



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111118325 B

(45) 授权公告日 2021.11.16

(21) 申请号 202010033317.0

B22F 3/10 (2006.01)

(22) 申请日 2020.01.13

B22F 3/14 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

B22F 9/04 (2006.01)

申请公布号 CN 111118325 A

G23C 14/34 (2006.01)

(43) 申请公布日 2020.05.08

(56) 对比文件

(73) 专利权人 西安理工大学

W0 2016/202892 A1, 2016.12.22

地址 710048 陕西省西安市碑林区金花南路5号

C.Chirico et al. "Development of Ti-Nb and Ti-Nb-Fe beta alloys from TiH<sub>2</sub> powders". 《POWDER METALLURGY》. 2019, 第62卷第1-10页.

(72) 发明人 杨卿 王争争 孙瑞康 石浩

审查员 陈帅

邹军涛 梁淑华

(74) 专利代理机构 西安弘理专利事务所 61214

代理人 张皎

(51) Int. Cl.

G22C 1/05 (2006.01)

G22C 27/02 (2006.01)

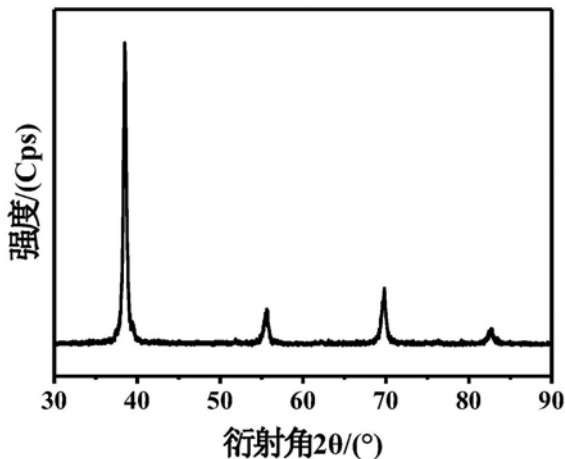
权利要求书1页 说明书3页 附图1页

(54) 发明名称

一种细晶铌钛合金的制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种细晶铌钛合金的制备方法,将球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉末混合均匀,然后压制成型,在氩气保护下热压烧结后,得到Nb-Ti合金。本发明中,将Nb粉高能球磨后,能进一步减小其粒径尺寸,增加内部缺陷和原子活性,从而促进两种原子的扩散结合。而用TiH<sub>2</sub>代替Ti粉,在烧结过程中分解出H<sub>2</sub>的可以进一步减少合金内部杂质的生成。本发明制备的合金晶粒尺寸在16~19 μm,组织更加均匀,同时致密度高达99.99%,在大幅降低晶粒尺寸的同时进一步提高了致密度。为细晶Nb-Ti合金的制备提供了一种新方法。



1. 一种细晶铌钛合金的制备方法,其特征在于,具体操作步骤如下:

步骤1,将Nb粉球磨;

球磨具体如下:将Nb粉放入球磨罐中,并加入酒精作为分散剂,按球料比为10~30:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后充入氩气,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨10~20h

步骤2,将球磨后的Nb粉与TiH<sub>2</sub>粉末混合均匀,得到混合粉末;

使用TiH<sub>2</sub>粉作为原料,将步骤1球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉在V型混料机上混粉4h,其中Nb粉质量占45~50%,剩余为TiH<sub>2</sub>粉

步骤3,将步骤2得到的混合粉末压制生坯;

步骤4,将步骤3压制的生坯经过烧结,得到致密Nb-Ti合金;

将步骤3压制的生坯放入烧结炉,首先第一次升温至500℃保温30min,然后第二次升温到920℃保温5min,接着第三次升温至970℃保温30min,继续第四次升温至970℃保温30min,最后第五次升温至1200~1300℃保温2~3h,全程通氩气保护;所述第五次升温至1200~1300℃后继续通氩气以30MPa的压力保压2~3h。

