



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0025624

(51)<sup>7</sup> C22C 9/00; C22C 9/10; C22F 1/08;  
C22C 9/06

(13) B

(21) 1-2013-03382

(22) 28/10/2013

(30) 10-2012-0126595 09/11/2012 KR

(45) 25/09/2020 390

(43) 26/05/2014 314A

(73) POONGSAN CORPORATION (KR)

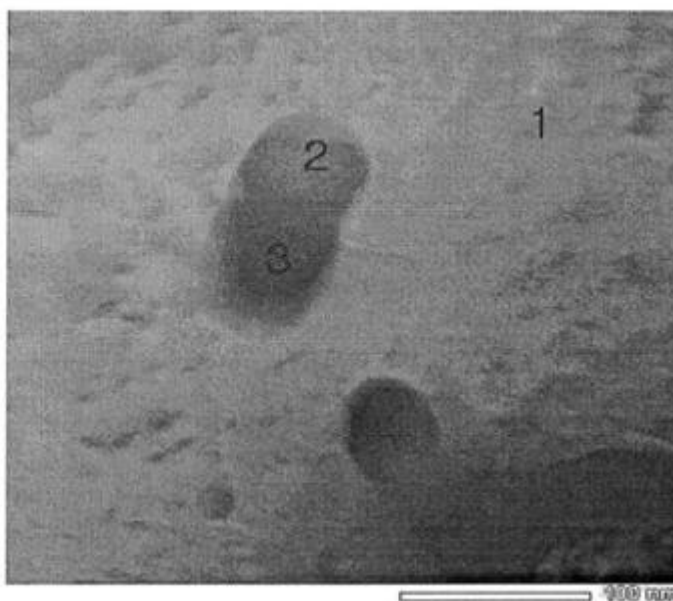
Poongsan Bldg., 23, Chungjeong-ro, Seodaemun-gu, Seoul 120-013 Republic of Korea

(72) PARK, Cheol Min (KR); HWANG, In Youb (KR).

(74) Công ty TNHH Đại Tín và Liên Danh (DAITIN AND ASSOCIATES CO.,LTD)

(54) VẬT LIỆU HỢP KIM ĐỒNG DÙNG CHO LINH KIỆN ĐIỆN VÀ ĐIỆN TỬ VÀ PHƯƠNG PHÁP SẢN XUẤT VẬT LIỆU NÀY

(57) Sáng chế đề xuất vật liệu hợp kim đồng dùng cho linh kiện điện và điện tử và phương pháp sản xuất vật liệu này. Cụ thể là, vật liệu hợp kim đồng với đặc tính bền cơ học cao, độ dẫn điện cao, và độ ổn định nhiệt cao là loại vật liệu dùng cho truyền dẫn thông tin và nối điện của các linh kiện kết nối hoặc các linh kiện tương tự dùng cho thiết bị gia dụng và xe ô tô, gồm cả các khung chì khắc cho linh kiện bán dẫn và phương pháp sản xuất vật liệu này.



### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến vật liệu hợp kim đồng dùng cho linh kiện điện và điện tử và phương pháp sản xuất vật liệu đó, cụ thể hơn là đề cập đến vật liệu hợp kim đồng với các đặc tính bền cơ học cao, độ dẫn điện cao, và khả năng chịu nhiệt cao như vật liệu dùng trong dẫn truyền thông tin và dẫn điện của linh kiện kết nối hoặc các linh kiện tương tự trong thiết bị gia dụng và ô tô, bao gồm cả khung chì khắc cho linh kiện bán dẫn và phương pháp sản xuất vật liệu đó.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Thông thường, vật liệu dùng cho linh kiện điện/điện tử như khung chì khắc cho linh kiện bán dẫn, linh kiện kết nối, và các loại linh kiện tương tự chủ yếu được sử dụng là vật liệu hợp kim đồng (Cu) dạng rắn kết tủa. Trong các loại vật liệu hợp kim đồng, vật liệu hợp kim đồng khung Corson (Cu-Ni-Si) có độ bền cao và độ dẫn điện tốt, do đó được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau, tuy nhiên vật liệu này đòi hỏi sự kiểm soát rất nghiêm ngặt các tạp chất (cụ thể là ở tỉ lệ 300 đến 500 phần triệu) để đạt được độ dẫn điện cao.

Cu đã được biết đến là một chất dẫn điện tốt và đã được sử dụng rộng rãi từ thời cổ đại. Tuy nhiên, Cu nguyên chất có độ bền kém, do đó không phù hợp để sử dụng làm linh kiện đòi hỏi độ bền cao. Vì vậy, nghiên cứu vật liệu có độ bền cao thông qua chế tạo hợp kim bằng cách bổ sung các nguyên tố hợp kim khác nhau vào Cu đã được thực hiện ở nhiều nước như Hoa Kỳ, Nhật Bản, v.v..

Tuy nhiên, vật liệu hợp kim đồng như đồng thau hoặc đồng thiếc thông thường được chế tạo thông qua kỹ thuật tăng cường độ bền dung dịch rắn hoặc độ cứng kỹ thuật sử dụng các nguyên tố hợp kim có thể có độ bền cao hơn Cu nguyên chất, do bổ sung các nguyên tố hợp kim, nhưng có độ dẫn điện thấp hơn đáng kể so với Cu nguyên chất. Do đó, các loại vật liệu hợp kim đồng như vậy không phù hợp để sử dụng làm vật liệu

chế tạo linh kiện điện/điện tử đòi hỏi cả độ bền và độ dẫn điện cao, như là các bóng bán dẫn, khung chì khắc của mạch tích hợp, các phụ kiện điện và các linh kiện tương tự.

Vật liệu hợp kim đồng khung Corson dạng rắn kết tủa đã được phát triển cho đến nay, Ni và Si có mặt trong đó với một tỉ lệ nhất định là những nguyên tố chính tạo ra độ rắn kết tủa.

Thông thường, để tăng cường độ bền trong giới hạn giảm đến mức tối thiểu các yếu tố làm giảm tính dẫn điện, người ta đã cố gắng bổ sung một lượng rất nhỏ các nguyên tố hợp kim như magie (Mg), sắt (Fe), phospho (P), thiếc (Sn), coban (Co), Crom (Cr), mangan (Mn), kẽm (Zn), titan (Ti), và các nguyên tố khác, ngoài ra còn có Ni và Si. Trong số các nguyên tố hợp kim, Mg làm giảm một phần nhỏ độ dẫn điện và tạo ra hiệu quả tăng cường độ bền dung dịch rắn xuất sắc, hiệu quả làm giảm độ kéo giãn tốt, và độ ổn định nhiệt cao khi sản xuất khung chì khắc, do đó đã được ứng dụng và sử dụng làm nguyên tố hợp kim chính. Tuy nhiên, trong hoạt động thực tế, đặc tính bị oxy hóa mạnh của Mg gây ra tình trạng tạo thành oxit và làm giảm độ lỏng của kim loại nóng chảy trong khi đúc, và các vấn đề khác như xuất hiện các khuyết tật bề mặt hoặc các vết gợn sâu của phôi và sản phẩm cán của phôi có chứa oxit hoặc sự tạo thành các vi lỗ trong phôi xảy ra trong thực tế, và hiện tượng nứt bề mặt xảy ra trong quá trình cán nóng và khuyết tật bề mặt xảy ra khi tạo dải thông qua cán nguội. Ngoài ra, các nguyên tố hợp kim như P, Sn, Mn và Ti có hiệu quả tăng cường độ bền dung dịch rắn xuất sắc, nhưng làm giảm đáng kể độ dẫn điện của vật liệu hợp kim đồng được chế tạo ngay cả khi các nguyên tố hợp kim được bổ sung với một lượng nhỏ, do đó, cần phải sử dụng một lượng rất nhỏ các nguyên tố hợp kim này mặc dù các nguyên tố hợp kim này là những nguyên tố hợp kim chính.

Nhằm giải quyết những vấn đề còn tồn tại nêu trên, sáng chế đã được thực hiện, trong đó kích thước của chất kết tủa có thể được kiểm soát bằng cách tối ưu hóa Ni, Si, và những nguyên tố hợp kim bổ sung khác để đảm bảo chất lượng của vật liệu và khi các nguyên tố hợp kim khác được bổ sung, tỉ lệ thành phần của nó được điều chỉnh phù hợp với mức độ giảm độ dẫn điện, trong đó các đặc tính của hợp kim được tăng cường. Tuy nhiên, tổng lượng các nguyên tố tạp chất, các nguyên tố có thể làm giảm đáng kể độ dẫn

điện khi được bổ sung, như Ti, Co, Fe, As (asen), Mn, Ge (germani), Cr, Nb (niobi), Sb (antimon), Al (nhôm), Sn và một số nguyên tố khác, vẫn phải được giới hạn nghiêm ngặt (xem patent Hàn Quốc số 10-0679913, 10-0403187, và 10-0674396).

Tiếp tục với phần mô tả ở trên, sự làm giảm độ dẫn điện do sự bổ sung các nguyên tố hợp kim vào Cu đã được làm rõ trong tài liệu tham khảo (xem: Niedriglegierte Kupferlegierungen, Deutsche Kupfer Institut, trang 22). Cụ thể là, tài liệu tham khảo làm rõ các nguyên tố hợp kim như Ag (bạc), O (oxy), Zn, và một số nguyên tố khác làm giảm tương đối ít độ dẫn điện theo lượng được bổ sung, trong khi các nguyên tố hợp kim như Ti, Co, Fe, Mn, Ge, Cr, Nb, Sb, Al, Sn, và một số nguyên tố khác làm giảm đáng kể tính dẫn điện.

Trong lĩnh vực kỹ thuật có liên quan, việc đưa P vào hợp kim Cu chủ yếu dẫn đến hiệu quả làm giảm sự oxy hóa và cũng cho phép độ lỏng của kim loại nóng chảy được bảo toàn, theo đó khả năng đúc được nâng cao. Ngoài ra, đồng nguyên chất được sử dụng với một lượng nhỏ để ngăn chặn hydro tạo ra tính giòn.

