

1. 一种镍靶材的制造方法，其特征在于，包括：
提供镍锭；
对所述镍锭进行热锻，形成第一镍靶材坯料；
对所述第一镍靶材坯料进行第一热处理，形成第二镍靶材坯料，所述第一热处理的温度为 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时；
第一热处理后，对所述第二镍靶材坯料进行热轧，形成第三镍靶材坯料；
对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理，形成第四镍靶材坯料，所述第二热处理的温度为 $300^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时；
第二热处理后，对所述第四镍靶材坯料进行冷轧，形成第五镍靶材坯料；
对所述第五镍靶材坯料进行第三热处理，形成镍靶材，所述第三热处理的温度为 $200^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时。
2. 如权利要求 1 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，
对所述第一镍靶材坯料进行第一热处理之前还包括对第一镍靶材坯料进行第一冷却的步骤；
对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理之前还包括对第三镍靶材坯料进行第二冷却的步骤。
3. 如权利要求 2 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，所述第一冷却和第二冷却为水冷，水冷至室温。
4. 如权利要求 1 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，对所述镍锭进行热锻包括：将所述镍锭放入空气炉中加热至 $500^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ ；
将加热后的镍锭从空气炉中取出放在锻压机上；
利用锻锤将放置在锻压机上的镍锭进行拉伸锻造，使所述拉伸锻造后的镍锭的变形率为 $100\% \sim 200\%$ ；
将拉伸锻造后的镍锭进行压缩锻造至原高度；
重复上述拉伸锻造和压缩锻造步骤 2 次 \sim 4 次。
5. 如权利要求 1 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，对热锻后的第一镍靶材坯料进行第一热处理包括：将第一镍靶材坯料放入加热炉中，设置加热炉的温度为第一热处理的温度。
6. 如权利要求 5 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，对第二镍靶材坯料进行热轧包括：
将第一热处理后的第二镍靶材坯料从加热炉中取出直接放入压延机上进行多道次轧制，每道次轧制后旋转预设角度再进行下一道次的轧制，多道次轧制后的总变形量为 $60\% \sim 80\%$ 。
7. 如权利要求 1 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理包括：将所述第三镍靶材坯料放入加热炉中，设置加热炉的温度为第二热处理的温度。
8. 如权利要求 7 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，对第四镍靶材坯料进行冷轧包括：
第二热处理后，将第四镍靶材坯料从加热炉中取出；

将取出的第四镍靶材坯料进行第三冷却，所述第三冷却为水冷，冷却至室温；

将第三冷却后的第四镍靶材坯料放入压延机上进行多道次轧制，每道次轧制后旋转预设角度再进行下一道次的轧制，多道次轧制后的总变形量为 10%~15%。

9. 如权利要求 1 所述的镍靶材的制造方法，其特征在于，对第五镍靶材坯料进行第三热处理包括：将第五镍靶材坯料放入加热炉中，设置加热炉的温度为第三热处理的温度。

10. 一种镍靶材组件的制造方法，其特征在于，包括：

采用权利要求 1~9 任一项所述的镍靶材制造方法获得镍靶材；

将所述镍靶材进行机械加工；

将机械加工后的镍靶材与背板进行焊接形成镍靶材组件。

镍靶材及镍靶材组件的制造方法

技术领域

[0001] 本文涉及靶材加工领域，特别是一种镍靶材及镍靶材组件的制造方法。

背景技术

[0002] 物理气相沉积(PVD,Physical Vapor Deposition)被广泛地应用在光学、电子、信息等高端产业中，例如：集成电路、液晶显示器(LCD,Liquid Crystal Display)、工业玻璃、照相机镜头、信息存储、船舶、化工等。PVD 中使用的金属靶材组件则是集成电路、液晶显示器等制造过程中最重要的原材料之一。

[0003] 金属靶材组件是由符合溅射性能的金属靶材与具有一定强度的背板构成。背板可以在所述金属靶材组件装配至溅射基台中起到支撑作用，并具有传导热量的功效。随着PVD 技术的不断发展，对金属靶材的需求量及质量要求日益提高。金属靶材的晶粒越细，成分组织越均匀，其表面粗糙度越小，通过 PVD 在硅片上形成的薄膜就越均匀。此外，形成的薄膜的纯度与金属靶材的纯度也密切相关，故 PVD 后薄膜质量的好坏主要取决于金属靶材的纯度、微观结构等因素。

[0004] 镍(Ni)靶材是一种比较典型的金属靶材，由于镍靶材的抗腐蚀性能好，电磁屏蔽性能好，并可以作为能源材料使用等重要的特性，故被广泛地应用在 PVD 中。例如：镍可以用在其他金属表面作为装饰和保护镀层使用，在镍氢电池中使用的最重要的原材料海绵镍，也可以通过对镍靶材进行真空溅射的方式产生，在电磁屏蔽材料中使用的柔性导电布表面也使用镍靶材作为溅射源，此外，在塑料镀金属膜、建筑玻璃镀金属膜等领域也都大量地使用了镍靶材。

[0005] 因此，镍靶材的内部结构、晶粒的尺寸及透磁率(PFT,Pass Through Flux,即待测样品的磁通量与标准磁通量的比值)的大小是决定最终获得的镍靶材组件是否能够满足半导体溅射需求的关键因素。

[0006] 而镍靶材是对镍锭进行相应的加工获得的，就目前而言，镍锭在用于制造镍靶材时，其纯度要求在 4N(Ni 含量不低于 99.99%)以上。而现有技术中，将高纯的镍锭进行塑性变形以达到制造半导体用高纯镍靶材的加工工艺涉及较少且不完善，因此，如何制造出适于半导体用高纯镍溅射靶材组件的镍靶材成为目前亟待解决的问题之一。

[0007] 关于半导体用靶材的相关技术可以参见公开日为 2008 年 7 月 23 日、公开号为 CN101224496A 的中国专利申请，其公开了一种在低成本下制造出高质量的溅镀靶材的制造方法。

文内容

[0008] 本文解决的问题是现有的镍靶材的制造方法，内部结构不均匀、晶粒粗大，透磁率(PFT,Pass Through Flux,即待测样品的磁通量与标准磁通量的比值)低，无法满足要求越来越高的半导体溅射工艺。

[0009] 为解决上述问题，本文提供一种镍靶材的制造方法，包括：

- [0010] 提供镍锭；
- [0011] 对所述镍锭进行热锻，形成第一镍靶材坯料；
- [0012] 对所述第一镍靶材坯料进行第一热处理，形成第二镍靶材坯料，所述第一热处理的温度为 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时；
- [0013] 第一热处理后，对所述第二镍靶材坯料进行热轧，形成第三镍靶材坯料；
- [0014] 对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理，形成第四镍靶材坯料，所述第二热处理的温度为 $300^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时；
- [0015] 第二热处理后，对所述第四镍靶材坯料进行冷轧，形成第五镍靶材坯料；
- [0016] 对所述第五镍靶材坯料进行第三热处理，形成镍靶材，所述第三热处理的温度为 $200^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时。
- [0017] 可选的，对所述第一镍靶材坯料进行第一热处理之前还包括对第一镍靶材坯料进行第一冷却的步骤；
- [0018] 对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理之前还包括对第三镍靶材坯料进行第二冷却的步骤。
- [0019] 可选的，所述第一冷却和第二冷却为水冷，水冷至室温。
- [0020] 可选的，对所述镍锭进行热锻包括：
- [0021] 将所述镍锭放入空气炉中加热至 $500^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ ；
- [0022] 将加热后的镍锭从空气炉中取出放在锻压机上；
- [0023] 利用锻锤将放置在锻压机上的镍锭进行拉伸锻造，使所述拉伸锻造后的镍锭的变形率为 $100\% \sim 200\%$ ；
- [0024] 将拉伸锻造后的镍锭进行压缩锻造至原高度；
- [0025] 重复上述拉伸锻造和压缩锻造步骤 2 次 \sim 4 次。
- [0026] 可选的，对热锻后的第一镍靶材坯料进行第一热处理包括：将第一镍靶材坯料放入加热炉中，设置加热炉的温度为第一热处理的温度。
- [0027] 可选的，对第二镍靶材坯料进行热轧包括：
- [0028] 将第一热处理后的第二镍靶材坯料从加热炉中取出直接放入压延机上进行多道次轧制，每道次轧制后旋转预设角度再进行下一道次的轧制，多道次轧制后的总变形量为 $60\% \sim 80\%$ 。
- [0029] 可选的，对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理包括：将所述第三镍靶材坯料放入加热炉中，设置加热炉的温度为第二热处理的温度。
- [0030] 可选的，对第四镍靶材坯料进行冷轧包括：
- [0031] 第二热处理后，将第四镍靶材坯料从加热炉中取出；
- [0032] 将取出的第四镍靶材坯料进行第三冷却，所述第三冷却为水冷，冷却至室温；
- [0033] 将第三冷却后的第四镍靶材坯料放入压延机上进行多道次轧制，每道次轧制后旋转预设角度再进行下一道次的轧制，多道次轧制后的总变形量为 $10\% \sim 15\%$ 。
- [0034] 可选的，对第五镍靶材坯料进行第三热处理包括：将第五镍靶材坯料放入加热炉中，设置加热炉的温度为第三热处理的温度。
- [0035] 为解决上述问题，本文还提供一种镍靶材组件的制造方法，包括：
- [0036] 采用所述的镍靶材制造方法获得镍靶材；

