



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201103999 A1

(43)公開日：中華民國 100 (2011) 年 02 月 01 日

(21)申請案號：098124764

(22)申請日：中華民國 98 (2009) 年 07 月 22 日

(51)Int. Cl. :

C23C14/34 (2006.01)

C22C19/03 (2006.01)

(71)申請人：中國鋼鐵股份有限公司 (中華民國) CHINA STEEL CORPORATION (TW)

高雄市小港區中鋼路 1 號

(72)發明人：洪胤庭 (TW)；陳榮志 (TW)；李至隆 (TW)；黃宏勝 (TW)；陳清宗 (TW)

(74)代理人：蔡東賢

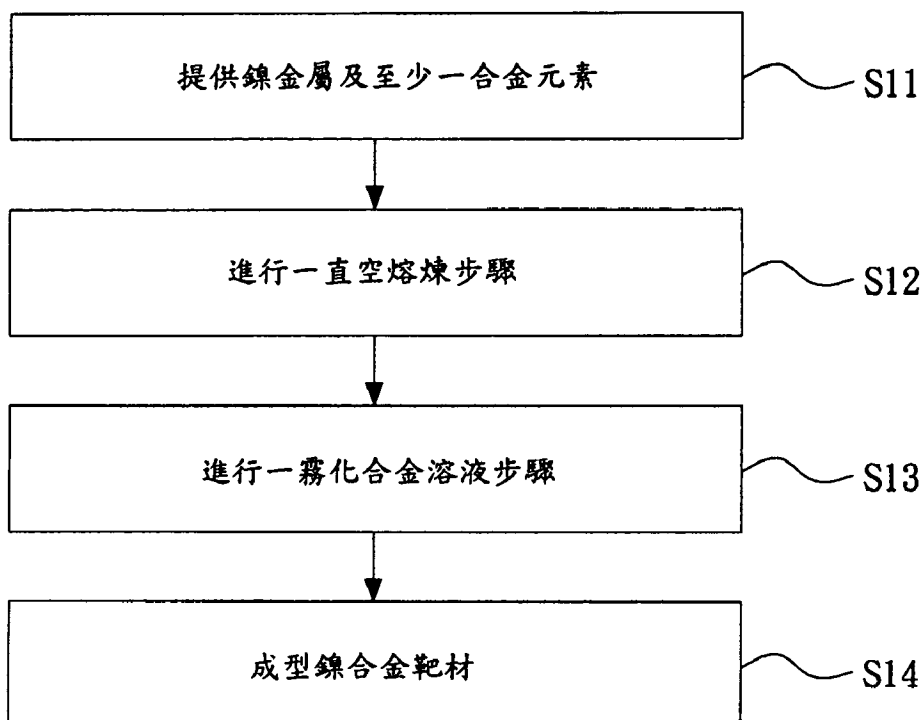
申請實體審查：有 申請專利範圍項數：25 項 圖式數：3 共 17 頁

(54)名稱

鎳合金靶材之製造方法

(57)摘要

本發明鎳合金靶材之製造方法係將鎳金屬及至少一合金元素真空熔煉成一合金溶液，再霧化形成鎳合金粉體，接著篩分選取小於一設定粒度之鎳合金粉體，最後成型為鎳合金靶材。本發明不需使用昂貴之 Ni 及 W 粉體為原料、不需昂貴之電漿燒結設備進行燒結，並且不需經冷軋製程及再結晶退火處理，即可快速、大量製備製得鎳合金靶材，故製造方法簡單且可減少製造時間。再者，本發明製造方法所製得之鎳合金靶材無成分偏析、具細緻晶粒、晶粒分佈均勻且完全合金化，故具有較高之濺鍍品質。



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於一種靶材之製造方法，詳言之，係關於一種鎳合金靶材之製造方法。

