



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 105683407 A

(43) 申请公布日 2016. 06. 15

(21) 申请号 201480059727. 5

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2014. 10. 27

C23C 14/34(2006. 01)

(30) 优先权数据

GM354/2013 2013. 10. 29 AT

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2016. 04. 29

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/AT2014/000195 2014. 10. 27

(87) PCT国际申请的公布数据

W02015/061816 DE 2015. 05. 07

(71) 申请人 攀时奥地利公司

地址 奥地利乐特市

(72) 发明人 尼古劳斯·赖因弗雷德

迈克尔·朔贝尔

沃尔弗拉姆·克纳布

约尔格·温克勒

(74) 专利代理机构 北京天昊联合知识产权代理

有限公司 11112

代理人 张天舒 张杰

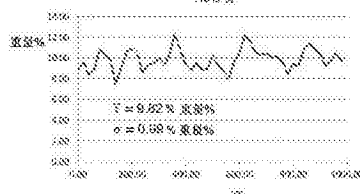
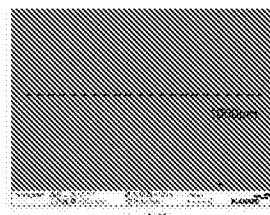
权利要求书2页 说明书6页 附图1页

(54) 发明名称

溅镀靶及其制造方法

(57) 摘要

本发明涉及一种由 Mo 合金构成的溅镀靶, 该溅镀靶包含周期表的第 5 族中的至少一种金属, 其中第 5 族金属的平均含量为 5at% 至 15at% 并且 Mo 含量为  $\geq 80at%$ 。该溅镀靶的平均 C/O 比以 (at% /at%) 为单位为  $\geq 1$ 。根据本发明的溅镀靶能够通过变形制造并且具有改良的溅镀性能。



1. 一种由Mo合金构成的溅镀靶,所述溅镀靶包含周期表的第5族中的至少一种金属,其中第5族金属的平均含量 $C_M$ 为5at%至15at%并且Mo含量为 $\geq 80\text{at}\%$ ,其特征在于,所述溅镀靶的平均C/O比以(at%/at%)为单位为 $\geq 1$ 。

2. 根据权利要求1所述的溅镀靶,其特征在于,所述第5族金属完全溶解于Mo中。

3. 根据权利要求1或2所述的溅镀靶,其特征在于,变形纹理。

4. 根据权利要求3所述的溅镀靶,其特征在于,所述变形纹理具有以下主要的定向:

a. 在变形方向上:110

b. 与所述变形方向垂直:群组100和111的至少一种定向。

5. 根据权利要求3或4所述的溅镀靶,其特征在于,垂直于最后的变形方向测量的粒度分布的 $d_{50}$ 和 $d_{90}$ 满足以下关系: $d_{90}/d_{50} \leq 5$ 。

6. 根据权利要求1至5中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,O含量为 $\leq 0.04\text{at}\%$ 。

7. 根据权利要求1至6中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,所述溅镀靶不含氧化物。

8. 根据权利要求1至7中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,相对密度 $>$ 理论密度的99.5%。

9. 根据权利要求1至8中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,所述第5族金属均匀分布于溶液中,其中所述第5族金属分布的标准差 $\sigma$ 满足以下关系:

$\sigma \leq C_M \times 0.15$ 。

10. 根据权利要求1至9中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,所述第5族金属为Ta或Nb。

11. 根据权利要求1至10中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,所述溅镀靶由5at%至15at%的第5族金属、剩余的Mo和典型的杂质组成。

12. 根据权利要求1至11中任一项所述的溅镀靶,其特征在于,所述溅镀靶为管状靶。

13. 一种制造溅镀靶的方法,其特征在于,所述方法包含以下步骤:

a. 制造粉末混合物,所述粉末混合物包含:

i.  $\geq 80\text{at}\%$ 的Mo粉末;

ii. 至少一种第5族金属的粉末,其中所述粉末混合物中的第5族金属的含量为5at%至15at%;和

iii. C源,其中选择C的含量以使得所述粉末混合物中的以at%为单位的C的总含量 $\Sigma c$ 和以at%为单位的O的总含量 $\Sigma o$ 满足以下关系:

$0.2 \leq \Sigma c / \Sigma o \leq 1.2$ ;

b. 使所述粉末混合物固化。

14. 根据权利要求13所述的方法,所述方法用于制造根据权利要求1至12中任一项所述的溅镀靶。

15. 根据权利要求13或14所述的方法,其特征在于,所述方法包含变形过程。

16. 根据权利要求13至15中任一项所述的方法,其特征在于,通过:

a. 在100MPa至500MPa下向所述粉末混合物加压以得到生坯,并且

b. 在温度T下烧结所述生坯,其中 $1800^\circ\text{C} < T < 2500^\circ\text{C}$ 进行固化。

17. 根据权利要求13至16中任一项所述的方法,其特征在于,所述Mo粉末具有通过Fisher方法测量的 $2\mu\text{m}$ 至 $7\mu\text{m}$ 的粒度并且所述第5族金属具有通过Fisher方法测量的 $4\mu\text{m}$ 至

20 $\mu\text{m}$ 的粒度。

18. 根据权利要求13至17中任一项所述的方法,其特征在于, $\Sigma c$ 与 $\Sigma o$ 满足以下关系:

$$0.4 \leq \Sigma c / \Sigma o \leq 1.1。$$

19. 根据权利要求13至18中任一项所述的方法,其特征在于,除典型的杂质之外,所述粉末混合物不含有其他合金元素。

20. 根据权利要求13至19中任一项所述的方法,其特征在于,变形由辊轧、挤压或锻造实现,其中变形程度为45%至90%。

21. 根据权利要求13至20中任一项所述的方法,其特征在于,在真空、惰性气氛和还原气氛中选择的至少一种气氛中进行烧结。

22. 根据权利要求21所述的方法,其特征在于,至少部分时间在加热操作期间在真空和惰性气氛中选择的至少一种气氛中进行烧结并且至少部分时间在保持时间期间在烧结温度下在还原气氛中进行烧结。

## 溅镀靶及其制造方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种包含钼(Mo)和周期表的第5族中的至少一种金属的溅镀靶,其中第5族金属的平均含量CM为5at%至15at%且Mo含量为 $\geq 80\text{at}\%$ 。

### 背景技术

[0002] 溅镀,也称为阴极雾化,是原子通过用高能离子轰击从溅镀靶分离且转变成气相的物理过程。由Mo构成且含有第5族金属的溅镀靶是已知的。因此,EP 0 285 130 A1描述了一种由Mo合金构成且含有50at%至85at%的钽(Ta)的溅镀靶。JP 2002 327264 A公开了一种由Mo合金构成且含有2at%至50at%的铌(Nb)和/或钒(V)且相对密度为 $>95\%$ 、挠曲强度为 $>300\text{MPa}$ 并且粒度为 $<300\mu\text{m}$ 的溅镀靶。该溅镀靶具有扩散相和至少一种纯相或仅具有扩散相。JP 2005 307226 A公开了一种由Mo合金构成且含有0.1at%至50at%过渡金属的溅镀靶。该溅镀靶的长度为 $\geq 1\text{m}$ 且均质密度为 $\geq 98\%$ 。替代性地,JP 2005 307226 A描述了一种在总长度上在组份方面具有 $\leq 20\%$ 波动的溅镀靶。

[0003] 举例而言,Mo-Nb和Mo-Ta溅镀靶用于制造薄膜晶体管的电极层或制造触摸面板的接触层。为满足在层质量和均质性方面的增加的需求并且在不断增大的尺寸下,是许多研发活动的目标。因此,JP 2008 280570 A描述一种用于Nb含量为0.5at%至50at%的Mo-Nb溅镀靶的制造方法,其中首先制造Mo烧结体,随后将其压碎以得到粉末。使以此方式制造的Mo粉未经受还原处理且与Nb粉末混合。随后通过热均衡加压使此混合物压缩。尽管此方法能够降低粉末的氧含量,然而因为热均衡加压在封闭容器(罐)中进行,不允许进一步降低溅镀靶中的氧含量。此外,也不能以许多用途所需的均质性将Nb分散于Mo中。