[0037] 将所述镍靶材进行机械加工；

[0038] 将机械加工后的镍靶材与背板进行焊接形成镍靶材组件。

[0039] 与现有技术相比，本文的技术方案具有以下优点：

[0040] 提供镍锭，对所述镍锭进行热锻，使镍锭内部粗大枝状晶粒和柱状晶粒打碎变为细小晶粒，使镍锭内原有的偏析、疏松、气孔、夹渣等被压实和焊合，形成组织紧密的第一镍靶材坯料。

[0041] 接着，对第一镍靶材坯料进行第一热处理，可以使第一镍靶材坯料中的元素产生固态扩散，来减轻化学成分分布的不均匀性，主要是减轻晶粒尺度内的化学成分的不均匀性，这样可以减少后续形成的第二镍靶材坯料的分层现象。还可以消除第一镍靶材坯料内部热锻后的残余应力，稳定尺寸，减低后续形成的第二镍靶材坯料的硬度和脆性，增加其可塑性，减少在后续工艺中的变形与裂纹倾向。再者，在这次热处理过程中，第一镍靶材坯料内部还会进行一次再结晶，进一步缩小上述热锻后晶粒的尺寸，而且能够使缩小的晶粒均匀化。

[0042] 第一热处理后，对第二镍靶材坯料热轧形成第三镍靶材坯料。一方面可以缩小第二镍靶材坯料的高度，从而增加第二镍靶材坯料的上下表面的面积而为后续的最终尺寸的镍靶材的形成做准备。另一方面，对第二镍靶材坯料进行热轧可以进一步细化第二镍靶材坯料内部的晶粒尺寸，使得形成的第三镍靶材坯料的晶粒尺寸在 $20\ \mu\text{m} \sim 50\ \mu\text{m}$ 的范围内。再者，可以消除第二镍靶材坯料内部组织的缺陷，例如在高温和压力作用下气泡、裂纹等疏松结构被压实，从而使得形成的第三镍靶材坯料的内部组织更加密实，力学性能也得到改善。这种改善主要体现在沿轧制方向上，从而使第三镍靶材坯料在一定程度上是各向同性体，即某一物体在不同的方向所测得的性能数值完全相同。

[0043] 然后，对第三镍靶材坯料进行第二热处理，形成第四镍靶材坯料。一方面可以使得第三镍靶材坯料内部组织进行再结晶以达到平衡状态，进一步使得第三镍靶材坯料内部的晶粒变为更加均匀的等轴晶粒，从而改善或消除热轧过程中所造成的第三镍靶材坯料内部组织缺陷以及残余应力，防止后续形成的第四镍靶材坯料变形、开裂。另一方面可以进一步减少后续形成的第四镍靶材坯料内部组织的分层现象，消除形变硬化，从而软化第四镍靶材坯料以便进行下一步塑性加工步骤。再者，第三镍靶材坯料在这次热处理过程中，第三镍靶材坯料内部还会进行一次再结晶，进一步缩小上述热轧后晶粒的尺寸，改善组织以提高后续形成的第四镍靶材坯料的机械性能。

[0044] 第二热处理后，对第四镍靶材坯料进行冷轧，形成第五镍靶材坯料。冷轧可以同时增大施加在第四镍靶材坯料的应力增量和第四镍靶材坯料的截面积增量，以提高第四镍靶材坯料的磁通量的增量。从而有效提高后续第五镍靶材坯料的磁性能，进而有效提高最终形成的镍靶材的磁性能。

[0045] 对冷轧后第五镍靶材坯料进行第三热处理可以消除残余应力，稳定尺寸，降低硬度和脆性，增加可塑性，并且使得最终形成的镍靶材的内部组织比较均匀，提高最终形成的镍靶材的磁性能。

[0046] 经过上述工艺步骤，可以得到内部结构均匀、晶粒细小（晶粒尺寸在 $20\ \mu\text{m} \sim 50\ \mu\text{m}$ ）、磁性能较优（透磁率提高 $30 \sim 50\%$ ）的镍靶材，能够满足要求越来越高的半导体溅射工艺。

附图说明

- [0047] 图 1 是本文实施例的镍靶材的制造方法的流程图；
- [0048] 图 2 是本文实施例的对镍锭进行拉伸锻造形成第一锻造中间体的示意图；
- [0049] 图 3 是本文实施例的对第一锻造中间体进行压缩锻造形成第二锻造中间体的示意图；
- [0050] 图 4 是本文实施例的热锻以后形成第一镍靶材坯料的示意图；
- [0051] 图 5 是本文实施例的对第一镍靶材坯料进行第一热处理的示意图；
- [0052] 图 6 是本文实施例的对第一镍靶材坯料进行第一热处理后形成第二镍靶材坯料的示意图；
- [0053] 图 7 是本文实施例的将第二镍靶材坯料采用热轧工艺的立体示意图；
- [0054] 图 8 是本文实施例的将第二镍靶材坯料采用热轧工艺的侧面示意图；
- [0055] 图 9 是本文实施例的将第二镍靶材坯料采用热轧工艺进行一次挤压的侧面示意图；
- [0056] 图 10 是本文实施例的将第二镍靶材坯料采用热轧工艺时的热轧角度标记；
- [0057] 图 11 是本文实施例的采用热轧工艺后形成的第三镍靶材坯料的示意图；
- [0058] 图 12 是本文实施例的对第三镍靶材坯料进行第二热处理后的示意图；
- [0059] 图 13 是本文实施例的对第三镍靶材坯料进行第二热处理后形成第四镍靶材坯料的示意图；
- [0060] 图 14 是本文实施例的对第四镍靶材坯料进行冷轧工艺后的示意图；
- [0061] 图 15 是本文实施例的对第四镍靶材坯料进行第三热处理后的示意图；
- [0062] 图 16 是利用本实施例的制造方法获得的镍靶材与背板形成镍靶材组件的示意图。

具体实施方式

[0063] 正如背景技术中所描述的现有技术中通过将高纯的镍锭进行塑性变形以达到制造半导体用高纯镍靶材的加工工艺涉及较少，且不完善，因此，如何能够制造出符合需求的镍靶材成为目前首要解决的问题之一。

[0064] PVD 通常通过磁控溅射的方式进行，所谓磁控溅射是指稀薄气体产生的等离子体在电场和磁场的交互作用下，对阴极溅射靶材表面进行轰击，使靶材表面的分子、原子以及电子等溅射出来，被溅射出来的粒子带有一定的动能，沿一定的方向射向基体表面，在基体表面沉积形成镀层。文人发现，在通过磁控溅射镀膜的过程中，镍靶材的位置介于磁控装置与溅射腔体的气氛之间，镍靶材除了其内部晶粒尺寸的均匀性和内部晶粒尺寸的大小能够影响离子溅射时镀膜的效率和成膜质量之外，镍靶材还为磁性材料，因此磁控装置产生的磁场会由于镍靶材的阻隔而受到影响，进而会影响离子溅射时镀膜的效率和成膜质量，故，镍靶材内部晶粒大小、内部结构的均匀性和镍靶材的透磁率的大小都会直接影响到离子溅射时镀膜效率的高低和成膜质量。

[0065] 本文主要采用多次的特定变形率的塑性变形和特定温度下的热处理相结合的方法，以及严格通过控制塑性变形的变形率，热处理的温度、时间来进行制作满足半导体溅

射要求镍靶材。

[0066] 文人经过创造性劳动，得到一种镍靶材的制作方法，图 1 为本文提供的镍靶材的制作方法的流程图，请参考图 1，镍靶材的制作方法具体为，

[0067] 执行步骤 S11，提供镍锭；

[0068] 执行步骤 S12，对所述镍锭进行热锻，形成第一镍靶材坯料；

[0069] 执行步骤 S13，对所述第一镍靶材坯料进行第一热处理，形成第二镍靶材坯料，所述第一热处理的温度为 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时；

[0070] 执行步骤 S14，第一热处理后，对第二镍靶材坯料进行热轧，形成第三镍靶材坯料；

[0071] 执行步骤 S15，对所述第三镍靶材坯料进行第二热处理，形成第四镍靶材坯料，所述第二热处理的温度为 $300^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时；

[0072] 执行步骤 S16，第二热处理后，对第四镍靶材坯料进行冷轧，形成第五镍靶材坯料；

[0073] 执行步骤 S17，对所述第五镍靶材坯料进行第三热处理，形成镍靶材，所述第三热处理的温度为 $200^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小时 \sim 2 小时。

