



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 114736013 A

(43) 申请公布日 2022. 07. 12

(21) 申请号 202210475550.3

C04B 35/64 (2006.01)

(22) 申请日 2022.04.29

G23C 14/35 (2006.01)

G23C 14/08 (2006.01)

(71) 申请人 深圳市众诚达应用材料科技有限公司

地址 518132 广东省深圳市光明区公明街道下村社区第二工业区16号一层

(72) 发明人 周贤界 熊汉青 卢晓鹏 徐红星 黄勇彪

(74) 专利代理机构 北京正和明知识产权代理有限公司 (普通合伙) 11845

专利代理师 刘阳阳

(51) Int. Cl.

C04B 35/453 (2006.01)

C04B 35/622 (2006.01)

C04B 35/638 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页 附图1页

(54) 发明名称

一种氧化锌镁靶材及制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种氧化锌镁靶材及制备方法,属于半导体光电材料、磁控溅射镀膜和粉末冶金烧结技术领域。方法包括以下步骤:按设计组分别取ZnO和MgO粉末原料;采用分段球磨、湿法制坯、分段脱脂、分段烧结、机加工、磨制等工艺,对粉末原料进行处理;按本发明提出的方法,可获得一种致密度高、纯度有保障、无缺陷、晶粒均匀且细小、不容易开裂的氧化锌镁靶材成品。



1. 一种氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

步骤S1、按设计组分别取ZnO和MgO粉末原料;将所述ZnO粉末加入去离子水进行球磨处理6-12小时,使ZnO浆料中固体颗粒物的粒径为 $0.3\mu\text{m}\sim 0.6\mu\text{m}$ ,将MgO粉末加入去离子水进行球磨处理20-30小时,使MgO浆料中固体颗粒物的粒径为 $\leq 0.1\mu\text{m}$ ;

步骤S2、对所述ZnO和MgO浆料分别进行喷雾造粒处理,得到不同粒径的ZnO和MgO的粉末颗粒,即ZnO粒径为 $0.3\mu\text{m}\sim 0.6\mu\text{m}$ ,MgO粒径为 $\leq 0.1\mu\text{m}$ ;

步骤S3、对所述ZnO和MgO的粉末颗粒按照质量比(90~99%):(1~10%)进行混合,再加入去离子水、分散剂及粘接剂,进行第二次球磨混料5-10小时,获得氧化锌镁浆料,将所述氧化锌镁浆料在60-100℃条件下烘干,控制含水率为1-5%,获得氧化锌镁混合粉;

步骤S4、对所述氧化锌镁混合粉进行冷等静压处理,获得素坯;

步骤S5、在100~120℃的条件下,对所述素坯进行干燥脱水处理,保温时间2~7小时;

步骤S6、对干燥脱水处理后的素坯进行分段脱脂处理,以 $0.5\text{-}2^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至250℃,保温1-3小时; $1\text{-}3^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至400℃,保温4-6小时;以 $0.5\text{-}2^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至550℃,保温1-3小时;得到脱脂后的素坯;

步骤S7、对所述脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以 $5\text{-}15^\circ\text{C}/\text{min}$ 迅速升至550℃,不保温; $0.5\text{-}2^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至750℃,保温1-3小时;以 $0.5\text{-}2^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至950℃,保温1-3小时;以 $0.5\text{-}2^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至1150℃,保温1-3小时;以 $0.5\text{-}2^\circ\text{C}/\text{min}$ 升至1350℃,用120~300min缓慢升至1450℃,不保温,直接随炉冷却到室温,获得氧化锌镁靶材半成品;

步骤S8、对所述氧化锌镁靶材半成品进行机加工切割,表面打磨,尺寸修整,获得满足尺寸要求的靶材成品。

2. 根据权利要求1所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中,所述ZnO和MgO粉末原料的体积比为1:2与去离子水混合;所述将所述ZnO粉末加入去离子水进行球磨处理6-12小时后,含ZnO的浆料中固相体积分数为40~60%;所述将MgO粉末加入去离子水进行球磨处理20-30小时后,含MgO的浆料中固相体积分数为50~70%。

3. 根据权利要求2所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中,所述ZnO和MgO粉末纯度大于或等于99.99%,所述ZnO和MgO粉末原料粒径控制在 $20\mu\text{m}$ 以下,所述ZnO浆料的球磨时间为9小时,所述MgO浆料的球磨时间为25小时。

4. 根据权利要求2所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中,球磨后,含ZnO的浆料中固相体积分数为50%,球磨后,含MgO的浆料中固相体积分数为60%。