2. 根据权利要求1所述的一种细晶铌钛合金的制备方法,其特征在于,步骤3所述混合粉末压制生坯的条件是在以1.5GPa的压力下压制。

3. 根据权利要求1所述的一种细晶铌钛合金的制备方法,其特征在于,步骤4所述冷却方式为随炉冷却。

## 一种细晶铌钛合金的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于难熔合金靶材制备方法技术领域,具体涉及一种细晶铌钛合金的制备方法。

### 背景技术

[0002] 近年来,随着溅射靶材与溅射技术的日益发展,溅射靶材的重要性在溅射技术中越发显现出来,靶材的质量会直接影响镀膜的质量。而随着金属互连线的特征尺寸向纳米级方向发展,金属互连线的宽度不断减小,金属互连线的层数不断增加,传统的单金属靶材工艺已经无法满足当前的需要,所以对于合金靶材的需求越来越大。Nb-Ti合金由于具有良好的导热导电性、高熔点、耐腐蚀等物理性能,被广泛应用靶材原料合金。而合金靶材的性能主要由合金的致密度、晶粒尺寸、微观结构等决定。因此提高Nb-Ti合金的致密度、成分的均匀性、减少其晶粒尺寸,可以大大改善镀膜的质量。

### 发明内容

[0003] 本发明的目的是提供一种细晶铌钛合金的制备方法,制备得到的Nb-Ti合金结合较好且晶粒细小、致密度高、组织均匀且富Ti相少。

[0004] 本发明所采用的技术方案是,一种细晶铌钛合金的制备方法,具体操作步骤如下:

[0005] 步骤1,将Nb粉球磨;

[0006] 步骤2,将球磨后的Nb粉与 $TiH_2$ 粉末混合均匀,得到混合粉末;

[0007] 步骤3,将步骤2得到的混合粉末压制生坯;

[0008] 步骤4,将步骤3压制的生坯经过烧结,得到致密Nb-Ti合金。

[0009] 本发明的特点还在于,

[0010] 进一步地,步骤1的球磨具体如下:将Nb粉放入球磨罐中,并加入酒精作为分散剂,按球料比为10~30:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后冲入氩气,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨10~20h。

[0011] 进一步地,步骤2具体如下:

[0012] 使用 $TiH_2$ 粉作为原料,将步骤1球磨后的Nb粉和 $TiH_2$ 粉在V型混料机上混粉4h,其中Nb粉质量占45~50%,剩余为 $TiH_2$ 粉。

[0013] 进一步地,步骤3的混合粉末压制生坯的条件是在以1.5GPa的压力下压制。

[0014] 进一步地,步骤4具体如下:

[0015] 将步骤3压制的生坯放入烧结炉,首先第一次升温至500℃保温30min,然后第二次升温到920℃保温5min,接着第三次升温至970℃保温30min,继续第四次升温至970℃保温30min,最后第五次升温至1200~1300℃保温2~3h,全程通氩气保护。

[0016] 进一步地,第五次升温至1200~1300℃后继续通氩气以30MPa的压力保压2~3h。

[0017] 进一步地,步骤4的冷却方式为随炉冷却。

[0018] Nb粉高能球磨的具体过程为:将Nb粉放入球磨罐中,并加入10%左右的酒精作为

分散剂,按球料比为10~30:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后冲入氩气,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨10~20h。

[0019] 混粉是将球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉混合4h,以保证其混合均匀,其中Nb粉质量占45~50%,剩余为TiH<sub>2</sub>粉。

[0020] 压制是将Nb粉和TiH<sub>2</sub>的混合粉末以1.5GPa的压力压制成生坯。

[0021] 烧结是将生坯放入气氛保护热压烧结炉中,先升温至500℃保温30min,然后升温到920℃保温5min,接着升温至970℃保温30min,最后升温至1200~1300℃并开始加压,以30MPa的压力保温2~3h。最后随炉冷却。得到Nb-Ti合金,全程通氩气保护。

[0022] 本发明的有益效果是,

[0023] 1.使用TiH<sub>2</sub>粉代替Ti粉,TiH<sub>2</sub>在烧结时,TiH<sub>2</sub>受热分解,释放出氢气,这样的话坯体内部会存在少量的氢气,少量的氢气具有还原作用将使Nb-Ti合金含氧量更低,纯度更高。

[0024] 2.将Nb粉进行球磨使其细化,粉末粒度越小,表面积越大,表面活性原子越多,表面扩散就越容易进行,减小了生成富Ti相,保证相的均匀。除此之外,球磨还可以增加Nb粉中的缺陷,增加了Ti向Nb中的扩散通道使烧结后得到的Nb-Ti合金越致密。