[0074] 下面结合附图，通过具体实施例，对本文的技术方案进行清楚、完整的描述。

[0075] 请参考图 2，执行步骤 S11，提供镍锭 10。

[0076] 满足半导体溅射工艺的镍靶材的纯度一般在 4N(99.99%) 以上，例如为 4N5(99.995%) 或 5N(99.999%)，本实施例中，所述镍锭 10 的纯度为 99.999%。镍锭的形状可以为圆柱体、长方体、正方体、锥体或者是截面为其它规则图形或不规则图形的柱体。本实施例中，所述镍锭 10 的形状为圆柱体，其高度为 h ，其尺寸根据后续生产的镍靶材的尺寸来确定。

[0077] 接着，请继续参考图 2 至图 4，执行步骤 S12，对所述镍锭 10 进行热锻，形成第一镍靶材坯料 13。

[0078] 对镍锭 10 热锻的具体操作为：将镍锭 10 放入锻压机锻造之前，需要将所述镍锭 10 放入空气炉中加热，对所述镍锭 10 进行预热处理，然后把镍锭 10 从空气炉中取出放在锻压机上进行锻造。本实施例中，对所述镍锭 10 进行预热处理，使镍锭 10 的温度达到 $500^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ ，以便镍锭在锻压机上的后续锻造工艺顺利进行。具体为：1、能够减少镍锭 10 在后续锻造时的变形抗力，因而减少后续被锻造的镍锭 10 变形时所需的锻压力，使锻压施加的力度大大减小；2、可以提高镍锭 10 在后续锻造时的塑性，尤其对于本文中的镍锭 10 在较低温时较脆难以锻压的情况更为重要。之所以选择 $500^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ ，是因为后续锻造的温度需要设置在镍锭 10 的再结晶温度以上。对镍锭 10 不经过预热步骤或预热温度过低，根据上述原因分析得到锻造后形成的第一镍靶材坯料 13 表面易产生裂纹。镍锭 10 的锻造温度如果超过 800°C ，镍锭 10 在锻造之前易产生晶粒长大现象。

[0079] 然后，将加热后的镍锭 10 从空气炉中取出放入锻压机上进行锻造，所述锻造的实施方式为利用锻锤（空气锤）对预热后的镍锭 10 进行多方向的打击，包括沿着预热后的镍锭 10 的圆周方向进行击打，或者为利用锻锤对着预热后的镍锭的上表面进行击打。沿着圆周方向对预热后的镍锭 10 进行击打使得预热后的镍锭 10 的高度增加，而横截面积减小。对预热后的镍锭的上表面进行击打使得镍锭 10 的高度降低，而横截面积增大。

[0080] 经过文人多次实践后的总结，本实施例中，需要对预热后的镍锭 10 进行多次锻造，形成多个锻造中间体，最终形成第一镍靶材坯料 13。以镍锭 10 或各个锻造中间体的变形率来衡量每次锻造的程度，所述镍锭 10 或各个中间体的变形率以 ΔH 表示，其定义为： [0081]

$$\Delta H = |h_{前} - h_{后}| / h_{前}$$

[0082] 其中， $h_{前}$ 为一次锻造之前的镍锭或锻造中间体的高度， $h_{后}$ 为一次锻造之后的镍锭或锻造中间体的高度。

[0083] 本实施例中，利用锻锤沿着镍锭的圆周方向对镍锭进行击打和利用锻锤对镍锭的上表面进行击打的两种锻造方式交替进行。

[0084] 请参考图2，首先将预热后的镍锭10 沿轴线X 方向进行拉伸锻造，形成第一锻造中间体 11。所述轴线 X 为垂直于镍锭 10 圆形底面的中心轴线。第一锻造中间体 11 与预热后的镍锭 10 相比，其变形率达到 100%~200%，即预热后的镍锭 10 经过拉伸锻造之后，形成的第一锻造中间体 11 的高度 h_1 为预热后镍锭高度 h 的 2~3 倍。

[0085] 请参考图 3，形成第一锻造中间体 11 后，接着对第一锻造中间体 11 沿轴线X 方向进行压缩锻造，形成第二锻造中间体 12。第二锻造中间体 12 与第一锻造中间体 11 相比，其高度有所减小，当第二锻造中间体 12 的高度 h_2 等于预热后镍锭 10 的高度 h 时，压缩锻造结束。

[0086] 压缩锻造形成第二锻造中间体 12 之后，依次重复上述拉伸锻造和压缩锻造步骤 2 次~4 次，本实施例中，较佳选用 2 次。热锻工艺结束，形成第一镍靶材坯料 13。此时，第一镍靶材坯料 13 的高度 h_3 等于热锻之前镍锭 10 的高度 h 。

[0087] 对镍锭 10 进行拉伸锻造至高度为镍锭 10 高度的 2~3 倍，然后采用压缩锻造至镍锭 10 的原高度，重复上述拉伸锻造和压缩锻造 2 次~4 次，形成第一镍靶材坯料 13。这样能更好的改善第一镍靶材坯料 13 的组织结构和力学性能，镍锭 10 经过上述锻造方法热加工变形后使原来的粗大枝状晶粒和柱状晶粒打碎变为细小晶粒，使镍锭 10 内原有的偏析、疏松、气孔、夹渣等被压实和焊合，形成组织更加紧密的第一镍靶材坯料 13，提高了镍锭 10 的塑性和力学性能。锻造的程度不够例如变形率不够或者锻造次数不够，则对于镍锭 10 内部组织的改善效果，以及晶粒细化的程度不够，影响第一镍靶材坯料 13 的性能，甚至影响最终形成的镍靶材的性能。而变形率太大，由于镍锭 10 硬且脆，容易在加工中出现裂纹。如果锻造次数超过 5 次，造成锻造成本浪费。

[0088] 热锻结束后，需要对第一镍靶材坯料 13 进行第一冷却处理。即，将第一镍靶材坯料 13 放入水中(图未示)进行第一冷却。之所以采用水冷方式，是因为水冷的速度最快，耗时最短，用时 1 分钟左右，使得第一冷却处理更好控制，进而使得整个后续工艺更好控制，而且，在这 1 分钟内第一镍靶材坯料 13 温度的变化很急速，有利于第一镍靶材坯料 13 的晶粒更加均匀化，再者，第一冷却后的第一镍靶材坯料 13 温度均匀。但并不以此为限，冷却工艺也可以是风冷或空冷的方式。本实施例需要将第一镍靶材坯料 13 的温度冷却到室温，之所以冷却至室温，一方面，可以使得冷却温度差最大化，同样可以有利于第一镍靶材坯料 13 的晶粒更加均匀化，另一方面，室温较好控制，可以使得每个阶段工艺的起始温度一致，即，每个阶段的工艺的温度会具有相同的起点，进而更有利于整个镍靶材的制作工艺的控制。

[0089] 接着，请结合参考图 5 和图 6，执行步骤 S13，对所述第一镍靶材坯料 13 进行第一热处理，形成第二镍靶材坯料 14，所述第一热处理的温度为 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ ，保温时间为 1 小

时~2小时。

[0090] 对第一镍靶材坯料 13 进行第一冷却后,将冷却后第一镍靶材坯料 13 放入加热炉 50 中进行第一热处理,所述第一热处理的温度为 450℃~550℃,保温时间为 1 小时~2 小时。通过对第一镍靶材坯料 13 进行第一热处理的主要目的是:

[0091] (1) 使第一镍靶材坯料 13 中的元素产生固态扩散,来减轻化学成分的不均匀性,主要是减轻晶粒尺度内的化学成分的不均匀性,可以减少后续形成的第二镍靶材坯料 14 的分层现象。

[0092] (2) 消除第一镍靶材坯料 13 内部热锻后的残余应力,稳定尺寸,减低后续形成的第二镍靶材坯料 14 的硬度和脆性,增加其可塑性,减少在后续工艺中的变形与裂纹倾向。

[0093] (3) 由于这一步骤中的温度高于第一镍靶材坯料 13 的再结晶温度,并且保温 1 小时~2 小时。所以在本次热处理过程中,第一镍靶材坯料 13 内部还会进行一次再结晶,进一步缩小上述锻造后晶粒的尺寸,而且能够使缩小的晶粒均匀化。加热温度过低,第一镍靶材坯料 13 中晶粒再结晶不充分或无再结晶;加热温度过高,形成的第二镍靶材坯料 14 中晶粒容易长大,尺寸会超范围;保温时间过短,第一镍靶材坯料 13 中晶粒受热不均匀,再结晶不充分;保温时间过长,形成的第二镍靶材坯料 14 的晶粒容易长大,尺寸会超范围。

[0094] 接着,请参考图 7 至图 11,执行步骤 S14,第一热处理后,对第二镍靶材坯料 14 进行热轧,形成第三镍靶材坯料 15。

[0095] 在具体实施例中是对第一热处理后的第二镍靶材坯料 14 直接进行热轧,这样可以省去在对第二镍靶材坯料 14 进行第一热处理后的冷却和在进行热轧之前的预热步骤,简化了工艺步骤的同时,也节约了工艺成本。