【先前技術】

參考中國大陸專利第200510104828.2號及第200610076274.4號，其揭示一種粉末冶金之製造技術，其係先以球磨方式將高純度之鎳(Ni)粉及鎢(W)粉混合後，裝入石墨模具中，利用放電等離子燒結法於800~1200°C、壓力控制在30~80 MPa、持溫10分鐘，將粉末燒結緻密製得Ni-W合金。該等專利雖能製作出緻密之Ni-W合金，但其採用傳統的粉末混合方式來混合Ni粉與W粉，因Ni密度為8.9 g/cm³，W密度為19.3 g/cm³，二者密度相差一倍以上，在利用球磨混粉過程中，密度較大之W粉易與密度較小Ni粉分離，造成粉末混合不均，進一步影響燒結後合金之成分均勻性。

另外，上述二專利之方法係採用傳統粉末冶金製程，其必需使用價格昂貴之高純度(純度99.99%)且粒度細小(粒度約在3~6 μm)之Ni粉及W粉，因此所製備之Ni-W合金成本較高。再者，上述二專利中僅係以球磨方式將Ni粉及W粉進行混粉，Ni粉及W粉在混合時並未合金化，經過燒結後，Ni粉及W粉雖因燒結反應而緻密，但並未完全合金化，仍可明顯觀察到Ni粉及W粉單獨存在。

此外，在一般習知粉末製程中，所需之粉末混合時間較

長，約費時8~24小時不等，且粉末在混合過程中，容易因高熔點粉末密度較一般金屬粉末大，造成粉末混合不均，進而影響燒結後靶材之成分均勻性。並且，在傳統熔煉製程中，熔湯澆鑄、冷卻後，尚需再進行熱軋延以細化組織，同樣需費時數十小時。其中，在傳統鑄造製程之凝固過程中，容易有縮孔、成分偏析及組織粗大等缺點，故需再以費時之熱軋步驟消除鑄錠之偏析，並細化組織。

因此，有必要提供一創新且富有進步性之鎳合金靶材之製造方法，以解決上述問題。

【發明內容】

本發明提供一種鎳合金靶材之製造方法，包括以下步驟：(a)提供鎳金屬及至少一第一合金元素；(b)進行一真空熔煉步驟，以形成一合金溶液；(c)霧化該合金溶液，以形成鎳合金粉體；(d)進行一篩分步驟，以選取小於一設定粒度之鎳合金粉體；及(e)成型及緻密化該鎳合金粉體，以形成鎳合金靶材。

本發明鎳合金靶材之製造方法不需使用價格較為昂貴之Ni粉體及W粉體為原料、不需使用相當昂貴的電漿燒結設備進行Ni、W粉體的燒結，並且不需經冷軋製程及在氣氛保護下進行再結晶退火處理，即可快速、大量製備製得鎳合金靶材，故製造方法簡單且可減少製造時間。再者，本發明之製造方法所製得之鎳合金靶材無成分偏析、具細緻晶粒、晶粒分佈均勻且完全合金化，故具有較高之濺鍍品質。

【實施方式】

圖1顯示本發明鎳合金靶材之製造方法流程圖。首先，參考步驟S11，提供鎳金屬及至少一第一合金元素，該第一合金元素係選自鉬(Mo)、鎢(W)、鉭(Ta)、鈦(Hf)、鈦(Ru)、銻(Re)、鋯(Zr)或鈮(Nb)。其中，該鎳金屬及該第一合金元素可為塊狀或條狀，該第一合金元素亦可為片狀、粉體狀或屑狀。較佳地，該鎳金屬及該第一合金元素之純度係大於99.9%，該第一合金元素之重量百分比係為5%至20%。在本實施例中，該第一合金元素係為鎢合金元素。

在其他應用中，除該鎳金屬及該第一合金元素外，亦可另包括一第二合金元素。該第二合金元素係選自鐵(Fe)、銅(Cu)或鋅(Zn)，其中該第二合金元素之熔點低於該第一合金元素之熔點。較佳地，該鎳金屬之重量百分比係大於50%，該第一合金元素之重量百分比係為5%至20%，其餘之重量百分比係為該第二合金元素含量。

