



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114574821 B

(45) 授权公告日 2023.05.23

(21) 申请号 202210114908.X
 (22) 申请日 2022.01.31
 (65) 同一申请的已公布的文献号
 申请公布号 CN 114574821 A
 (43) 申请公布日 2022.06.03
 (73) 专利权人 安泰科技股份有限公司
 地址 100081 北京市海淀区学院南路76号
 专利权人 北京科技大学
 安泰天龙钨钼科技有限公司
 (72) 发明人 王广达 熊宁 章林 李星宇
 曲选辉 秦明礼 陈刚 张百成
 魏子晨 阙忠游 杨军军
 (74) 专利代理机构 北京金智普华知识产权代理
 有限公司 11401
 专利代理师 岳野

(51) Int. Cl.
 G23C 14/34 (2006.01)
 B22F 5/00 (2006.01)
 B22F 9/22 (2006.01)
 B22F 3/04 (2006.01)
 B22F 3/10 (2006.01)
 B22F 3/17 (2006.01)
 B22F 3/18 (2006.01)
 B22F 3/24 (2006.01)
 G22F 1/18 (2006.01)
 G22F 1/02 (2006.01)
 G23F 1/26 (2006.01)
 G23G 1/10 (2006.01)
 审查员 肖峰

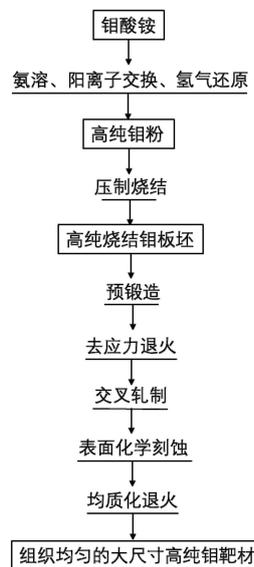
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

一种大尺寸钨靶材的制备方法

(57) 摘要

本发明属于先进金属材料制备研究领域,涉及一种大尺寸钨靶材的制备方法。该方法以钨酸铵为原料,先进行氨溶和阳离子交换处理,之后蒸发结晶后氢气还原得到高纯钨粉;将得到高纯钨粉进行冷等静压和氢气烧结制备得到高纯钨板坯;将得到的高纯钨板坯采用一火一道次加工方式进行预锻造开坯,得到预锻坯料,再采用一火两道次加工方式进行多道次交叉轧制,得到轧制板坯;对得到的轧制板坯进行表面化学腐蚀,再对腐蚀后的板坯进行均匀化退火处理,最终获得大尺寸钨靶材。采用本发明制备方法所达到的目标效果是有针对性提纯,高纯靶材成品的晶粒细小,沿靶材厚度方向的晶粒均匀性良好且晶粒取向分布均匀。



1. 一种大尺寸钼靶材的制备方法,其特征在于,所述制备方法具体包括以下步骤:

S1) 以钼酸铵为原料,先进行氨溶和阳离子交换处理,之后蒸发结晶后氢气还原得到高纯钼粉;

具体为:

S1.1) 将称取一定量的钼酸铵溶于含氨溶剂中,过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为7~9,得到溶液,

S1.2) 向S1.1)得到的混合溶液加入阳离子交换树脂进行离子交换,交换除杂的速度为2BV_s/h~4BV_s/h,再置于结晶釜中,在温度为100~105℃进行蒸发结晶,得到结晶固体,

S1.3) 将S1.2)得到结晶固体进行氢气还原,温度为700~750℃,保温时间为3~6h,氢气流量为5~10L/min,得到高纯钼粉;

S2) 将S1)得到高纯钼粉进行冷等静压和氢气烧结制备得到高纯钼板坯;

S3) 将S2)得到的高纯钼板坯采用一火一道次加工方式进行预锻造开坯,得到预锻坯料,再采用一火两道次加工方式进行多道次交叉轧制,得到轧制板坯;

具体为:S3.1) 锻造温度为1300-1500℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为20-30min,锻造速度为70-80mm/s,单道次变形量为10-20%,变形方向为板坯宽度方向,

S3.2) 预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为900-1100℃,保温时间为30-60min,

S3.3) 进行一火两道次轧制,温度为1200-1400℃,加热保护气氛为氢气,单道次变形量为10-20%;