5. 根据权利要求1所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S3中,所述去离子水与粉末颗粒的体积比为1:(1~1.5);所述分散剂的质量为粉末颗粒质量的0.05~1%;所述粘接剂的质量为粉末颗粒质量的0.1~2%;进行第二次球磨混料5-10小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为65~75,将所述氧化锌镁浆料在60-100℃条件下烘干,控制含水率1-5%,得到氧化锌镁混合粉。

6. 根据权利要求5所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S3中,所述ZnO和MgO的粉末颗粒按照质量比95%:5%进行混合;

所述分散剂的质量为粉末颗粒质量的0.5%;所述粘接剂的质量为粉末颗粒质量的1%;进行第二次球磨混料8小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为70%,将所述氧化锌镁浆料在80℃条件下烘干,控制含水率为2%。

7. 根据权利要求6所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S5中,当氧化锌镁混合粉含水率为2%时,对所述素坯进行干燥脱水处理,保温时间5小时。

8. 根据权利要求1所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S6中,对所述脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1°C/min升至250°C,保温2小时;2°C/min升至400°C,保温5小时;以1°C/min升至550°C,保温2小时。

9. 根据权利要求1所述的氧化锌镁靶材的制备方法,其特征在于,所述步骤S7中,对所述脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10°C/min迅速升至550°C,不保温;1°C/min升至750°C,保温2小时;以1°C/min升至950°C,保温2小时;以1°C/min升至1150°C,保温2小时;以1°C/min升至1350°C,保温2小时;用200min缓慢升至1450°C,不保温。

10. 一种氧化锌镁靶材,其特征在于,由权利要求1-9任一项所述的制备方法制得。

## 一种氧化锌镁靶材及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于半导体光电材料、磁控溅射镀膜和粉末冶金烧结技术领域,涉及一种半导体材料,尤其涉及一种氧化锌镁靶材及制备方法。

### 背景技术

[0002] 氧化锌可常温发光、透明度高、电阻率低,是发光器件的基础靶材原料,在太阳能电池、低辐射玻璃和气敏元件等产品中应用前景广泛。由于氧化锌中存在锌填隙和氧空位等缺陷会降低发光效率,使用氧化锌制备的薄膜还不能与氧化铟(ITO)薄膜媲美。但是氧化铟或掺杂氧化铟靶材原料价格偏贵,近年来研究最为关注是氧化锌靶材的质量,从而提高氧化锌薄膜的性能。如改善氧化锌靶材的致密度和纯度,在氧化锌中掺杂铝、镓、铟、锡等均可提高薄膜成型质量和光透率。掺杂元素的作用是取代氧化锌晶格中的Zn原子,提升导电能力并调控带隙,更好的服务于屏幕显示和光电转化等功能。氧化镁(MgO)高温稳定、介电性高、介电损耗低,且能与多种衬底材料晶格进行匹配。专利CN201711345605.4《一种基于多层掺杂镁铝的氧化锌复合薄膜作为电子传输层的有机太阳能电池》中提到 $Mg^{2+}$ 与 $Zn^{2+}$ 可相互取代形成 $MgZnO$ 化合物,实现 $ZnO$ 带隙宽度连续调节机制,并且不会造成晶格常数变化,且化学稳定性优异。专利CN201910023626.7《一种CdTe薄膜太阳能电池组件及其制备方法》中指出氧化锌掺氧化镁可增强短波波段的吸收效率。专利CN202110455306.6《一种透明电磁屏蔽膜》认为使用掺氧化镁氧化锌可以提高膜层结构材料的匹配和透光率。在目前已有的文献(氧化锌/氧化镁纳米复合材料的制备及其光催化性能研究,化工新型材料,2021,49(02):191-194.)中提到氧化锌/氧化镁纳米光催化剂具有良好紫外区域吸收性能。在文献(氧化镁/氧化锌导电硅脂的性能研究,润滑与密封,2021,46(06):15-20)中,氧化镁/氧化锌同时作为添加剂可提高硅脂导电性并减小磨损。因此,可以看出氧化锌/氧化镁混合物及氧化锌镁靶材的开发在功能和性能方面有广泛的应用前景。