[0004] JP 2005 290409 A又描述一种由Mo合金构成且含有由Ti、Zr、V、Nb和Cr组成的群的0.5at%至50at%金属的溅镀靶,其中包含于靶中的氧以氧化物形式存在于富含Mo相/富含合金元素相的界面区域中。用于此溅镀靶的优选的制造方法包含以下步骤:混合Mo粉末与合金元素的粉末、烧结、压碎烧结体以得到粉末和在罐装状态下通过热均衡加压使以此方式制造的粉末压缩。由于降低了晶界扩散率,在热加压期间氧化物对溅镀靶的均质化有不利影响。此外,氧化物对溅镀性能有不利影响。

[0005] JP 2013 83000 A描述一种由Mo合金构成且含有0.5at%至60at%的一种或多种来自Ti、Nb和Ta组成的群的元素的溅镀靶的制造,其中Mo粉末与合金元素的氢化物粉末混合且使此混合物在 $300\text{C}$ 至 $1000\text{C}$ 下脱气并且随后通过热均衡加压压缩。尽管氢化物粉末在脱气期间分解以形成金属粉末,在其他处理步骤期间,在粉末粒子的表面上通过吸附再次吸收氧。该氧在热均衡加压期间不移除。

[0006] 所描述的溅镀靶并未满足关于层均质性、溅镀性能的均质性和避免不合需要的局部熔化的增加的要求。举例而言,局部熔化由电弧过程(局部形成电弧)造成。

[0007] 出于以下原因中的至少一个,所描述的制造技术不可能制造满足上述要求的溅镀靶:

[0008] a)氧化物阻碍晶界扩散;

- [0009] b)不可能在固化过程期间移除氧；  
[0010] c)固化过程未导致合金元素的足够均质化；  
[0011] d)部分造成足够高扩散率的界面和晶界体积以和缺陷密度不够高；  
[0012] e)固化过程导致晶粒的不可接受地高的粗化；  
[0013] f)所使用的粉末产生粗粒的溅镀靶。

## 发明内容

[0014] 本发明的目的是提供一种满足上述要求和/或不具有上述缺点的溅镀靶。特别地，本发明的目标是提供一种溅镀靶，通过该溅镀靶可制造在化学组份方面以和在层厚度分布方面极均质的层且该溅镀靶不会出现由于电弧过程而局部熔化的倾向。此外，溅镀靶应具有均匀的溅镀性能。在此，均匀的溅镀性能可以理解为可以以相同速度移除溅镀靶的个别晶粒或个别区域，以使得在溅镀过程期间无凸纹结构形成于溅镀表面的区域中。

[0015] 本发明的另一目的是提供一种制造方法，其允许以简单和持续的过程方式制造具有上述特性的溅镀靶。

[0016] 通过独立权利要求实现该目标。在附属权利要求中描述特定的实施方式。

[0017] 溅镀靶包含Mo和周期表的第5族中的至少一种金属。第5族金属为Ta、Nb和V。第5族金属的平均含量 $C_M$ 为5at%至15at%，Mo含量为 $\geq 80$ at%。第5族金属优选完全溶解于Mo中，其对均匀的溅镀性能具有有利影响。在此，完全溶解可以理解为以元素形式(作为Ta、Nb和/或V晶粒)或作为氧化物存在的第5族金属的含量 $< 1$ 体积%。溅镀靶的平均碳/氧(carbon/oxygen, C/O)比以(at%/at%)为单位为 $\geq 1$ ，优选为 $\geq 1.2$ 。为测定平均的C/O比，从溅镀靶获取三个中心样品和三个边缘样品且分析该样品并且计算平均值。通过燃烧分析(combustion analysis, CA)测定碳且通过载气热萃取(hot extraction, HE)测定氧。在以下文中，平均C/O比称为C/O比。