Đồng được khử bằng phospho, đã được sử dụng rộng rãi trong công nghiệp, là quá trình hợp kim Cu được sản xuất bằng cách đồng nguyên chất được khử với P để làm giảm thiểu sự có mặt của oxy trong đồng và một dư lượng cho phép của P từ 200 đến 500 phần triệu, và độ dẫn điện bị giảm 80-85% so với đồng nguyên chất. Ngoài ra, trong trường hợp này, khi có mặt các nguyên tố hợp kim khác dưới dạng tạp chất, độ dẫn điện của hợp kim Cu bị giảm rất nhiều. Cụ thể, khi một nguyên tố như Ti hoặc Co có mặt chỉ với lượng 100 phần triệu thì độ dẫn điện của hợp kim Cu bị giảm đáng kể.

Trong khi có nhiều tài liệu báo cáo về hiệu quả của việc bổ sung phospho trong hợp kim đồng khung Corson (Cu-Ni-Si) dạng rắn kết tủa, nhưng tất cả các tài liệu đó chỉ mô tả hiệu quả bổ sung phospho thông qua kết tủa dưới dạng các hợp chất liên kim với các thành phần chính. Nghĩa là, Ni kết hợp với P để tạo thành  $\text{Ni}_3\text{P}$  hoặc  $\text{Ni}_5\text{P}_2$  và Fe kết hợp với P để tạo thành  $\text{Fe}_3\text{P}$  hoặc các dạng tương tự do đó các hợp chất đóng vai trò quan trọng trong việc làm tăng độ bền và độ dẫn điện của hợp kim Cu được tạo thành (patent Hàn Quốc số 10-0018127), và P kết hợp với Mg để tạo thành hợp chất dưới dạng

Mg<sub>3</sub>P<sub>2</sub> hoặc MgP<sub>4</sub>, theo đó hợp chất này đóng vai trò nâng cao hiệu quả tăng cường độ bền và làm tăng sự ổn định nhiệt trong quá trình đúc các mạch tích hợp của khung chì khắc cho linh kiện bán dẫn (patent Hàn Quốc số 10-0082046).

Tuy nhiên, chưa có tài liệu nào được báo cáo về việc bổ sung P làm chất kết tủa trung gian giữa các nguyên tố hợp kim và các tạp chất kim loại chuyển tiếp để tạo thành hợp chất liên kim thứ ba, theo đó sự giảm độ dẫn điện do các tạp chất kim loại chuyển tiếp được hạn chế và độ dẫn điện được làm tăng lên.

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Theo đó, sáng chế đề xuất vật liệu hợp kim đồng dùng cho linh kiện điện và điện tử và phương pháp sản xuất vật liệu đó, trong đó khắc phục được một hay nhiều hạn chế và nhược điểm còn tồn tại trong lĩnh vực kỹ thuật liên quan.

Mục tiêu của sáng chế là đề xuất vật liệu hợp kim đồng dùng cho linh kiện điện và điện tử trong đó bao gồm thành phần tạp chất và có độ bền cao, độ ổn định nhiệt cao, độ dẫn điện cao và phương pháp sản xuất vật liệu đó.

Những ưu điểm, mục tiêu, và đặc tính khác của sáng chế sẽ được bộc lộ rõ qua phần mô tả sau đây và sẽ được hiểu rõ hơn bởi những người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật sau khi xem xét phần mô tả cũng như áp dụng từ thực tiễn của sáng chế. Những mục tiêu và ưu điểm khác của sáng chế có thể được thực hiện và đạt được từ cấu trúc được mô tả cụ thể, chi tiết qua phần mô tả và các yêu cầu bảo hộ cùng với các hình vẽ kèm theo trong bản mô tả này.

Để đạt được các mục tiêu, ưu điểm và phù hợp với mục đích của sáng chế, như được trình bày và mô tả một cách chi tiết dưới đây, vật liệu hợp kim đồng (Cu) dùng cho linh kiện điện và điện tử chứa 0,5-4,0% khối lượng niken (Ni), 0,1-1,0% khối lượng silic (Si), 0,02-0,2% khối lượng phospho (P), phần còn lại là Cu, và một phần tạp chất không thể tránh khỏi. Tạp chất không thể tránh khỏi có thể bao gồm ít nhất một kim loại chuyển tiếp được chọn từ nhóm bao gồm titan (Ti), coban (Co), sắt (Fe), mangan (Mn), crom (Cr), niobi (Nb), vanadi (V), zircon (Zr), và hafni (Hf), trong đó ít nhất một kim

loại chuyển tiếp kết hợp hóa học với khung Ni-Si-P kết tủa sử dụng P làm chất trung gian để tạo thành hợp chất dưới dạng Ni-Si-P-X (trong đó, X là kim loại chuyển tiếp). Tổng lượng tạp chất không thể tránh khỏi có thể trong khoảng 10% tổng lượng Ni và Si của vật liệu hợp kim Cu.

Vật liệu hợp kim Cu cũng có thể chứa 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn magie (Mg), 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn bạc (Ag), 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn kẽm (Zn), hoặc 0,8% khối lượng hoặc nhỏ hơn thiếc (Sn). Hạt kết tủa trong vật liệu hợp kim Cu có thể có kích thước 1  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.

Ở khía cạnh khác, phương pháp sản xuất vật liệu hợp kim Cu bao gồm các bước nhận được phôi thông qua việc làm tan chảy và đúc để có hỗn hợp của 0,5-4,0% khối lượng Ni, 0,1-1,0% khối lượng Si, 0,02-0,2% khối lượng P, thành phần chủ yếu còn lại là Cu, và một lượng các tạp chất không thể tránh khỏi; gia công nóng phôi ở nhiệt độ giữa 750 và 1050  $^{\circ}\text{C}$  và làm nguội bằng nước phôi gia công nóng; tiếp theo gia công nguội sản phẩm nhận được thông qua gia công nóng đến độ dày mong muốn, tôi ủ lặp đi lặp lại và làm nguội bằng không khí sản phẩm gia công nguội ở nhiệt độ giữa 300 và 600  $^{\circ}\text{C}$  trong 1-15 giờ; và liên tục xử lý nhiệt loại bỏ ứng lực sản phẩm nhận được thông qua gia công nguội ở nhiệt độ giữa 300-700  $^{\circ}\text{C}$  trong 10-600 giây. Trong quá trình nóng chảy, 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn Mg, 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn Ag, 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn Zn, hoặc 0,8% hoặc nhỏ hơn Sn có thể tiếp tục được bổ sung. Hạt kết tủa được tạo thành trong vật liệu hợp kim đồng được sản xuất sử dụng phương pháp sản xuất đã được mô tả ở trên có thể có kích thước 1  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.

Như đã được đề cập ở trên, sáng chế đề xuất vật liệu hợp kim Cu cho linh kiện điện và điện tử trong đó các tạp chất được kiểm soát một cách hiệu quả và được tận dụng, do đó, độ bền, độ ổn định nhiệt, và độ dẫn điện cần thiết nhất cho linh kiện điện và điện tử được nâng cao đến mức tối đa và phương pháp sản xuất vật liệu đó.

Cần lưu ý rằng, cả phần mô tả khái quát trên đây và phần mô tả chi tiết sau đây của sáng chế chỉ là các ví dụ thực hiện và chỉ nhằm mục đích minh họa, và được định hướng nhằm đưa ra phần mô tả kỹ hơn của sáng chế dưới dạng các yêu cầu bảo hộ.

## Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Các hình kèm theo, được đưa vào nhằm mục đích minh họa giúp cho sáng chế có thể được hiểu rõ cùng kết hợp và là một phần của bản mô tả sáng chế, các hình vẽ kèm theo minh họa các phương án thực hiện sáng chế và cùng với phần mô tả giải thích rõ nhất nguyên tắc của sáng chế. Trong các hình:

Fig.1A là ảnh chụp bằng kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM - transmission electron microscope) minh họa một mẫu dạng dải băng được sản xuất từ vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế được sản xuất theo tỉ lệ thành phần số 3 được minh họa trên bảng 2 (Cu-3,0 Ni-0,7 Si-0,05 P-0,3 Mn);

Các Fig từ 1B đến 1E lần lượt minh họa các đỉnh phân tích quang phổ phân tán năng lượng (EDS - energy dispersive spectroscopy) của các điểm từ 1 đến 4 tương ứng được minh họa trên Fig.1A;

Fig.2A là ảnh chụp bằng kính hiển vi điện tử truyền qua minh họa một mẫu dạng dải băng được tạo thành từ vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế được sản xuất theo tỉ lệ thành phần số 12 được minh họa trên bảng 2 (Cu-3,0 Ni-0,7 Si-0,05 P-0,3 Fe); và

Các Fig.2B và 2C lần lượt minh họa các đỉnh phân tích quang phổ phân tán năng lượng của các điểm 1 và 2 tương ứng được minh họa trên Fig.2A.

## Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế sẽ được mô tả rõ hơn với các phương án thực hiện ưu tiên, các ví dụ của các phương án thực hiện ưu tiên sẽ được minh họa cùng với các hình kèm theo. Các số tham chiếu giống nhau sẽ được sử dụng để đánh số cho các phần giống nhau ở tất cả các hình.

### Vật liệu hợp kim đồng (Cu) theo sáng chế

Sáng chế đề xuất loại vật liệu hợp kim Cu cho linh kiện điện và điện tử, trong đó các tạp chất ảnh hưởng xấu đến độ dẫn điện của vật liệu được kiểm soát một cách hiệu quả.

Vật liệu hợp kim Cu cho linh kiện điện và điện tử có chứa 0,5-4,0% khối lượng niken (Ni), 0,1-1,0% khối lượng silic (Si), 0,02-0,2% khối lượng phospho (P), thành phần chủ yếu còn lại là Cu, và một ít tạp chất không thể tránh khỏi, trong đó các tạp chất không thể tránh khỏi gồm ít nhất một kim loại chuyển tiếp được chọn từ nhóm bao gồm titan (Ti), coban (Co), sắt (Fe), mangan (Mn), crom (Cr), niobi (Nb), vanadi (V), ziricon (Zr), và hafni (Hf). Tổng lượng các tạp chất nằm trong khoảng 10% tổng lượng Ni và Si. Vật liệu hợp kim Cu gồm một hợp chất ở dạng Ni-Si-P-X, trong đó X là tạp chất.

