



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114293160 A

(43) 申请公布日 2022.04.08

(21) 申请号 202111563484.7

(22) 申请日 2021.12.20

(71) 申请人 洛阳高新四丰电子材料有限公司  
地址 471000 河南省洛阳市中国(河南)自由贸易试验区洛阳片区高新河洛路269号

(72) 发明人 张雪凤 李帅方 方宏 陈亚光  
宁来元 郭雅俊

(74) 专利代理机构 广东众达律师事务所 44431  
代理人 张雪华

(51) Int. Cl.  
G23C 14/34 (2006.01)  
B22F 5/00 (2006.01)  
G22C 27/04 (2006.01)

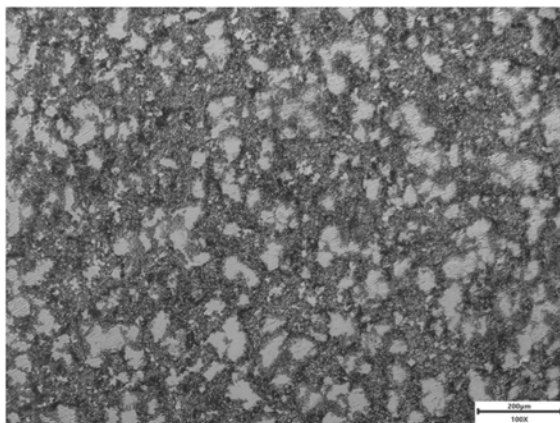
权利要求书1页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

一种钼合金溅射靶材的制备工艺

(57) 摘要

本发明属于高温难熔金属靶材制备领域,具体涉及一种钼合金溅射靶材的制备工艺,本发明采用粉末冶金方法制备,靶材所用原料包含合计原子百分比0.5%--40%的Ga、Ni、Nd元素组中的至少一种元素和原子比0.5%--40%的Ti作为掺杂金属,余量为Mo和不可避免的杂质;本发明经过原料配比、原料混合、胶套装粉定型、冷等静压作业、热等静压作业、热轧作业和机加工作业,得到最终所需产品尺寸;本发明工艺步骤简单,操作便捷,制备的钼合金溅射靶材抗氧化性、耐湿性、与PR胶的粘合力等各项技术指标优秀,可满足高端电子产品镀膜领域使用需求,且生产成本低,产品尺寸宽泛,便于工业化批量生产。



1. 一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述的靶材制备工艺主要包括如下步骤:

S1、原料配比:靶材所用原料均为粉末状,包括合计原子百分比占比为0.5%--40%的Ga、Ni、Nd元素组中的至少一种和原子比0.5%--40%的Ti作为掺杂金属,余量为Mo和不可避免的杂质;

S2、原料混合:根据所需生产的质量数或体积数,按照S1中的原料组分进行配比,并将各组分在真空或者保护气环境下进行原料混合搅拌,得到混合粉末;

S3、胶套装粉定型:将S2中得到的混合粉末装入胶套,然后将胶套进行密封,并对胶套进行整形使得胶套保持长方体形状或其他需要的形状;

S4、冷等静压作业:将S3中装粉完成的压制坯胶套放入冷等静压机压制得到压制坯;

S5、热等静压作业:将S4中得到的压制坯进行热等静压处理后得到烧结坯;

S6、热轧作业:将S5中得到的烧结坯进行热轧制,得到板坯;

S7、机加工作业:将S6中得到板坯进行机加工作业得到最终所需产品尺寸。

2. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S1中选用的原料粉纯度不低于99.9%,粒度介于1.5 $\mu\text{m}$ —50 $\mu\text{m}$ 之间。

3. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S1中元素Ga、Ni、Nd中的至少一种合计比例为原子比0.5%--40%,Ti原子比为0.5%--40%,其余为Mo及不可避免的杂质元素。

4. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S4冷等静压作业中,压力缓慢升压至150MPa-400MPa后,保压3-10分钟,然后泄压,最后将压制坯从胶套取出。

5. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S5热等静压作业中,作业压力为150MPa-300MPa,作业温度为800 $^{\circ}\text{C}$ -1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

6. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S6热轧作业中,热轧制加热温度控制为800 $^{\circ}\text{C}$ -1200 $^{\circ}\text{C}$ ,热轧后退火去除应力,退火温度控制为800 $^{\circ}\text{C}$ -1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

7. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S2中混料所用的混料机为V型混料机或3D混料机,采用的保护气为惰性气体,工作前先用惰性气体洗缸不少于10分钟,混料时间为8-16小时。

8. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S3中的胶套外面套设有配套的钢套。

9. 根据权利要求1所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺,其特征在于:所述步骤S6中对烧结坯进行热轧作业时,坯料分3-5道次轧制,每道次轧制变形量不低于20%,轧制完成后,去应力退火,退火保温时间为0.5-2小时,之后自然冷却。

10. 根据权利要求1-9任一项所述的一种铝合金溅射靶材的制备工艺制备得到的靶材,其特征在于:所述的靶材可应用于高端显示面板、太阳能电池以及其他靶材镀膜。

## 一种钼合金溅射靶材的制备工艺

### 技术领域

[0001] 本发明属于高温难熔金属靶材制备领域,具体涉及一种钼合金溅射靶材的制备工艺。

### 背景技术

[0002] 钼靶材是一种具有高附加值的特征电子材料,在电子行业中,钼溅射靶材主要用于平面显示器、薄膜太阳能电池的电极和配线材料以及半导体的阻挡层材料。这些都是基于钼的高熔点、高电导率、较低的比阻抗、较好的耐腐蚀性以及良好的环保性能。

[0003] 与纯钼靶材相比,在钼中添加一定比例的其他金属元素后,可进一步提高膜层的抗氧化性和耐湿性,另外随着高端显示技术的发展,显示面板的TFT元器件布线层材料正逐步由Cu对Al进行替代,特别是高世代线显示面板,Cu工艺使用越来越多,由于Cu刻蚀较为困难,为了和Cu刻蚀性能匹配,需要对钼靶材进行改性,提高其作为阻隔层的耐腐蚀性。目前与Cu工艺匹配,应用较多的是Mo-Nb靶材,但是Mo-Nb靶材也有其自身的缺点,如耐蚀性还有提升空间、与PR胶粘合力差等问题,因此,需要寻找综合性能更加优良的靶材作为阻隔层材料。

[0004] 中国专利CN100447290C公开了一种钼合金靶材的制备工艺,该工艺所述溅射靶材由总计0.5-50%原子选自Ti、Zr、V、Nb和Cr中的至少一种金属元素(M)、及余量的Mo和不可避免的杂质组成。该工艺所选金属元素,除钛以外,其他金属元素表面能均较高,根据杨氏方程,固体表面能与表面张力 $\gamma_{sv}$ 正相关,固体表面能越小,接触角 $\theta$ 越大,疏水性越好,和有机材料PR胶的粘附力越强,刻蚀改善效果越好。因此根据本专利工艺,无论制备的二元合金还是多元合金,最后制备的靶材在镀膜过程中,表面能较高的元素易导致膜层和PR胶的粘附力变差,最终造成刻蚀缺陷。而且本专利所述工艺在制备靶材过程中首先将混合后的粉末压成生坯,之后再对生坯进行破碎处理,此工艺在工业化生产中,过程繁琐,增加生产成本,且在反复的处理过程中易造成原料污染,品控风险极大。

[0005] 中国专利CN103993262B提供了一种钼合金溅射靶材的制备工艺,其原料由合计3原子%以上的子Cr、Zr及Ta的元素组A中选出的的一种以上元素和10原子%--20原子%的Ni,并且自上述元素组A中选出的元素与上述Ni合计为50原子%以下,剩余部分由Mo及不可避免的杂质组成。该专利所述金属元素Cr、Zr、Ta表面能同样较高,制成的合金靶所镀膜层和PR胶粘附力较差,并非钼合金靶材的最优解。

