



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111455329 B

(45) 授权公告日 2022. 11. 11

(21) 申请号 202010398120.7	B22F 5/00 (2006.01)
(22) 申请日 2020.05.12	B22F 3/14 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号	B22F 3/10 (2006.01)
申请公布号 CN 111455329 A	B22F 3/24 (2006.01)
(43) 申请公布日 2020.07.28	B22F 3/17 (2006.01)
(73) 专利权人 长沙迅洋新材料科技有限公司	B22F 9/04 (2006.01)
地址 410000 湖南省长沙市雨花区振华路	G22C 21/00 (2006.01)
109号康庭园项目20号栋四楼	G22C 14/00 (2006.01)
专利权人 湖南汇动新材料有限公司	审查员 刘莉
(72) 发明人 余琨 余鹏	
(74) 专利代理机构 长沙轩荣专利代理有限公司	
43235	
专利代理师 罗莎	
(51) Int. Cl.	
G23C 14/34 (2006.01)	

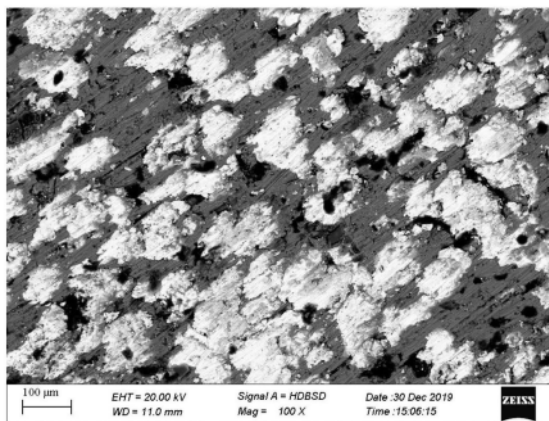
权利要求书1页 说明书5页 附图3页

(54) 发明名称

一种铝钛硼靶材及其粉末固相合金化烧结方法

(57) 摘要

本发明提供了一种铝钛硼靶材及其粉末固相合金化烧结方法,包括以下步骤:步骤1:称量、混合;步骤2:球磨机械合金化;步骤3:热压烧结;步骤4:脱模;步骤5:退火处理;步骤6:锻造。本发明将高含量的钛和硼加入到铝基体中制成铝钛硼合金靶材,其中,钛的含量可以高达80%,硼的含量可以高达20%;在铝钛硼三元合金的基础上,还可以加入其它组元获得更多组元的合金靶材;由于采用较低温度和较大压力的固相烧结方法,避免了低熔点合金元素的熔化和流动,通过扩散作用,实现高熔点元素与低熔点元素之间的合金化;本发明工艺流程短,产品质量稳定,生产成本低,适合批量化生产。



1. 一种铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤1:将铝粉、钛粉和硼粉按比例称量后,充分混合,得到混合物料,其中,所述铝粉、钛粉和硼粉的平均粒径为 $5\mu\text{m}\sim 200\mu\text{m}$,所述铝粉和钛粉的原子百分比为Al:20%~80%,Ti:80%~20%,所述硼粉原子数量是所述铝粉和钛粉原子数量之和的1%~20%;

步骤2:将步骤1得到的混合物料通过球磨进行机械合金化;

步骤3:将球磨后的粉末放入热压烧结炉中进行加压加热烧结,烧结条件如下:从室温升温到 300°C ,保温15min~30min,然后升温到 $400^{\circ}\text{C}\sim 580^{\circ}\text{C}$,保温10min~60min,烧结在惰性气氛或还原性气氛或真空状态下进行,压力为5MPa~50MPa;

步骤4:高温烧结后,自然冷却至室温,冷却过程中保持5MPa以上的压力,待冷却至室温时,取出模具,得到铝钛硼靶材坯料;

步骤5:将铝钛硼靶材坯料在 $300^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$ 进行退火处理24h,然后随炉冷却;

步骤6:将退火后的铝钛硼靶材坯料进行锻造,锻造温度为 $300^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$,锻造后变形量为20%~30%,然后通过机械加工,即得铝钛硼靶材。

2. 根据权利要求1所述的铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,其特征在于,所述铝粉、钛粉和硼粉的平均粒径为 $10\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$,纯度为99.9%以上。