S4) 对S3)得到的轧制板坯进行表面化学腐蚀,再对腐蚀后的板坯进行均匀化退火处理,最终获得大尺寸钼靶材。

2. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述大尺寸钼靶材的晶粒尺寸均匀性小于±5μm、靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,致密度大于99%。

3. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述S1.1)中含氨溶剂为质量浓度为15~30%的氨水,所述钼酸铵溶于氨水中的质量浓度为150~250g/L。

4. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述S1.2)中的阳离子交换树脂包括D001型树脂、D113型树脂、001×7型树脂或C160型树脂中的任意一种或至少两种的组合,

所述S1.3)中的所述氢气纯度不低于99.999%;

所述高纯钼粉的总杂质含量低于30ppm,Fe、Ni和Mn的杂质含量低于5ppm。

5. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述S2)的具体步骤为:

S2.1) 先进行冷等静压,在压力为200~250MPa,压制时间为5-10min,

S2.2) 再采用中频感应烧结,在氢气为保护气氛下,以升温速率为3~5℃,加热至为1900~2100℃,烧结时间3-10h,得到高纯钼板坯。

6. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述一火两道次轧制方式至少进行2次,且交叉方式为:先在水平方向进行轧制,每一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制。

7. 根据权利要求1所述的制备方法,其特征在于,所述S4)中的所述表面化学腐蚀为酸洗,酸洗液为硫酸、盐酸或硝酸;表面化学腐蚀减薄厚度为0.5-1mm;

所述均匀化退火气氛为氢气,退火温度为900-1100℃,保温时间为1-3h。

8. 一种大尺寸钼靶材,其特征在於,所述大尺寸钼靶材采用如权利要求1-7任意一项所述的制备方法制备得到。

一种大尺寸钼靶材的制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于先进金属材料制备研究领域,涉及一种大尺寸钼靶材的制备方法。

背景技术

[0002] 钼具有高熔点、良好的导电导热性能、较小的比电阻和膜应力和极小热膨胀系数,可加工作为靶材应用在平面显示行业中。大尺寸高纯高密度钼靶材用于TFT-CD/AMOLED制造中的栅极和源/漏电极。随着面板朝大型化和高精细化方向不断发展,所用钼靶材尺寸越来越大。例如平面显示用8代线条状钼靶材的宽度为200-300mm,长度达到2700mm。而随着国内外LCD6代、7代甚至10代面板生产线的相继开工及投产,相应所需的大尺寸钼靶材的数量会越来越多。然而,随着钼靶材尺寸的增大,加工过程中材料的组织均匀性控制是一大挑战。钼靶材的组织均匀性直接决定了溅射镀膜的稳定性和质量。另外,纯度控制也是靶材制造的关键。若靶材纯度不够,将引起电迁移、电泄漏等缺陷。例如,Fe,Ni,Cr等过渡族金属会导致界面能级发生及漏电,降低可靠性。因此,制备出高纯度均匀化的大尺寸钼靶材是TFT-CD/AMOLED制造领域中的重要方向。

[0003] 目前,制备钼溅射靶材多采用粉末冶金和热轧加工的工艺路线。然而对于高纯钼板,纯度大于5N时,由于缺少杂质对位错和晶界的拖曳作用,其塑性变形和再结晶过程中的组织均匀性控制尤其困难。主要体现在热轧过程中容易出现沿板厚方向织构梯度以及相关塑性变形产生的强烈各向异性等问题,造成板材在后期再结晶处理阶段的晶粒的非均匀长大,从而严重恶化了高纯钼靶在整个溅射生命周期内的均匀性和使用稳定性。因此,如何制备出大尺寸且均匀化的高纯钼靶材,是现有平面显示板制造亟待解决的一大难点。

发明内容

[0004] 有鉴于此,本发明旨在开发一种大尺寸钼靶材的制备方法,制备得到微观组织均匀可控、晶粒细小、晶粒取向分布均匀的大尺寸高纯钼靶材产品。

[0005] 为了解决上述技术问题,本发明的技术方案是:一种大尺寸钼靶材的制备方法,包括如下具体步骤,

[0006] S1)以钼酸铵为原料,先进行氨溶和阳离子交换处理,之后蒸发结晶后氢气还原得到高纯钼粉;

[0007] S2)将S1)得到高纯钼粉进行冷等静压和氢气烧结制备得到高纯钼板坯;