### 发明内容

[0006] 针对现有技术中的不足,本发明旨在提供一种钼合金溅射靶材的制备工艺,采用该制备工艺生产出来的靶材可应用于高端显示面板、太阳能电池以及其他靶材镀膜领域。

[0007] 本发明所采用的技术方案是:一种钼合金溅射靶材的制备工艺,所述的靶材制备工艺主要包括如下步骤:

[0008] S1、原料配比:靶材所用原料均为粉末状,包括合计原子百分比占比为0.5%--

40%的Ga、Ni、Nd元素组中的至少一种和原子比0.5%--40%的Ti作为掺杂金属,余量为Mo和不可避免的杂质;

[0009] S2、原料混合:根据所需生产的质量数或体积数,按照S1中的原料组分进行配比,并将各组分在真空或者保护气环境下进行原料混合搅拌,得到混合粉末;

[0010] S3、胶套装粉定型:将S2中得到的混合粉末装入胶套,然后将胶套进行密封,并对胶套进行整形使得胶套保持长方体形状或其他需要的形状;

[0011] S4、冷等静压作业:将S3中装粉完成的压制坯胶套放入冷等静压机压制得到压制坯;

[0012] S5、热等静压作业:将S4中得到的压制坯进行热等静压处理后得到烧结坯;

[0013] S6、热轧作业:将S5中得到的烧结坯进行热轧制,得到板坯;

[0014] S7、机加工作业:将S6中得到板坯进行机加工作业得到最终所需产品尺寸。

[0015] 所述步骤S1中选用的原料粉纯度不低于99.9%,粒度介于1.5 $\mu\text{m}$ —50 $\mu\text{m}$ 之间。

[0016] 所述步骤S1中元素Ga、Ni、Nd中的至少一种合计比例为原子比0.5%--40%,Ti原子比为0.5%--40%,其余为Mo及不可避免的杂质元素。

[0017] 所述步骤S4冷等静压作业中,压力缓慢升至150MPa-400MPa后,保压3-10分钟,然后泄压,最后将压制坯从胶套取出。

[0018] 所述步骤S5热等静压作业中,作业压力为150MPa-300MPa,作业温度为800 $^{\circ}\text{C}$ -1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0019] 所述步骤S6热轧作业中,热轧制加热温度控制为800 $^{\circ}\text{C}$ -1200 $^{\circ}\text{C}$ ,热轧后退火去除应力,退火温度控制为800 $^{\circ}\text{C}$ -1200 $^{\circ}\text{C}$ 。

[0020] 所述步骤S2中混料所用的混料机位V型混料机或3D混料机,采用的保护气为惰性气体,工作前先用惰性气体洗缸不少于10分钟,混料时间为8-16小时。

[0021] 所述步骤S3中的胶套外面套设有配套的钢套。

[0022] 所述步骤S6中对烧结坯进行热轧作业时,坯料分3-5道次轧制,每道次轧制变形量不低于20%,轧制完成后,去应力退火,退火保温时间为0.5-2小时,之后自然冷却。

[0023] 述的靶材可应用于高端显示面板、太阳能电池以及其他靶材镀膜。

[0024] 本发明的有益效果是:1、使用以Mo为基体的三元或四元合金靶材相比二元合金Mo靶材,抗氧化性,耐湿性,耐高温性能得到进一步提升,最终提升了所镀膜层的稳定性和寿命。2、由于掺杂有低表面张力的金属元素,大大提升了膜层和PR胶层的接触角,改善了刻蚀性能,提升了产品良率。3、所用的工艺路线简单易操作,提升了生产效率,降低了生产成本,且由于可轧制,最终产品尺寸不受炉体尺寸限制,扩展了产品的尺寸和应用范围。