[0025] 本发明得到的铌钛合金晶粒细小、致密度高,从而为获得溅射效果优异的薄膜提供保障。

## 附图说明

[0026] 图1是本发明实施例2制备Nb-Ti合金的XRD相图;

[0027] 图2为本发明制备的Nb-Ti合金粒径分布图。

## 具体实施方式

[0028] 下面对本发明进行具体实施方式的详细说明:

[0029] 本发明采用的技术方案是,将Nb粉球磨后与TiH<sub>2</sub>粉末混合均匀,然后压制成生坯,经过气氛保护热压烧结,得到Nb-Ti合金。

[0030] 具体步骤为:

[0031] 步骤1:将Nb粉放入球磨罐中,并加入10%的酒精作为分散剂,按球料比为10~30:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后冲入氩气,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨10~20h;

[0032] 步骤2:将球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉混合4h,保证其混合均匀,其中Nb粉质量占45~50%,剩余为TiH<sub>2</sub>粉;然后将混合粉末以1.5GPa的压力压制成生坯;

[0033] 步骤3:将步骤2压制的生坯放入气氛保护热压烧结炉中,先升温至500℃保温30min,然后升温到920℃保温5min,接着升温至970℃保温30min,最后升温至1200~1300℃并开始加压,以30MPa的压力保温2~3h,全程通氩气保护。最后随炉冷却,即得。

[0034] 实施例1

[0035] 步骤1,将Nb粉放入球磨罐中,并加入10%的酒精作为分散剂,按球料比为10:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后通氩气保护,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨10h,得到球磨后的Nb粉;

[0036] 步骤2,将步骤1球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉以质量比为50:50的比例混合4h,保证其混

合均匀,然后将混合粉末以1.5GPa的压力压制成生坯;

[0037] 步骤3,将步骤2压制的生坯放入气氛保护热压烧结炉中,以20°C/min的升温速度,先升温至500°C保温30min,然后升温到920°C保温5min,接着升温至970°C保温30min,最后升温至1300°C并开始加压,以30MPa的压力保温2h,全程通氩气保护。最后随炉冷却,得到致密Nb-Ti合金。

[0038] 将实例1得到的Nb-Ti合金进行线切割制备成金相试样,发现其晶粒尺寸为16 $\mu\text{m}$ ,致密度为99.97%。

[0039] 实施例2

[0040] 步骤1,将Nb粉放入球磨罐中,并加入10%的酒精作为分散剂,按球料比为30:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后通入氩气,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨15h,得到球磨后的Nb粉;

[0041] 步骤2,将步骤1球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉以质量比为45:55的比例混合4h,保证其混合均匀,然后将混合粉末以1.5GPa的压力压制成生坯;

[0042] 步骤3,将步骤2压制的生坯放入气氛保护热压烧结炉中,以20°C/min的升温速度,先升温至500°C保温30min,然后升温到920°C保温5min,接着升温至970°C保温30min,最后升温至1250°C并开始加压,以30MPa的压力保温2.5h,全程通氩气保护。最后随炉冷却,得到致密Nb-Ti合金。

[0043] 将实例2得到的Nb-Ti合金进行线切割制备成金相试样,发现其晶粒尺寸为19 $\mu\text{m}$ ,致密度为99.99%。

[0044] 实施例3

[0045] 步骤1,将Nb粉放入球磨罐中,并加入10%的酒精作为分散剂,按球料比为20:1加入不锈钢球,然后球磨罐抽真空后冲入氩气,将密封好的球磨罐放入球磨机中以400r/min的转速球磨20h,得到球磨后的Nb粉;

[0046] 步骤2,将步骤1球磨后的Nb粉和TiH<sub>2</sub>粉以质量比为48:52的比例混合4h,保证其混合均匀,然后将混合粉末以1.5GPa的压力压制成生坯;

[0047] 步骤3,将步骤2压制的生坯放入气氛保护热压烧结炉中,以20°C/min的升温速度,先升温至500°C保温30min,然后升温到920°C保温5min,接着升温至970°C保温30min,最后升温至1200°C并开始加压,以30MPa的压力保温3h,全程通氩气保护。最后随炉冷却,得到致密Nb-Ti合金。