[0008] S3)将S2)得到的高纯钼板坯采用一火一道次加工方式进行预锻造开坯,得到预锻坯料,再采用一火两道次加工方式进行多道次交叉轧制,得到轧制板坯;

[0009] S4)对S3)得到的轧制板坯进行表面化学腐蚀,再对腐蚀后的板坯进行均匀化退火处理,最终获得大尺寸钼靶材。

[0010] 一火一道次加工方式进行预锻造开坯,得到预锻坯料,再采用一火两道次加工方式进行多道次交叉轧制,得到轧制板坯;对高纯钼粉进行冷等静压和中频感应氢气烧结制备得到高纯钼板坯,再进行横向预锻造开坯,以避免后续轧制侧向开裂,且为后续均匀晶粒

结构创造条件,预锻坯料在水平方向进行轧制,采用一火两道次的轧制方式,每一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制;

[0011] 靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,致密度大于99%,晶粒尺寸均匀性小于±5μm。

[0012] 在一种具体的实施方式中,S1)中,所述氨溶的氨水浓度为15~30%,所述钼酸铵溶于氨水中的浓度为150~250g/L。

[0013] 在一种具体的实施方式中,S1)中,所述过滤为从氨溶溶液中过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为7~9。

[0014] 在一种具体的实施方式中,S1)中,所述阳离子交换树脂包括D001型树脂、D113型树脂、001×7型树脂或C160型树脂中的任意一种或至少两种的组合。

[0015] 在一种具体的实施方式中,S1)中,所述结晶过程在结晶釜中进行,温度调节为100~105℃。所述氢气还原温度为700~750℃,保温时间为3~6h,氢气流量为5~10L/min,氢气纯度不低于99.999%。

[0016] 在一种具体的实施方式中,S1)中,所述高纯钼粉的总杂质含量低于30ppm,Fe、Ni等金属杂质含量低于5ppm。

[0017] 在一种具体的实施方式中,S2)中,所述冷等静压压力为200~250MPa,所述中频感应烧结温度为1900~2100℃,升温速率为3~5℃,烧结气氛为氢气。

[0018] 在一种具体的实施方式中,S2)中,烧结高纯钼板坯的纯度为5N,尺寸为50-70mm~300-600mm~800-1000mm。

[0019] 在一种具体的实施方式中,S3)中,所述预锻造采用一火一道次加工方式,锻造温度为1300-1500℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为20-30min,锻造速度为70-80mm/s,单道次变形量为10-20%。

[0020] 在一种具体的实施方式中,S3)中,所述预锻造变形方向为板坯宽度方向。

[0021] 在一种具体的实施方式中,S3)中,所述预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为900-1100℃,保温时间为30-60min。

[0022] 在一种具体的实施方式中,S3)中,所述交叉轧制采用一火两道次加工方式,每一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制;优选地,所述一火两道次轧制温度为1200-1400℃,加热保护气氛为氢气,单道次变形量为10-20%。

[0023] 在一种具体的实施方式中,S3)中,所述交叉轧制至少进行两火次轧制。

[0024] 在一种具体的实施方式中,S4)中,所述表面化学腐蚀选用酸洗腐蚀的方法;优选地,所述酸洗方法的酸洗液可为硫酸、盐酸、硝酸。

[0025] 在一种具体的实施方式中,S4)中,所述表面化学腐蚀减薄厚度为0.5-1mm。

[0026] 在一种具体的实施方式中,S4)中,所述均匀化退火气氛为氢气,退火温度为900-1100℃,保温时间为1-3h。

[0027] 本发明采用原料粉末提纯-压制烧结-预锻-交叉轧制-表面化学腐蚀-再结晶退火的工艺路线制备大尺寸高纯钼靶材,所提供的技术方案具有以下优异效果:

[0028] 1、采用“氨溶+阳离子交换”对原料粉末进行有针对性提纯,流程简单,过程不涉及复杂的化学反应,能有效同时去除K、Na等碱性金属和Fe、Ni等过渡族金属杂质,从原料源头保证了靶材的纯度;

[0029] 2、通过“预锻+交叉轧制+高温退火”的工艺设计,预锻既解决了钼在后续轧制过程中板材易开裂的问题,又增加了轧板的横向应力,使传统轧板受到法向平面应力转化为轧向法向横向三维应力,有利于消除板材因平面应力累积造成的严重各向异性;预锻后再经交叉轧制,也降低了宽幅板材沿轧向应力的累计,解决了板坯横纵向性能均质化问题,最终通过高温退火释放三维应力,获得微观组织均匀可控、晶粒细小、晶粒取向分布均匀的靶材产品。