[0025] 说明书附图

[0026] 图1是采用本发明制备得到的靶材截面元素分布图。

## 具体实施方式

[0027] 下面通过优选实施例对本发明提供的制备工艺进一步详细说明,但本发明的保护范围并不局限于此。

[0028] 一种钼合金溅射靶材的制备工艺,制备的靶材可应用于高端显示面板、太阳能电池以及其他靶材镀膜技术领域,主要包括如下步骤:

[0029] S1、原料配比：靶材所用原料均为粉末状，选用的原料粉纯度不低于99.9%，粒度介于 $1.5\mu\text{m}$ — $50\mu\text{m}$ 之间；包括合计原子百分比占比为0.5%--40%的Ga、Ni、Nd元素组中的至少一种和原子比0.5%--40%的Ti作为掺杂金属，余量为Mo和不可避免的杂质；元素Ga、Ni、Nd中的至少一种合计比例为原子比0.5%--40%，Ti原子比为0.5%--40%，其余为Mo及不可避免的杂质元素。

[0030] S2、原料混合：根据所需生产的质量数或体积数，按照S1中的原料组分进行配比，并将各组分在真空或者保护气环境下进行原料混合搅拌，得到混合粉末；混料所用的混料机位V型混料机或3D混料机，采用的保护气为惰性气体，工作前先用惰性气体洗缸不少于10分钟，混料时间为8-16小时。

[0031] S3、胶套装粉定型：将S2中得到的混合粉末装入胶套，然后将胶套进行密封，并对胶套进行整形使得胶套保持长方体形状或其他需要的形状。

[0032] S4、冷等静压作业：将S3中装粉完成的压制坯胶套放入冷等静压机压制得到压制坯；压力缓慢升压至150MPa-400MPa后，保压3-10分钟，然后泄压，最后将压制坯从胶套取出。

[0033] S5、热等静压作业：将S4中得到的压制坯进行热等静压处理后得到烧结坯；作业压力为150MPa-300MPa，作业温度为 $800^{\circ}\text{C}$ - $1200^{\circ}\text{C}$ 。

[0034] S6、热轧作业：将S5中得到的烧结坯进行热轧制，得到板坯；热轧制加热温度控制为 $800^{\circ}\text{C}$ - $1200^{\circ}\text{C}$ ，热轧后退火去除应力，退火温度控制为 $800^{\circ}\text{C}$ - $1200^{\circ}\text{C}$ ；坯料分3-5道次轧制，每道次轧制变形量不低于20%，轧制完成后，去应力退火，退火保温时间为0.5-2小时，之后自然冷却。

[0035] S7、机加工作业：将S6中得到板坯进行机加工作业得到最终所需产品尺寸。

[0036] 实施例一

[0037] 本实施例提供一种钼合金溅射靶材的制备工艺，包括如下步骤：

[0038] S1、原料配比：优先选用原料组中的Ni作为第一种掺杂元素，所占原子比为10%，原料粉粒度为 $6\mu\text{m}$ ，原料粒度另外选用Ti元素原子比为10%，粉体粒度为 $10\mu\text{m}$ ，其余为Mo及其不可避免的杂质元素组成，Mo粉粒度为 $4.5\mu\text{m}$ 。

[0039] S2、原料混合：根据所需生产的质量数或体积数，按照S1中的原料组分进行配比，将步骤S1所选的原料粉加入V型混料机，原料粉加入前要使用惰性气体对混料机缸体进行洗缸，原料加入后，要在缸体内充满惰性气体，选用的惰性气体为氩气，之后将混料机缸体密封，使混料机内保持正压，开机混料8小时后停机，得到原料混合粉；

[0040] S3、胶套装粉定型：按照需要，选用合适尺寸的胶套，将步骤S2得到的混合粉装入胶套内，一边装，一边震实，装粉完毕后，将胶套密封，随后对胶套进行整形使胶套保持扁平的长方体形状；装粉所用的胶套尺寸要依据最终产品尺寸而定，在胶套外面，还需要套上配置的钢套，确保在进行冷等静压时，素坯不变形。