#### (1) Ni và Si

Để đạt được các đặc tính mong muốn của sáng chế, lượng Ni được bổ sung từ 0,5-4,0% khối lượng so với vật liệu hợp kim Cu nhận được cuối cùng. Khi lượng Ni nhỏ hơn 0,5% khối lượng so với vật liệu hợp kim Cu nhận được cuối cùng sẽ không đạt được độ bền cần thiết để sử dụng làm khung chì khắc cho linh kiện bán dẫn và linh kiện kết nối. Mặt khác, khi lượng Ni vượt quá 4,0% khối lượng, hợp chất Ni-Si dạng hạt thô trong phôi sẽ được tạo thành qua phản ứng với các tạp chất khác do đó các khuyết tật dưới dạng các vết nứt xảy ra do sự khác biệt về độ dẻo giữa hợp chất Ni-Si dạng hạt thô với cấu trúc nền trong quá trình cán nóng.

Si nhìn chung có thể có trong vật liệu hợp kim Cu với một lượng theo tỉ lệ Ni:Si là 5:1 đến 4:1, và vật liệu hợp kim Cu chứa 0,1-1,0% khối lượng Si. Khi lượng Si quá nhỏ, hạt kết tủa mong muốn có thể chưa được tạo thành đủ. Mặt khác, khi lượng Si quá lớn, Si có thể có ảnh hưởng xấu trong quá trình tạo thành hạt kết tủa thô, quá trình cán nóng và có ảnh hưởng lớn đến quá trình tạo hình.

Khi vật liệu hợp kim Cu được đưa vào để xử lý làm già, Ni và Si tạo thành hạt kết tủa dạng khung Ni-Si, chủ yếu là kết tủa  $\text{Ni}_2\text{Si}$  cỡ micromet, nó là cơ cấu chính tăng cường độ bền, do đó độ bền và độ dẫn điện của chất nền được nâng cao đáng kể.

## (2) P

P là yếu tố thiết yếu đóng vai trò là một chất khử oxit và tăng cường sự kết tủa, được đưa vào bằng 5% khối lượng hoặc hơn so với hợp kim ở dạng P-Cu khi nóng chảy để tạo thành kết tủa ổn định ở dạng  $\text{Ni}_3\text{P}$  trong suốt quá trình làm già (Xem Journal of Materials Science, vol 21. 1986. pp. 1357-1362). Ngoài ra, P tạo thành hợp chất dưới dạng  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ,  $\text{Mg}_3\text{P}_2$ , hoặc  $\text{MgP}_4$ , góp phần nâng cao hiệu quả tăng độ bền (xem sáng chế Hàn Quốc số 10-0082046-0000).

P nâng cao độ bền theo sự hình thành kết tủa dưới dạng  $\text{Ni}_3\text{P}$ ,  $\text{Ni}_5\text{P}_2$ ,  $\text{Fe}_3\text{P}$ ,  $\text{Mg}_3\text{P}_2$ , hoặc  $\text{MgP}_4$  và đóng vai trò là nguyên tố trung gian để kết hợp các nguyên tố trong tạp chất không thể tránh khỏi khác, cụ thể là các kim loại chuyển tiếp như coban (Co), sắt (Fe), mangan (Mn), crom (Cr), niobi (Nb), vanadi (V), ziricon (Zr), và hafni (Hf) (sau đây được gọi là các tạp chất khác). Các nguyên tố tạp chất khác được mô tả ở trên chắc chắn có mặt trong vật liệu hợp kim Cu theo độ tinh khiết của vật liệu như đồng phế liệu hoặc đồng điện phân được sử dụng làm nguyên liệu hợp kim. Do đó, P kết hợp hóa học khung kết tủa Ni-Si với các tạp chất khác để tạo thành hợp chất dưới dạng Ni-Si-P-X.

Theo đó, các tạp chất khác được kết tủa và được tách ra khỏi cấu trúc nền Cu, do vậy sự giảm độ dẫn điện do tạp chất có thể được giảm thiểu và hiệu quả tăng cường của hạt kết tủa đối với đặc tính bền có thể dự đoán được.

## (3) Tạp chất (Ti, Co, Fe, Mn, Cr, Nb, V, Zr, hoặc Hf)

Tạp chất được sử dụng trong sáng chế có thể có ít nhất một kim loại chuyển tiếp trong nhóm gồm Ti, Co, Fe, Mn, Cr, Nb, V, Zr, và Hf. Tạp chất được kết tủa dưới dạng Ni-Si-P-X (trong đó, X là tạp chất được mô tả ở trên) từ chất nền bởi liên kết năng lượng với P trong quá trình xử lý kết tủa.

Trong khi đó, điều kiện tiên quyết cho sự kết hợp tạp chất với khung kết tủa Ni-Si sử dụng P là một nguyên tố trung gian sao cho giá trị tuyệt đối năng lượng liên kết của tạp chất với P phải lớn hơn năng lượng liên kết của các nguyên tố hợp kim chính khác với P.

Lưu ý rằng, năng lượng liên kết của mỗi kim loại chuyển tiếp có trong vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế dưới dạng tạp chất cao hơn so với Ni, vốn là nguyên tố hợp kim chính, như được minh họa trên bảng 1 dưới đây (trích từ: tạp chí “liên kết trong kim loại” - Cohesion in metals, 1988, F.R. de Boer et al., nhà xuất bản North-Holl và vật lí). Do đó, khi lượng kim loại chuyển tiếp dưới dạng tạp chất nhỏ hơn nhiều so với nguyên tố hợp kim chính, sự kết tủa của các nguyên tố hợp kim chính có thể được hỗ trợ chứ không bị ngăn cản.

|                                               | Ti   | Co  | Fe  | Mn  | Cr  | Nb   | V    | Zr   | Hf   | Ni  |
|-----------------------------------------------|------|-----|-----|-----|-----|------|------|------|------|-----|
| Năng lượng liên kết với P $\Delta H$ (kJ/mol) | -162 | -63 | -70 | -95 | -85 | -148 | -117 | -204 | -189 | -61 |

\* Năng lượng liên kết  $Ni_2Si = -32$  kJ/mol

Ngoài ra, không ức chế sự kết tủa của hợp chất khung Ni-Si và được kết tủa dưới dạng phức chất, kim loại chuyển tiếp phải có mặt trong giới hạn mà nó không ức chế liên kết Ni-Si hoặc liên kết Ni-Si-P. Năng lượng liên kết giữa các nguyên tố cụ thể tỉ lệ thuận với lượng phân tử gam của mỗi nguyên tố và, cụ thể là, người ta đã phân tích rằng năng lượng liên kết Zr-P rất cao, là -204 kJ/mol, nhưng khi thành phần của mỗi nguyên tố nhỏ thì Ni-Si-P được tạo thành trước tiên, sau đó nguyên tố Zr trong chất nền liên kết với và tạo thành Ni-Si-P-Zr, thay vì tạo thành hạt kết tủa thứ ba thông qua sự kết hợp giữa Zr và P (xem phương trình 1 dưới đây, trích từ: tạp chí “liên kết trong kim loại” - Cohesion in metals, 1988, F.R. de Boer et al., nhà xuất bản North-Holl và vật lí). Vì vậy, khi  $\Delta H(Ni-Si-P) \gg \Delta H(X-P)$  (trong đó, X là kim loại chuyển tiếp đã được mô tả ở trên), hợp chất Ni-Si-P-X có thể được kết tủa ổn định, và các điều kiện thỏa mãn tương tự có thể có được qua việc phân tích so sánh từng năng lượng liên kết. Khi tổng lượng (lượng phân tử gam) kim loại chuyển tiếp dưới dạng tạp chất bằng 10% hoặc nhỏ hơn tổng lượng Ni và Si, sự kết tủa của hợp chất trên cơ sở Ni-Si không bị cản trở và có ảnh hưởng tích cực làm tăng cường độ bền và độ ổn định nhiệt.

Phương trình 1

$$\text{Năng lượng liên kết } X - P = \left( \frac{\text{khối lượng } (X)}{\text{khối lượng nguyên tử } (X)} + \frac{\text{khối lượng } (P)}{\text{khối lượng nguyên tử } (P)} \right) x H_{(X-P)}^M$$

Như vậy, tổng lượng tạp chất trong khoảng 10% tổng lượng Ni và Si.

Kích thước (đường kính tối đa của hạt) của hạt kết tủa được tạo thành không quá 1  $\mu\text{m}$ . Khi kích thước (đường kính tối đa của hạt) của hạt kết tủa được tạo thành vượt quá 1  $\mu\text{m}$ , nó có thể ảnh hưởng xấu đến khả năng tạo hình và uốn cong của vật liệu.

### (3) Mg

Vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế cũng có thể chứa Mg, trong hợp kim Cu-Ni-Si-P, Mg tạo thành hợp chất dưới dạng  $\text{Mg}_2\text{Si}$ ,  $\text{Mg}_3\text{P}_2$  hoặc  $\text{MgP}_4$  do đó tạo ra hiệu quả tăng cường độ bền cao hơn, và Si và P được loại bỏ khỏi chất nền hợp kim Cu, theo đó độ ổn định nhiệt của lớp mạ Si được mạ trên bề mặt của chất nền hợp kim Cu được nâng cao đáng kể. Tuy nhiên, khi Mg được bổ sung quá nhiều thì độ dẫn điện và độ dẻo bị làm giảm. Do đó, lượng Mg trong vật liệu hợp kim Cu có thể là 0,3% khối lượng hoặc thấp hơn.

### (4) Ag

Vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế còn có thể chứa Ag. Khi lượng Ag trong vật liệu hợp kim Cu bằng 0,3% khối lượng hoặc nhỏ hơn, độ bền và đặc tính kháng nhiệt được nâng cao mà không làm giảm độ dẫn điện.

### (5) Zn

Vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế còn có thể chứa Zn. Khi lượng Zn trong vật liệu hợp kim Cu bằng 1,0% khối lượng hoặc nhỏ hơn, độ dẫn điện có thể bị giảm không đáng kể và hiệu quả tăng cường độ bền dung dịch rắn là điều có thể dự đoán được.