3. 根据权利要求2所述的铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,其特征在于,所述步骤1中还加入X元素或化合物粉末,所述X元素或化合物为C、Si、 B_4C 中的一种或几种,所述C、Si、 B_4C 粉末的平均粒径为 $5\mu\text{m}\sim 200\mu\text{m}$,所述X元素的含量为Al、Ti、B元素原子数量之和的0.5%~10%。

4. 根据权利要求3所述的铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,其特征在于,所述步骤1,采用混料罐,在三维混料机上进行混料,混料时间为30min~60min。

5. 根据权利要求4所述的铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,其特征在于,所述步骤2中,采用行星式高能球磨机进行球磨,球料比为10:1,球磨时间为1h~12h。

6. 根据权利要求5所述的铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,其特征在于,所述步骤2中,球磨罐中为惰性气氛。

7. 一种铝钛硼靶材,其特征在于,包括采用权利要求1~6任一项方法制备的铝钛硼靶材。

一种铝钛硼靶材及其粉末固相合金化烧结方法

技术领域

[0001] 本发明涉及有色金属功能材料及粉末冶金加工新技术领域,特别涉及一种铝钛硼靶材及其粉末固相合金化烧结方法。

背景技术

[0002] 金属和合金靶材可以通过磁控溅射、等离子溅射等物理气相沉积或化学气相沉积技术,在其他金属、陶瓷或高分子材料表面,形成纳米厚度的薄膜,实现对其他材料的硬度、腐蚀、导电等物理和化学特性的改善,达到对其他材料进行表面改性的目的。而且,在真空或者气体保护情况下进行的溅射技术,不会造成环境污染,和传统电镀方式相比,是一种环境友好的绿色环保表面处理技术。

[0003] 采用真空溅射技术进行表面改性,需要用到最重要的耗材,就是真空溅射用的金属、合金或陶瓷的靶材。在真空溅射时,电子束轰击靶材表面,会激发出各种不同的元素离子,从而形成气态离子,可以沉积在需要镀膜的物质表面,实现改性。因此,不同种类金属或合金靶材,由于其元素的成分组成、配比关系、微观结构的不同,会造成靶材性质的不同,从而导致真空溅射膜层的不同。研制和开发具有不同的靶材,可以获得性能和结构完全不同的膜层,铝钛硼是一类在表面镀膜应用中特殊的靶材,该靶材合金以金属元素铝和钛为基础,同时添加了第三组元非金属元素硼,目的是通过溅射后产生不同的金属和非金属元素离子的组合,获得高硬度、摩擦系数小的膜层,是开发高耐磨涂层的重要合金靶材。

[0004] 工业中的铝钛硼合金是用来做铝合金熔炼铸造时的晶粒细化剂使用。在高温的铝熔体中,加入氟钛酸钾和氟硼酸钾的化合物,利用高温下铝液和这两种化合物之间的还原反应,获得成分在2%~3%的铝钛硼中间合金,专利CN201711352357.6, CN201711166867.4, CN201210093195.X等都是利用铝液中氟钛酸钾和氟硼酸钾的化学反应,获得铝钛硼中间合金,这些合金中钛和硼的含量有限,一般钛的含量在1%~10%,硼的含量在0.5~5%,都是用于铝合金的晶粒细化剂,该方法无法用于制备钛和硼高含量的铝钛硼合金靶材。

发明内容

[0005] 本发明提供了一种铝钛硼靶材及其粉末固相合金化烧结方法,其目的是为了提供一种高含量钛和硼的铝钛硼合金靶材制备方法,实现高熔点元素与低熔点元素之间的合金化,制备出高钛、硼含量的铝钛硼靶材。

[0006] 为了达到上述目的,本发明的实施例提供了一种铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,包括以下步骤:

[0007] 步骤1:将铝粉、钛粉和硼粉按比例称量后,充分混合,得到混合物料,其中,所述铝粉、钛粉和硼粉的平均粒径为5 μ m~200 μ m,所述铝粉和钛粉的原子百分比为Al:20%~80%,Ti:80%~20%,所述硼粉原子数量是所述铝粉和钛粉原子数量之和的1%~20%;

[0008] 步骤2:将步骤1得到的混合物料通过球磨进行机械合金化;

[0009] 步骤3:将球磨后的粉末放入热压烧结炉中进行加压加热烧结,烧结条件如下:从室温升温到300℃,保温15min~30min,然后升温到400℃~580℃,保温10min~60min,烧结在惰性气氛或还原性气氛或真空状态下进行,压力为5MPa~50MPa;