[0096] 热轧工艺为在对第二镍靶材坯料 14 再结晶温度以上轧制,一方面可以缩小第二镍靶材坯料 14 的高度,从而增加对第二镍靶材坯料 14 的上下表面的面积而形成第三镍靶材坯料 15。另一方面,对第二镍靶材坯料 14 进行热轧可以进一步细化第二镍靶材坯料 14 内部的晶粒尺寸,使得形成的第三镍靶材坯料 15 的晶粒尺寸在 20 μm~50 μm 的范围内。

[0097] 参考图 7 和图 8、图 9,热轧的方式为将第二镍靶材坯料 14 在压延机(calender)的两个辊筒 70a 和 70b 之间进行挤压,其中,需要将第二镍靶材坯料 14 进行多次挤压才能形成第三镍靶材坯料 15(参考图 11)。具体为,由两个辊筒 70a 和 70b 挤压原本厚度为 h3 的第二镍靶材坯料 14 的上下表面,缩小第二镍靶材坯料 14 的厚度为 h4,而增大上下表面的面积。经过多次的挤压,参考图 11,最终把第二镍靶材坯料展延成厚度为 h5 的第三镍靶材坯料 15。其中,每次挤压的变形率为 $\Delta H1$ 表示, $\Delta H1 = |h4-h3|/h3$ 。总变形率以 $\Delta H2$ 表示, $\Delta H2 = |h5-h3|/h3$ 。其中,用总变形率 $\Delta H2$ 来衡量整个热轧工艺的程度。本实施例中的热轧工艺的每次变形率 $\Delta H1$ 为 5%~30%,总变形率 $\Delta H2$ 为 60%~80%以形成第三镍靶材坯料 15。本实施例中的热轧工艺的每次变形率和总的变形率如果太大,一方面会超出第二镍靶材坯料 14 的变形极限,会使第二镍靶材坯料 14 在热轧过程中发生裂纹缺陷;热轧工艺的每次变形率和总的变形率如果太小,起不到晶粒细化的作用。

[0098] 更进一步的,为了使得压延后的第二镍靶材坯料 14 的各个部分比较均匀和一致,优选地,对所述第二镍靶材坯料 14 每进行一次热轧,都会对热轧后的第二镍靶材坯料 14 旋转同样的预设角度后再进行下一次的热轧。本实施例中,所述预设角度在 30°~135° 之间。

[0099] 请参见图 10, 图10 中双向箭头所示的方向为对第二镍靶材坯料 14 直接进行热轧的方向, 单向箭头所示的方向为第二镍靶材坯料 14 进行旋转的方向, 图 10 中所示的 1 ~ 8 是为了方便确定对所述第二镍靶材坯料 14 热轧后进行旋转的角度而设定的标记。举例来说, 若第二镍靶材坯料 14 上的某一个点从 3 的位置逆时针旋转到了 8 的位置, 则可以获知所述第二镍靶材坯料 14 在热轧过程中逆时针旋转了 135° 。若第二镍靶材坯料 14 上的某一个点从 3 的位置逆时针旋转到了 2 的位置, 则可以获知所述第二镍靶材坯料 14 在热轧过程中逆时针旋转了 45° , 本实施例中, 每对第二镍靶材坯料 14 进行一次热轧后, 都会对其进行相同角度的旋转以确保热轧后的第二镍靶材坯料 14 比较均匀, 具体采用多大的旋转角度, 由实际情况而定。

[0100] 在实际应用中, 每热轧一次的热轧量可以根据实际的需求进行相应地调整, 以使得第二镍靶材坯料 14 可以以最优的方式热轧形成第三镍靶材坯料 15。

[0101] 需要说明的是, 在上述热轧过程中, 热轧的温度就是第一热处理时的温度, 为 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$, 而且, 在上述热轧过程中, 需要对所述热轧的温度进行实时地监测, 一旦第二镍靶材坯料 14 的温度低于预设值时, 则停止对所述第二镍靶材坯料 14 进行热轧, 将第二镍靶材坯料 14 放入加热炉中进行加热, 直至将第二镍靶材坯料 14 的温度达到 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ 后, 对第二镍靶材坯料 14 再进行热轧。本实施例中所述预设值为 $300^{\circ}\text{C} \sim 350^{\circ}\text{C}$, 热轧过程中, 当热轧的温度低于 $300^{\circ}\text{C} \sim 350^{\circ}\text{C}$ 时, 需要将第二镍靶材坯料 14 进行回炉加热, 温度至 $450^{\circ}\text{C} \sim 550^{\circ}\text{C}$ 间取出继续轧制。。对热轧过程中第二镍靶材坯料 14 的温度进行实时地监测, 可以防止在热轧过程中, 由于温度下降而导致第二镍靶材坯料 14 的物理属性有所变化, 如: 第二镍靶材坯料 14 的内部组织结构变得不均匀。

[0102] 本实施例中, 对上述第二镍靶材坯料 14 热轧的作用还可以消除第二镍靶材坯料 14 内部组织的缺陷, 在高温和压力作用下气泡、裂纹等疏松结构被压实, 从而使得形成的第三镍靶材坯料 15 的内部组织更加密实, 力学性能也得到改善。这种改善主要体现在沿轧制方向上, 从而使第三镍靶材坯料 15 在一定程度上是各向同性体, 即某一物体在不同的方向所测得的性能数值完全相同。

[0103] 热轧结束后, 需要对第三镍靶材坯料 15 进行第二冷却处理。即, 将第三镍靶材坯料 15 放入水中 (图未示) 进行第二冷却的水冷方式, 冷却至室温。但并不以此为限, 冷却工艺也可以是风冷或空冷的方式。第二冷却与第一冷却的原因、目的和操作相同, 所以第二冷却具体步骤可以参考第一冷却步骤。

[0104] 请结合参考图 12 和图 13, 执行步骤 S17, 对所述第三镍靶材坯料 15 进行第二热处理, 形成第四镍靶材坯料 16, 所述第二热处理的温度为 $300^{\circ}\text{C} \sim 500^{\circ}\text{C}$, 保温时间为 1 小时 ~ 2 小时。第二热处理与第一热处理使用的装置以及温度和保温时间一样。对第三镍靶材坯料 15 在加热炉 120 中进行第二热处理, 一方面可以使得第三镍靶材坯料 15 内部组织进行再结晶以达到平衡状态, 可以进一步使得第三镍靶材坯料 15 内部的晶粒变为更加均匀的等轴晶粒, 从而改善或消除热轧过程中所造成的第三镍靶材坯料 15 内部组织缺陷以及残余应力, 防止形成的第四镍靶材坯料 16 变形、开裂。另一方面可以进一步减少第四镍靶材坯料 16 内部组织的分层现象, 消除形变硬化, 从而软化第四镍靶材坯料 16 以便进行下一步机械加工步骤。再者, 第三镍靶材坯料 15 在这次热处理过程中, 第二热处理的温度高于第三镍靶材坯料 15 的再结晶温度, 因此第三镍靶材坯料 15 内部还会进行一次再结晶, 进一步

缩小上述热轧后晶粒的尺寸，改善组织以提高后续形成的第四镍靶材坯料 16 的机械性能。

[0105] 加热温度过低，形成的第四镍靶材坯料 16 中晶粒再结晶不充分或无再结晶现象；加热温度过高，第四镍靶材坯料 16 中晶粒容易长大，尺寸会超范围；保温时间过短，第四镍靶材坯料 16 中晶粒受热不均匀，再结晶不充分；保温时间过长，第四镍靶材坯料 16 中晶粒容易长大，尺寸会超范围。

[0106] 在第二热处理过程中形成的晶粒大小和分布即为最终镍靶材的晶粒大小和分布（晶粒尺寸为 $20\ \mu\text{m} \sim 50\ \mu\text{m}$ ）。所以，第二热处理的温度要精细控制。实施过程中，温度公差允许为 $\pm 5^\circ\text{C}$ 。

[0107] 接着，请参考图 14，第二热处理后，对第四镍靶材坯料 16 进行冷轧，形成第五镍靶材坯料 17。

[0108] 请结合参考图 13 和图 14，第二热处理结束后，需要对第四镍靶材坯料 16 进行第三冷却处理。本实施例采用水冷，即，将第四镍靶材坯料 16 放入水中进行冷却的水冷方式，冷却到室温。但并不以此为限，冷却工艺也可以是风冷或空冷的方式。第三冷却也与第一冷却的原因、目的和操作相同，具体可以参考第一冷却处理。

[0109] 对第四镍靶材坯料 16 进行冷轧也是在压延机 (calender) 的两个辊筒 70a 和 70b 之间进行挤压的（请参考热轧步骤中的图 7 至图 9），其中，需要将第四镍靶材坯料 16 进行多次挤压才能形成第五镍靶材坯料 17。只是，冷轧是在室温下对第四镍靶材坯料 16 进行轧制的。具体可以参考热轧的步骤。

[0110] 对第四镍靶材坯料 16 进行冷轧，是为了提高后续形成的第五镍靶材坯料 17 的透磁率，进而提高最终形成的镍靶材的透磁率。具体原理如下：

[0111] 第四镍靶材坯料 16 的透磁率 (PTF, Pass Through Flux) 是第四镍靶材坯料 16 的磁通量与标准磁通量的比值，是衡量后续镍靶材磁性能的一个重要指标。因此通过提高第四镍靶材坯料 16 的磁通量就可以提高第四镍靶材坯料 16 的透磁率。