[0003] 然而,已有公开的专利以单质的氧化锌、氧化镁等靶材制备方法为主。如:专利CN202010755989.2公开了一种《氧化锌靶材制备方法和氧化锌靶材》,将氧化锌基材和掺杂材料通过球磨研磨和砂磨研磨混合,经过造粒、冷等静压、烧结,冷却后获取氧化锌靶材。专利CN201510764421.6公开了一种《掺铝钛氧化锌靶材的制备方法》,将氧化铝、二氧化钛、氧化锌浆料混合均匀,通过制坯、排胶、烧结,制备得平面、柱状或管状掺铝钛氧化锌靶材。专利CN201510964540.6公开了一种《氧化锌靶材的制备方法及其氧化锌薄膜的制备方法》将素坯脱脂、缺氧烧结,制备出满足直流磁控溅射用的靶材。专利CN201510182138.2公开了《一种镓掺杂氧化锌靶材的制造方法》,使用凝胶注模工艺成型,获得镓掺杂氧化锌靶材。专利CN201010127581.7公开了《一种铟掺杂氧化锌靶材及透明导电膜的制备方法》采用液相或固相法制备铟掺杂氧化锌粉体,经冷等静压、真空烧结、气氛退火制备铟掺杂氧化锌靶材。专利CN102086504A《高致密度氧化镁靶材的制造方法》中公开了利用氧化钇烧结助剂,添加聚合单体、交联剂、分散剂等凝胶注浆成型提高氧化镁坯体致密化的方法。CN201611094912.5公开了《一种高纯致密氧化镁靶材及其制备方法》,利用冷等静压成型坯

体、高温真空烧结的方法,制备高致密度的氧化镁靶材。专利CN201710036875.0公开了《一种基于表面快速热处理高纯致密氧化镁靶材的制备方法》,在真空烧结过后,利用激光热处理法、扫描电子束法或非相干宽带频光源法进行表面快速热处理,得到高纯致密氧化镁靶材。专利CN201110295547.5公开了《一种热压烧结高致密度氧化镁靶材的制备方法》,将模具放入热压烧结炉的炉体中,采用振动漏斗法装料,真空加温加压烧结氧化镁靶的方法。专利CN200910220570.0公开了一种《高致密度氧化镁靶材的制造方法》,使用凝胶注模成型法来制造高致密度、高均匀度素坯,达到对靶材的致密度提高和尺寸精确控制方法。专利CN201110101477.5公开了《一种烧结体氧化镁靶材的杂质控制方法》,通过进一步提高粉体纯度,提升了靶材的品质。专利CN201110101506.8公开了《一种提高烧结体氧化镁靶材体积密度的方法》,将含硅的氧化物或有机物与氧化镁混合均匀,再通过特定的烧结制度,提高氧化镁靶材的体积密度。近年来,我国的电子、信息、能源产业发展迅速,薄膜靶材的需求产量也急速增大。考虑到氧化锌镁靶材应用特性,本发明提供一种致密度高、纯度有保障、无缺陷、晶粒均匀且细小、不容易开裂的氧化锌镁靶材制造方法。

## 发明内容

[0004] 本发明要解决的技术问题在于,针对现有技术的缺陷,提供一种氧化锌镁靶材及其制备方法。

[0005] 本发明解决其技术问题所采用的技术方案是:

[0006] 本发明第一方面,提供一种氧化锌镁靶材的制备方法,包括以下步骤:

[0007] 步骤S1、按设计组分别取ZnO和MgO粉末原料;将所述ZnO粉末加入去离子水进行球磨处理6-12小时,使ZnO浆料中固体颗粒物的粒径为 $0.3\mu\text{m}\sim 0.6\mu\text{m}$ ,将MgO粉末加入去离子水进行球磨处理20-30小时,使MgO浆料中固体颗粒物的粒径为 $\leq 0.1\mu\text{m}$ ;

[0008] 步骤S2、对所述ZnO和MgO浆料分别进行喷雾造粒处理,得到不同粒径的ZnO和MgO的粉末颗粒,即ZnO粒径为 $0.3\mu\text{m}\sim 0.6\mu\text{m}$ ,MgO粒径为 $\leq 0.1\mu\text{m}$ ;

[0009] 步骤S3、对所述ZnO和MgO的粉末颗粒按照质量比(90~99%):(1~10%)进行混合,再加入去离子水、分散剂及粘接剂,进行第二次球磨混料5-10小时,获得氧化锌镁浆料,将所述氧化锌镁浆料在60-100℃条件下烘干,控制含水率为1-5%,获得氧化锌镁混合粉;

[0010] 步骤S4、对所述氧化锌镁混合粉进行冷等静压处理,获得素坯;

[0011] 步骤S5、在100~120℃的条件下,对所述素坯进行干燥脱水处理,保温时间2~7小时;

[0012] 步骤S6、对干燥脱水处理后的素坯进行分段脱脂处理,以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至250℃,保温1-3小时; $1\text{-}3\text{℃}/\text{min}$ 升至400℃,保温4-6小时;以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至550℃,保温1-3小时;得到脱脂后的素坯;

[0013] 步骤S7、对所述脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以 $5\text{-}15\text{℃}/\text{min}$ 迅速升至550℃,不保温; $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至750℃,保温1-3小时;以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至950℃,保温1-3小时;以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至1150℃,保温1-3小时;以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至1350℃,用120~300min缓慢升至1450℃,不保温,直接随炉冷却到室温,获得氧化锌镁靶材半成品;