### (6) Sn

Sn là nguyên tố có tốc độ khuếch tán rất chậm trong chất nền Cu và khi một lượng lớn Sn được bổ sung, hiện tượng phân tách Sn có thể xảy ra. Tuy nhiên, khi lượng Sn trong vật liệu hợp kim Cu bằng 0,8% khối lượng hoặc nhỏ hơn, sự gia tăng kết tủa bị ngăn cản do đó độ bền vật liệu được nâng cao.

#### (7) O và S

Trong vật liệu hợp kim Cu, O và S có trong Cu điện phân với một lượng lớn hoặc có dưới dạng hơi ẩm trên bề mặt của đồng phế liệu và dưới dạng dầu sau khi cán. Các thành phần này được loại bỏ đáng kể thông qua quá trình khử oxy, nhưng việc loại bỏ hoàn toàn là rất khó khăn. Thông thường, sự oxy hóa Mg được biết là có thể được ngăn chặn khi lượng oxy bằng 15 phần triệu hoặc nhỏ hơn (xem patent Nhật Bản số HEI 5-59468). Tuy nhiên, theo sáng chế, hợp chất ở dạng Ni-Si-P-X-O hoặc Ni-Si-P-X-S có thể được kết tủa bằng cách sử dụng P làm nguyên tố trung gian, do đó, các thành phần O và S có thể có trong đó với lượng 0,5% khối lượng hoặc nhỏ hơn tùy thuộc vào tổng lượng vật liệu hợp kim Cu. Khi lượng O và S nằm trong phạm vi đã được mô tả ở trên, vật liệu hợp kim Cu có thể được tạo thành nhẵn mịn dưới dạng kết tủa trong sản xuất do đặc tính cấu trúc của vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế.

#### Phương pháp sản xuất vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế

Phương pháp sản xuất vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế bao gồm các bước như sau:

nhận được phôi bằng cách làm nóng chảy và đúc các thành phần kim loại tương ứng theo tỉ lệ thành phần kim loại như đã được mô tả ở trên;

gia công nóng phôi ở nhiệt độ 750-1050 °C và làm nguội bằng nước phôi đã gia công nóng;

gia công nguội sản phẩm nhận được;

tôi và làm nguội bằng không khí lặp đi lặp lại nhiều lần sản phẩm gia công nguội ở nhiệt độ 300-600 °C trong 1-15 giờ; và

liên tục xử lý làm giảm ứng lực sản phẩm nhận được ở nhiệt độ 300-700 °C trong 10-600 giây.

Trong quá trình đúc, kim loại nóng chảy được tạo thành với tỉ lệ các thành phần của vật liệu hợp kim đồng dùng cho linh kiện điện và điện tử theo sáng chế. Theo đó, kim loại nóng chảy được tạo thành có thể chứa 0,5-4,0% khối lượng Ni, 0,1-1,0% khối lượng Si, 0,02-0,2% khối lượng P, thành phần chủ yếu còn lại là Cu, nguyên tố tăng cường độ bền dung dịch rắn với một lượng nhỏ để nâng cao độ bền, các tạp chất không thể tránh khỏi khác thông qua việc khử đồng phế liệu, đồng điện phân, hoặc các kim loại phế liệu đồng khác với độ tinh khiết thấp đã được mô tả ở trên trong phương pháp sản xuất. Các nguyên tố đã được mô tả trong phần mô tả vật liệu hợp kim Cu cho linh kiện điện và điện tử theo sáng chế sẽ được bỏ qua trong phần mô tả chi tiết.

Trong khi đó, hiệu quả có thể được làm tăng tối đa theo sự thay đổi cách thức bổ sung P. Theo sáng chế, khi cách thức bổ sung P vào kim loại nóng chảy, Cu, Ni, Si và bất kỳ Zn, Mg, Ag, hoặc sự kết hợp của chúng, dưới dạng các yếu tố tăng cường độ bền dung dịch rắn, có thể được đưa vào lò nóng chảy hoặc lò duy trì và bị nóng chảy hoàn toàn, Cu-P dưới dạng hợp kim chủ yếu (5% khối lượng P hoặc hơn) được bổ sung vào sau cùng, và sau đó việc xử lý nóng chảy có thể được thực hiện cho đến khi quá trình hóa cứng hoàn thành và lượng P lên đến 0,2% khối lượng.

Trong kỹ thuật có liên quan, P được bổ sung vào trong quá trình nóng chảy và việc đưa vào các nguyên liệu thô chủ yếu được thực hiện theo thứ tự giảm dần, phế liệu nóng chảy, Ni, và Cu, P khử oxy, bổ sung các nguyên tố hợp kim chính (Si, Ni, Sn, và một số nguyên tố khác), và cuối cùng là bổ sung nguyên tố hợp kim oxy hóa (Mg, Cr, hoặc nguyên tố tương tự). Tuy nhiên, theo thứ tự này, đồng phospho ở dạng hợp kim chính (Cu-P), như Cu-5% khối lượng P, Cu-10% khối lượng P, Cu-15% khối lượng P, hoặc Cu-30% khối lượng P được sử dụng do tính oxy hóa mạnh mẽ của P. Theo thứ tự đưa vào các nguyên liệu thô, trong lò nóng chảy cao tần và trung tần nói chung, thông

thường Ni có điểm nóng chảy cao và đồng điện phân hoặc đồng phế liệu dưới dạng nguyên liệu thô bị nóng chảy, và sau đó P được bổ sung vào để loại bỏ oxy còn lại trên bề mặt của đồng điện phân hoặc đồng phế liệu. Cách vận hành như vậy được thực hiện để giảm thiểu lượng oxy tồn dư trên bề mặt của đồng điện phân hoặc đồng phế liệu, để đảm bảo độ lỏng của kim loại nóng chảy, và ngăn chặn sự oxy hóa Mg, Cr, và một số nguyên tố khác vốn là những nguyên tố hợp kim oxy hóa mạnh. Trong quá trình nóng chảy, theo như mong muốn, sự oxy hóa bề mặt kim loại nóng chảy được giảm thiểu bằng cách sử dụng than hoạt tính hoặc một chất khử oxy thương mại (C-B-Al-Mg- v.v..) và vật liệu mạ kim loại nóng chảy (hợp chất hàn the như  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ). Trong phương án thực hiện khác, trong quá trình nóng chảy, theo như mong muốn, việc xử lý khử khí và xử lý triệt tiêu (bao gồm việc loại bỏ xỉ bề mặt, duy trì kim loại nóng chảy, và một số cách tương tự) có thể được thực hiện để ôxit và khí trong kim loại nóng chảy nổi lên trên bề mặt của kim loại nóng chảy, theo đó có thể nhận được kim loại nóng chảy tốt. Ngoài ra, còn có phương pháp bổ sung Ni sau khi đồng điện phân nóng chảy, nhưng phương pháp này cần nhiều thời gian để cung cấp đủ năng lượng vào lò để làm nóng chảy Ni có điểm nóng chảy cao, do đó không được sử dụng trong thực tế. Trong trường hợp này, bằng cách bổ sung P trước khi bổ sung tất cả các nguyên tố hợp kim khác, oxy tồn dư trong kim loại nóng chảy sẽ được loại bỏ và do vậy sự oxy hóa các nguyên liệu thô khác, như Si, Mg, Cr, Ti và Mn, có thể được ngăn chặn.

Trong khi đó, trong lò nóng chảy kiểu giếng cho quá trình đúc liên tục, kim loại Cu nóng chảy được đưa vào lò duy trì ở dạng có chứa một lượng tối thiểu oxy do đó một lượng nhất định đồng phospho (Cu-P) là hợp kim chính được bổ sung vào lò duy trì bằng cách sử dụng một máy rung trước khi bổ sung kim loại Cu nóng chảy vào lò duy trì, hoặc một lượng nhất định đồng phospho (Cu-P) là hợp kim chính được bổ sung vào máy phun kim loại nóng chảy thông qua một băng chuyền và được khuếch tán và được chứa trong kim loại nóng chảy trước khi kim loại nóng chảy được đưa vào thiết bị đúc.

Trong phương pháp sản xuất vật liệu hợp kim Cu cho linh kiện điện và điện tử theo sáng chế, quá trình nóng chảy được thực hiện, tiếp đó là bổ sung P sau khi các nguyên tố hợp kim oxy hóa nóng chảy (cụ thể là Mg, Cr, Mn, Ge, Nb, Al, và một số nguyên tố khác), theo đó các khuyết tật đúc gây ra bởi ôxit trước quá trình đúc được

giảm thiểu, và sự tạo thành kết tủa Ni-Si-P-X xảy ra trong quá trình xử lý kết tủa tiếp theo. Theo sáng chế, P có thể được bổ sung một vài lần theo ý muốn vào giữa quá trình sản xuất để khử oxy và đảm bảo độ lỏng của kim loại nóng chảy trong quá trình nóng chảy, nhưng để tối ưu hiệu quả bằng cách bổ sung P, cần thiết phải bổ sung P ít nhất một lần trong bước cuối cùng của quá trình nóng chảy. Cụ thể là, P có thể được bổ sung theo thứ tự sau: Cu nóng chảy ở nhiệt độ 1200 °C hoặc hơn → bổ sung một nửa lượng P tổng số được bổ sung để khử oxy (loại bỏ oxy) → bổ sung Ni và Si, là những nguyên tố làm cứng kết tủa → bổ sung nguyên tố tăng cường độ bền dung dịch rắn (Zn, Mg, Ag, hoặc Sn) → bổ sung một nửa lượng P tổng số còn lại để loại bỏ oxy còn lại và đóng vai trò là một chất trung gian để loại bỏ các tạp chất → đúc hoặc đúc liên tục.

Khi các nguyên tố hợp kim khác không được bổ sung, P thường được bổ sung bằng cách chia làm hai lần, do P oxy hóa mạnh, nên đây là phương pháp chung để khử oxy hiệu quả và điều chỉnh các thành phần, nhưng lượng P được bổ sung có thể thay đổi theo điều kiện gia công. Việc bổ sung P sau khi Cu nóng chảy đóng vai trò loại bỏ oxy có trong đồng điện phân hoặc đồng phế liệu, và việc bổ sung P sau khi Ni và Si nóng chảy đóng vai trò đảm bảo một lượng P dư, trong đó P kết hợp với O, S và một tạp chất (Ti, Co, Fe, Mn, Cr, Nb, V, Cd, Zr, Hf, hoặc sự kết hợp của chúng) chắc chắn có trong quá trình xử lý ở nhiệt độ 300-600 °C trong 1-15 giờ trong quá trình sản xuất để được kết tủa dưới dạng Ni-Si-P-X (O, S và tạp chất) và theo đó, sự giảm sút tính dẫn điện do tạp chất được ngăn chặn. Vấn đề này, như đã được mô tả ở trên, điều kiện tiên quyết là giá trị tuyệt đối năng lượng liên kết của tạp chất với P phải lớn hơn năng lượng liên kết của Ni-P, như được minh họa trên bảng 1 ở trên.