另外，在步驟S11之前較佳係另包括以下步驟：利用酸性溶液移除(例如：利用超音波震動方式)該鎳金屬及該第一合金元素表面之氧化物及污染物；移除(例如：利用超音波震動方式)該鎳金屬及該第一合金元素表面之酸性溶液；及乾燥該鎳金屬及該第一合金元素。其中，該酸性溶液之體積濃度係為95%以上，且係以去離子水移除該鎳金屬及該第一合金元素表面之酸性溶液。較佳地，該酸性溶液係選自鹽酸或硝酸。

參考步驟 S12，進行一真空熔煉步驟，以使該鎳金屬及該第一合金元素熔融形成一合金溶液。在本實施例中，其係於真空感應熔煉爐或真空電弧熔煉爐中進行該真空熔煉步驟，並利用一感應線圈所提供之磁場攪拌熔融之合金溶液，使熔融合金溶液之成分均勻。較佳地，該真空熔煉之溫度係為 1500°C 至 1750°C，該真空熔煉之之真空度係為 10^{-3} 托 (torr) 以上。

參考步驟 S13，霧化該合金溶液，以形成鎳合金粉體。在本實施例中，其係利用高壓惰性氣體(例如：氬氣(Ar)或氮氣(N₂))以噴擊方式霧化該合金溶液。較佳地，該高壓惰性氣體之壓力為 1 至 5 MPa，流速為 50 至 100 m/s。

其中，本發明之方法在步驟 S13 之後另包括一冷卻步驟，以冷卻霧化後之該鎳合金粉體。舉例而言，本發明可利用氬氣或氮氣噴擊方式或自然冷卻方式，冷卻霧化後之該鎳合金粉體。

參考步驟 S14，進行一篩分步驟，以選取一設定粒度之鎳合金粉體。其中，該設定粒度較佳係小於 200 微米 (μm)。該篩分步驟可控制鎳合金粉體具有較小及較均勻之粒度，使得鎳合金粉體成型為鎳合金靶材後，具有更細緻之晶粒及更均勻之晶粒分佈。

參考步驟 S15，成型及緻密化該鎳合金粉體，以形成鎳合金靶材，其中，本發明鎳合金靶材可應用於磁記錄產業、光電產業或半導體產業之薄膜濺鍍製程。在步驟 S15 中，其係以熱壓製程或熱均壓製程進行該成型及緻密化步

驟。較佳地，成型及緻密化之溫度較佳係為800°C至1200°C，成型及緻密化之時間較佳係為0.5至3小時。

根據實際試驗結果，在本發明之製造方法中，自該鎳金屬及該第一合金元素置入真空爐中至以惰性氣體噴擊該合金溶液獲得均勻之鎳合金粉體，其只約需2~3小時，並且所製得鎳合金粉體之成分與靶材成分之設定含量，誤差在0.5原子百分比(at.%)之內。接著，僅需再經1~3小時之熱壓或熱均壓即可獲得緻密之鎳合金靶材。因此，本發明之製造方法不僅能快速、大量製備含高熔點元素之鎳合金靶材，且鎳合金靶材之成分及組織，皆優於以傳統粉末冶金及熔煉製程製備之合金靶材。

茲以下列實例予以詳細說明本發明，唯並不意謂本發明僅侷限於此等實例所揭示之內容。

實例1：

本實例係以Ni-8W(at.%)靶材之原料粉末的製作為例，其中Ni-8W(at.%)表示Ni與W之原子百分比為92：8。首先，按照Ni-8W(at.%)合金比例準備鎳塊及鎢片，接著進行鎳塊及鎢片之表面處理步驟，將鎳塊及鎢片置於體積濃度95%以上的鹽酸溶液中，以超音波震動方式去除表面氧化物及油污，再將鎳塊及鎢片置於去離子水中，以超音波震動方式去除殘留在表面的鹽酸溶液後，再予以烘乾。

接著，將酸洗過後之鎳塊及鎢片放入真空感應熔煉爐之坩鍋中並抽成真空，待真空度達到 10^{-3} torr以上後開始升溫至1500°C，當坩鍋中之鎳塊及鎢片完全熔化後，持溫5