[0014] 步骤S8、对所述氧化锌镁靶材半成品进行机加工切割,表面打磨,尺寸修整,获得满足尺寸要求的靶材成品。

[0015] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S1中,所述ZnO和MgO粉末原料的体积比为1:2与去离子水混合;所述将所述ZnO粉末加入去离子水进行球磨处理6-12小时后,含ZnO的浆料中固相体积分数为40~60%;所述将MgO粉末加入去离子水进行球磨处理20-30小时后,含MgO的浆料中固相体积分数为50~70%。

[0016] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S1中,所述ZnO和MgO粉末纯度大于或等于99.99%,所述ZnO和MgO粉末原料粒径控制在20 $\mu$ m以下,所述ZnO浆料的球磨时间为9小时,所述MgO浆料的球磨时间为25小时。

[0017] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S1中,球磨后,含ZnO的浆料中固相体积分数为50%,球磨后,含MgO的浆料中固相体积分数为60%。

[0018] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S3中,所述去离子水与粉末颗粒的体积比为1:(1~1.5);所述分散剂的质量为粉末颗粒质量的0.05~1%;所述粘接剂的质量为粉末颗粒质量的0.1~2%;进行第二次球磨混料5-10小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为65~75%。

[0019] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S3中,所述ZnO和MgO的粉末颗粒按照质量比95%:5%进行混合;

[0020] 所述分散剂的质量为粉末颗粒质量的0.5%;所述粘接剂的质量为粉末颗粒质量的1%;进行第二次球磨混料8小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为70%,将氧化锌镁浆料在80 $^{\circ}$ C条件下烘干,控制含水率为2%,得到氧化锌镁混合粉。

[0021] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S5中,当氧化锌镁混合粉含水率为2%时,,对所述素坯进行干燥脱水处理,保温时间5小时。

[0022] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S6中,对所述脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1 $^{\circ}$ C/min升至250 $^{\circ}$ C,保温2小时;2 $^{\circ}$ C/min升至400 $^{\circ}$ C,保温5小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至550 $^{\circ}$ C,保温2小时。

[0023] 根据本发明第一方面的方法,所述步骤S7中,对所述脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10 $^{\circ}$ C/min迅速升至550 $^{\circ}$ C,不保温;1 $^{\circ}$ C/min升至750 $^{\circ}$ C,保温2小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至950 $^{\circ}$ C,保温2小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至1150 $^{\circ}$ C,保温2小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至1350 $^{\circ}$ C,保温2小时;用200min缓慢升至1450 $^{\circ}$ C,不保温。

[0024] 本发明第二方面,提供一种氧化锌镁靶材,由上述的制备方法制得。

[0025] 本发明具有如下有益效果:

[0026] 本发明提出的方法,可获得一种致密度高、纯度有保障、无缺陷、晶粒均匀且细小、不容易开裂的氧化锌镁靶材成品。

## 附图说明

[0027] 下面将结合附图及实施例对本发明作进一步说明,附图中:

[0028] 图1是本发明实施例一种氧化锌镁靶材的制备方法的流程图。

## 具体实施方式

[0029] 为了对本发明的技术特征、目的和效果有更加清楚的理解,现对照图1详细说明本发明的具体实施方式。

[0030] 一种氧化锌镁靶材的制备方法,包括以下步骤:

[0031] 步骤S1、按设计组分别取ZnO和MgO粉末原料;将所述ZnO粉末加入去离子水进行球磨处理6-12小时,使ZnO浆料中固体颗粒物的粒径为 $0.3\mu\text{m}\sim 0.6\mu\text{m}$ ,将MgO粉末加入去离子水进行球磨处理20-30小时,使MgO浆料中固体颗粒物的粒径为 $\leq 0.1\mu\text{m}$ ;

[0032] 所述ZnO和MgO粉末纯度大于或等于99.99%,所述ZnO和MgO粉末原料粒径控制在 $20\mu\text{m}$ 以下;

[0033] 所述ZnO和MgO粉末原料的体积比为1:2与去离子水混合;所述将所述ZnO粉末加入去离子水进行球磨处理6-12小时后,含ZnO的浆料中固相体积分数为40~60%;所述将MgO粉末加入去离子水进行球磨处理20-30小时后,含MgO的浆料中固相体积分数为50~70%;如果超过体积范围区间,可以适当的补充去离子水搅拌稀释,从而保证喷雾造粒的效果。使用不同的球磨处理时间得到不同粒径的ZnO和MgO粉末,是为了素坯制备过程中,细的MgO粉末颗粒对粗大的基体ZnO粉末进行更好的填充效果,增大素坯致密化,减少颗粒与颗粒间的间隙;