[0010] 步骤4:高温烧结后,自然冷却至室温,冷却过程中保持5MPa以上的压力,待冷却至室温时,取出模具,得到铝钛硼靶材坯料;

[0011] 步骤5:将铝钛硼靶材坯料在300℃~350℃进行退火处理24h,然后随炉冷却;

[0012] 步骤6:将退火后的铝钛硼靶材坯料进行锻造,锻造后变形量为20%~30%,然后通过机械加工,即得铝钛硼靶材。

[0013] 优选地,所述铝粉、钛粉和硼粉的平均粒径为10μm~50μm,纯度为99.9%以上。

[0014] 优选地,所述步骤1中还加入X元素或化合物粉末,所述X元素或化合物为C、Si、B₄C中的一种或几种,所述C、Si、B₄C粉末的平均粒径为5μm~200μm,所述X元素的含量为Al、Ti、B元素原子数量之和的0.5%~10%;

[0015] 优选地,所述步骤1,采用混料罐,在三维混料机上进行混料,混料时间为30min~60min。

[0016] 优选地,所述步骤2中,采用行星式高能球磨机进行球磨,球料比为10:1,球磨时间为1h~12h。

[0017] 优选地,所述步骤2中,球磨罐中为惰性气氛。

[0018] 优选地,所述步骤6中,锻造温度为300℃~500℃。

[0019] 本发明的实施例还提供了一种铝钛硼靶材,包括采用上述方法制备的铝钛硼靶材。

[0020] 本发明的上述方案有如下的有益效果:

[0021] (1) 本发明将高含量的钛和硼加入到铝基体中制成铝钛硼合金靶材,其中,钛的含量可以高达80%,硼的含量可以高达20%,这是其他熔炼铸造技术无法做到的;

[0022] (2) 在铝钛硼三元合金的基础上,还可以加入其它组元获得更多组元的合金靶材;

[0023] (3) 由于采用较低温度和较大压力的固相烧结方法,避免了低熔点合金元素的熔化和流动,通过扩散作用,实现高熔点元素与低熔点元素之间的合金化;

[0024] (4) 本发明工艺流程短,产品质量稳定,生产成本低,适合批量化生产。

附图说明

[0025] 图1为本发明实施例3得到的铝钛硼靶材显微组织照片。

[0026] 图2为本发明实施例3得到的铝钛硼靶材中含铝相分析。

[0027] 图3为本发明实施例3得到的铝钛硼靶材中含钛相分析。

[0028] 图4为本发明实施例3得到的铝钛硼靶材中含硼相分析。

[0029] 图5为本发明实施例4得到的铝钛硼碳靶材显微组织图。

[0030] 图6为本发明实施例4得到的铝钛硼碳靶材合金相成分分析图。

具体实施方式

[0031] 为使本发明要解决的技术问题、技术方案和优点更加清楚,下面将结合附图及具体实施例进行详细描述。

[0032] 实施例1

[0033] 本发明的实施例提供了一种铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,包括以下步骤:

[0034] 步骤1:选择粉末的平均粒径为 $10\mu\text{m}$ 。粉末的纯度在99.9%以上的单质铝粉、钛粉和硼粉,铝粉和钛粉的原子百分比为: $\text{Al}:\text{Ti}=80\%:20\%$,先将铝和钛的粉末混合在一起,再按铝钛混合粉末原子总量的1%加入硼粉;将铝粉、钛粉和硼粉按上述比例称量后,放入混料罐中,在三维混料机上混料,混料时间30min;

[0035] 步骤2:将步骤1混合好的物料,放入行星式高能球磨机中进行球磨,球料比为10:1,球磨时间为1h,球磨罐中可充氩气等保护性气氛减少粉末的氧化;

[0036] 步骤3:将球磨后的粉末放入氩气气氛下保护的热压烧结炉中,加热加压烧结,烧结时,先从室温升温到 300°C ,保温15min。然后升温到 400°C ,保温10min。烧结过程中,持续保持压力为50MPa。

[0037] 步骤4:高温烧结后,自然冷却到室温,冷却过程中保持5MPa以上的压力,待冷却至室温时,破除真空和气体保护,取出模具,得到铝钛硼靶材坯料;