Tiếp theo, sản phẩm nhận được, cụ thể là phôi, được gia công nóng ở nhiệt độ 750-1050 °C trong 30 phút đến 10 giờ và được làm nguội bằng nước. Quá trình gia công nóng bao gồm cán nóng, ép nóng, đùn nóng, và gia công dẻo vật liệu hợp kim Cu bằng nhiệt, như làm biến dạng bằng cách sử dụng búa hoặc dụng cụ tương tự sau khi gia nhiệt và có thể được thực hiện một cách hợp lý bởi những người có kỹ năng trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật để thu được sản phẩm cuối cùng với các đặc tính cần thiết.

Sau đó, sản phẩm thu được tiếp tục được gia công nguội để tạo độ dày mong muốn. Về vấn đề này, khả năng gia công có thể được lựa chọn bởi những người có kỹ năng trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật phù hợp với độ dày của sản phẩm cuối cùng.

Tiếp theo, sản phẩm gia công nguội được ủ và làm nguội bằng không khí lặp đi lặp lại ở nhiệt độ 300-600 °C trong 1-15 giờ. Quá trình ủ và làm nguội bằng không khí có thể được thực hiện bởi số lần lặp lại, được lựa chọn bởi những người có kỹ năng trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật phù hợp với kiểu của sản phẩm cuối cùng và các đặc tính mong muốn.

Cuối cùng, sản phẩm thu được được đưa vào công đoạn gia công nguội cuối cùng, sau đó được xử lý làm giảm ứng lực ở nhiệt độ 300-700 °C trong 10-600 giây. Xử lý làm giảm ứng lực tức là quá trình ủ trong đó ứng lực tác động lên sản phẩm thu được thông qua các bước đã được mô tả ở trên trong suốt các bước được làm giảm bởi nhiệt.

Vật liệu hợp kim Cu cho linh kiện điện và điện tử được sản xuất bằng cách sử dụng phương pháp sản xuất đã được mô tả ở trên có độ bền cao, độ dẫn điện cao, và độ ổn định nhiệt cao. Có nghĩa là, mặc dù vật liệu hợp kim Cu dạng cứng kết tủa có chứa tạp chất dưới dạng kim loại chuyển tiếp, nhưng vật liệu hợp kim Cu dạng cứng kết tủa vẫn có độ dẫn điện cao, tức là 1-5%, độ bền kéo đứt lên đến 40 Mpa, và nhiệt độ kháng mềm lên đến 50 °C, khi so sánh với vật liệu hợp kim Cu với vật liệu đó không được bổ sung P. Hiệu quả như vậy đạt được khi kim loại chuyển tiếp có trong vật liệu hợp kim Cu dưới dạng tạp chất được kết tủa dưới dạng Ni-Si-P-X (trong đó X là tạp chất) bằng cách sử dụng P làm chất trung gian.

Tùy theo ý muốn, vật liệu hợp kim Cu có thể được sản xuất dưới dạng dải, thanh, và ống. Cụ thể hơn là, vật liệu hợp kim Cu có thể được sản xuất dưới dạng dải có độ dày 0,08-1,2 mm.

Do đó, vật liệu hợp kim Cu nhận được bằng cách sử dụng phương pháp sản xuất theo sáng chế có thể được sử dụng rộng rãi trong các ứng dụng điện và điện tử và, cụ thể là, có thể được ứng dụng để truyền tín hiệu và vật liệu nối điện cho linh kiện kết nối cho

khung chì khắc cho linh kiện bán dẫn và xe ô tô, thiết bị đầu cuối, rơ le, công tắc và các thiết bị tương tự.

### Mẫu

#### Sản xuất vật liệu hợp kim Cu theo mẫu và mẫu đối chứng

Để khẳng định sự thay đổi độ dẫn điện theo phương pháp bổ sung P, 5 kg đồng điện phân đã được làm nóng chảy trong nồi nấu kim loại than chì có đường kính trong là 100 mm sử dụng lò cảm ứng điện cao tần và 3,0% khối lượng Ni và 0,7% khối lượng Si đã được bổ sung và được làm nóng chảy trong đó. Để khẳng định hiệu quả tăng cường độ bền dung dịch rắn của nguyên tố hợp kim và nguyên tố hợp kim tạp chất, Mg, Zn, Mn, Ti, Cr, Fe, và một số nguyên tố khác, vốn có khả năng oxy hóa cao, đã được làm nóng chảy sau cùng với lượng 0,1-0,3% khối lượng. Thành phần và lượng của chúng được minh họa trên bảng 2 và bảng 3 dưới đây. Về vấn đề này, việc làm nóng chảy của mỗi nguyên tố hợp kim được thực hiện ở 1250 °C, và sau đó tất cả các nguyên tố hợp kim nóng chảy được đưa vào ở 1250 °C và được giữ trong 5-10 phút, và kim loại nóng chảy được bơm vào khuôn than chì, theo đó phôi được hoàn thành sản xuất có độ dày 30 mm và độ rộng 70 mm.

Để phôi nhận được tạo thành ở dạng dải, phôi được cán nóng ở 980 °C và được làm nguội bằng nước, bề mặt đối diện của phôi được bào sâu 0,3-0,6 mm để loại bỏ vảy ôxit, tiếp theo công đoạn cán nguội sẽ tạo độ dày 0,35 mm, xử lý kết tủa ở 460 °C trong 5 giờ, và loại bỏ màng ôxit trên bề mặt của sản phẩm nhận được, và các quá trình được lặp đi lặp lại. Sau công đoạn gia công nguội cuối cùng, độ dày của vật liệu hợp kim Cu vào khoảng 0,2 mm, và vật liệu hợp kim Cu được xử lý làm giảm ứng lực ở 550 °C trong 50 giây.

Bằng cách thay đổi thành phần như được minh họa trên bảng 2 dưới đây, các mẫu dạng dải theo sự thay đổi mẫu và mẫu đối chứng đã được sản xuất. Để đánh giá sự tương quan giữa P và sự có mặt của các tạp chất có ảnh hưởng đến dạng kết tủa, các đặc tính vật lý, và đặc tính dẫn điện, các mẫu dạng dải của các nhóm hợp kim khác nhau theo mẫu

và mẫu đối chứng đã được sản xuất bằng cách sử dụng hợp kim Cu-3,0 Ni-0,7 Si và hợp kim Cu-1,0 Ni-0,25 Si làm các sản phẩm đại diện.

Đặc tính cơ học và vật lý của các mẫu dạng dải được sản xuất đã được đánh giá như sau.

#### Mẫu thí nghiệm 1: Đo kích thước, thành phần và số lượng kết tủa

Một mặt cắt ngang theo phương vuông góc với phương cán của từng mẫu dạng dải đã được đưa vào để đánh bóng bề mặt phản chiếu bằng dung dịch với các hạt kim cương có đường kính cuối cùng là 0,05  $\mu\text{m}$  phân tán trong đó, một mẫu quan sát đã được chuẩn bị bằng cách khắc hóa chất hoặc sử dụng phương pháp sao mẫu và được quan sát qua kính hiển vi điện tử truyền qua (TEM) ở độ phóng đại 6.000 đến 100.000 lần, và các thành phần của kết tủa đã được khẳng định bởi quang phổ phân tán năng lượng (EDS). Kết quả quan sát kích thước của kết tủa được minh họa là kích thước ( $\mu\text{m}$ ) của kết tủa khung Ni-Si-P-X trên bảng 2 dưới đây.

#### Mẫu thí nghiệm 2: Đánh giá đặc tính cơ học và vật lý

##### 1) Độ dẫn điện

Điện trở được đo bằng cách sử dụng đầu dò 4 để giảm thiểu điện trở tiếp xúc, và một tỉ lệ phần trăm (% IACS - % International Annealed Copper Standard - phần trăm độ dẫn điện của đồng nóng chảy theo tiêu chuẩn Quốc tế) của độ dẫn điện với giá trị điện trở của đồng nguyên chất được xử lý nhiệt (điện trở suất: 1,77241  $\mu\Omega\text{cm}$ ) được minh họa trên bảng 2 và bảng 3 dưới đây.

##### 2) Độ cứng

Độ cứng được đo bằng máy đo độ cứng Vickers sử dụng KS B 0811:2003 (phương pháp thử nghiệm tiêu chuẩn). Kết quả được minh họa trên bảng 2 và bảng 3 dưới đây.

