



# (12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106567047 A

(43)申请公布日 2017. 04. 19

(21)申请号 201610970257.9

(22)申请日 2016.11.04

(71)申请人 北方民族大学

地址 750021 宁夏回族自治区银川市西夏区文昌北街204号

(72)发明人 陆有军 高杰 侯俊峰

(74)专利代理机构 北京金智普华知识产权代理有限公司 11401

代理人 刘震

(51) Int. Cl.

C23C 14/34(2006.01)

G22C 27/04(2006.01)

B22F 3/14(2006.01)

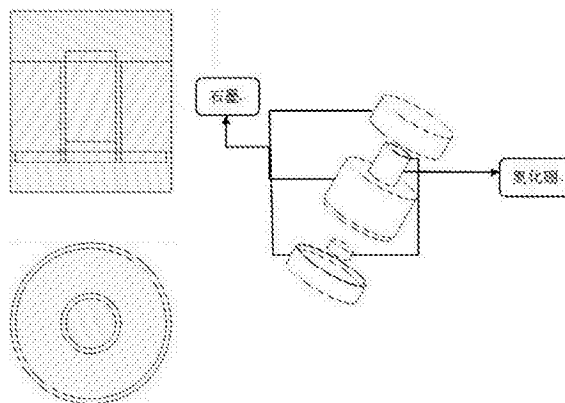
权利要求书1页 说明书5页 附图1页

## (54)发明名称

一种热压法制备高纯微观组织可控的钼铌合金靶材方法

## (57)摘要

本发明提供一种热压法制备高纯微观组织可控的钼铌合金靶材方法,通过热压方法制备高致密的钼铌合金溅射靶材,致密度可达到99%以上,采用氮化硼和石墨的组合模具可以有效阻止渗碳现象,获得高致密高纯的微观组织可控的钼铌合金靶材,降低了烧结温度,降低成本。同时,克服了粉末冶金工艺致密度低的现象,熔炼铸造的组织粗大、成分不均匀,热等静压成本过高的缺点。



1. 一种热压法制备高纯微观组织可控的钼铌合金靶材方法,其特征在于,所述方法通过对氮化硼和石墨的组合模具热压,制备微观组织可控的钼铌合金靶材。
2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述方法包括以下步骤:
  - (1) 按重量百分比称量钼粉85%~95%,其余为铌粉进行混合;
  - (2) 按步骤(1)所得的混合粉末放入模具中热压烧结,得到烧结坯,降温过程随炉冷却;
  - (3) 按步骤(2)所得的烧结坯进行表面处理和机加工,获得微观组织可控的钼铌合金靶材。
3. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于,所述步骤(2)中烧结炉为真空热压炉。
4. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于,所述步骤(2)中真空热压的保温温度为1600~1800℃,保温时间为2~5小时,加压压强为30~100MPa。
5. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于,所述步骤(2)中的热压模具为氮化硼和石墨的组合模具,外层为石墨的内层为氮化硼的套管和垫片。
6. 根据权利要求2所述的方法,其特征在于,所述步骤(2)中的热压烧结升温过程中在500~800℃时有30~90分钟的保温阶段。

## 一种热压法制备高纯微观组织可控的钼铌合金靶材方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于高温难熔金属靶材制备领域,具体涉及一种热压法制备高纯微观组织可控的钼铌合金靶材方法。

### 背景技术

[0002] 随着计算机、数字电视和各种数码产品的发展,液晶显示器的用量极大增加。其中的重要部件薄膜晶体管对液晶显示器的质量有着重要影响,而作为生产薄膜晶体管的钼靶材直接决定了薄膜晶体管的质量。钼具有优良的电导性和热稳定性,被广泛应用于电极、布线材料和阻挡层材料。钼-铌合金材料由于其优异的导电能力,抗氧化性能和较低的镀膜应力,在液晶显示器的薄膜晶体管中作为重要的靶材有广泛的应用。通常,钼铌合金溅射靶材所采用的制备工艺包括:

[0003] 熔炼铸造法:熔炼铸造法指将一定成分配比的合金原料熔炼,再将合金溶液浇注于模具中,形成铸锭,最后经机械加工制成靶材。为保证铸锭的杂质元素含量尽可能低,一般在真空中进行熔炼和铸造。但铸造过程中,材料组织内部难免存在一定的孔隙,这些孔隙会导致溅射过程中的微粒飞溅,从而影响薄膜的质量。