[0048] 将实例3得到的Nb-Ti合金进行线切割制备成金相试样,发现其晶粒尺寸为17 $\mu\text{m}$ ,致密度为99.96%。

[0049] 由实施例2制备Nb-Ti合金的XRD相图1可以看出,所制备的试样为单一 $\beta$ (Nb,Ti)相。

[0050] 图2为Nb-Ti合金粒径分布图,从图中可以看出其符合正态分布,说明其粒径均匀。

[0051] 右图为其粒径分布图,从图中可以看出其符合正态分布,说明其粒径均匀。

[0052] 本发明微晶Nb-Ti合金的制备方法,通过对原料粉末Nb粉与TiH<sub>2</sub>粉末混合均匀。混合粉末中采用球磨的Nb粉,增加缺陷,细化晶粒,促进Ti向其内部的扩散。与直接烧结方法相比,该方法不但减少了烧结过程中杂质的生成,而且进一步提高了合金的致密度,减小了晶粒尺寸,而且组织更加均匀。

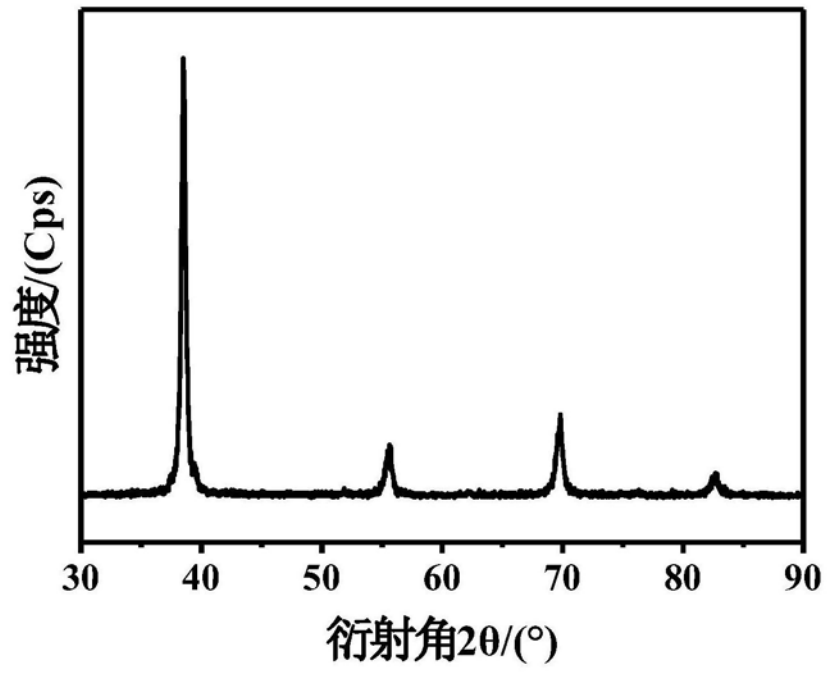


图1

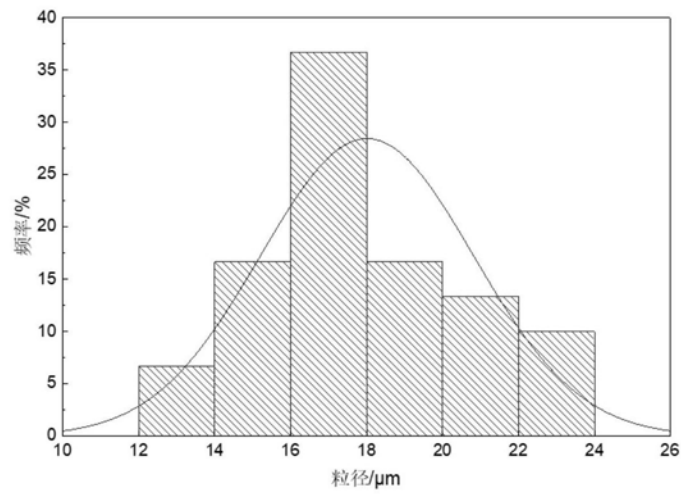


图2