[0018] 在溶解状态下的第5族金属对Mo有强烈混合晶体硬化的影响。混合晶体硬化与延展性和变形能力的明显降低相关。虽然由于富含第5族金属相有延展作用，可以更简单和更恒定过程方式通过变形处理两相(富含Mo相和富含第5族金属相)合金，但就极均质混合晶体合金而言，迄今这是不可能的。通过C/O比 $\geq 1$ 现在可以确保，制造方法能够包括变形步骤，而在C/O比 $< 1$ 下程度上不足够确保通过变形的可靠制造。原因大概在于，C/O比 $\geq 1$ 导致晶界强度增加，由此可避免晶界破裂。以下将详细说明变形步骤如何对溅镀靶的性质有正面影响。通过C/O比以(at%/at%)为单位 $\geq 1$ ，现在首次能够在在一个产物中结合合金均质性和变形纹理的正面影响。出人意料地，C/O比 $\geq 1$ 不仅对形成的溅镀靶有正面影响而且对仅经烧结或已经烧结的且通过热均衡加压压缩的溅镀靶的溅镀性能有有利影响。此处优选在不使用罐的情况下进行热均衡加压。

[0019] 下面将详细描述如何能够以恒定过程方式设定C/O比 $\geq 1$ 。此外，C/O比 $\geq 1$ 也可以在溅镀靶中设定低的氧含量。可实现氧含量 $\leq 0.04$ at%，优选 $\leq 0.03$ at%，特别优选 $\leq 0.02$ at%。溅镀靶优选不含氧化物。因此能够可靠地避免不期望的电弧过程。出于本发明的目的，不含氧化物可以理解为通过在 $1000\times$ 的放大率下的扫描电子显微镜的放大率中， $0.01\text{mm}^2$ 区域中的可侦测、氧化粒子的数目为 $\leq 1$ 。 $0.1\text{mm}^2$ 区域中的可侦测、氧化粒子的数目优选为 $\leq 1$ 。

[0020] 此外,溅镀靶优选具有变形纹理。如名称表明,变形纹理在变形过程中产生。在随后热处理(例如恢复热处理或再结晶热处理)中,不损失变形纹理。本发明的溅镀靶可因此处于变形、恢复、部分再结晶或完全再结晶状态。变形纹理可例如归因于轧制、锻造或挤压过程。成型过程形成在很大程度上具有相对于溅镀靶的表面相同或类似定向的晶粒。由于移除率视晶粒的定向而定,此使得溅镀性能均匀。

[0021] 对于具有以下主要定向的变形纹理均匀溅镀移除也为有利的:

[0022] a.在变形方向上:110

[0023] b.与该变形方向垂直:群组100和111的至少一种定向。

[0024] 若在变形期间已改变方向(在板状几何形状的情况下为可能的),则变形方向被认为其中变形更大(具有更高变形程度)的方向。主要定向被认为最大强度的定向。强度典型地高于1.5倍,优选两倍随机强度。变形纹理通过扫描电子显微镜(scanning electron microscope,SEM)和电子反向散射绕射(electron backscatter diffraction,EBSD)测定。在此,以70°的角度安装样品。入射原始电子束经样品的原子无弹性地散射。当一些电子以满足Bragg条件的方式冲击于晶格面上时,出现相长干涉。该增强出现于晶体中的所有晶格面中,以使得产生的绕射图案(英文:electron backscatter pattern,也称为Kikuchi图案)包括晶体中的所有角关系且因此也包括晶体对称。在此,在以下条件下进行测量:

[0025] -加速电压:20kV,

[0026] -孔口120 $\mu$ m,

[0027] -工作距离22mm

[0028] -高电流模式-启动

[0029] -扫描面积:1761 $\times$ 2643 $\mu$ m<sup>2</sup>

[0030] -指数步长:3 $\mu$ m。

[0031] 基于各别组成物的理论密度,溅镀靶的优选密度在仅经烧结状态下为>88%,在经烧结和热均衡压缩状态下为>96%且在已变形状态下为>99.5%,优选>99.9%。高密度与低氧含量组合也确保无弧溅镀。