[0041] S4、冷等静压作业：将S3装过粉的胶套放入冷等静压机压制，缓慢升压，最大压力达到180MPa，保压时间8分钟，之后泄压，从胶套取出压制坯；在压制过程中，确保胶套密封、无渗油渗水等异常。

[0042] S5、热等静压作业：将步骤S4所得压制坯进行热等静压作业，作业压力150MPa，最高作业温度 $850^{\circ}\text{C}$ ，最高温度保压时间4小时。

[0043] S6、热轧作业：将步骤S5得到的坯料放入马弗炉中加热，加热温度为900℃，保温时间1小时，之后进行轧制，首道次轧制变形量不低于25%，其余道次轧制变形量为不低于20%，直至轧至所需尺寸，之后进行去应力退火，退火温度900℃，保温时间1小时，得到板坯。

[0044] S7、机加工作业：将步骤S6轧制后的板坯按订货图纸进行机加工作业，得到最终所需靶材。

[0045] 实施例二

[0046] S1、原料配比：优先选用原料组中的Ni作为第一种掺杂元素，所占原子比为15%，原料粉粒度为6μm，原料粒度另外选用Ti元素原子比为15%，粉体粒度为10μm，其余为Mo及其不可避免的杂质元素组成，Mo粉粒度为4.5μm

[0047] S2、原料混合：将步骤S1所选的原料粉加入V型混料机，原料粉加入前要使用惰性气体对混料机缸体进行洗缸，原料加入后，要在缸体内充满惰性气体，选用的惰性气体为氩气，之后将混料机缸体密封，使混料机内保持正压，开机混料8小时后停机，得到原料混合粉；

[0048] S3、胶套装粉定型：按照需要，选用合适尺寸的胶套，将步骤S2得到的混合粉装入胶套内，一边装，一边震实，装粉完毕后，将胶套密封，随后对胶套进行整形使胶套保持扁平的长方体形状；

[0049] S4、冷等静压作业：将S3装过粉的胶套放入冷等静压机压制，缓慢升压，最大压力达到180MPa，保压时间8分钟，之后泄压，从胶套取出压制坯；

[0050] S5、热等静压作业：将步骤S4所得压制坯进行热等静压作业，作业压力150MPa，最高作业温度950℃，最高温度保压时间4小时。

[0051] S6、热轧作业：将步骤S5得到的坯料放入马弗炉中加热，加热温度为900℃，保温时间1小时，之后进行轧制，首道次轧制变形量不低于25%，其余道次轧制变形量为不低于20%，直至轧至所需尺寸，之后进行去应力退火，退火温度900℃，保温时间1小时，得到板坯；

[0052] S7、机加工作业：将步骤S6轧制后的板坯按订货图纸进行机加工作业，得到最终所需靶材。

[0053] 实施例三

[0054] S1、原料配比：优先选用原料组中的Ni作为第一种掺杂元素，所占原子比为20%，原料粉粒度为12μm，原料粒度另外选用Ti元素原子比为20%，粉体粒度为20μm，其余为Mo及其不可避免的杂质元素组成，Mo粉粒度为4.5μm

[0055] S2、原料混合：将步骤S1所选的原料粉加入V型混料机，原料粉加入前要使用惰性气体对混料机缸体进行洗缸，原料加入后，要在缸体内充满惰性气体，选用的惰性气体为氩气，之后将混料机缸体密封，使混料机内保持正压，开机混料8小时后停机，得到原料混合粉；

[0056] S3、胶套装粉定型：按照需要，选用合适尺寸的胶套，将步骤S2得到的混合粉装入胶套内，一边装，一边震实，装粉完毕后，将胶套密封，随后对胶套进行整形使胶套保持扁平的长方体形状；

[0057] S4、冷等静压作业：将S3装过粉的胶套放入冷等静压机压制，缓慢升压，最大压力

达到180MPa,保压时间8分钟,之后泄压,从胶套取出压制坯;