[0030] 3、通过表面化学腐蚀解决了传统轧制存在的表面至心部变形不均匀问题,获得的轧板沿厚度方向织构分布均匀,由表面至心部的晶粒尺寸一致,保证了靶材在整个溅射生命周期内的稳定性。

[0031] 4、本发明涉及原料提纯-粉末制备-烧结-塑性变形,为全流程系统制备大尺寸高纯靶材工艺提供启示,既能保证产品纯度、满足大尺寸化产品的工业生产需求,又能保证产品的组织均质化可控,解决了轧制制备高纯钼靶材稳定性差的问题。

附图说明

[0032] 图1为本发明一种大尺寸钼靶材的制备方法的工艺流程图。

[0033] 图2为本发明方法中的轧制态钼的微观组织示意图。

[0034] 图3为本发明方法中的退火态钼的微观组织示意图。

具体实施方式

[0035] 下面结合附图和具体实施例对本发明的技术方案做进一步说明。

[0036] 如图1所示,本发明一种大尺寸钼靶材的制备方法,所述制备方法具体包括以下步骤:

[0037] S1)以钼酸铵为原料,先进行氨溶和阳离子交换处理,之后蒸发结晶后氢气还原得到高纯钼粉;

[0038] S2)将S1)得到高纯钼粉进行冷等静压和氢气烧结制备得到高纯钼板坯;

[0039] S3)将S2)得到的高纯钼板坯采用一火一道次加工方式进行预锻造开坯,得到预锻坯料,再采用一火两道次加工方式进行多道次交叉轧制,得到轧制板坯;

[0040] S4)对S3)得到的轧制板坯进行表面化学腐蚀,再对腐蚀后的板坯进行均匀化退火处理,最终获得大尺寸钼靶材。

[0041] 所述S1)的具体步骤为:

[0042] S1.1)将称取一定量的钼酸铵溶于含氨溶剂中,过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为7~9,得到溶液,

[0043] S1.2)向S1.1)得到的混合溶液加入阳离子交换树脂进行离子交换,交换除杂的速度为2BV_s/h~4BV_s/h,再置于结晶釜中,在温度为100~105℃进行蒸发结晶,得到结晶固体,

[0044] S1.3)将S1.2)得到结晶固体进行氢气还原,温度为700~750℃,保温时间为3~6h,氢气流量为5~10L/min,得到高纯钼粉。

[0045] 所述S1.1)中含氨溶剂为质量浓度为15~30%的氨水,所述钼酸铵溶于氨水中的质量浓度为150~250g/L。

[0046] 所述S1.2)中的阳离子交换树脂包括D001型树脂、D113型树脂、001×7型树脂或

C160型树脂中的任意一种或至少两种的组合,

[0047] 所述S1.3)中的所述氢气纯度不低于99.999%;

[0048] 所述高纯钼粉的总杂质含量低于30ppm,Fe、Ni和Mn的杂质含量低于5ppm。

[0049] 所述S2)的具体步骤为:

[0050] S2.1)先进行冷等静压,在压力为200~250MPa,压制时间为5-10min,

[0051] S2.2)再采用中频感应烧结,在氢气为保护气氛下,以升温速率为3~5℃,加热至为1900~2100℃,烧结时间3-10h,得到高纯钼板坯。

[0052] 所述高纯钼板坯的纯度为5N,尺寸为厚度为50-70mm、宽度为300-600mm、长度为800-1000mm。

[0053] 所述S3)的具体工艺为:

[0054] S3.1)锻造温度为1300-1500℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为20-30min,锻造速度为70-80mm/s,单道次变形量为10-20%,变形方向为板坯宽度方向,

[0055] S3.2)预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为900-1100℃,保温时间为30-60min,

[0056] S3.3)进行一火两道次轧制,温度为1200-1400℃,加热保护气氛为氢气,单道次变形量为10-20%,

[0057] 所述一火两道次轧制方式至少进行2次,且交叉方式为:先在水平方向进行轧制,每一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,轧制态钼的微观组织,如图2所示。