分鐘，確保高熔點之鎢片能充分熔解，並在一感應線圈所提供之磁場攪拌下使熔融金屬湯液成分均勻。

接著，將熔融Ni-8W金屬湯液自真空感應熔煉爐之坩堝中倒出，並利用流量控制在3 MPa、流速控制在50 m/s之Ar氣，噴擊熔融Ni-8W金屬湯液使其霧化成鎳合金粉體。

接著，於一腔體中利用N₂氣繼續噴擊加速冷卻霧化後之鎳合金粉體，待鎳合金粉體冷卻後，再進篩分步驟。在本實施例中，篩分步驟係可利用篩分機將粒度大於150 μm以上之鎳合金粉體篩分移除，留下粒度小於150 μm之鎳合金粉體。

其中，該等鎳合金粉體之晶粒粒徑約10 μm，並且根據能量散佈光譜儀(EDS)之實際分析結果得知，本發明製作之鎳合金粉體完全合金化，成分為Ni-7.8W(at.%)。另外，由X光繞射分析結果得知，本發明所製備之鎳合金粉體只出現Ni之FCC之繞射峰，並未出現W之BCC之繞射峰，此代表Ni及W完全合金化，成分相當均勻。

最後，以不銹鋼封罐後進行熱均壓製程，於900°C持溫2小時後，可製得晶粒粒度為5~50 μm且完全合金化之鎳合金靶材。

圖2顯示以本發明製造方法所製得之Ni-8W鎳合金靶材之顯微組織結構圖，其中右下角之比例尺標為20 μm，由圖2中可清楚得知，該鎳合金靶材不僅具有細緻之晶粒，且該等晶粒之分佈亦非常均勻。

實例 2：

本實例係以 Ni-17Fe-8W(at.%) 靶材之原料粉末的製作為例。首先，按照 Ni-17Fe-8W(at.%) 合金比例準備鎳塊、鐵塊及鎢粉，接著進行鎳塊及鐵塊之表面處理步驟，將鎳塊及鐵塊置於體積濃度 95% 以上的鹽酸溶液中，以超音波震動方式去除表面氧化物及油污，再將鎳塊及鐵塊置於去離子水中，以超音波震動方式去除殘留在表面的鹽酸溶液後，再予以烘乾。

接著，將酸洗過後之鎳塊及鐵塊以及鎢粉放入真空感應熔煉爐之坩鍋中並抽成真空，待真空度達到 10^{-3} torr 以上後開始升溫至 1700°C ，當坩鍋中之鎳塊、鐵塊及鎢粉完全熔化後，於 1700°C 持溫 5 分鐘，確保高熔點之鎢粉能充分熔解，並在一感應線圈所提供之磁場攪拌下使熔融金屬湯液成分均勻。

接著，將熔融 Ni-17Fe-8W 金屬湯液自真空感應熔煉爐之坩鍋中倒出，並利用 Ar 氣噴擊熔融 Ni-17Fe-8W 金屬湯液使其霧化成鎳合金粉體。

接著，將霧化之鎳合金粉體於腔體靜置 4 小時，讓鎳合金粉體自然冷卻。待鎳合金粉體冷卻後，再進行篩分步驟。在本實施例中，篩分步驟係可利用篩分機將粒度大於 $200\ \mu\text{m}$ 以上之鎳合金粉體篩分移除，留下粒度小於 $200\ \mu\text{m}$ 之鎳合金粉體，並真空封裝保存。

其中，該等鎳合金粉體之晶粒粒徑約 $10\ \mu\text{m}$ ，並且根據能量散佈光譜儀 (EDS) 之實際分析結果得知，本發明製作

之鎳合金粉體完全合金化，成分為Ni-16.8Fe-7.9W (at.%)。

最後，進行熱壓製程，於1000℃持溫2小時後，即可製得晶粒細緻且完全合金化之鎳合金靶材。

圖3顯示以本發明製造方法所製得之Ni-17Fe-8W鎳合金靶材之顯微組織結構圖，其中右下角之比例尺標為20 μm，由圖3中可清楚得知，該鎳合金靶材不僅具有細緻之晶粒，且該等晶粒之分佈亦非常均勻。