[0058] S5、热等静压作业:将步骤S4所得压制坯进行热等静压作业,作业压力150MPa,最高作业温度1050℃,最高温度保压时间4小时。

[0059] S6、热轧作业:将步骤S5得到的坯料放入马弗炉中加热,加热温度为1000℃,保温时间1小时,之后进行轧制,首道次轧制变形量不低于25%,其余道次轧制变形量为不低于20%,直至轧至所需尺寸,之后进行去应力退火,退火温度1000℃,保温时间1小时,得到板坯;

[0060] S7、机加工作业:将步骤S6轧制后的板坯按订货图纸进行机加工作业,得到最终所需靶材。

[0061] 实施例四

[0062] S1、原料配比:优先选用原料组中的Nd作为第一种掺杂元素,所占原子比为20%,原料粉粒度为12 $\mu\text{m}$ ,原料粒度另外选用Ti元素原子比为20%,粉体粒度为20 $\mu\text{m}$ ,其余为Mo及其不可避免的杂质元素组成,Mo粉粒度为4.5 $\mu\text{m}$

[0063] S2、原料混合:将步骤S1所选的原料粉加入V型混料机,原料粉加入前要使用惰性气体对混料机缸体进行洗缸,原料加入后,要在缸体内充满惰性气体,选用的惰性气体为氩气,之后将混料机缸体密封,使混料机内保持正压,开机混料8小时后停机,得到原料混合粉;

[0064] S3、胶套装粉定型:按照需要,选用合适尺寸的胶套,将步骤S2得到的混合粉装入胶套内,一边装,一边震实,装粉完毕后,将胶套密封,随后对胶套进行整形使胶套保持扁平的长方体形状;

[0065] S4、冷等静压作业:将S3装过粉的胶套放入冷等静压机压制,缓慢升压,最大压力达到180MPa,保压时间8分钟,之后泄压,从胶套取出压制坯;

[0066] S5、热等静压作业:将步骤S4所得压制坯进行热等静压作业,作业压力150MPa,最高作业温度1050℃,最高温度保压时间4小时。

[0067] S6、热轧作业:将步骤S5得到的坯料放入马弗炉中加热,加热温度为1000℃,保温时间1小时,之后进行轧制,首道次轧制变形量不低于25%,其余道次轧制变形量为不低于20%,直至轧至所需尺寸,之后进行去应力退火,退火温度1000℃,保温时间1小时,得到板坯;

[0068] S7、机加工作业:将步骤S6轧制后的板坯按订货图纸进行机加工作业,得到最终所需靶材。

[0069] 本发明通过大量研究,找到了更加适合的金属元素对Mo金属靶材进行掺杂,首先要提高Mo靶材的耐蚀性,通过再Mo基体中掺杂耐性性能好的合金元素,如Ti可以提高钼靶的耐蚀性,但同时考虑到提升靶材所镀膜层和PR胶的粘合力,则需要使所镀膜层的表面张力较低,这样在涂上PR胶时,PR胶接触角更大,从而改善粘附性,进而改善产品的OPEN类不良,表面张力比较低的金属有Ni、Ga、Nd等,所以可以通过掺杂这些金属中的至少一种,提升靶材制备膜层的耐蚀性和粘附力。本发明工艺步骤简单,操作便捷,制备的钼合金溅射靶材纯净度、相对密度均满足高端电子产品镀膜领域使用需求,且生产成本低,产品尺寸宽泛,便于工业化批量生产。