[0058] 所述S4)中的所述酸洗方法的酸洗液为硫酸、盐酸或硝酸;表面化学腐蚀减薄厚度为0.5-1mm;

[0059] 所述均匀化退火气氛为氢气,退火温度为900-1100℃,保温时间为1-3h,退火态钼的微观组织,如图3所示。

[0060] 所述钼靶材的晶粒尺寸均匀性小于 $\pm 5\mu\text{m}$ 、靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,致密度大于99%。

[0061] 实施例1:

[0062] 以钼酸铵为原料,放入浓度为15%的氨水中进行氨溶,溶液中钼酸铵浓度为150g/L,然后从溶液中过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为7,然后采用D001型阳离子交换树脂对上述过滤溶液进行交换除杂,接着把过滤后的溶液置于结晶釜中进行蒸发结晶,温度调节为100℃,蒸发结晶所得固体置于流动氢气的管式炉中进行还原,氢气流量为5L/min,还原温度为700℃,保温时间为3h,得到高纯钼粉。采用上述高纯钼粉进行冷等静压和中频感应氢气烧结,压制压力为200MPa,烧结温度为1900℃,保温时间为5h,得到的高纯钼板坯尺寸为50mm~300mm~800mm。对高纯钼板坯宽度方向进行预锻造开坯,采用一火一道次的锻造方式,锻造温度为1300℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为20min,锻造速度为70mm/s,锻造变形量为5%。预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为900℃,保温时间为30min。对预锻坯料进行交叉轧制,采用一火两道次轧制方式,加热保护气氛为氢气。第一火次轧制温度为1350℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为20%。第二火次轧制温度为1200℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为40%。将轧板坯进行表面化学腐蚀,采用硫酸溶

液进行酸洗,上下表面腐蚀减薄厚度为0.5mm。将腐蚀后的板材进行均匀化退火处理,退火气氛为氢气,退火温度为900℃,保温时间为3h。最终获得组织均匀性良好的大尺寸高纯钼靶材,靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,密度>99%。

[0063] 实施例2:

[0064] 以钼酸铵为原料,放入浓度为20%的氨水中进行氨溶,溶液中钼酸铵浓度为200g/L,然后从溶液中过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为8,然后采用D113型阳离子交换树脂对上述过滤溶液进行交换除杂,接着把过滤后的溶液置于结晶釜中进行蒸发结晶,温度调节为100℃,蒸发结晶所得固体置于流动氢气的管式炉中进行还原,氢气流量为8L/min,还原温度为725℃,保温时间为4h,得到高纯钼粉。采用上述高纯钼粉进行冷等静压和中频感应氢气烧结,压制压力为220MPa,烧结温度为1900℃,保温时间为6h,得到的高纯钼板坯尺寸为60mm~400mm~900mm。对高纯钼板坯宽度方向进行预锻造开坯,采用一火一道次的锻造方式,锻造温度为1400℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为20min,锻造速度为75mm/s,锻造变形量为10%。预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为1100℃,保温时间为30min。对预锻坯料进行交叉轧制,采用一火两道次轧制方式,加热保护气氛为氢气。第一火次轧制温度为1400℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为30%。第二火次轧制温度为1250℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为60%。将轧板坯进行表面化学腐蚀,采用盐酸溶液进行酸洗,上下表面腐蚀减薄厚度为0.5mm。将腐蚀后的板材进行均匀化退火处理,退火气氛为氢气,退火温度为1000℃,保温时间为2h。最终获得组织均匀性良好的大尺寸高纯钼靶材,靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,密度>99%。

[0065] 实施例3:

[0066] 以钼酸铵为原料,放入浓度为25%的氨水中进行氨溶,溶液中钼酸铵浓度为200g/L,然后从溶液中过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为8,然后采用001×7型阳离子交换树脂对上述过滤溶液进行交换除杂,接着把过滤后的溶液置于结晶釜中进行蒸发结晶,温度调节为105℃,蒸发结晶所得固体置于流动氢气的管式炉中进行还原,氢气流量为10L/min,还原温度为750℃,保温时间为5h,得到高纯钼粉。采用上述高纯钼粉进行冷等静压和中频感应氢气烧结,压制压力为250MPa,烧结温度为2000℃,保温时间为8h,得到的高纯钼板坯尺寸为70mm~450mm~950mm。对高纯钼板坯宽度方向进行预锻造开坯,采用一火一道次的锻造方式,锻造温度为1500℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为30min,锻造速度为80mm/s,锻造变形量为15%。预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为1100℃,保温时间为40min。对预锻坯料进行交叉轧制,采用一火两道次轧制方式,加热保护气氛为氢气。第一火次轧制温度为1400℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为40%。第二火次轧制温度为1300℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为70%。将轧板坯进行表面化学腐蚀,采用盐酸溶液进行酸洗,上下表面腐蚀减薄厚度为1mm。将腐蚀后的板材进行均匀化退火处理,退火气氛为氢气,退火温度为1100℃,保温时间为1h。最终获得组织均匀性良好的大尺寸高纯钼靶材,靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,密度>99%。