[0032] 此外,垂直于最后变形方向测量的粒度分布的d<sub>50</sub>和d<sub>90</sub>满足以下关系为有利的:  
 $d_{90}/d_{50} \leq 5$ 。

[0033] d<sub>90</sub>/d<sub>50</sub>优选为 $\leq 3$ ,特别优选 $\leq 1.5$ 。

[0034] 为测定粒度,制造光片且通过EBSD使晶界可见。随后通过定量金相学进行平均和最大粒度的评估。根据ASTM E 2627-10进行评估。通过两个相邻晶粒的间的 $\geq 5^\circ$ 的定向差异定义晶界。通过定量影像分析测定在d<sub>90</sub>和d<sub>50</sub>的情况下的粒度分布。已发现窄粒度分布对溅镀性能的均质性有极正面影响。与其他材料相比,Mo-第5族金属溅镀靶与具有较小晶粒直径的晶粒相比在更大程度上溅镀掉具有相对较大晶粒直径的晶粒。原因仍不清楚,但可归因于不同缺陷密度或信道效应(晶格导引效应-由无晶格原子的线性区域所致的离子的渗透)。

[0035] 实际上可通过上述d<sub>90</sub>/d<sub>50</sub>比防止此不利的非均匀溅镀性能。

[0036] 第5族金属不仅完全而且非常均匀地溶解于Mo中。通过SEM/WDX测量的第5族金属分布的标准差 $\sigma$ 优选满足以下关系: $\sigma \leq CM \times 0.15$ ,特别优选 $\sigma \leq CM \times 0.1$ 。

[0037] 因为溅镀速率视各别合金元素含量而定,所以根据本发明的具有极均质第5族金

属分布的溅镀靶具有极其均匀的溅镀性能。此均匀溅镀性能首先导致制造的层具有极其均质厚度分布,且其次导致溅镀靶甚至在长期使用之后始终具有较低表面粗糙度/较少凸纹形成。此又为长期均匀溅镀性能的先决条件。

[0038] 此外,第5族金属优选为Ta和/或Nb。Mo-Ta和Mo-Nb合金具有特别有利的腐蚀和蚀刻性能。合金有利地由Mo和5at%至15at%第5族金属和典型杂质组成。典型杂质为通常存在于原材料中或可归因于制造方法的杂质。

[0039] 根据本发明的溅镀靶特别有利地经组态为管状靶。已发现在管状靶的已知溅镀条件下,诸如氧化物、均质性或平均粒度与最大粒度的比的微结构特征具有比就扁平靶而言更强的影响。

[0040] 当过程包含以下步骤时,可以特别简单和恒定过程方式制造本发明的溅镀靶:

[0041] -制造包含以下各者的粉末混合物:

[0042] i.  $\geq 80\text{at}\%$ Mo粉末;

[0043] ii. 至少一种第5族金属的粉末,其中该粉末混合物中的第5族金属的含量为5at%至15at%;并且

[0044] iii. C源,其中选择C的量以使得该粉末混合物中的以at%计的C的总含量 $\Sigma_c$ 和以at%为单位的O的总含量 $\Sigma_o$ 满足以下关系:

[0045]  $0.2 \leq \Sigma_c / \Sigma_o \leq 1.2$ ;并且

[0046] -使该粉末混合物固化。

[0047] 在0.2至1.2范围内的 $\Sigma_c / \Sigma_o$ 比确保可在溅镀靶中设定C/O比 $\geq 1$ 。在其他过程步骤期间的氧的移除优选通过氧与碳和氢的反应发生。粉末混合物中的氧的总含量 $\Sigma_o$ 包含Mo粉末的氧含量和第5族金属的氧含量。氧主要以吸附形式存在于粉末粒子的表面上。就已知制造和储存而言,在 $2\mu\text{m}$ 至 $7\mu\text{m}$  Fisher粒度下的Mo粉末的氧含量典型地为0.1at%至0.4at%。就粒度通过Fisher方法测量为 $4\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 的第5族金属而言,氧含量典型地为0.3at%至3at%。碳的总含量 $\Sigma_c$ 包含Mo粉末的碳含量、第5族金属的碳含量和C源的碳含量。碳源可为例如碳黑、活性碳或石墨粉末。然而,其也可以是释放碳的化合物,例如Nb碳化物或Mo碳化物。