[0112] 第四镍靶材坯料 16 的磁通量 Φ 是穿过第四镍靶材坯料 16 的截面积的磁通量 Φ ，此时的截面积与第四镍靶材坯料 16 的上、下底面积平行且相等。磁通量 Φ 的大小可以用下列公式 (1) 来表示，

[0113] $\Phi = BS$ 公式 (1)

[0114] 上述公式 (1) 中，B 为第四镍靶材坯料 16 的磁场感应强度，S 为第四镍靶材坯料 16 的截面积，因此，磁感应强度一定的情况下，第四镍靶材坯料 16 的截面积越大，第四镍靶材坯料 16 的磁通量 Φ 就越大。

[0115] 本实施例中，对第四镍靶材坯料 16 进行冷轧，使得第四镍靶材坯料 16 受到外部荷载作用，在第四镍靶材坯料 16 的内部会产生应变，从而产生应力 σ 。而第四镍靶材坯料 16 的磁通量 Φ 与应力 σ 之间的关系可以用下列公式 (2) 来表示。

[0116] $\Phi = BS = K\sigma S$ 公式 (2)

[0117] 上述公式中，S 为第四镍靶材坯料 16 的截面积。B 为第四镍靶材坯料 16 的磁场感应强度， σ 为第四镍靶材坯料 16 在冷轧工艺中的所受的应力，K 为常数。当冷轧的变形量较大时，施加在第三镍靶材坯料 15 的应力增量 $\Delta\sigma$ 也较大，因此应用公式 (2) 得出下列公式 (3)：

[0118] $\Delta\Phi = \Delta B \Delta S = K \Delta\sigma \Delta S$ 公式 (3)

[0119] 通过以上公式 (3) 可以得出, 增大施加在第四镍靶材坯料 16 的应力增量 $\Delta \sigma$ 和增大第四镍靶材坯料 16 的截面积增量 ΔS 可以增加第四镍靶材坯料 16 的磁通量的增量, 即可以增加后续形成的第五镍靶材坯料 17 的透磁率。而对第四镍靶材坯料 16 进行冷轧工艺, 恰好可以同时满足增大上述应力增量 $\Delta \sigma$ 和上述截面积增量 ΔS , 并且, 在第四镍靶材坯料 16 的变形极限范围内通过最大化冷轧工艺的变形量就可以最大化的增加第四镍靶材坯料 16 的磁通量增量, 即可以最大化的增加后续形成的第五镍靶材坯料 17 的透磁率。

[0120] 本实施例中, 所述冷轧工艺的每次变形率为小于 1%, 总变形率为 10%~15% 以形成第五镍靶材坯料 17。本实施例中的冷轧工艺的每次变形率和总变形率如果太大, 一方面会超出第四镍靶材坯料 16 的变形极限, 使第四镍靶材坯料 16 在热轧过程中发生裂纹缺陷; 冷轧工艺的每次变形率和总变形率如果太小, 一方面起不到进一步晶粒细化的作用, 另一个更重要的原因是不能有效的提高后续镍靶材的磁通量的增量。

[0121] 接着, 请结合参考图 15, 对所述第五镍靶材坯料 17 进行第三热处理, 形成镍靶材, 所述第三热处理的温度为 200°C~300°C, 保温时间为 1 小时~2 小时。

[0122] 请结合参考图 13 至图 15, 对第四镍靶材坯料 16 进行冷轧后, 直接进行第三热处理。因为冷轧的温度为室温, 可以省略将第五镍靶材坯料 17 冷却至室温的步骤。对第五镍靶材坯料 17 进行第三热处理是在加热炉 150 中进行的, 对第五镍靶材坯料 17 进行第三热处理可以消除后续形成的镍靶材的残余应力, 稳定尺寸, 降低硬度和脆性, 增加可塑性, 并且使得最终形成的镍靶材的内部组织比较均匀, 提高后续镍靶材的透磁率值。需要说明的是这一步骤中的温度低于第五镍靶材坯料 17 的再结晶温度, 所以此步骤中第五镍靶材坯料 17 的内部不存在再结晶, 否则会造成第五镍靶材坯料 17 的内部晶粒长大。

[0123] 为了最终获得内部组织结构较好和磁性能优良的镍靶材, 还需要对第三热处理后的镍靶材进行第四冷却, 即将镍靶材放入水中马上进行第四冷却, 冷却至室温。第四冷却也与第一冷却的原因、目的和操作相同, 具体可以参考第一冷却处理。本实施例中既可以采用水冷的方式也可以采用空冷的方式。

[0124] 接着, 对第四冷却后的镍靶材进行机械加工。

[0125] 对所述第三冷却后的镍靶材进行机械加工包括粗加工、精加工等工艺, 制成尺寸符合溅射要求的镍靶材, 其中粗加工是指轮廓车削、精加工是指产品尺寸车削, 包括周圈线切割, 上下平面磨床加工。机械加工后需对成品进行清洗、干燥处理等。

[0126] 最后, 还需要对镍靶材进行微观晶粒分析和磁导率检测。

[0127] 对镍靶材进行微观晶粒分析, 具体地, 就是取部分样品, 对其进行抛光以去除其表面的氧化层, 并对抛光后的样品进行腐蚀, 以观察镍靶材的内部组织结构是否均匀, 晶粒的大小是否符合要求。

[0128] 对镍靶材进行磁导率检测。所述磁导率也称为绝对磁导率, 是磁介质中磁感强度 B 和磁场强度 H 的比值, 即磁导率 $\mu = B/H$ 。本实施例中对镍靶材进行磁导率检测是间接通过对镍靶材的透磁率的检测而获得的。所述透磁率与磁导率相对, 对于磁性物质而言, 通常磁导率高, 透磁率低。对镍靶材的透磁率进行检测, 具体地, 是通过将所述镍靶材置于磁通量测试仪中, 获得的磁通量值与磁通量测试仪中不放置任何物质时获得的磁通量值进行相比得到的比值即为镍靶材的透磁率。本实施例中, 通过上述工艺条件最终获得的镍靶材的透磁率可以提高 30%~50%。

[0129] 此外，还需要检测镍靶材的直径、厚度以及边缘是否有折皱、表面是否有裂纹等现象产生，若基本符合，则认为该镍靶材合格，可用于后续的半导体用靶材的生产。

[0130] 本文实施例还提供一种镍靶材组件的制造方法，包括：

[0131] 采用上述的镍靶材制造方法获得镍靶材；

[0132] 将所述镍靶材进行机械加工；

[0133] 将机械加工后的镍靶材与背板进行焊接。

[0134] 本实施例中，请参考图 16，采用上述的镍靶材制造方法获得镍靶材 18，对所述镍靶材 18 进行的机械加工为车削加工，用于去除所述镍靶材 18 表面的氧化层，使得后续将所述镍靶材 18 与背板 19 进行焊接时，焊接面之间可以进行更好地结合。所述背板 19 可以为铜背板、钼背板等，具体地，所述镍靶材 18 与所述铜背板或者钼背板可以通过扩散焊接的方式或者钎焊的方式焊接而成形成镍靶材组件 20，采用扩散焊接的方式进行焊接时，可以通过热压的方式焊接而成，也可以通过热等静压的方式焊接而成。

[0135] 本文虽然已以较佳实施例公开如上，但其并不是用来限定本文，任何本领域技术人员在不脱离本文的精神和范围内，都可以利用上述揭示的方法和技术内容对本文技术方案做出可能的变动和修改，因此，凡是未脱离本文技术方案的内容，依据本文的技术实质对以上实施例所作的任何简单修改、等同变化及修饰，均属于本文技术方案的保护范围。