[0067] 实施例4:

[0068] 以钼酸铵为原料,放入浓度为30%的氨水中进行氨溶,溶液中钼酸铵浓度为250g/L

L,然后从溶液中过滤出不溶残渣物,过滤后调节pH值为9,然后C160型阳离子交换树脂对上述过滤溶液进行交换除杂,接着把过滤后的溶液置于结晶釜中进行蒸发结晶,温度调节为105℃,蒸发结晶所得固体置于流动氢气的管式炉中进行还原,氢气流量为10L/min,还原温度为750℃,保温时间为6h,得到高纯钼粉。采用上述高纯钼粉进行冷等静压和中频感应氢气烧结,压制压力为250MPa,烧结温度为2100℃,保温时间为10h,得到的高纯钼板坯尺寸为80mm~500mm~1000mm。对高纯钼板坯宽度方向进行预锻造开坯,采用一火一道次的锻造方式,锻造温度为1500℃,加热炉气氛为氢气,保温时间为30min,锻造速度为80mm/s,锻造变形量为20%。预锻造变形后进行去应力退火,退火气氛为氢气,退火温度为1200℃,保温时间为60min。对预锻坯料进行交叉轧制,采用一火两道次轧制方式,加热保护气氛为氢气。第一火次轧制温度为1400℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为40%。第二火次轧制温度为1350℃,一道次后将板坯在水平面内相对进给方向旋转90°进行下一道次轧制,总变形量为80%。将轧板坯进行表面化学腐蚀,采用盐酸溶液进行酸洗,上下表面腐蚀减薄厚度为1mm。将腐蚀后的板材进行均匀化退火处理,退火气氛为氢气,退火温度为1100℃,保温时间为3h。最终获得组织均匀性良好的大尺寸高纯钼靶材,靶材宽度大于800mm,靶材纯度大于99.999%,密度>99%。

[0069] 以上内容是结合具体的优选实施方式对本发明作的进一步详细说明,不能认定本发明的具体实施只局限于这些说明。对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干简单推演和替换,都应当视为属于本发明的保护范围。