本發明鎳合金靶材之製造方法不需使用價格較為昂貴之Ni粉體及W粉體為原料、不需使用相當昂貴的電漿燒結設備進行Ni、W粉體的燒結，並且不需經冷軋製程及在氣氛保護下進行再結晶退火處理，即可快速、大量製備製得鎳合金靶材，故製造方法簡單且可減少製造時間。再者，本發明之製造方法所製得之鎳合金靶材無成分偏析、具細緻晶粒、晶粒分佈均勻且完全合金化，故具有較高之濺鍍品質。

上述實施例僅為說明本發明之原理及其功效，並非限制本發明。因此習於此技術之人士對上述實施例進行修改及變化仍不脫本發明之精神。本發明之權利範圍應如後述之申請專利範圍所列。

【圖式簡單說明】

圖1顯示本發明鎳合金靶材之製造方法流程圖；

圖2顯示以本發明製造方法所製得之Ni-8W鎳合金靶材之顯微組織結構圖；及

圖3顯示以本發明製造方法所製得之Ni-17Fe-8W鎳合金靶材之顯微組織結構圖。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：98124764

C22C 14/34 (2006.01)

※申請日：98 年 7 月 22 日

※IPC 分類：C22C 19/03 (2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

鎳合金靶材之製造方法

二、中文發明摘要：

本發明鎳合金靶材之製造方法係將鎳金屬及至少一合金元素真空熔煉成一合金溶液，再霧化形成鎳合金粉體，接著篩分選取小於一設定粒度之鎳合金粉體，最後成型為鎳合金靶材。本發明不需使用昂貴之Ni及W粉體為原料、不需昂貴之電漿燒結設備進行燒結，並且不需經冷軋製程及再結晶退火處理，即可快速、大量製備製得鎳合金靶材，故製造方法簡單且可減少製造時間。再者，本發明製造方法所製得之鎳合金靶材無成分偏析、具細緻晶粒、晶粒分佈均勻且完全合金化，故具有較高之濺鍍品質。

三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

1. 一種鎳合金靶材之製造方法，包括以下步驟：
 - (a) 提供鎳金屬及至少一第一合金元素；
 - (b) 進行一真空熔煉步驟，以形成一合金溶液；
 - (c) 霧化該合金溶液，以形成鎳合金粉體；
 - (d) 進行一篩分步驟，以選取小於一設定粒度之鎳合金粉體；及
 - (e) 成型及緻密化該鎳合金粉體，以形成鎳合金靶材。
2. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(a)中係選用片狀、粉體狀或屑狀之第一合金元素。
3. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(a)中該第一合金元素係選自鉬(Mo)、鎢(W)、鉭(Ta)、鈦(Hf)、鈦(Ru)、銻(Re)、鋯(Zr)或鈮(Nb)。
4. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(a)之前另包括以下步驟：
 - (a1) 利用酸性溶液移除該鎳金屬及該第一合金元素表面之氧化物及污染物；
 - (a2) 移除該鎳金屬及該第一合金元素表面之酸性溶液；及
 - (a3) 乾燥該鎳金屬及該第一合金元素。
5. 如請求項4之製造方法，其中在步驟(a1)中，該酸性溶液之體積濃度係為95%以上。
6. 如請求項4之製造方法，其中在步驟(a1)中，該酸性溶液係選自鹽酸或硝酸。

7. 如請求項4之製造方法，其中在步驟(a2)中係以去離子水移除該鎳金屬及該第一合金元素表面之酸性溶液。
8. 如請求項3之製造方法，其中該第一合金元素之重量百分比係為5%至20%。
9. 如請求項8之製造方法，其中該第一合金元素係為鎢合金元素。
10. 如請求項3之製造方法，其中在步驟(a)中另提供一第二合金元素，該第二合金元素之熔點低於該第一合金元素之熔點。
11. 如請求項10之製造方法，其中該第二合金元素係選自鐵(Fe)、銅(Cu)或鋅(Zn)。
12. 如請求項10之製造方法，其中該鎳金屬之重量百分比係大於50%，該第一合金元素之重量百分比係為5%至20%，其餘之重量百分比係為該第二合金元素含量。
13. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(b)中係於真空感應熔煉爐或真空電弧熔煉爐中進行該真空熔煉步驟。
14. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(b)中，真空熔煉之溫度係為1500°C至1750°C。
15. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(b)中，真空熔煉之真空度係為 10^{-3} 托(torr)以上。
16. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(c)中係利用高壓惰性氣體以噴擊方式霧化該合金溶液。
17. 如請求項16之製造方法，其中該惰性氣體係為氬氣(Ar)或氮氣(N₂)。