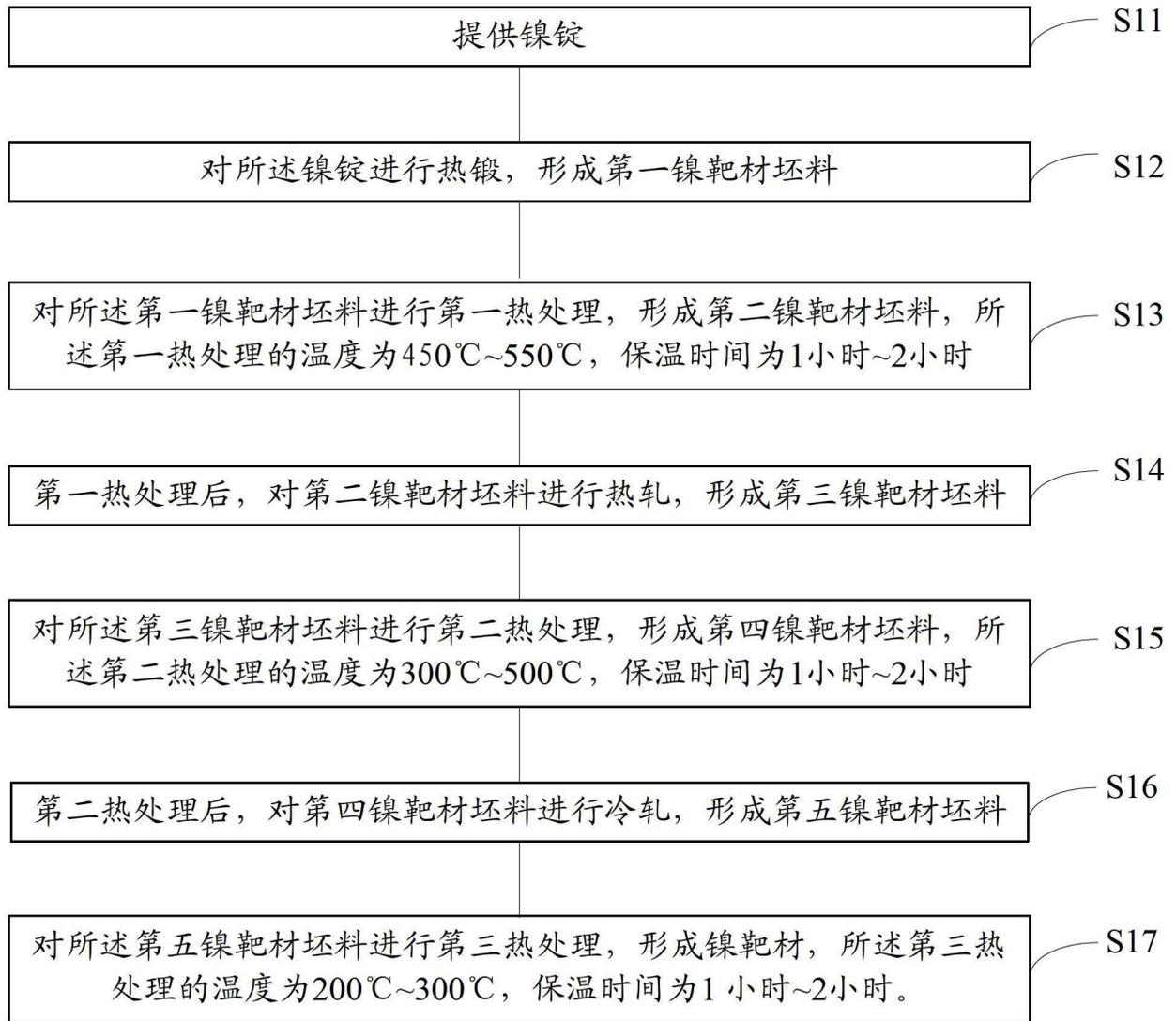


图 1

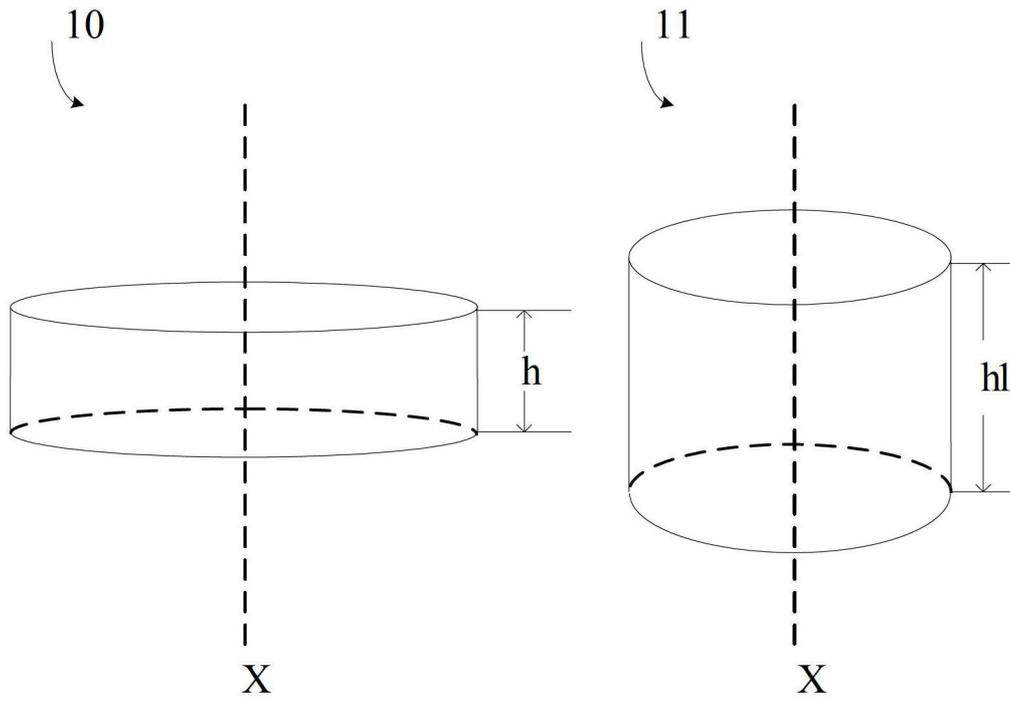


图 2

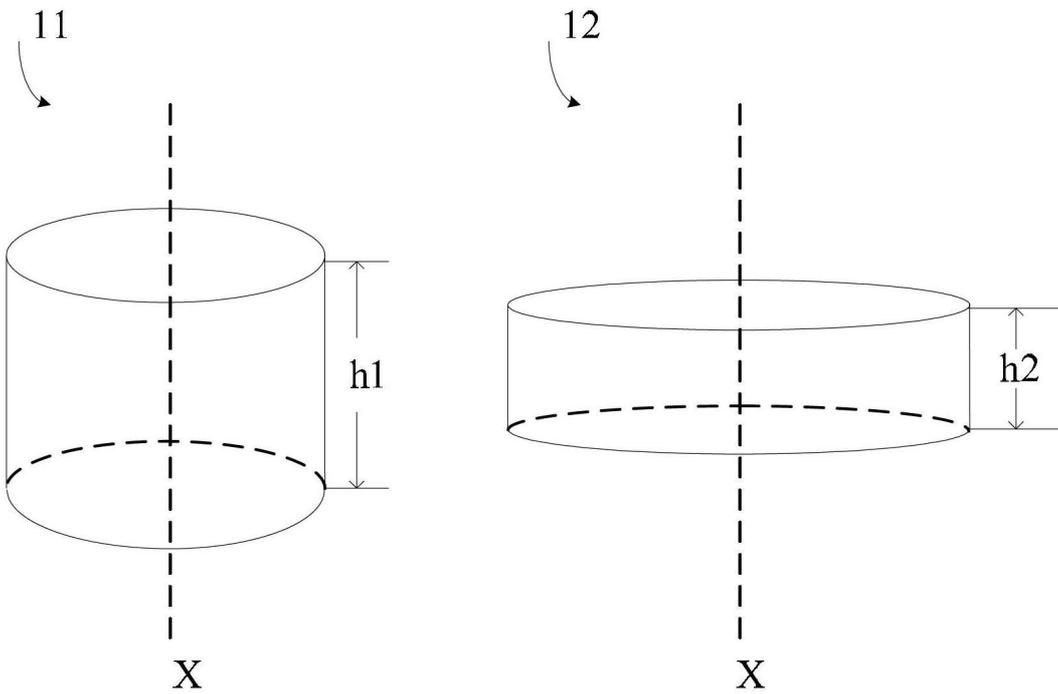


图 3

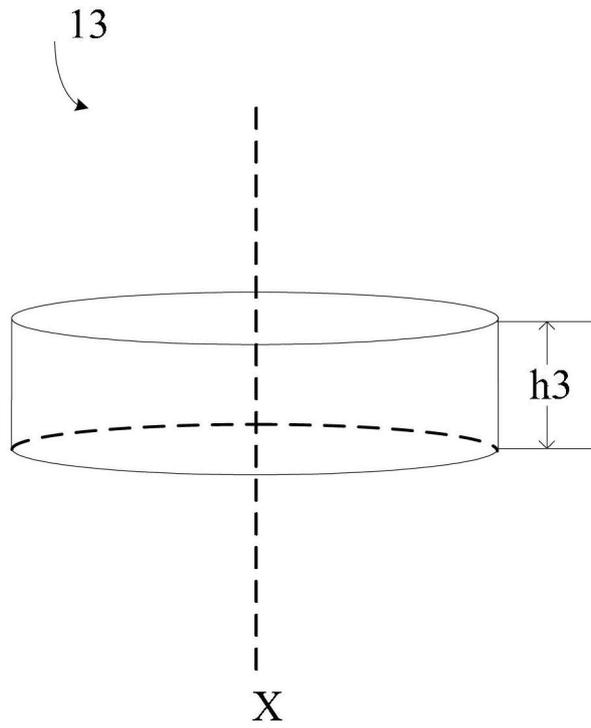


图 4

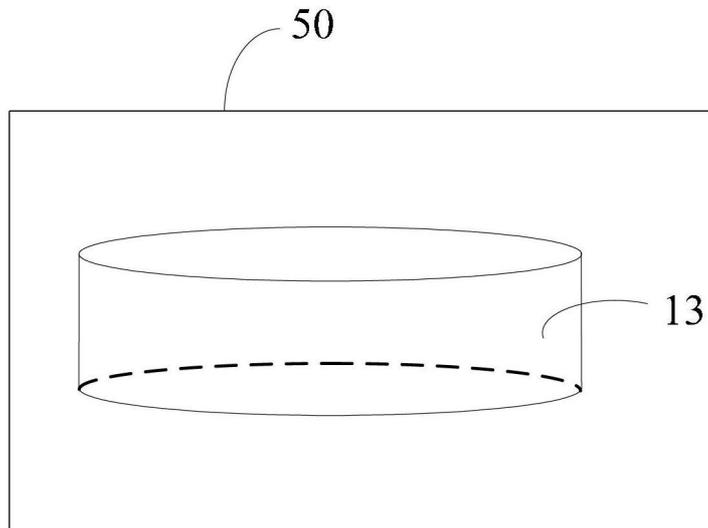


图 5