[0038] 步骤5:将铝钛硼靶材坯料在 300°C 进行退火处理24h,然后随炉冷却;

[0039] 步骤6:退火后的铝钛硼靶材在 300°C 进行锻造,锻造变形量控制在30%,得到锻造后的铝钛硼靶材坯料,将坯料按图纸进行机械加工,即得铝钛硼靶材。

[0040] 实施例2

[0041] 本发明的实施例提供了一种铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,包括以下步骤:

[0042] 步骤1:选择粉末的平均粒径为 $50\mu\text{m}$ 。粉末的纯度在99.9%以上的单质铝粉、钛粉和硼粉,铝粉和钛粉的原子百分比为: $\text{Al}:\text{Ti}=20\%:80\%$,先将铝和钛的粉末混合在一起,再按铝钛混合粉末原子总量的20%加入硼粉;将铝粉、钛粉和硼粉按上述比例称量后,放入混料罐中,在三维混料机上混料,混料时间60min;

[0043] 步骤2:将步骤1混合好的物料,放入行星式高能球磨机中进行球磨,球料比为10:1,球磨时间为12h,球磨罐中可充氩气等保护性气氛减少粉末的氧化;

[0044] 步骤3:将球磨后的粉末放入 CO 还原气氛下保护的热压烧结炉中,加热加压烧结,烧结时,先从室温升温到 300°C ,保温30min。然后升温到 580°C ,保温60min。烧结过程中,持续保持压力在5MPa以上。

[0045] 步骤4:高温烧结后,自然冷却到室温,冷却过程中保持5MPa以上的压力,待冷却至室温时,破除真空和气体保护,取出模具,得到铝钛硼靶材坯料;

[0046] 步骤5:将铝钛硼靶材坯料在 350°C 进行退火处理24h,然后随炉冷却;

[0047] 步骤6:退火后的铝钛硼靶材在 500°C 进行锻造,锻造变形量控制在20%,得到锻造后的铝钛硼靶材坯料,将坯料按图纸进行机械加工,即得铝钛硼靶材。

[0048] 实施例3

[0049] 本发明的实施例提供了一种铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,包括以下步骤:

[0050] 步骤1:选择粉末的平均粒径为 $20\mu\text{m}$ 。粉末的纯度在99.9%以上的单质铝粉、钛粉和硼粉,铝粉和钛粉的原子百分比为: $\text{Al}:\text{Ti}=70\%:30\%$,先将铝和钛的粉末混合在一起,

再按铝钛混合粉末原子总量的10%加入硼粉;将铝粉、钛粉和硼粉按上述比例称量后,放入混料罐中,在三维混料机上混料,混料时间40min;

[0051] 步骤2:将步骤1混合好的物料,放入行星式高能球磨机中进行球磨,球料比为10:1,球磨时间为6h,球磨罐中可充氩气等保护性气氛减少粉末的氧化;

[0052] 步骤3:将球磨后的粉末放入 H_2 还原气氛下保护的热压烧结炉中,加热加压烧结,烧结时,先从室温升温到300℃,保温20min。然后升温到500℃,保温30min。烧结过程中,持续保持压力为40MPa。

[0053] 步骤4:高温烧结后,自然冷却到室温,冷却过程中保持5MPa以上的压力,待冷却至室温时,破除真空和气体保护,取出模具,得到铝钛硼靶材坯料;

[0054] 步骤5:将铝钛硼靶材坯料在320℃进行退火处理24h,然后随炉冷却;

[0055] 步骤6:退火后的铝钛硼靶材在400℃进行锻造,锻造变形量控制在25%,得到锻造后的铝钛硼靶材坯料,将坯料按图纸进行机械加工,即得铝钛硼靶材。

[0056] 本实施例获得的铝钛硼靶材的显微组织如图1所示。其中铝、钛、硼相的成分分布见图2、图3、图4。

[0057] 实施例4

[0058] 本发明的实施例提供了一种铝钛硼靶材粉末固相合金化烧结方法,包括以下步骤:

[0059] 步骤1:选择粉末的平均粒径为30 μ m。粉末的纯度在99.9%以上的单质铝粉、钛粉、硼粉和碳粉,铝粉和钛粉的原子百分比为:Al:Ti=50%:50%,先将铝和钛的粉末混合在一起,再按铝钛混合粉末原子总量的5%加入硼粉,5%加入碳粉;将铝粉、钛粉、硼粉和碳粉按上述比例称量后,放入混料罐中,在三维混料机上混料,混料时间40min;