18. 如請求項16之製造方法，其中在步驟(c)中該惰性氣體係以壓力為1至5 MPa、流速為50至100 m/s噴擊霧化該合金溶液。
19. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(c)之後另包括一冷卻步驟，以冷卻霧化後之該鎳合金粉體。
20. 如請求項19之製造方法，其中在該冷卻步驟中利用氫氣或氮氣以噴擊方式冷卻霧化後之該鎳合金粉體。
21. 如請求項19之製造方法，其中在該冷卻步驟中利用自然冷卻方式冷卻霧化後之該鎳合金粉體。
22. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(d)中所篩分之鎳合金粉體之該設定粒徑係小於200微米(μm)。
23. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(e)中係以熱壓製程或熱均壓製程進行該成型及緻密化步驟。
24. 如請求項1之製造方法，其中在步驟(e)中，成型及緻密化之溫度係為800°C至1200°C，成型及緻密化之時間係為0.5至3小時。
25. 如請求項1之製造方法，其係應用於磁記錄產業、光電產業或半導體產業之薄膜濺鍍製程。

八、圖式：

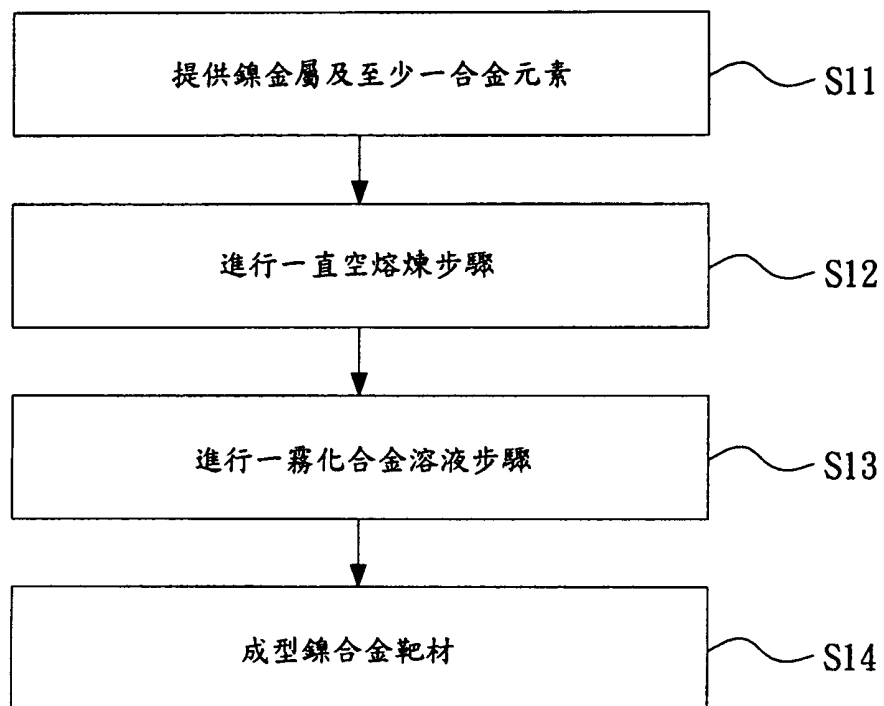


圖 1

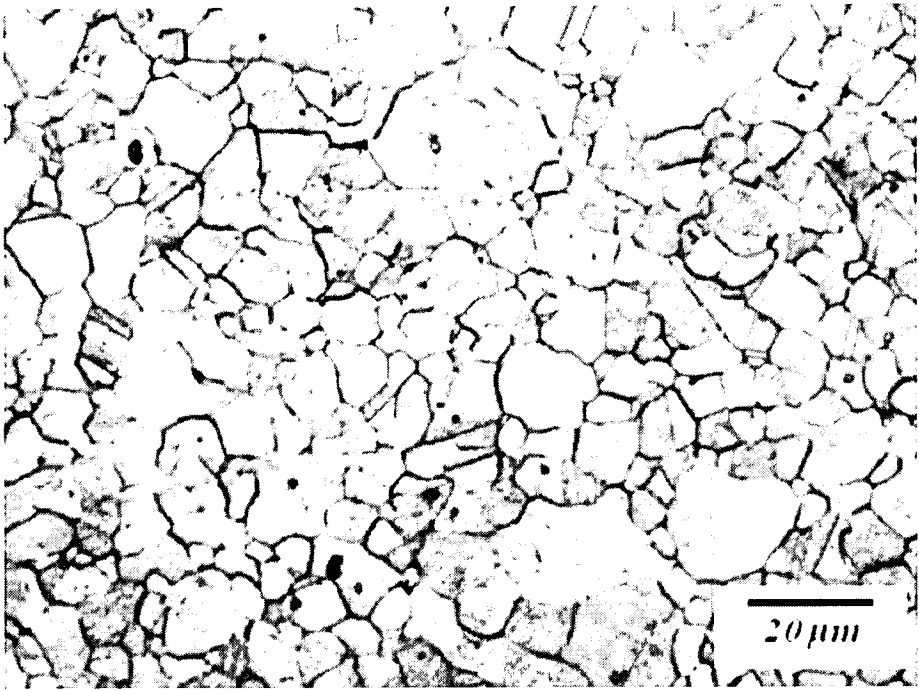


圖 2

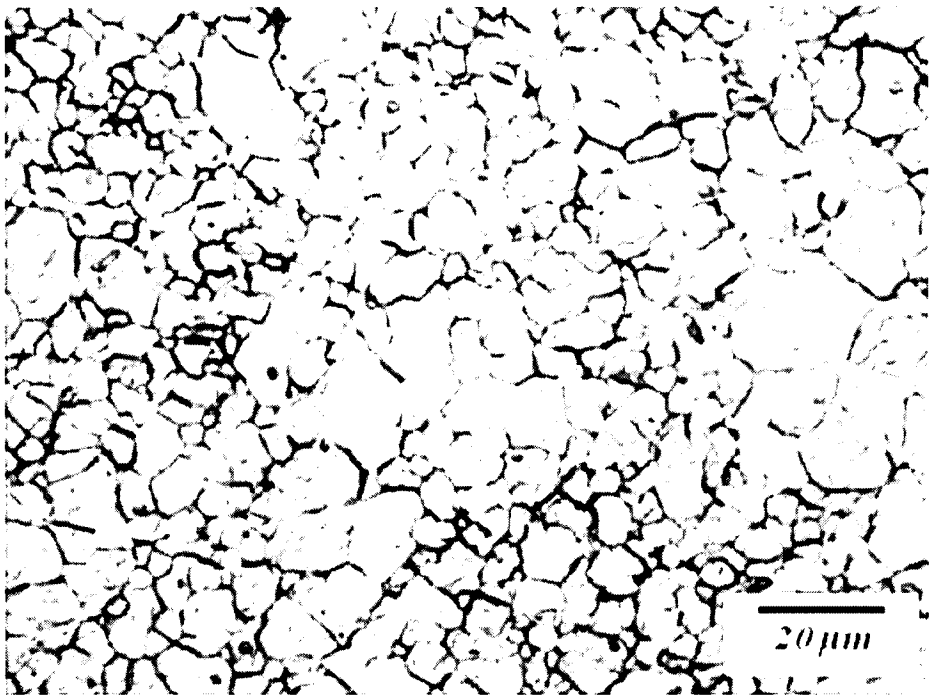


圖 3

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

(無元件符號說明)

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)