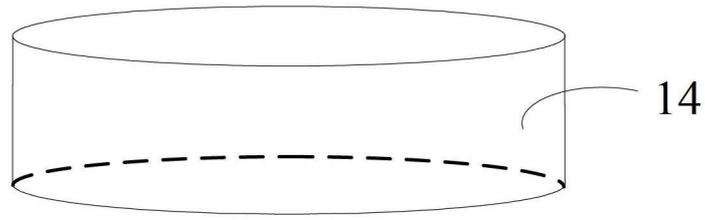


图 6

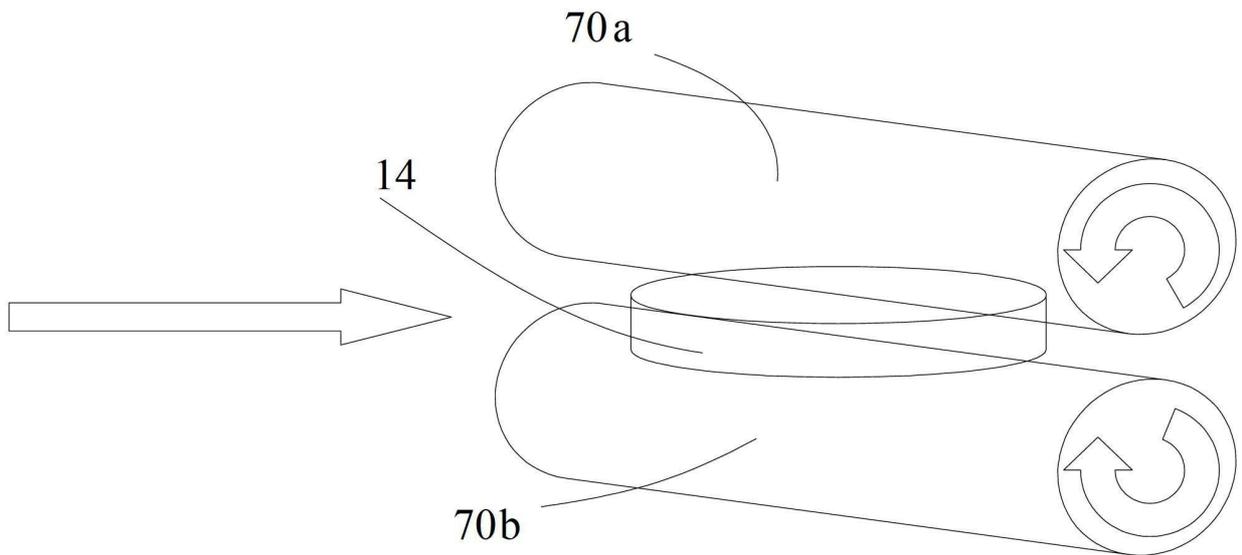


图 7

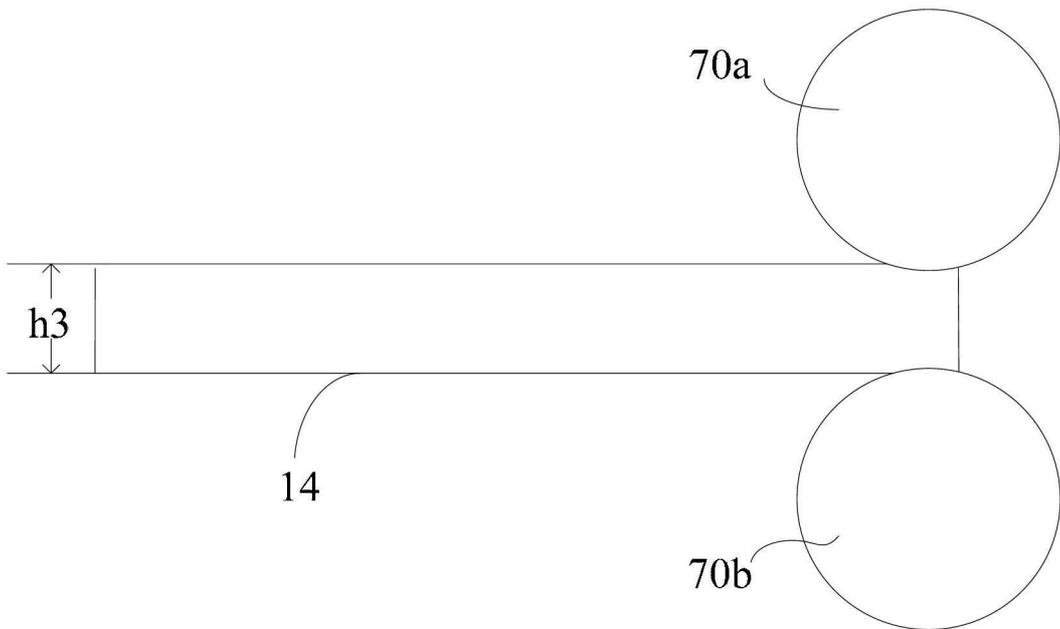


图 8

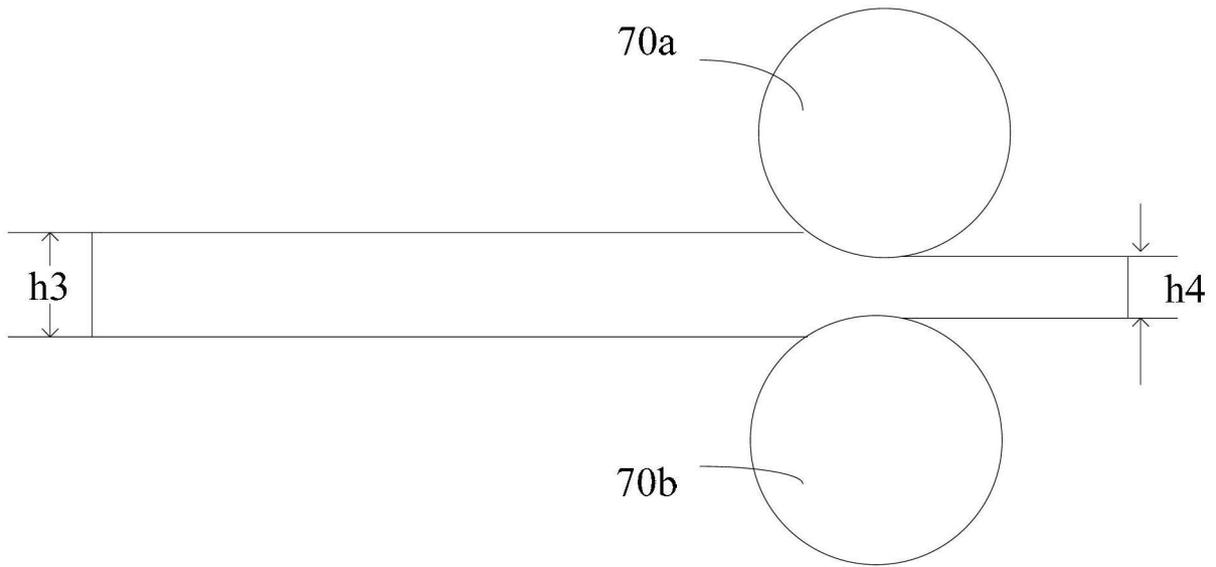


图 9

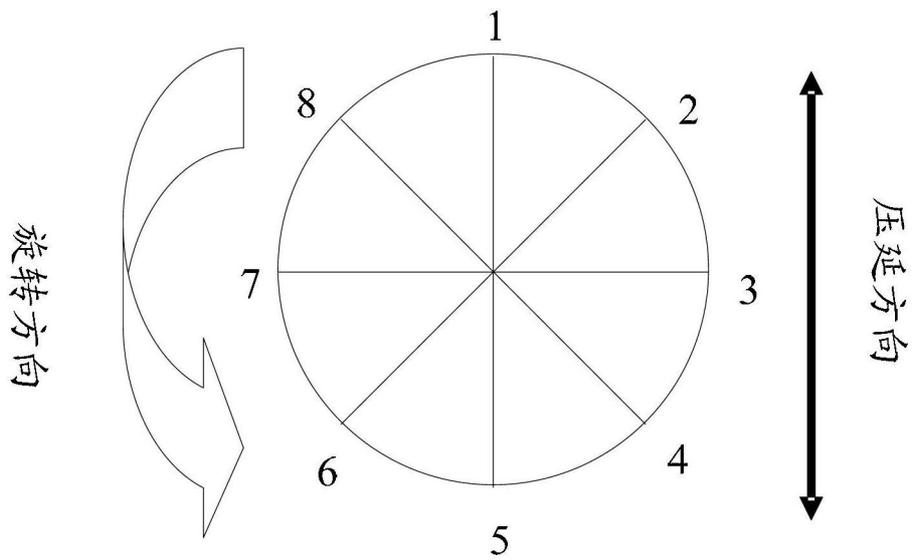


图 10

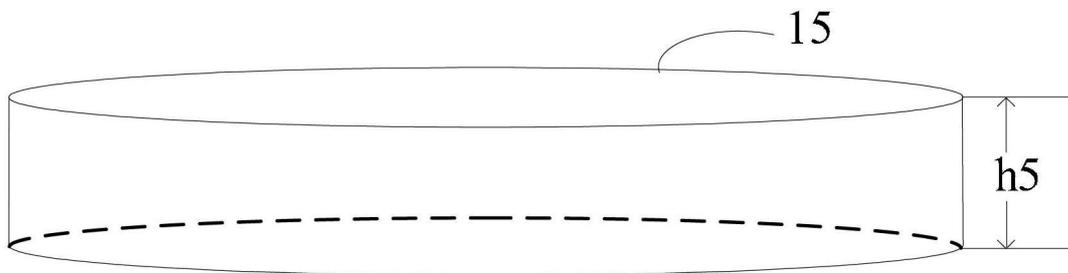