&lt;Bảng 2&gt;

| Số thứ tự | P (% khối lượng) | Các tạp chất (% khối lượng) | Kích thước hạt kết tủa Ni-Si-P-X ( $\mu\text{m}$ ) | Độ dẫn điện (%IACS) | Độ bền kéo đứt (MPa) | Độ cứng (Hv, 1 kg) | Nhiệt độ kháng mềm ( $^{\circ}\text{C}$ , giữ trong 30 phút.) | Ghi chú       |
|-----------|------------------|-----------------------------|----------------------------------------------------|---------------------|----------------------|--------------------|---------------------------------------------------------------|---------------|
| 1         | 0                | 0                           | < 1,5                                              | 48,9                | 710                  | 220                | 480                                                           | Mẫu đối chứng |
| 2         | 0                | 0,3 Mn                      | < 0,8                                              | 38,8                | 745                  | 239                | 500                                                           | Mẫu đối chứng |
| 3         | 0,05             | 0,3 Mn                      | < 0,8                                              | 40                  | 751                  | 247                | 550                                                           | Mẫu           |
| 4         | 0                | 0                           | < 1,0                                              | 48,9                | 710                  | 220                | 480                                                           | Mẫu đối chứng |
| 5         | 0                | 0,3 Ti                      | < 1,0                                              | 45                  | 730                  | 232                | 490                                                           | Mẫu đối chứng |
| 6         | 0,1              | 0,3 Ti                      | < 1,0                                              | 49                  | 770                  | 253                | 530                                                           | Mẫu           |
| 7         | 0                | 0                           | < 1,5                                              | 48,9                | 710                  | 220                | 480                                                           | Mẫu đối chứng |
| 8         | 0                | 0,3 Cr                      | < 1,0                                              | 45,2                | 750                  | 245                | 550                                                           | Mẫu đối chứng |
| 9         | 0,05             | 0,3 Cr                      | < 1,0                                              | 48,3                | 775                  | 255                | 590                                                           | Mẫu           |
| 10        | 0                | 0                           | < 1,5                                              | 48,9                | 710                  | 220                | 480                                                           | Mẫu đối chứng |
| 11        | 0                | 0,3 Fe                      | < 1,0                                              | 45,4                | 763                  | 246                | 520                                                           | Mẫu đối       |

|    |      |           |       |      |     |     |     |       |
|----|------|-----------|-------|------|-----|-----|-----|-------|
|    |      |           |       |      |     |     |     | chứng |
| 12 | 0,05 | 0,3<br>Fe | < 1,0 | 47,6 | 768 | 251 | 570 | Mẫu   |

\* hợp kim tham khảo Cu-3,0 Ni-0,7 Si

<Bảng 2>

| Số thứ tự | P (% khối lượng) | Các tạp chất (% khối lượng) | Kích thước hạt kết tủa Ni-Si-P-X (μm) | Độ dẫn điện (%IACS) | Độ bền kéo đứt (MPa) | Độ cứng (Hv, 1 kg) | Nhiệt độ kháng mềm (°C, giữ trong 30 phút.) | Ghi chú       |
|-----------|------------------|-----------------------------|---------------------------------------|---------------------|----------------------|--------------------|---------------------------------------------|---------------|
| 13        | 0                | 0                           | < 1,0                                 | 52,1                | 440                  | 135                | 350                                         | Mẫu đối chứng |
| 14        | 0                | 0,1 Mn                      | < 1,0                                 | 48,5                | 454                  | 140                | 360                                         | Mẫu đối chứng |
| 15        | 0,03             | 0,1 Mn                      | < 1,0                                 | 51,6                | 465                  | 146                | 370                                         | Mẫu           |
| 16        | 0                | 0                           | < 1,0                                 | 52,1                | 440                  | 135                | 350                                         | Mẫu đối chứng |
| 17        | 0                | 0,1 Ti                      | < 1,0                                 | 47,3                | 436                  | 131                | 330                                         | Mẫu đối chứng |
| 18        | 0,05             | 0,1 Ti                      | < 1,0                                 | 51,2                | 453                  | 140                | 350                                         | Mẫu           |
| 19        | 0                | 0                           | < 1,0                                 | 52,1                | 440                  | 135                | 350                                         | Mẫu đối chứng |
| 20        | 0                | 0,1 Cr                      | < 1,0                                 | 48                  | 467                  | 147                | 380                                         | Mẫu đối chứng |
| 21        | 0,03             | 0,1                         | < 1,0                                 | 52                  | 470                  | 151                | 390                                         | Mẫu           |

|    |      |           |       |      |     |     |     |                     |
|----|------|-----------|-------|------|-----|-----|-----|---------------------|
|    |      | Cr        |       |      |     |     |     |                     |
| 22 | 0    | 0         | < 1,0 | 52,1 | 440 | 135 | 350 | Mẫu<br>đối<br>chứng |
| 23 | 0    | 0,1<br>Cr | < 1,0 | 48   | 467 | 147 | 380 | Mẫu<br>đối<br>chứng |
| 24 | 0,05 | 0,1<br>Fe | < 1,0 | 53   | 475 | 156 | 380 | Mẫu                 |

\* hợp kim tham khảo Cu-1,0 Ni-0,25 Si

Kích thước của tất cả kết tủa khung Ni-Si-P-X theo sáng chế được minh họa trên bảng 2 và bảng 3 ở trên đều là 1,0  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.

Ngoài ra, hầu hết các đặc trưng quan trọng nhất của vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế là mặc dù vật liệu hợp kim Cu chứa tạp chất, nhưng vật liệu hợp kim Cu đã được nâng cao độ dẫn điện, độ bền kéo đứt và độ cứng bằng cách bổ sung P. Rõ ràng, thông qua kết quả so sánh của các số 1 đến 3 trên bảng 2 ở trên, số 2 được khẳng định rằng có độ dẫn điện thấp hơn số 1, do việc bổ sung Mn dưới dạng tạp chất. Tuy nhiên, từ kết quả được chỉ ra trên bảng 2, có thể khẳng định được rằng, khi 0,05% khối lượng P được bổ sung vào các thành phần của số 2, thì vật liệu hợp kim Cu đã được tăng cường độ dẫn điện, độ bền kéo đứt và độ cứng. Kết quả như vậy là trái ngược với những hiểu biết về sự thay đổi do bổ sung P vào hợp kim Cu.

Từ kết quả được chỉ ra trên bảng 2 và bảng 3 ở trên, có thể khẳng định được rằng vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế đã được làm tăng độ dẫn điện, cụ thể là xấp xỉ 2-4% IACS, mặc dù vật liệu hợp kim Cu có chứa các tạp chất và P, và cũng cho thấy rằng nó đã được làm tăng độ bền kéo đứt và độ cứng so với vật liệu hợp kim Cu mà không được bổ sung tạp chất và P. Các đặc tính như vậy cho thấy một thực tế rằng P của hợp kim trên cơ sở Ni-Si-P-X đóng vai trò là một chất trung gian cho sự tạo thành kết tủa tạp chất và các nguyên tố hợp kim do sự kết hợp của các tạp chất trong chất nền với các nguyên tố hợp kim.

Vì vậy, P kết hợp kết tủa Ni-Si có vai trò nâng cao độ bền và độ kháng mềm với các tạp chất và do đó việc nâng cao độ bền phân tán trong vật liệu hợp kim Cu được thực hiện dễ dàng hơn, theo đó vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế có nhiệt độ kháng mềm cao hơn vật liệu hợp kim Cu không được bổ sung P, và dẫn đến làm tăng độ kháng nhiệt.

Ngoài ra, do gia nguyên liệu thô, khi hợp kim khung Corson được sản xuất, sẽ không có khó khăn trong việc làm giảm thiểu sự làm giảm tính dẫn điện và nâng cao độ bền kéo đứt và độ kháng mềm mà không cần sự kiểm soát nghiêm ngặt các nguyên liệu thô, do việc bổ sung P, do đó, các nguyên liệu thô (bao gồm cả phế liệu) chứa một lượng tương đối lớn tạp chất có thể được sử dụng, điều đó dẫn đến làm giảm giá thành nguyên liệu thô.

Kết quả phân tích TEM được thực hiện để kiểm tra kích thước và kiểu của kết tủa trên cơ sở Ni-Si-P-X trong vật liệu hợp kim Cu theo sáng chế được minh họa trên Fig.1A, và kết quả phân tích EDS cho các điểm từ 1 đến 4 trên Fig.1A đã được minh họa trên các Fig.1B đến 1E.

Từ kết quả được minh họa trên Fig.1A, có thể khẳng định rằng kết tủa Ni-Si-P-Mn chứa P được tạo thành khi Mn có mặt dưới dạng tạp chất, và kết quả phân tích các thành phần được minh họa trên bảng 4 dưới đây.

Ngoài ra, kết quả phân tích các loại và thành phần kết tủa được minh họa trên các Fig.1B đến 1E và trên bảng 4. Trên bảng 4, các điểm 1, 2, 3 và 4 biểu thị các điểm được minh họa trên Fig.1A. Xem trên bảng 4 dưới đây, P không được quan sát trên chất nền (điểm 1) và việc tính toán P là không thể bởi vì một lượng rất nhỏ P đã được bổ sung. Ngược lại, có thể khẳng định rằng P đóng vai trò là chất trung gian trong quá trình kết tủa và đã bị kết tủa cùng với Mn, vốn là một kim loại chuyển tiếp.

&lt;Bảng 4&gt;

| Điểm | Cu    | Ni    | Si    | P    | Mn    | Kiểu       |
|------|-------|-------|-------|------|-------|------------|
| 1    | 91,8  | 0,39  | 7,81  | -    | -     | Chất nền   |
| 2    | 17,64 | 45,3  | 23,41 | 0,69 | 12,95 | Ni-Si-P-Mn |
| 3    | 17,89 | 47,32 | 20,15 | 0,66 | 13,97 | Ni-Si-P-Mn |
| 4    | 29,38 | 39,42 | 17,73 | 0,34 | 13,13 | Ni-Si-P-Mn |

Fig.2A minh họa kết tủa Ni-Si-P-Fe chứa P được tạo thành khi Fe có mặt dưới dạng tạp chất. Ngoài ra, kích thước của kết tủa được minh họa trên Fig.2A là 0,05  $\mu\text{m}$ , và thành phần hóa học của nó là 18,3 Cu-33,3 Ni-19,06 Si-8,49 P-20,86 Fe theo bảng 5 dưới đây.

&lt;Bảng 5&gt;

| Điểm | Cu    | Ni   | Si    | P    | Fe    | Kiểu       |
|------|-------|------|-------|------|-------|------------|
| 1    | 88,31 | 1,39 | 10,28 | 0,02 | -     | Chất nền   |
| 2    | 18,3  | 33,3 | 19,06 | 8,49 | 20,86 | Ni-Si-P-Fe |

Từ Bảng 5 ở trên, có thể khẳng định rằng kết tủa chứa P và Fe dưới dạng tạp chất đã được quan sát.

Như đã được mô tả ở trên, có thể khẳng định rằng kết tủa khung Ni-Si-P-X được tạo thành do việc bổ sung P, kích thước kết tủa là 1,0  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn, và kết tủa đã được làm tăng tính dẫn điện, cụ thể là xấp xỉ 1-5% IACS và rất hiệu quả trong việc tăng cường độ bền hợp kim.