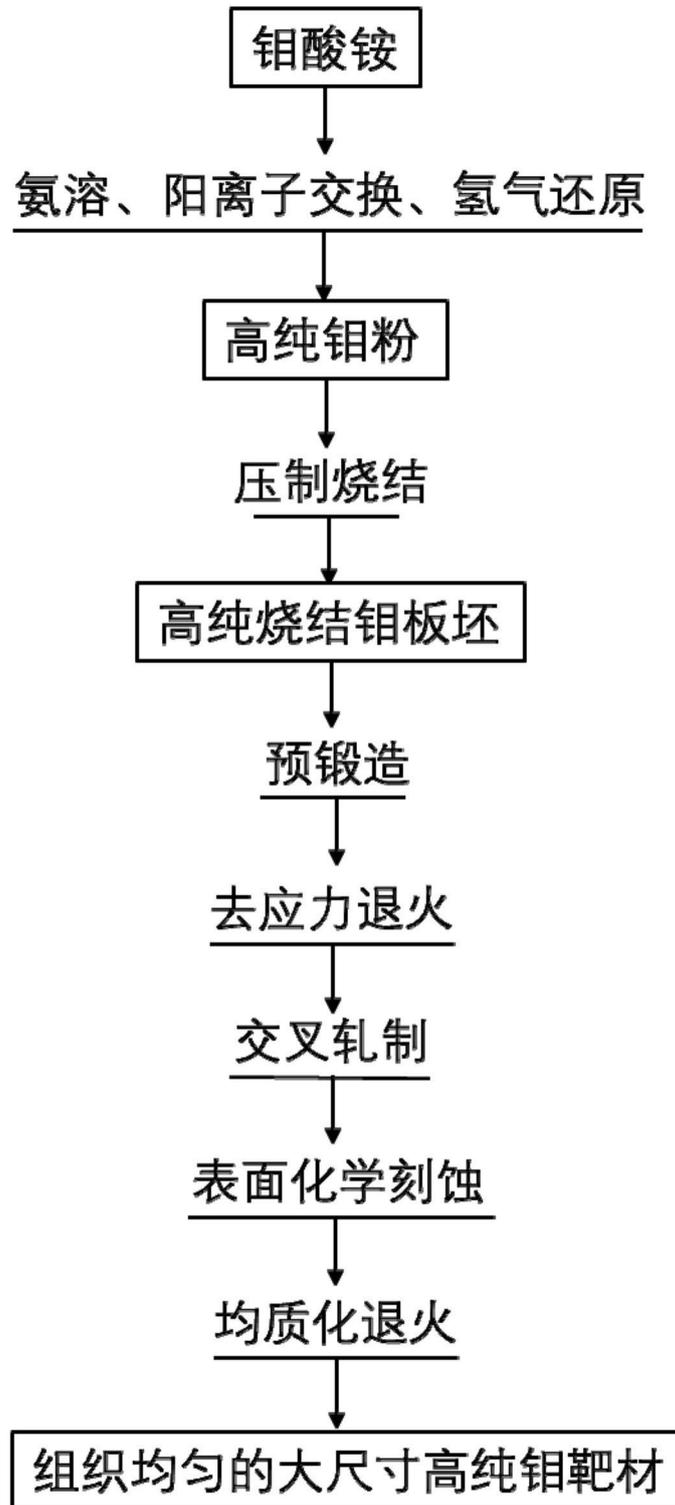


图1

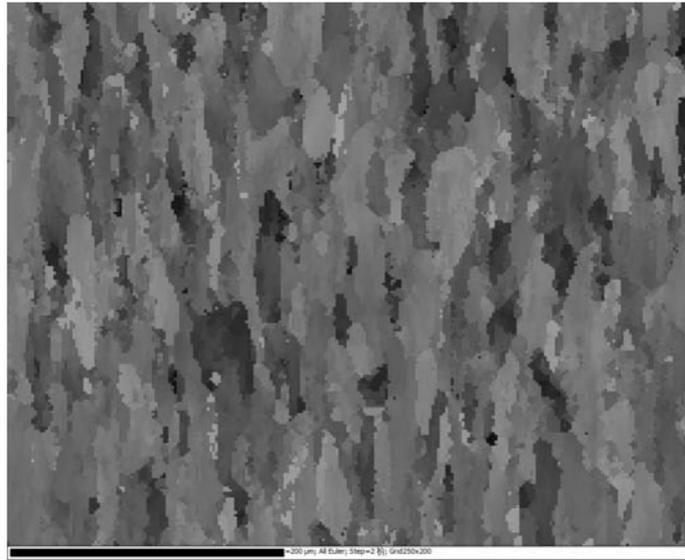


图2

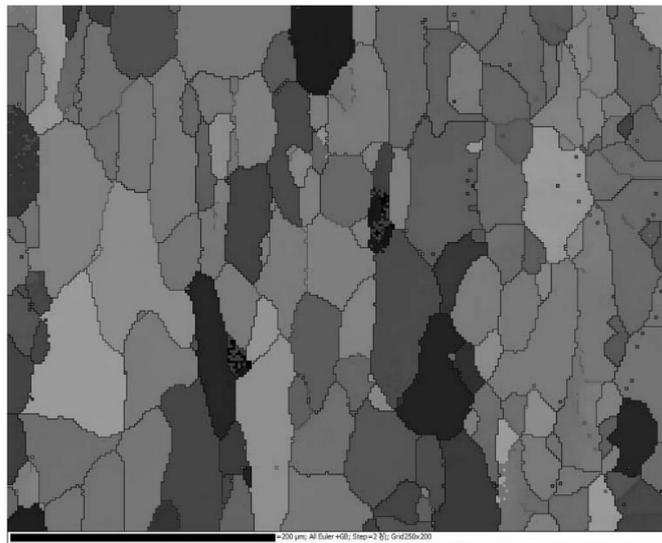


图3