[0060] 步骤2:将步骤1混合好的物料,放入行星式高能球磨机中进行球磨,球料比为10:1,球磨时间为8h,球磨罐中可充氩气等保护性气氛减少粉末的氧化;

[0061] 步骤3:将球磨后的粉末放入真空状态的热压烧结炉中,加热加压烧结,烧结时,先从室温升温到300℃,保温20min。然后升温到575℃,保温40min。烧结过程中,持续保持压力为45MPa。

[0062] 步骤4:高温烧结后,自然冷却到室温,冷却过程中保持5MPa以上的压力,待冷却至室温时,破除真空和气体保护,取出模具,得到铝钛硼碳靶材坯料;

[0063] 步骤5:将铝钛硼碳靶材坯料在320℃进行退火处理24h,然后随炉冷却;

[0064] 步骤6:退火后的铝钛硼碳靶材在450℃进行锻造,锻造变形量控制在25%,得到锻造后的铝钛硼碳靶材坯料,将坯料按图纸进行机械加工,即得铝钛硼碳靶材。

[0065] 本实施例获得的铝钛硼碳靶材的显微组织和合金相成分分析见图5和图6。

[0066] 本发明采用粉末冶金固相烧结技术,利用高温下金属和非金属原子之间的互相扩散原理,实现各种成分配比的铝钛硼合金靶材的热压烧结。将铝粉、钛粉和硼粉经过混合、球磨、烧结后,可以获得各种预先设计成分的铝钛硼三元合金靶材。实现高熔点元素与低熔点元素之间的合金化。如铝钛硼靶材中,铝的熔点665℃,钛的熔点1660℃,硼的熔点2076℃,三者之间熔点差别在1000℃以上,可以通过本发明方法很好的实现合金化,这是其他工艺技术无法做到的。本发明固相下烧结温度较低,合金元素氧化不严重,因此获得的铝钛硼合金靶材性能优良,工艺流程短,适合规模化生产。

[0067] 以上所述是本发明的优选实施方式,应当指出,对于本技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明所述原理的前提下,还可以作出若干改进和润饰,这些改进和润饰也应视为本发明的保护范围。

