DOI:10.19591/j.cnki.cn11-1974/tf.1992.01.020

离子溅射炉(阴极)镍铁靶的研制

王志国

(本溪合金总厂金属研究所，本溪 107022)

离子溅射工艺在国际上广泛用于航天和电子等工业部门。为了满足我国离子溅射炉阴极靶的需要，我所承担了研制镍铁靶的项目。根据产品技术要求，采用粉末冶金密封热锻工艺，研制出成分准确，并达到99～100%理论密度的Ni,Fe合金。初步探索出制定离子溅射炉阴极靶的新工艺。

1 试验过程

工艺流程：

镍粉 ——
铁粉（H_2净化）—| →振动球磨→干燥→过筛→预压
（介质无水乙醇）
→复压→烧结→封模→加热(氢气保护)→锻造→机加工

根据尽量减少有害杂质，控制氧含量、采用细颗粒粉末容易得到较高烧结密度并可细化晶粒的原则，选取原材料和辅助材料。

镍粉：纯度>99.5%，－200目（选用高纯羰基镍粉效果更好）

铁粉：鞍钢综合利用公司铁粉，经东北工学院氢气净化，铁含量99.08%，－100目（选用电解铁粉效果更好）

无水乙醇：分析纯试剂。

按产品成分要求，取80%Ni、20%Fe配成混合料。加入研磨介质无水乙醇，振动球磨8h，回收乙醇后于真空干燥箱内加热干燥，干燥后过筛。于大约200MPa的压力下在机械压机钢模中预压成形，后于软套中抽真空进行等静压制（复压压力为170MPa），以提高压坯密度。在真空感应烧结炉内进行烧结，真空度0.133Pa。其烧结工艺为：

0～400℃，80℃/h，保温1h；400～700℃，100℃/h，保温1h；700～1000℃，50℃/h，保温2h；7000～1180℃，30℃/h，保温2h；1180～800℃，70℃/h；800℃断电随炉冷却。

将烧结后的坯块置于35#钢模中，封盖后抽真空，封嘴，直接入炉，于氢气中加热至900～950°C保温1h，以快速轻打的方式进行锻造。最后机加工剥去封皮至产品最终尺寸，并保障产品粗糙度（或进行磨削加工）。

2 试验结果

按80%Ni和20%Fe配比的试块，烧结后含铁19.46%，铁偏底。将铁的配比增加1%，烧结后成分为（%）：19.90Fe,0.03Si,0.12Mn,0.009P，余量为Ni.

离子溅射炉要求抽气速率为1.33×10^{-4}Pa/30min，因此提高产品密度非常重要。通过模压预成形、等静压制和真空密封热锻，可以使密度由烧结态的7.0g/cm³提高到8.60g/cm³，达到99.5%的理论密度。

真空密封的好坏对于产品的最终密度有重要影响。真空密封好者，锻后密度可达8.62g/cm³，真空密封差者仅为8.25g/cm³。

锻造温度过高或时间过长会促使晶粒长大，温度过低会造成锻坯开裂，使锻造难以进行，较合适的锻造温度为900～950°C。

3 本法的优点

1．密封热锻工艺避免了熔炼法制造合金过程中由于成分偏析和杂质的掺入，即使是同一种配方的合金性能差异也较大的缺陷。

2．本方法由于采用较高纯度的原材料进行机械混合并使之均匀，同时采用了密封热锻法，因此提高了合金性能的均匀性。

3．采用本法生产阴极材料，由于未经熔化，激活元素未发生凝聚，仍以微小质点均匀弥散于基本中。因此，金属基体激活快，并且发射均匀。

4．采用本工艺，产品相对密度达到99.5%以上，抽气速率达到1.33×10^{-4}Pa/30min，因此保证了对高真空性能的要求。