[0048] 首先通过已知方法测定所使用的粉末的氧和碳含量,随后确定C源粉末的所需量。随后混合粉末且通过已知方法使粉末固化。出于本发明的目的,术语固化指导致压缩的过程。固化优选由冷均衡加压和烧结实现。在此,术语烧结指压缩仅可归因于热量的作用而非压力(如在例如热均衡加压的情况下)的过程。

[0049] 在热处理期间,优选在烧结过程期间,碳源的碳与存在于粉末中的氧反应形成 $\text{CO}_2$ 和较小比例 $\text{CO}$ 。此反应优选出现在烧结体仍具有开口孔隙率的温度下。待要压缩的材料存在于罐中的压缩过程(如在例如热均衡加压的情况下)不太适用于以有利方式使用本发明的方法。若使用罐进行热均衡加压,则本发明的粉末混合物必须经受单独热处理/脱气处理。

[0050] 粉末中的总碳含量 $\Sigma_c$ 和总氧含量 $\Sigma_o$ 优选满足以下关系:

[0051]  $0.4 \leq \Sigma_c / \Sigma_o \leq 1.1$ ,特别优选 $0.6 \leq \Sigma_c / \Sigma_o \leq 1$ 。

[0052] 特定言的,极高过程可靠性可以此方式获得。

[0053] 有利地在100MPa至500MPa的压力下进行加压操作。若压力 $< 100\text{MPa}$ ,则在烧结期间

无法获得足够的密度。>500MPa的压力导致在烧结过程期间，在碳与氧的反应中形成的化合物不足够快地输送出烧结体，因为透气性太低。烧结温度优选在1800℃至2500℃范围内。低于1800℃的温度导致极长烧结时间或不令人满意的密度和均质性。高于2500℃的温度导致晶粒生长，其对粒度分布的有利均质性有不利影响。

[0054] Mo粉末的有利粒度为2μm至7μm且第5族金属粉末的有利粒度为4μm至20μm。粒度通过Fisher方法来测定。若第5族金属的粒度>20μm，则当使用无压压缩过程时，合金有形成Kirkendall孔的增加的倾向。若第5族金属的粉末粒度<4μm，则氧含量(吸附于粉末粒子的表面上的氧)太高且仅可通过昂贵的制造步骤(例如特定脱气步骤)获得有利的低氧值。若Mo粉末的粒度超过7μm，则这导致降低的烧结活性。若粒度低于2μm，则生坯的透气性明显不良。生坯也开始在较低的温度下烧结。两种影响均导致在烧结过程期间氧的不良的移除。

[0055] 以优选的方式，粉末混合物不含有除Mo、第5族金属和碳源之外之任何其他合金元素。杂质存在的范围对于该材料为典型的。

[0056] 若使用其他合金元素，则其总含量必须不超过15at%。已发现不对溅镀和蚀刻性能有不利影响的合金元素为适用的。作为适合的合金金属，例如可涉及W和Ti。

[0057] 烧结有利地在真空下在惰性气氛中和/或在还原气氛中进行。在此，惰性气氛为不与合金组分反应的气体介质，例如稀有气体。特别地，适合的还原气氛为氢气。有利地在真空中或在惰性气氛中，例如在加热操作期间进行C与O的反应以形成CO<sub>2</sub>和/或CO。可以此方式有效移除所形成的反应产物。此外，避免形成第5族金属的氢化物。随后优选在还原气氛中，优选在氢气下进行最终烧结历时至少部分时间。