[0034] 步骤S2、对所述ZnO和MgO浆料分别进行喷雾造粒处理,得到不同粒径的ZnO和MgO的粉末颗粒,即ZnO粒径为 $0.3\mu\text{m}\sim 0.6\mu\text{m}$ ,MgO粒径为 $\leq 0.1\mu\text{m}$ ;

[0035] 步骤S3、对所述ZnO和MgO的粉末颗粒按照质量比(90~99%):(1~10%)进行混合,再加入去离子水、分散剂及粘接剂,进行第二次球磨混料5-10小时,获得氧化锌镁浆料;

[0036] 所述去离子水与粉末颗粒的体积比为1:(1~1.5);所述分散剂的质量为粉末颗粒质量的0.05~1%;所述粘接剂的质量为粉末颗粒质量的0.1~2%;进行第二次球磨混料5-10小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为65~75%,随后,将氧化锌镁浆料在60-100℃条件下烘干,控制含水率为1-5%,获得氧化锌镁混合粉;

[0037] 所述分散剂为聚乙烯醇、甲基丙烯酰胺-聚乙二醇二甲基丙烯酸、聚乙二醇中的一种或是多种,所粘接剂为羟甲基纤维素、聚乙烯醇、聚丙烯酰胺、淀粉、麦芽糊精、环氧树脂、聚丙烯酸脂一种或多种。所述的分散剂和粘接剂无论选择哪种,与试剂无关的杂质应小于0.001%;

[0038] 步骤S4、对所述氧化锌镁混合粉进行冷等静压处理,获得素坯;

[0039] 其目的是使成型后的素坯内部浆料分布得更加均匀,最大程度的降低因为浆料填充过程的不均匀引起烧结过程中的应力集中,使 $\text{Mg}^{2+}$ 与 $\text{Zn}^{2+}$ 相互取代更加容易,形成 $\text{MgZnO}$ 化合物,改善纯ZnO靶材中的锌填隙和氧空位等缺陷,从而达到提高致密度的效果。

[0040] 步骤S5、考虑到水的沸点低于浆料中的其他的有机物的熔点,其次水相对流动性要比起其他的有机物好。采用低温先将浆料中的水脱去,减少因为水的气化和流动影响分散剂和粘接剂在不均匀扩散,给靶材烧结带来的不利影响,如微孔、间隙等缺陷;在100~120℃的条件下,对所述素坯进行干燥脱水处理,保温时间2~7小时;

[0041] 步骤S6、对干燥脱水处理后的素坯进行分段脱脂处理,以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至250℃,保温1-3小时;以 $1\text{-}3\text{℃}/\text{min}$ 升至400℃,保温4-6小时;以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至550℃,保温1-3小时;得到脱脂后的素坯;

[0042] 对干燥脱水处理后的素坯进行分段脱脂处理的具体过程为:第一段以 $0.5\text{-}2\text{℃}/\text{min}$ 升至250℃,保温1-3小时;主要是分解部分低熔点和沸点的脂类物质;因为这类脂类物质属于杂质类,含量相对较少,通过缓慢升温过程的动态熔化和气化基本可以完全分解并

从素坯中排出;当达到250℃后,设计的保温时间,是为了将这些低熔点的脂类去除干净;第二段以1-3℃/min升至400℃,主要是分解分散剂和粘接剂所带来的脂类物质,这部分脂类物质相对成分固定,熔点和沸点也相对固定,以较快的速度加热400℃,并进行长时间的保温,能有效排除这类成分固定的脂类物质;第三段以0.5-2℃/min升至550℃,保温1-3小时;主要是分解部分高熔点和沸点的脂类物质;这类脂类物质属于杂质类,同样含量相对较少,通过缓慢升温过程的动态熔化和气化基本可以完全分解并从素坯中排出,所以保温时间可设计相对较短;通过这三段脱脂处理以后,可以有序的排除成分和熔沸点不同的脂类物质;因为脂类物质分解过程,往往是先熔化后气化,气化排除需要的时间更长;如果不按照设计顺序让这些脂类物质按照熔化后逐步气化,就会导致素坯中气体扩散混乱,或者因为气体压力的关系导致局部排气效果不均匀,最终造成素坯中间隙缺陷的产生;