图 11

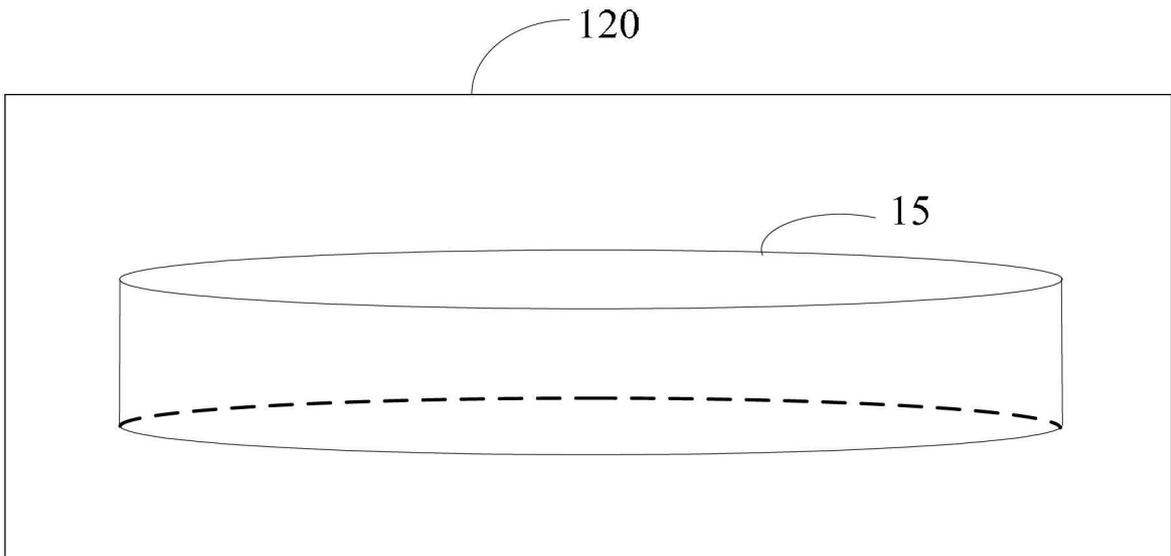


图 12

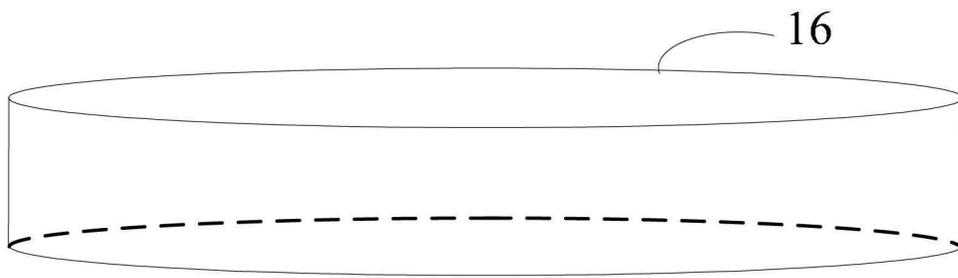


图 13

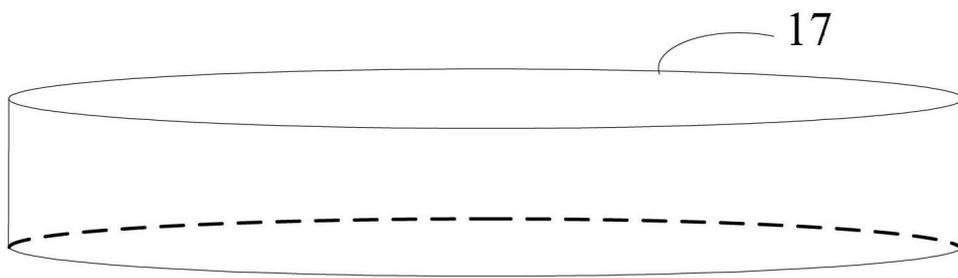


图 14

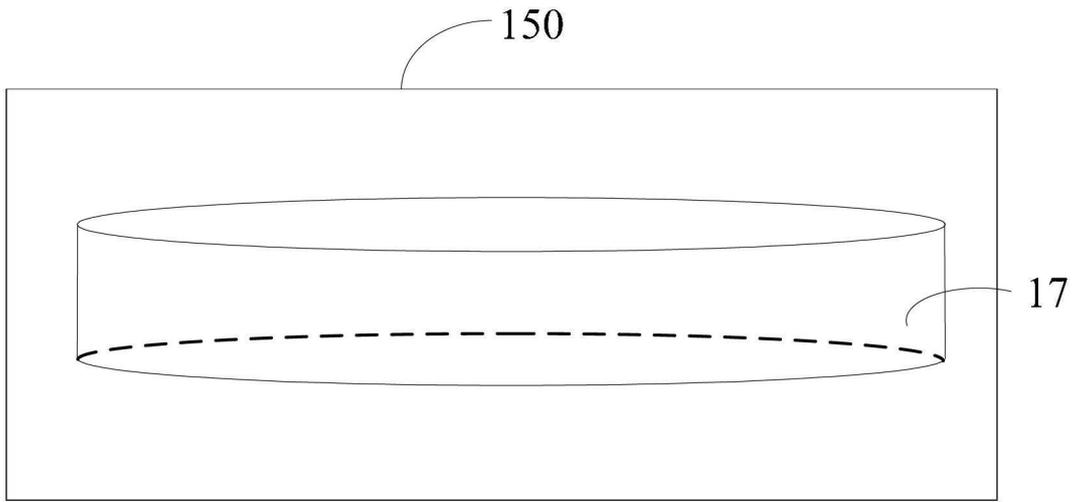


图 15

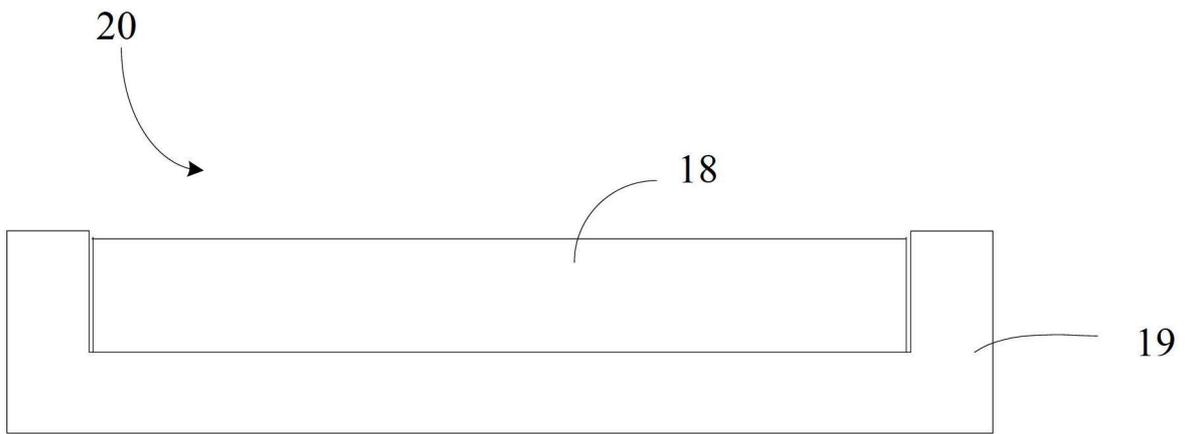


图 16