[0004] 粉末冶金法:对于钼铌合金靶材的制备,常用的粉末冶金工艺包括将一定量的钼粉和铌粉混合后,经冷等静压、真空烧结得到钼铌合金靶材。由于晶粒的过分长大易造成气孔缺陷,此种工艺得到的靶材相对密度仅有80%多,气孔率大,在溅射过程中产生微粒飞溅,进而显著降低溅射镀膜的质量。热等静压工艺是将一定比例的钼粉和铌粉混合,经热等静压获得钼铌合金靶材。此种工艺得到的靶材相对密度可以达到98%以上,但由于所用设备复杂、成本过高。采用冷等静压、真空烧结制得烧结坯后,再经锻造或轧制加工,得到相对密度98%以上的靶材。但由于烧结坯密度低等问题,加工成品率低,而且流程长、操作复杂、成本高。通过热压的方法可以获得高致密的靶材,但石墨的渗碳问题不好解决,但通过氮化硼和石墨的组合模具可以有效避免这一问题,来制备高致密高纯的钼铌合金靶材。

### 发明内容

[0005] 为了解决上述问题,本发明提供一种热压法制备高纯微观组织可控的钼铌合金靶材方法,所述方法通过对氮化硼和石墨的组合模具热压,制备微观组织可控的钼铌合金靶材;

[0006] 进一步地,所述方法包括以下步骤:

[0007] (1) 按重量百分比称量钼粉85%~95%,其余为铌粉进行混合;

[0008] (2) 按步骤(1)所得的混合粉末放入模具中热压烧结,得到烧结坯,降温过程随炉冷却;

[0009] (3) 按步骤(2)所得的烧结坯进行表面处理和机加工,获得微观组织可控的钼铌合金靶材;

[0010] 进一步地,所述步骤(2)中烧结炉为真空热压炉;

[0011] 进一步地,所述步骤(2)中真空热压的保温温度为1600~1800℃,保温时间为2~5小时,加压压强为30~100MPa;

[0012] 进一步地,所述步骤(2)中的热压模具为氮化硼和石墨的组合模具,外层为石墨的内层为氮化硼的套管和垫片;

[0013] 进一步地,所述步骤(2)中的热压烧结升温过程中在500~800℃时有30~90分钟的保温阶段;

[0014] 本发明的有益效果如下:

[0015] 1) 利用本发明所述热压的方法可以制备高致密的钼铌合金溅射靶材,致密度可达到99%以上;

[0016] 2) 采用氮化硼和石墨的组合模具可以有效阻止渗碳现象,获得高致密高纯的微观组织可控的钼铌合金靶材,降低了烧结温度,降低成本;

[0017] 3) 克服了粉末冶金工艺致密度低的现象,熔炼铸造的组织粗大、成分不均匀,热等静压成本过高的缺点。

## 附图说明

[0018] 图1为本发明所述组合模具的正视图、俯视图和爆炸图。

## 具体实施方式

[0019] 为了使本发明的目的、技术方案及优点更加清楚明白,以下结合附图及实施例,对本发明进行进一步详细描述。应当理解,此处所描述的具体实施例仅仅用于解释本发明,并不用于限定本发明。相反,本发明涵盖任何由权利要求定义的在本发明的精髓和范围上做的替代、修改、等效方法以及方案。进一步,为了使公众对本发明有更好的了解,在下文对本发明的细节描述中,详尽描述了一些特定的细节部分。对本领域技术人员来说没有这些细节部分的描述也可以完全理解本发明。

[0020] 下面结合附图和具体实施例对本发明作进一步说明,但不作为对本发明的限定。下面为本发明的举出最佳实施例:

[0021] 实施例1

[0022] 钼粉选用洛阳永卓钨钼材料有限公司牌号为FMo-1的产品,钼粉的费氏粒度分别为8.4 $\mu\text{m}$ ,铌粉选用宁夏东方钨业股份有限公司牌号为FNb-1的产品,铌粉的费氏粒度分别为12 $\mu\text{m}$ ,

[0023] 上述高致密度钼铌合金靶材的制备工艺,包括以下步骤:

[0024] (1) 按重量百分比称量90%的钼粉、10%的铌粉后加入行星式球磨机,磨球选用氧化锆球,球料比为2比1,球磨时间为8小时,得到混合粉末;

[0025] (2) 按步骤(1)中所得的混合粉末加入氮化硼和石墨的组合模具中,采用上海晨光真空热压炉进行热压烧结,烧结中在600℃保温30分钟,然后升温到1800℃,保温2小时,保温过程中加压压强30MPa,之后随炉冷却到室温得到烧结坯,整个过程中真空度为 $1 \times 10^{-3}$ Pa;

[0026] (3) 按步骤(2)中所得的烧结坯进行表面处理后机加工即可。

[0027] 实施例2

[0028] 钼粉选用洛阳永卓钨钼材料有限公司牌号为FMo-1的产品,钼粉的费氏粒度分别

为8.4 $\mu\text{m}$ , 钼粉选用宁夏东方钽业股份有限公司牌号为FNb-1的产品, 钼粉的费氏粒度分别为12 $\mu\text{m}$ ,

[0029] 上述高致密度钼钽合金靶材的制备工艺, 包括以下步骤:

[0030] (1) 按重量百分比称量95%的钼粉、5%的钽粉后加入行星式球磨机, 磨球选用氧化锆球, 球料比为2比1, 球磨时间为8小时, 得到混合粉末;

[0031] (2) 按步骤(1)中所得的混合粉末加入氮化硼和石墨的组合模具中, 采用上海晨光真空热压炉进行热压烧结, 烧结中在600 $^{\circ}\text{C}$ 保温30分钟, 然后升温到1800 $^{\circ}\text{C}$ , 保温2小时, 保温过程中加压压强30MPa, 之后随炉冷却到室温得到烧结坯, 整个过程中真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ;

[0032] (3) 按步骤(2)中所得的烧结坯进行表面处理后机加工即可。

[0033] 实施例3

[0034] 钼粉选用洛阳永卓钨钼材料有限公司牌号为FMo-1的产品, 钼粉的费氏粒度分别为8.4 $\mu\text{m}$ , 钽粉选用宁夏东方钽业股份有限公司牌号为FNb-1的产品, 钽粉的费氏粒度分别为12 $\mu\text{m}$ ,

[0035] 上述高致密度钼钽合金靶材的制备工艺, 包括以下步骤:

[0036] (1) 按重量百分比称量90%的钼粉、10%的钽粉后加入行星式球磨机, 磨球选用氧化锆球, 球料比为2比1, 球磨时间为8小时, 得到混合粉末;

[0037] (2) 按步骤(1)中所得的混合粉末加入氮化硼和石墨的组合模具中, 采用上海晨光真空热压炉进行热压烧结, 烧结中在600 $^{\circ}\text{C}$ 保温30分钟, 然后升温到1850 $^{\circ}\text{C}$ , 保温3小时, 保温过程中加压压强30MPa, 之后随炉冷却到室温得到烧结坯, 整个过程中真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ;

[0038] (3) 按步骤(2)中所得的烧结坯进行表面处理后机加工即可。

[0039] 实施例4

[0040] 钼粉选用洛阳永卓钨钼材料有限公司牌号为FMo-1的产品, 钼粉的费氏粒度分别为8.4 $\mu\text{m}$ , 钽粉选用宁夏东方钽业股份有限公司牌号为FNb-1的产品, 钽粉的费氏粒度分别为12 $\mu\text{m}$ ,

[0041] 上述高致密度钼钽合金靶材的制备工艺, 包括以下步骤:

[0042] (1) 按重量百分比称量90%的钼粉、10%的钽粉后加入行星式球磨机, 磨球选用氧化锆球, 球料比为2比1, 球磨时间为8小时, 得到混合粉末;

[0043] (2) 按步骤(1)中所得的混合粉末加入氮化硼和石墨的组合模具中, 采用上海晨光真空热压炉进行热压烧结, 烧结中在600 $^{\circ}\text{C}$ 保温30分钟, 然后升温到1880 $^{\circ}\text{C}$ , 保温2小时, 保温过程中加压压强30MPa, 之后随炉冷却到室温得到烧结坯, 整个过程中真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ;

[0044] (3) 按步骤(2)中所得的烧结坯进行表面处理后机加工即可。

[0045] 对比案例1

[0046] 作为比较, 采用与上述案例中相同的钼粉和钽粉来制备钼钽合金靶材,

[0047] 上述高致密度钼钽合金靶材的制备工艺, 包括以下步骤:

[0048] (1) 按重量百分比称量90%的钼粉、10%的钽粉后加入行星式球磨机, 磨球选用氧化锆球, 球料比为2比1, 球磨时间为8小时, 得到混合粉末;

[0049] (2) 按步骤(1)中所得的混合粉末加入石墨模具中, 采用上海晨光真空热压炉进行热压烧结, 烧结中在600 $^{\circ}\text{C}$ 保温30分钟, 然后升温到1800 $^{\circ}\text{C}$ , 保温2小时, 保温过程中加压压强30MPa, 之后随炉冷却到室温得到烧结坯, 整个过程中真空度为 $1 \times 10^{-3}\text{Pa}$ ;

[0050] (3) 按步骤(2)中所得的烧结坯进行表面处理后机加工即可。

[0051] 对比案例2

[0052] 作为比较,采用与示范案例中相同的钼粉和铌粉来制备钼铌合金靶材,

[0053] 上述高致密度钼铌合金靶材的制备工艺,包括以下步骤:

[0054] (1) 按重量百分比称量90%的钼粉、10%的铌粉后加入行星式球磨机,磨球选用氧化锆球,球料比为2比1,球磨时间为8小时,得到混合粉末;

[0055] (2) 将步骤(1)所得的混合粉末采用冷等静压成型,得到压制坯,其中压制压力为200MPa;

[0056] (3) 将步骤(2)所得的压制坯在真空烧结炉中烧结,控制升温过程中真空度不大于 $5 \times 10^{-3}$ Pa,其中在600℃和1500℃时保温30分钟,加热到2000℃时保温3小时,之后随炉冷却,冷却过程中保持真空度在 $1 \times 10^{-3}$ Pa,最后得到烧结坯;

[0057] (4) 将步骤(3)中得到的烧结坯做表面处理后机加工即可。

[0058] 采用排水法分别测定上述钼铌合金靶材的密度,测试并计算得到钼铌合金靶材的密度及相对密度,如表1所示。

[0059] 表1不同制备工艺靶材的性能指标

工艺	钼粉 (%)	铌粉 (%)	烧结最高温度 (°C)	保温时间 (h)	加压压强 (MPa)	纯度	致密度
实施例1	90	10	1800	2	30	99.91%	99.1%
实施例2	95	5	1800	2	30	99.90%	99.0%
实施例3	90	10	1850	3	30	99.90%	99.3%
实施例4	90	10	1880	2	30	99.94%	99.0%
对比案例1	90	10	1800	2	30	92.88%	98.5%
对比案例2	90	10	2000	3	0	99.90%	89.3%

[0060]

[0061] 从表一可以看出,通过热压的方法,采用氮化硼和石墨的组合模具可以制备高致密高纯的钼铌合金靶材,在降低成本的同时降低气孔率,获得晶粒细小的组织,有利于获得组织均匀的溅射薄膜。

[0062] 以上所述的实施例,只是本发明较优选的具体实施方式的一种,本领域的技术人员在本发明技术方案范围内进行的通常变化和替换都应包含在本发明的保护范围内。

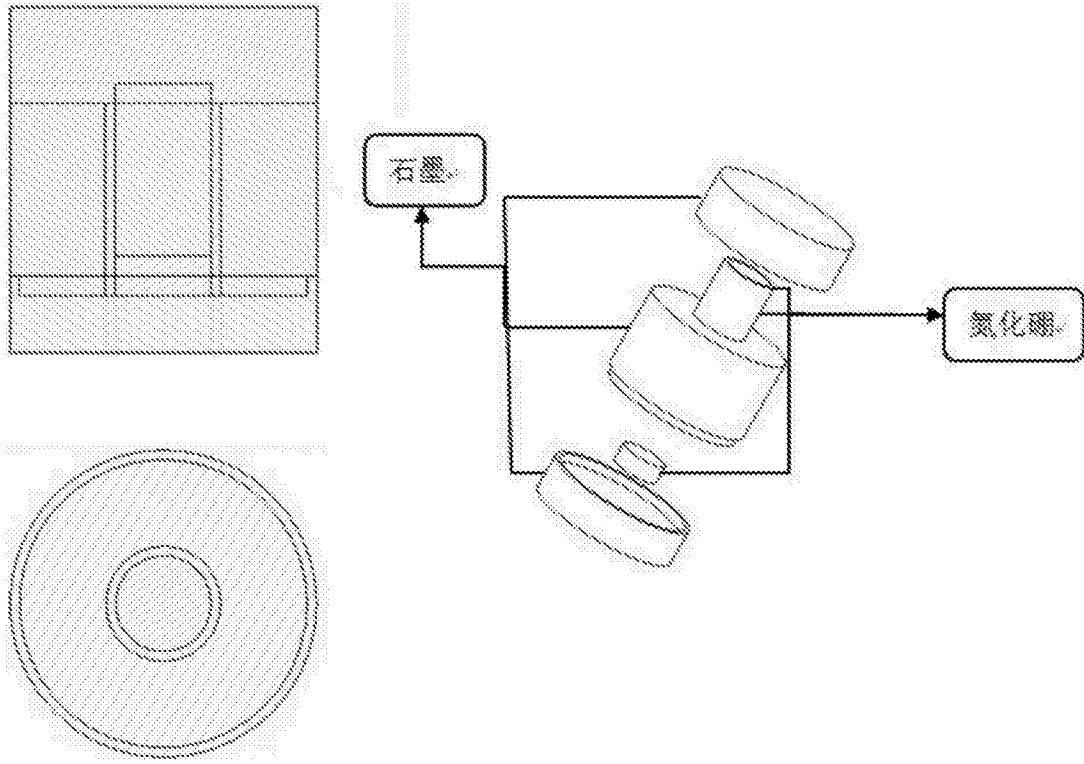


图1