Các phương án thực hiện đủ rõ ràng để những người có hiểu biết trung bình trong cùng lĩnh vực kỹ thuật có thể thực hiện những thay đổi, cải biến khác nhau, những cải biến này có thể được thực hiện theo sáng chế mà không nằm ngoài phạm vi của sáng chế. Do đó, phạm vi bảo hộ của sáng chế được định hướng bao gồm toàn bộ những thay

đổi và những cải biến theo sáng chế nằm trong phạm vi bảo hộ được xác định bởi các yêu cầu bảo hộ.

## **YÊU CẦU BẢO HỘ**

1. Vật liệu hợp kim đồng (Cu) dùng cho linh kiện điện và điện tử, trong đó vật liệu này bao gồm: 0,5-4,0% khối lượng niken (Ni), 0,1-1,0% khối lượng silic (Si), 0,02-0,2% khối lượng phospho (P), thành phần còn lại là Cu, và tạp chất không thể tránh khỏi, trong đó tạp chất không thể tránh khỏi này bao gồm ít nhất một kim loại chuyển tiếp được chọn từ nhóm bao gồm titan (Ti), coban (Co), sắt (Fe), mangan (Mn), crom (Cr), niobi (Nb), vanadi (V), ziricon (Zr), và hafni (Hf), trong đó tổng lượng (% khối lượng) của tạp chất không thể tránh khỏi nằm trong khoảng 10% tổng lượng Ni và Si của vật liệu hợp kim Cu này và trong đó ít nhất một kim loại chuyển tiếp liên kết hóa học với kết tủa trên cơ sở Ni-Si-P bằng cách sử dụng P làm chất trung gian để tạo thành hợp chất dưới dạng Ni-Si-P-X (trong đó, X là kim loại chuyển tiếp).
2. Vật liệu theo điểm 1, trong đó vật liệu này còn chứa 0,3% khối lượng magie (Mg) hoặc nhỏ hơn.
3. Vật liệu theo điểm 1, trong đó vật liệu này còn chứa 0,3% khối lượng bạc (Ag) hoặc nhỏ hơn.
4. Vật liệu theo điểm 1, trong đó vật liệu này còn chứa 1,0% khối lượng kẽm (Zn) hoặc nhỏ hơn.
5. Vật liệu theo điểm 1, trong đó vật liệu này còn chứa 0,8% khối lượng thiếc (Sn) hoặc nhỏ hơn.
6. Vật liệu theo điểm 1, trong đó hạt kết tủa vật liệu hợp kim Cu có kích thước 1  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.
7. Phương pháp sản xuất vật liệu hợp kim Cu, trong đó phương pháp này bao gồm các bước:

(a) thu nhận phôi thông qua quá trình làm nóng chảy và đúc sao cho thành phần của phôi này gồm có: 0,5-4,0% khối lượng Ni, 0,1-1,0% khối lượng Si, 0,02-0,2% khối lượng P, còn lại là Cu, và tạp chất không thể tránh khỏi;

(b) gia công nóng phôi ở nhiệt độ giữa 750 và 1050 °C và làm nguội bằng nước phôi đã được gia công nóng;

(c) gia công nguội sản phẩm nhận được sau quá trình gia công nóng ở bước (b) đến độ dày mong muốn và lắp đi lắp lại công đoạn ủ và làm nguội bằng không khí sản phẩm đã được gia công nguội ở nhiệt độ giữa 300 và 600 °C trong 1-15 giờ; và

(d) xử lý nhiệt liên tục để loại bỏ ứng suất sản phẩm nhận được ở bước (c) ở nhiệt độ nằm giữa 300 và 700 °C trong 10-600 giây, và

trong đó, tạp chất không thể tránh khỏi bao gồm ít nhất một kim loại chuyển tiếp được chọn từ nhóm bao gồm titan (Ti), coban (Co), sắt (Fe), mangan (Mn), crom (Cr), niobi (Nb), vanadi (V), ziricon (Zr), và hafni (Hf), trong đó tổng lượng (% khối lượng) của tạp chất không thể tránh khỏi nằm trong khoảng 10% tổng lượng Ni và Si của vật liệu hợp kim Cu và trong đó ít nhất một kim loại chuyển tiếp liên kết hóa học với kết tủa trên cơ sở Ni-Si-P bằng cách sử dụng P làm chất trung gian để tạo thành hợp chất dưới dạng Ni-Si-P-X (trong đó, X là kim loại chuyển tiếp).

8. Phương pháp theo điểm 7, trong đó 0,3% khối lượng Mg hoặc nhỏ hơn được bổ sung trong quá trình nóng chảy.

9. Phương pháp theo điểm 7, trong đó 0,3% khối lượng Ag hoặc nhỏ hơn được bổ sung trong quá trình nóng chảy.

10. Phương pháp theo điểm 7, trong đó 1,0% khối lượng Zn hoặc nhỏ hơn được bổ sung trong quá trình nóng chảy.

11. Phương pháp theo điểm 7, trong đó 0,8% khối lượng Sn hoặc nhỏ hơn được bổ sung trong quá trình nóng chảy.

12. Phương pháp theo điểm 7, trong đó hạt kết tủa được tạo thành trong vật liệu hợp kim Cu có kích thước 1  $\mu\text{m}$  hoặc nhỏ hơn.

