越大,伸长越多,长径比越大。相对来说,比表面积将会超过小颗粒 Cu 粉末轧制后的比表面积,网络的差别不会太远,这与 Cu 粉末粒度固定, FeNi 粒度变化的材料轧制后不同,在那种情况下, Cu 颗粒伸长量相似不会较大改变原来形成网络的特点。因此,网络对电阻率影响较小,主要受扩散和界面多少影响;因此,在 FeNi 固定情况下, Cu 粉末尺寸越大,材料电阻率越小。

表 3 FeNi 为 $74\mu\text{m}$, 不同粒度下 Cu 粉末内部 Fe, Ni, Cu 的含量(in mass, %)

Table 3 FeNi powder particle size $74\mu\text{m}$, Fe, Ni, Cu content in Cu powder with different particle size

Element	Powder particle size/ μm					
	300~ 150		150~ 100		100~ 74	
	- 2	- 3	- 2	- 3	- 2	- 3
Fe	3. 85	3. 14	5. 76	4. 11	5. 88	5. 06
Ni	3. 11	2. 10	5. 43	3. 86	5. 47	4. 47
Cu	93. 03	94. 76	88. 81	92. 04	88. 65	90. 47

- 2, - 3 denote the distance between Cu particles and FeNi particles

新开发的短 Cu 纤维 DG 合金,其表现为长径比越大,电阻率越大,其原因也是由扩散和界面多少来决定。对于 $k = 6$ 的 Cu 纤维,直径为 $k = 18, k = 30$ 的 Cu 纤维直径的 3.8 倍, Fe, Ni, Cu 扩散不易进行,材料中各界面亦少,所以电阻率较小;对于 $k = 18$ 和 $k = 30$ 的

纤维, Cu 纤维较细, 烧结时扩散较严重, 电阻率较高, 同时, Cu 纤维 $k = 18$, $k = 30$ 直径相同, 电阻率相差不远, 且远大于 $k = 6$ 的材料, 但由于 $k = 30$ 的材料相界面多, 扩散亦稍易(界面多, 接触多所致), 所以电阻率应稍高。虽然对于一般纤维, 应是长径比越大, 越易形成纤维网络, 但在本实验中, 实际纤维长度接近, 同时在轧制过程中, 纤维沿轧制方向排列, 粗纤维易伸长, 所以实际上 Cu 网络的特点接近。

4 结论

(1) 研究了低膨胀高导热复合材料 DG 合金电性能的影响因素——Cu 含量, 烧结温度, 粉末粒度, Cu 纤维长径比。

(2) Cu 含量增加, DG 合金电阻率下降, 导电性能提高。

(3) 烧结温度对 DG 合金导电性能的影响与 FeNi 与 Cu 之间互相扩散以及烧结过程中 FeNi 与 Cu 结合等因素有关。

(4) FeNi 粉末粒度固定, Cu 粉末尺寸减小, 短 Cu 纤维长径比增加, DG 合金材料电阻

率增加; Cu 粉末粒度固定, FeNi 粉末尺寸减小, 材料电阻率亦增加。

REFERENCES

- 1 Zweben Carl. JOM, 1992, 44(7): 15.
- 2 Zhang Yingjiu(张迎九), Whang Zifa(王志法), Jiang Guosheng(姜国圣) *et al.* Material Review (材料导报), 1997, 11(3): 52.
- 3 Geiger A L and Jackson M. Adv Mater Proc, 1989, 136(1): 23.
- 4 Johnson J L and German R M. Int J Powder Metall, 1994, 30(1): 91.
- 5 Ma Huijun(马慧君) and Duan Yunlei(段云雷). Electronics Process Technology (电子工艺技术), 1993, (4): 2.
- 6 Shaw-kline L J and German R M. Int J Powder Metall, 1988, 24(1): 39.
- 7 Wang Zifa(王志法), Jiang Guosheng(姜国圣), Zhang Yingjiu(张迎九) *et al.* Power Electronics (电子电力技术), 1997, 31(3): 88.
- 8 Zhang Yingjiu(张迎九), Wang Zifa(王志法), Jiang Guosheng(姜国圣) *et al.* The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1997, 7(3): 144.

FACTORS AFFECTING DG ALLOYS ELECTRICAL RESISTIVITY

Jiang Guosheng, Wang Zifa, Zhang Yingjiu, Xu Zheng, Liu Fang and Zhao Xiaoming

Department of Materials Science and Engineering,

Central South University of Technology, Changsha 410083, P. R. China

ABSTRACT DG alloy, which is a new kind of composites composed of FeNi and Cu and used for power semiconductor support materials, was made by powder metallurgy. Many factors affecting DG alloy electrical resistivity including Cu content, sintering temperature, the practical size of FeNi powder and Cu powder, the ratio of length to radius of Cu fiber, were studied. The experimental results showed that the change of electrical resistivity of DG composites is mainly relevant to the distribution and the diffusion of FeNi phase and Cu phase as well as Cu content.

Key words DG alloy composites electrical property diffusion

(编辑 朱忠国)