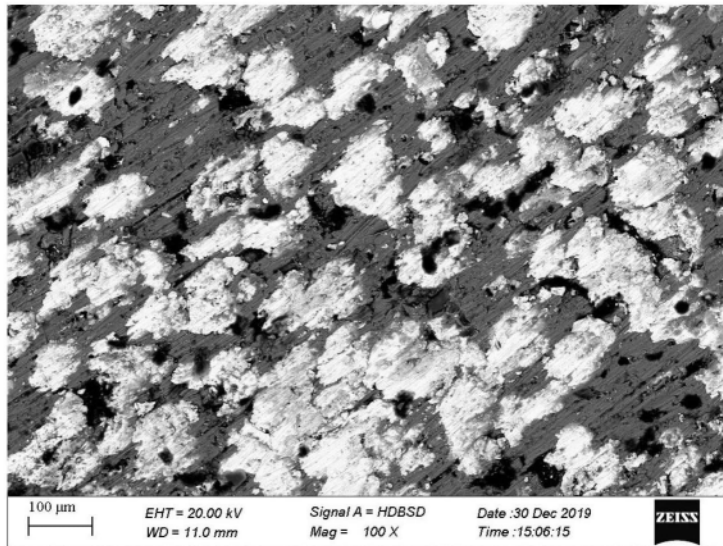


图1

Al Kα1

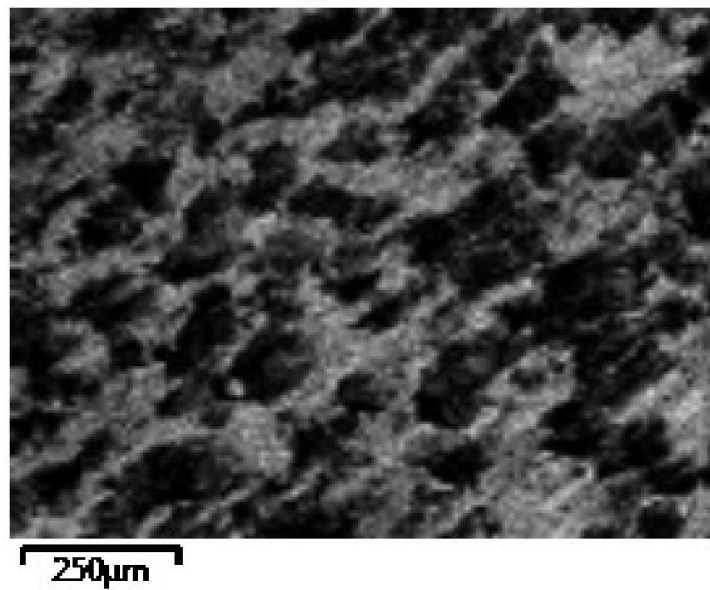


图2

Ti Kα1

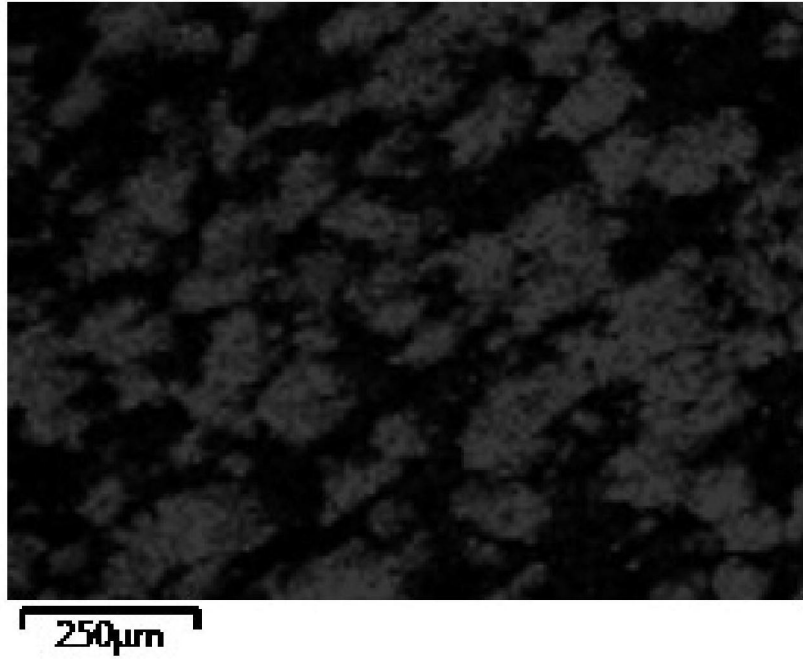