[0058] 固化优选接着变形过程。可例如在扁平靶的情况下通过辊轧，在管状靶的情况下通过挤压或锻造实现变形。优选变形程度为45%至90%。在此，变形程度如下限定：

[0059]  $(Aa - Au) / Aa \times 100$  (以%为单位)

[0060] Aa... 变形之前的横截面积

[0061] Au... 变形之后的横截面积

[0062] 在<45%的变形程度下，溅镀性能的密度和均匀性不利地受到影响。>90%的变形程度对制造成本有不利影响。变形温度优选为900℃至1500℃历时至少部分时间。在此，部分时间可以理解为例如，在此温度下进行第一变形步骤。成型温度随后也可低于900℃。可在一个步骤中或在多个步骤中进行变形。

[0063] 若溅镀靶成型为扁平靶，则优选将该扁平靶焊接至背板。管状靶可优选再次通过焊接过程与支撑管接合或用作整块溅镀靶。优选使用钢或富含钢合金作为焊接材料。

## 附图说明

[0064] 下面通过以下通过制造的实施例示例性地说明本发明。

[0065] 图1示出了用WDX扫描辊轧的Mo-10at%的Nb的扫描电子显微照片。

## 具体实施方式

[0066] 对此，使用以下粉末：

[0067] -Fisher粒度为4.5μm、氧含量为0.24at%且碳含量为0.03at%的Mo粉末

[0068] -Fisher粒度为8μm、氧含量为1.26at%且碳含量为0.46at%的Nb粉末

[0069] 为在Mo量为758kg和Nb量为81.6kg下获得0.7的 $\Sigma c/\Sigma o$ 值,在机械混合器中混合0.336kg Fisher粒度为0.35 $\mu\text{m}$ 的碳黑粉末与Mo和Nb粉末。在180MPa的加压压力下通过冷均衡加压自此粉末混合物制造四个平板。在2150 $^{\circ}\text{C}$ 的温度下烧结平板,加热过程在真空下进行三个小时直至1200 $^{\circ}\text{C}$ 的温度。 $\text{H}_2$ 随后用作处理气体。烧结体的密度为8.9 $\text{g}/\text{cm}^3$ (理论密度的88.6%)、C含量为0.022at%且O含量为0.018at%。C/O比为1.22。

[0070] 使烧结体经受SEM/EDX检查。Nb和Mo完全溶解于彼此之中。不能侦测到氧化物。随后冷轧烧结体,变形温度为1450 $^{\circ}\text{C}$ 且变形程度为78%。自冷轧平板获取试样且通过已知的金相方法将其研磨和抛光通过于SEM/EBSD测定纵向试样的纹理。

[0071] 对此,使用以下设定:

[0072] -加速电压:20KV,

[0073] -工作距离:22mm,

[0074] -高电流模式启动

[0075] -孔口120 $\mu\text{m}$

[0076] -扫描面积1761 $\times$ 2643 $\mu\text{m}^2$

[0077] -指数步长3 $\mu\text{m}$ 。

[0078] 反极图的评估将110指示为在纵向方向(变形方向)上在 $>2\times$ 随机下的主要纹理。在法线方向上(垂直于变形方向),在 $>2\times$ 随机下测量100与111定向。

[0079] 通过EBSD在横断面上测量粒度。将晶界定义为两个相邻晶粒的间的 $\geq 5^{\circ}$ 的所有晶粒定向差异。通过定量影像分析测定粒度分布。20000 $\mu\text{m}^2$ 评估区域中的 $d_{50}$ 为15 $\mu\text{m}$ 且 $d_{90}$ 为35 $\mu\text{m}$ 。 $d_{90}/d_{50}$ 比为2.3。类似地在十个其他位置进行此测量且测定平均 $d_{90}/d_{50}$ 比。该平均 $d_{90}/d_{50}$ 比为2.41。也通过SEM/EDX和SEM/WDX检查冷轧平板以测定Nb分布的均质性。图1显示在1mm的距离上的WDX扫描。在此距离上测量的Nb分布的标准差为1.02at%。在 $2.5\times 10^3$ 毫巴至 $1\times 10^{-2}$ 毫巴范围内的氩气(Ar)压力和400瓦特或800瓦特的功率下通过溅镀实验测定以此方式制造的溅镀靶的溅镀性能。钠钙玻璃用作衬底材料。靶溅镀可在不出现电弧过程的情况下溅镀。沉积层(层厚度=200nm)的特定电阻较低并且视溅镀条件而定,为13.7 $\mu\Omega\text{cm}$ 至18.5 $\mu\Omega\text{cm}$ 。层的压缩应力在-1400MPa至-850MPa范围内。