[0043] 步骤S7、对所述脱脂后的素坯进行分段烧结处理,首先是克服烧结过程中ZnO和MgO粉末颗粒热膨胀系数不同,避免因加热过快产生局部膨胀应力。其次通过动态升温促进 $Mg^{2+}$ 与 $Zn^{2+}$ 相互取代过程,MgO熔点很高,在烧结过程氧化锌镁靶材结晶的形成依靠ZnO向MgO进行迁移。MgO粉末粒径较ZnO粉末小,可增加有效增加两种粉末颗粒的接触面积。最后,本烧结过程是在无添加剂、无压力条件下进行,粉末颗粒间孔隙中总会残留部分气体。随着烧结的进行,孔间隙在逐渐缩小的过程中会存在一定的表面张力,然而没有足够的时间释放孔隙中气体,就会使孔间隙压逐渐增大,是粉末无法有效的结合;以5-15℃/min迅速升至550℃,不保温;0.5-2℃/min升至750℃,保温1-3小时;以0.5-2℃/min升至950℃,保温1-3小时;以0.5-2℃/min升至1150℃,保温1-3小时;以0.5-2℃/min升至1350℃,用120~300min缓慢升至1450℃,不保温,直接随炉冷却到室温,获得氧化锌镁靶材半成品;

[0044] 具体过程为:第一段以5-15℃/min迅速升至550℃,不保温,主要是在脱脂的过程中以给予粉末颗粒足够的均匀膨胀时间,不存在局部应力的效果。第二段0.5-2℃/min升至750℃保温1-3小时,第三段以0.5-2℃/min升至950℃保温1-3小时、第四段0.5-2℃/min升至1150℃保温1-3小时以及第五段0.5-2℃/min升至1350℃保温1-3小时;都是达到以上提到的三点烧结效果。第六段用120~300min缓慢升至1450℃不保温,这里主要是考虑到ZnO粉末闪点为1436℃,避免高温ZnO挥发和晶粒的长大。因此,选择直接随炉冷却到室温,获得氧化锌镁靶材半成品;

[0045] 步骤S8、对所述氧化锌镁靶材半成品进行机加工切割,表面打磨,尺寸修整,获得满足尺寸要求的靶材成品;去除表面的残渣,保证纯度和尺寸的精修;所述机加工,可以选择机床或磨床等。

[0046] 以下通过具体实施例进行详细说明:

[0047] 实施例1,一种氧化锌镁靶材的制备方法,包括以下步骤:选取的ZnO和MgO粉末原料粒径控制在20μm以下,ZnO浆料的球磨时间为9小时,MgO浆料的球磨时间为25小时。造粒后的ZnO和MgO粉末按照质量比95%:5%,加入分散剂为粉末质量的0.5%,粘接剂的质量为粉末质量的1%;二次球磨混料8小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为70%,随后,将氧化锌镁浆料在80℃条件下烘干,控制含水率2%,得到氧化锌镁混合粉。在110℃的条件下进行干燥脱水处理,时间为5小时。作为优选方案,本发明一种氧化锌镁靶材的制备方法;对脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1℃/min升至250℃,保温2小时;2℃/min升至400℃,保温5小时;以1℃/min升至550℃,保温2小时。对脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10℃/



min迅速升至550℃,不保温;1℃/min升至750℃,保温2小时;以1℃/min升至950℃,保温2小时;以1℃/min升至1150℃,保温2小时;以1℃/min升至1350℃,保温2小时;用200min缓慢升至1450℃,不保温。最后,将靶材进行表面机加工打磨,获得氧化锌镁靶材,其致密度可以达到97.5%。

[0048] 实施例2,一种氧化锌镁靶材的制备方法,包括以下步骤:选取的ZnO和MgO粉末原料粒径控制在20μm以下,ZnO浆料的球磨时间为9小时,MgO浆料的球磨时间为25小时。造粒后的ZnO和MgO粉末按照质量比97%:3%,加入分散剂为粉末质量的0.5%,粘接剂的质量为粉末质量的1%;二次球磨混料10小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为65%,随后将获得氧化锌镁浆料在80℃条件下烘干,控制含水率2%,得到氧化锌镁混合粉。在110℃的条件下进行干燥脱水处理,时间为7小时。作为优选方案,本发明一种氧化锌镁靶材的制备方法;对脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1℃/min升至250℃,保温2小时;2℃/min升至400℃,保温5小时;以1℃/min升至550℃,保温2小时。对脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10℃/min迅速升至550℃,不保温;1℃/min升至750℃,保温2小时;以1℃/min升至950℃,保温2小时;以1℃/min升至1150℃,保温2小时;以1℃/min升至1350℃,保温2小时;用200min缓慢升至1450℃,不保温。最后将靶材进行表面机加工打磨,获得氧化锌镁靶材,其致密度可以达到97%。