图3

B Kα1_2

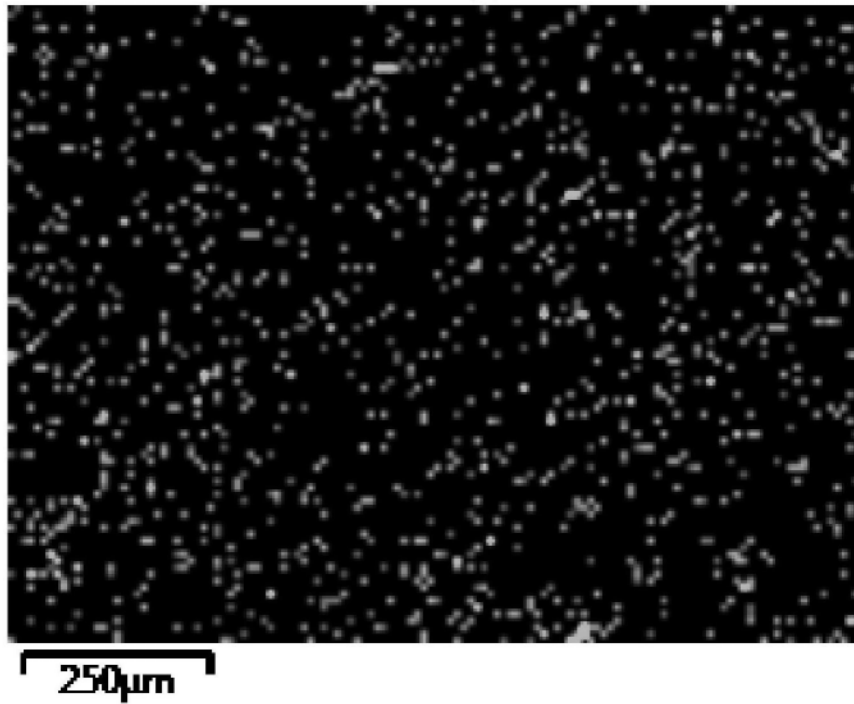


图4

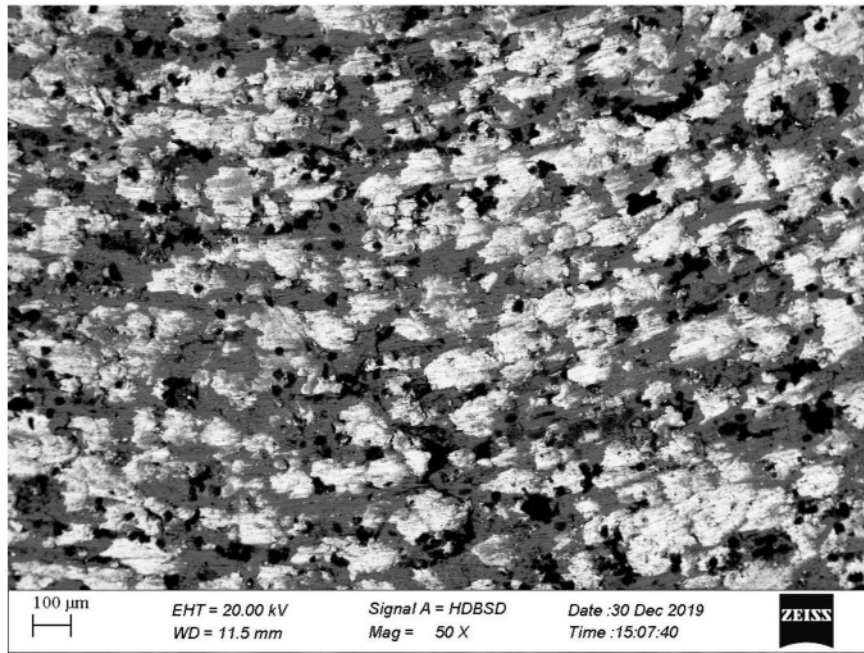


图5

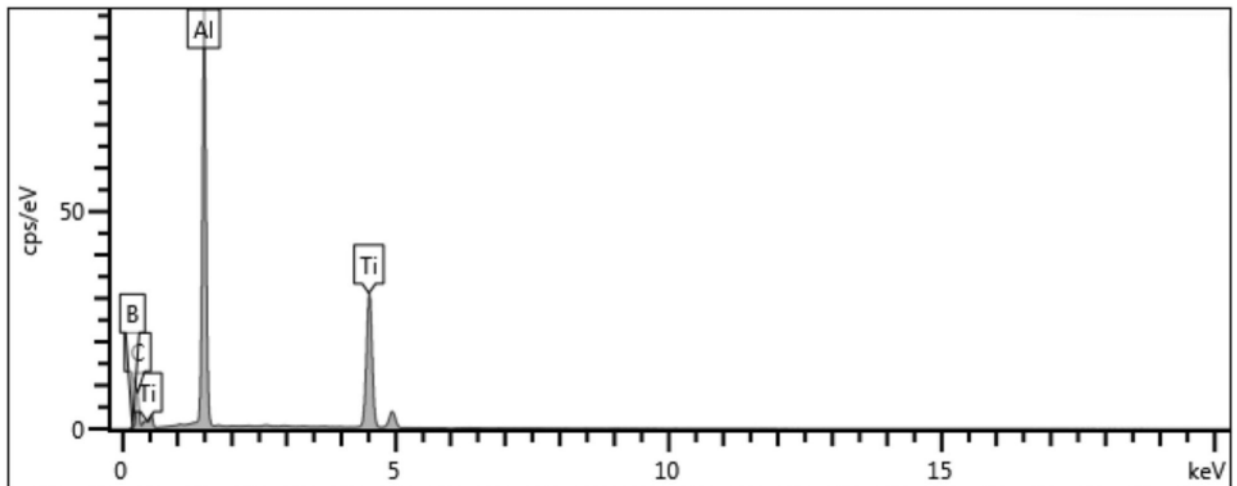


图6