[0070] 采用本发明中实施例一—实施例四所公开的工艺制备得到的钼合金靶材,经过材

料试验对比,本发明所制备出来的靶材不但与布线层刻蚀性能匹配,且抗氧化、耐湿性更加优秀,同时膜层与PR胶粘合力更好,接触角更大,刻蚀破度角得到改善,有效提高了产品综合良率。需要特别说明的是,说明书背景技术内容中所披露的两项日本进入中国的专利的现有技术,其中一项技术在钼基体的基础上添加Ti、Zr、V、Nb、Cr至少一种,而另外一项技术是添加Cr、Zr、Ta和Ni(为必加元素),而本发明中让Ti成为必加元素,另外添加Ni、Ga、Nd(不同于Nb),实现了材料的可轧制性,突破了技术上的同质化,提高了产品的综合性能,经试验对比发现,本工艺制备的靶材与PR胶接触角相比纯钼靶和其他已公开钼合金靶材可提升30%以上。与PR胶粘附力更好,而且耐腐蚀性能优异,对比其他纯钼及已公开的钼合金靶材,刻蚀破度角可改善20%以上。

[0071] 最后应当说明的是:以上实施例仅用以说明本发明的技术方案而非对其限制;尽管参照较佳实施例对本发明进行了详细的说明,所属领域的普通技术人员应当理解:依然可以对本发明的具体实施方式进行修改或者对部分技术特征进行等同替换;而不脱离本发明技术方案的精神,其均应涵盖在本发明请求保护的技术方案范围当中。



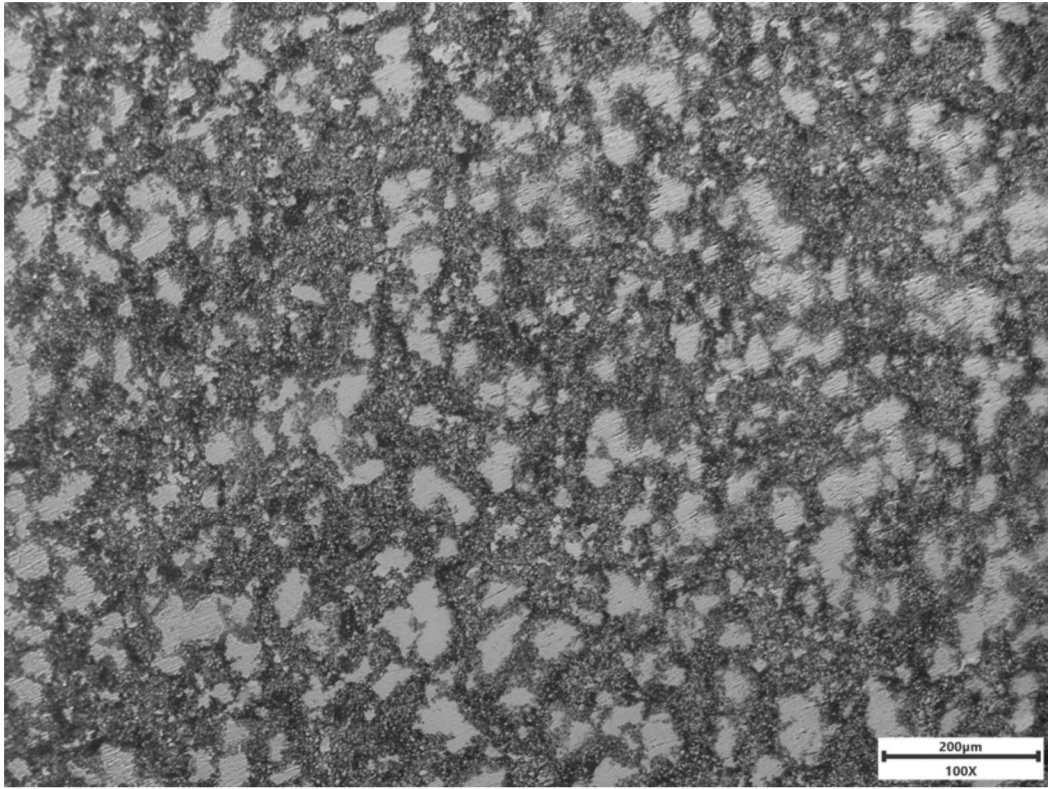


图1