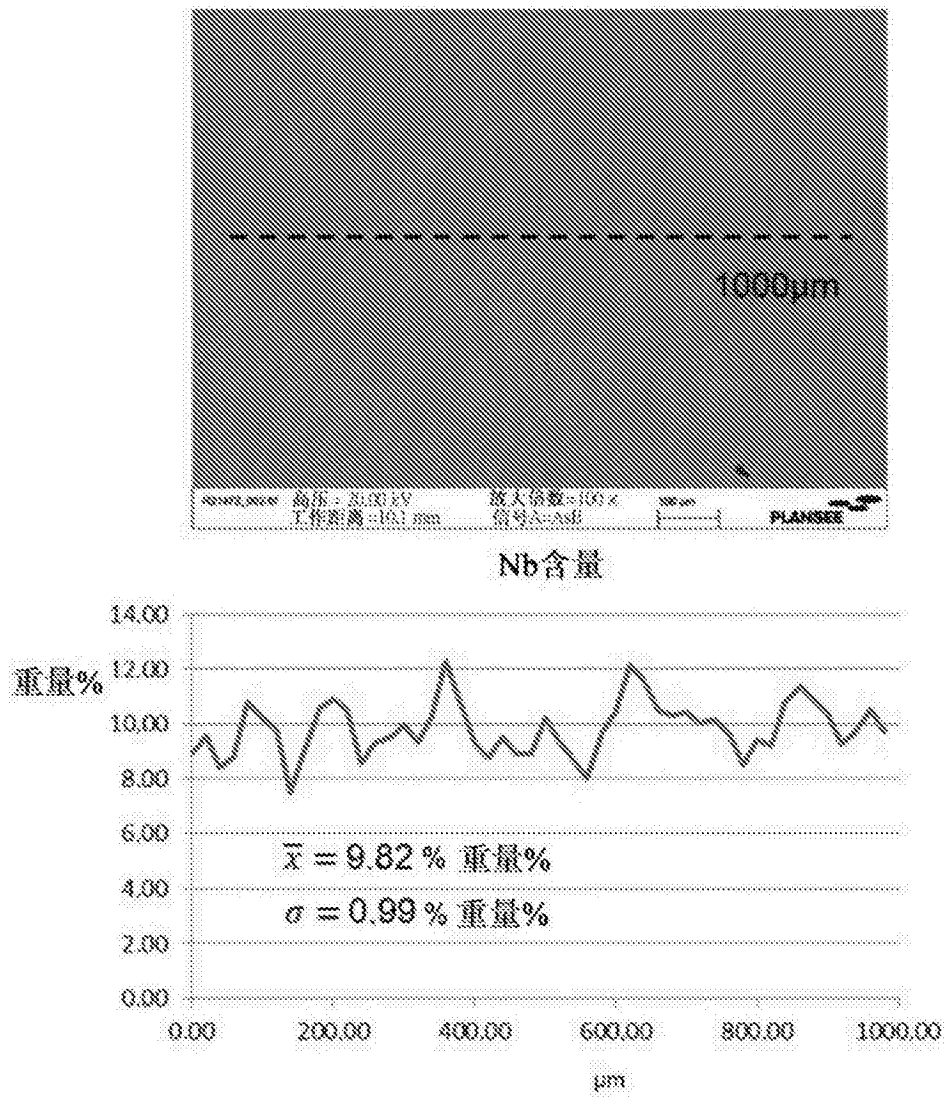


图1