[0049] 实施例3,一种氧化锌镁靶材的制备方法,包括以下步骤:选取的ZnO和MgO粉末原料粒径控制在20μm以下,ZnO浆料的球磨时间为12小时,MgO浆料的球磨时间为30小时。造粒后的ZnO和MgO粉末按照质量比97%:3%,加入分散剂为粉末质量的0.5%,粘接剂的质量为粉末质量的1%;二次球磨混料8小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为70%,随后将氧化锌镁浆料在80℃条件下烘干,控制含水率2%,得到氧化锌镁混合粉。在110℃的条件下进行干燥脱水处理,时间为7小时。作为优选方案,本发明一种氧化锌镁靶材的制备方法;对脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1℃/min升至250℃,保温3小时;2℃/min升至400℃,保温6小时;以1℃/min升至550℃,保温3小时。对脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10℃/min迅速升至550℃,不保温;1℃/min升至750℃,保温2小时;以1℃/min升至950℃,保温2小时;以1℃/min升至1150℃,保温2小时;以1℃/min升至1350℃,保温2小时;用300min缓慢升至1450℃,不保温。最后将靶材进行表面机加工打磨,获得氧化锌镁靶材,其致密度可以达到96%。

[0050] 实施例4,一种氧化锌镁靶材的制备方法,包括以下步骤:选取的ZnO和MgO粉末原料粒径控制在20μm以下,ZnO浆料的球磨时间为12小时,MgO浆料的球磨时间为30小时。造粒后的ZnO和MgO粉末按照质量比93%:7%,加入分散剂为粉末质量的0.5%,粘接剂的质量为粉末质量的1%;二次球磨混料8小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为70%,随后将氧化锌镁浆料在80℃条件下烘干,控制含水率2%,得到氧化锌镁混合粉。在110℃的条件下进行干燥脱水处理,时间为7小时。作为优选方案,本发明一种氧化锌镁靶材的制备方法;对脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1℃/min升至250℃,保温3小时;2℃/min升至400℃,保温6小时;以1℃/min升至550℃,保温3小时。对脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10℃/min迅速升至550℃,不保温;1℃/min升至750℃,保温2小时;以1℃/min升至950℃,保温2小时;以1℃/min升至1150℃,保温2小时;以1℃/min升至1350℃,保温2小时;用300min缓慢升至1450℃,不保温。最后将靶材进行表面机加工打磨,获得氧化锌镁靶材,其致密度可以达到

96.5%。

[0051] 对比实施例1,选取的ZnO和MgO粉末原料粒径控制在20 $\mu$ m以下,ZnO浆料的球磨时间为9小时,MgO浆料的球磨时间为25小时。造粒后的ZnO和MgO粉末按照质量比95%:5%,加入分散剂为粉末质量的0.5%,粘接剂的质量为粉末质量的1%;二次球磨混料8小时,获得氧化锌镁浆料中固相体积分数为70%,随后将氧化锌镁浆料在80 $^{\circ}$ C条件下烘干,控制含水率2%,得到氧化锌镁混合粉。在110 $^{\circ}$ C的条件下进行干燥脱水处理,时间为5小时。作为优选方案,本发明一种氧化锌镁靶材的制备方法;对脱水后的素坯进行单段脱脂处理,以1 $^{\circ}$ C/min升至550 $^{\circ}$ C,保温5小时。对脱脂后的素坯进行单段烧结,以10 $^{\circ}$ C/min迅速升至1450 $^{\circ}$ C,保温10小时。发现靶材表面有大量裂纹,其致密度仅为85%。

[0052] 对比实施例2,选取的质量比为ZnO(95%)和MgO(5%)粉末原料粒径控制在20 $\mu$ m以下,去离子水与粉末体积比1:3,球磨处理时间20小时。造粒后的按照ZnO和MgO混合粉末质量,加入分散剂为粉末质量的0.5%,粘接剂的质量为粉末质量的1%,去离子水与粉末体积比1:1;二次球磨混料5小时,获得的初级的氧化锌镁浆料中固相体积分数为65%,随后将氧化锌镁浆料在80 $^{\circ}$ C条件下烘干,控制含水率2%,得到氧化锌镁混合粉。在110 $^{\circ}$ C的条件下进行干燥脱水处理,时间为5小时。作为优选方案,本发明一种氧化锌镁靶材的制备方法;对脱水后的素坯进行分段脱脂处理,以1 $^{\circ}$ C/min升至250 $^{\circ}$ C,保温2小时;2 $^{\circ}$ C/min升至400 $^{\circ}$ C,保温5小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至550 $^{\circ}$ C,保温2小时。对脱脂后的素坯进行分段烧结处理,以10 $^{\circ}$ C/min迅速升至550 $^{\circ}$ C,不保温;1 $^{\circ}$ C/min升至750 $^{\circ}$ C,保温2小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至950 $^{\circ}$ C,保温2小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至1150 $^{\circ}$ C,保温2小时;以1 $^{\circ}$ C/min升至1350 $^{\circ}$ C,保温2小时;用200min缓慢升至1450 $^{\circ}$ C,不保温。最后将靶材进行表面机加工打磨,获得氧化锌镁靶材,其致密度为91%。