25624

**FIG.1A**

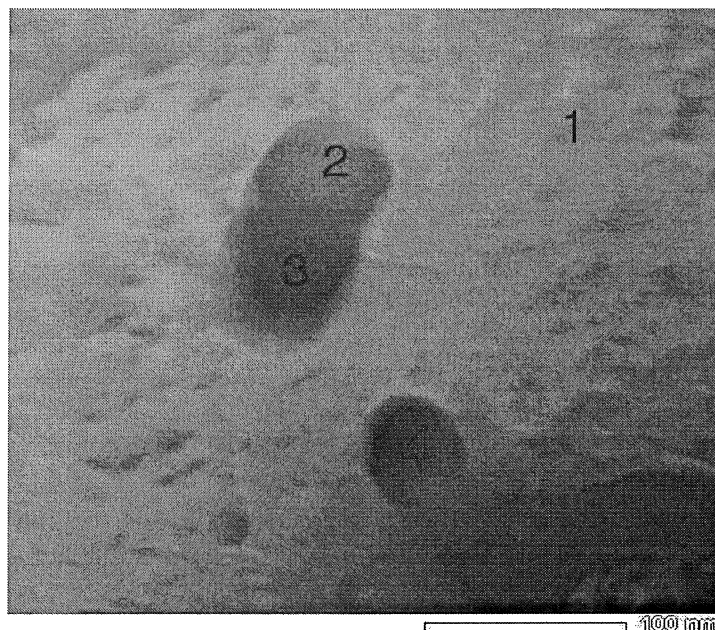


FIGURE 1B

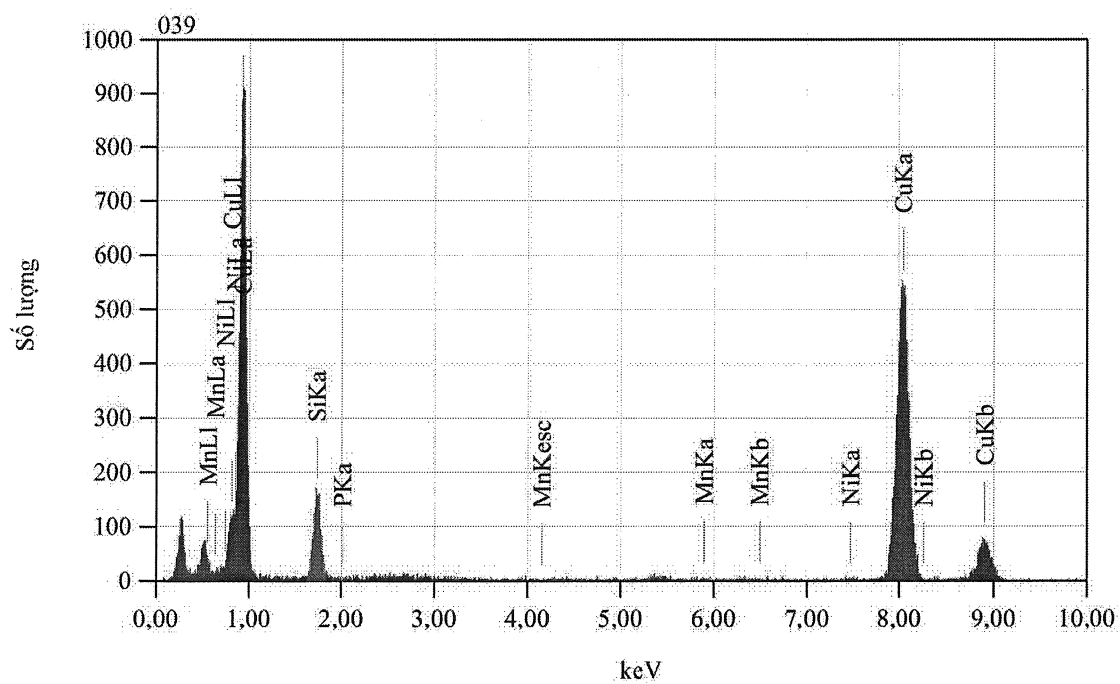


FIG.1C

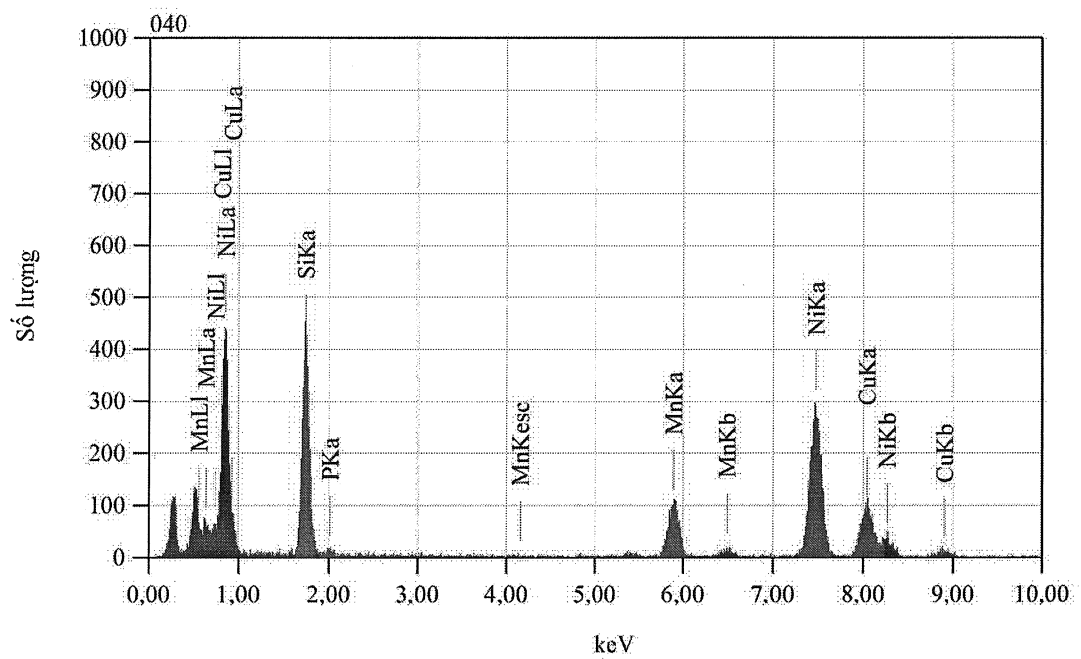


FIG.1D

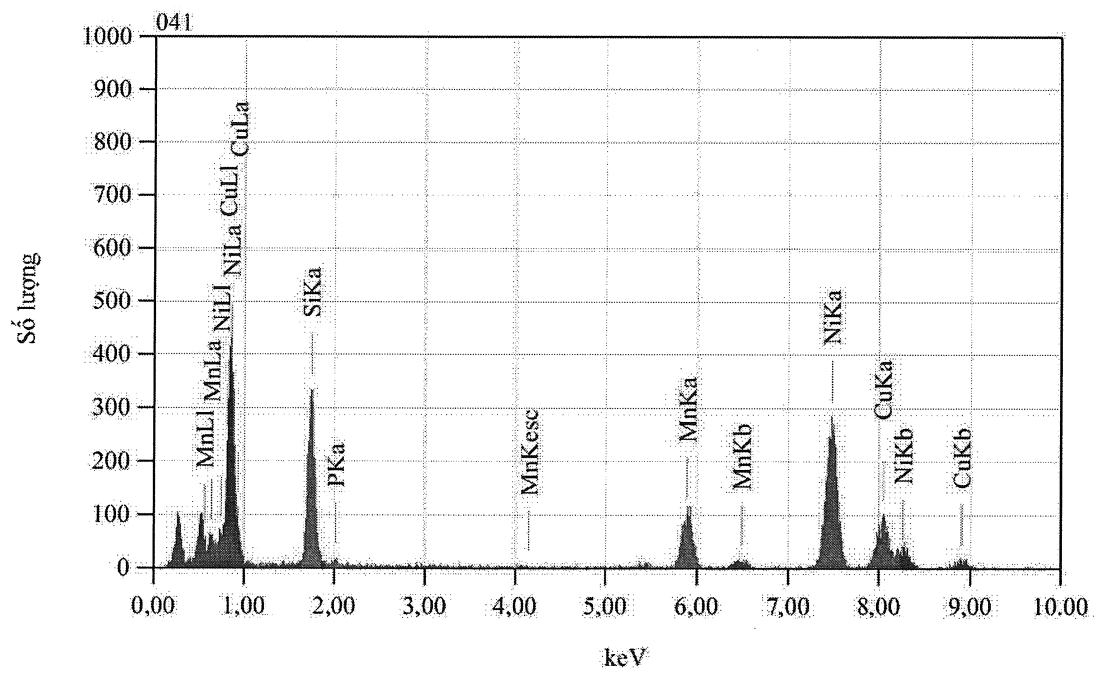
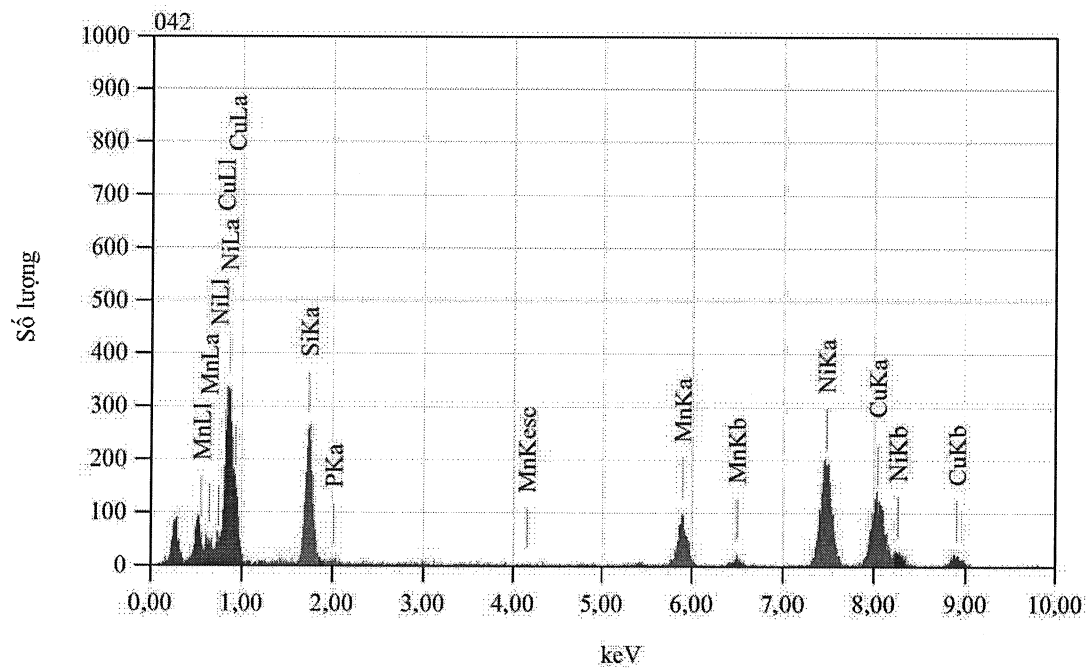


FIG.1E



25624

**FIG.2A**

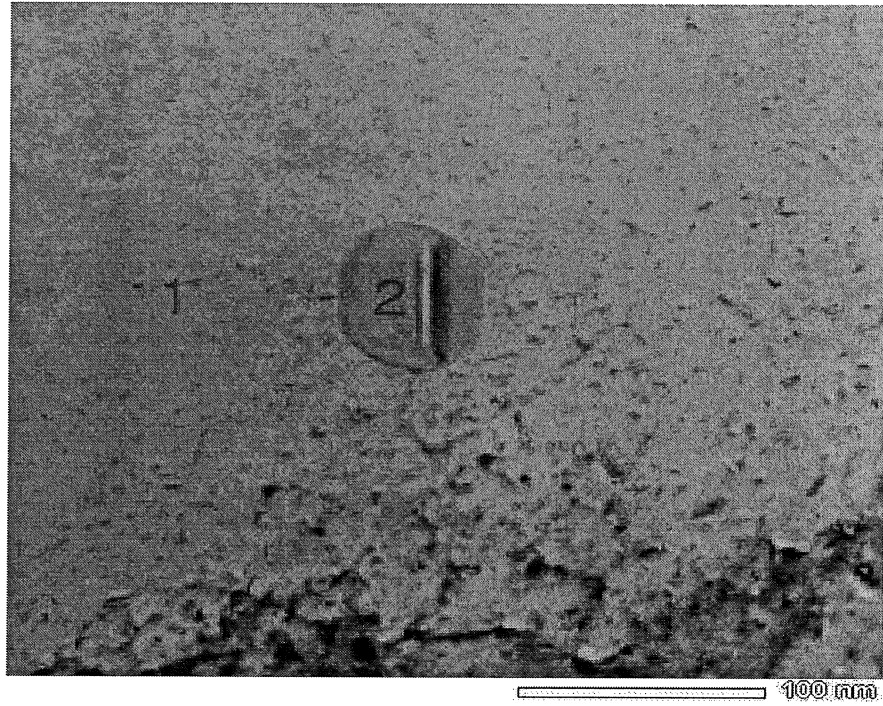


FIG.2B

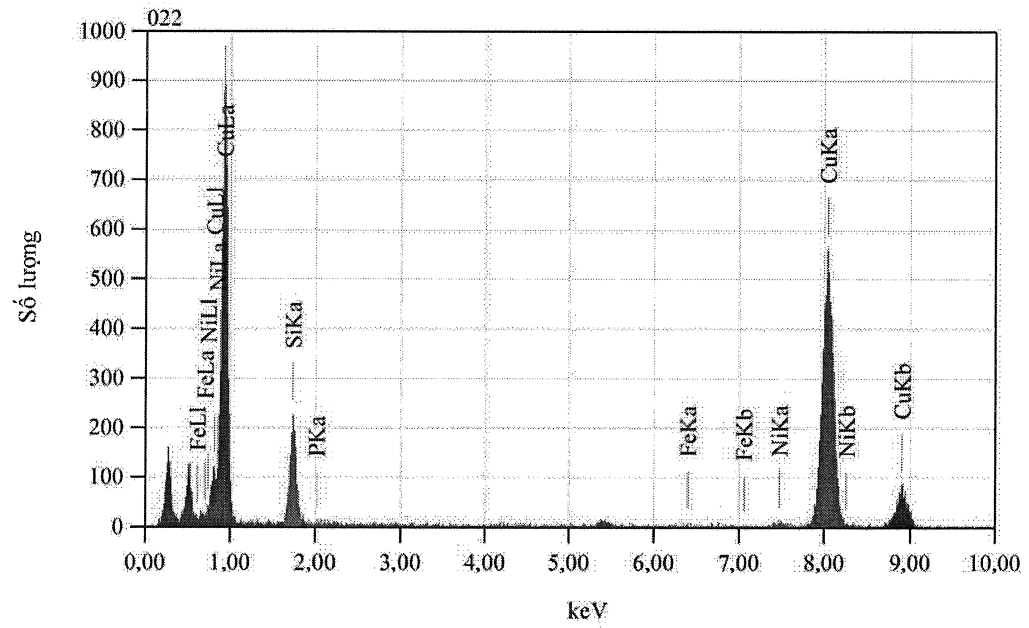


FIG.2C