[0053] 上述两个对比实施例中,对比实施例1与实施例1相比,没有进行分段脱脂和分段烧结,对比实施例2与实施例1相比,两次球磨处理的参数与实施例1有很大区别。通过上述对比试验可知:没有采用分段烧结,发现靶材表面有大量裂纹,其致密度仅为85%;两次球磨处理的参数与实施例1有很大区别,致密度为91%,远低于实施例1。而本发明实施例,得到靶材致密度都在96.5%以上。通过上述试验证明本发明的制备方法能有效提高致密度,且各步骤之间相辅相成,协同增效,取得良好效果。

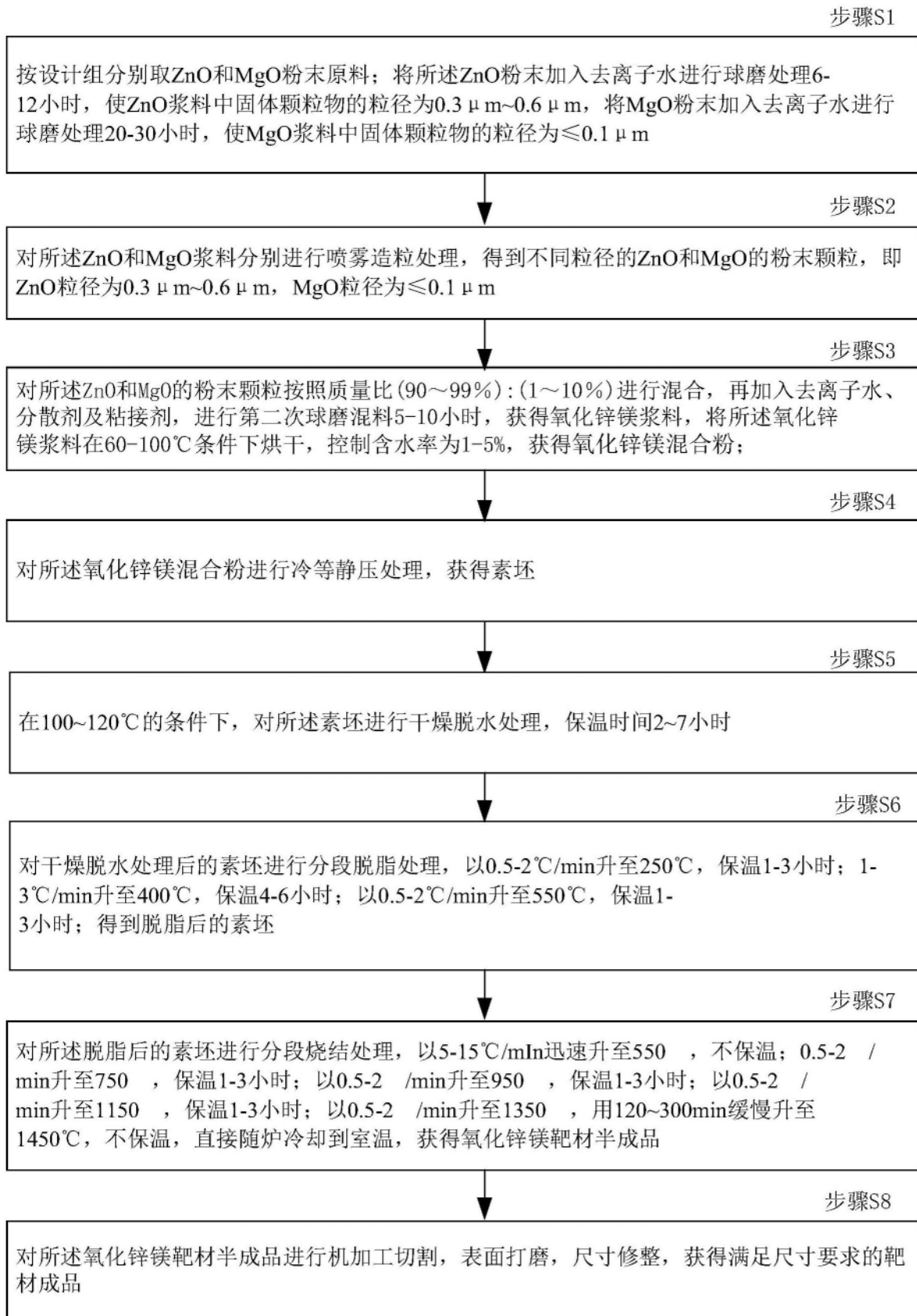


图1