

多道次轧制变形量对高纯钽靶坯微观结构与力学性能的影响

王寅¹, 曹旭丹¹, 李桂鹏², 袁玉博², 吴艳芳¹

(1. 浙江大学 材料科学与工程学院, 浙江 杭州 310058)

(2. 同创(丽水)特种材料有限公司, 浙江 丽水 323010)

摘要: 为获得晶粒尺寸均匀性可控、织构取向可调且硬度合适的高纯钽靶坯, 采用电子束熔炼-轧制-退火工艺制备了系列样品, 探究了轧制模式(冷轧/热轧)、多道次轧制变形量梯度对钽靶坯微观组织与力学性能调控规律。结果表明, 冷轧工艺可有效细化晶粒, 其晶粒均匀性显著优于热轧工艺。在冷轧条件下, 随着冷轧变形量从20%递减至2%, 钽靶坯平均晶粒尺寸从46.01 μm 变化至58.92 μm , 其中(100)晶面和(111)晶面占比逐渐上升, 而晶面(110)占比呈快速下滑趋势。当冷轧变形量为2%时, 钽靶坯样品中(110)晶面生长得到一定抑制, 获得了高占比的(100)-(111)混合随机织构, 使得钽靶坯的硬度增加至147.68 HV。这一研究结果为研制高质量钽溅射靶材提供参考。

关键词: 钽溅射靶材; 晶粒尺寸; 织构取向; 冷轧变形量

中图分类号: TG146.4⁺16

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2026)08-2065-09

1 引言

钽金属溅射靶材是半导体芯片导线阻挡层的重要功能材料^[1]。随着芯片集成度持续提升, 导线阻挡层厚度需进一步缩减以适配高集成度芯片需求, 这对钽靶材的溅射均匀性提出了更严苛要求^[2-3]。钽靶材由钽靶坯和背板组成, 其中钽靶作为高速离子束流轰击核心功能部件, 其微观组织结构直接影响溅射性能^[4-6]。钽靶坯的晶粒尺寸均匀性、织构择优取向度和硬度分布一致性是决定溅射速率稳定性和成膜均匀性的关键参数^[7-10]。由于(110)晶面的溅射速率显著高于(111)与(001)晶面的溅射速率, 故降低(110)晶面的占比有助于改善溅射速率的均匀性^[11-13]; 此外, 较为一致的硬度分布有利于减少靶坯的二次溅射效应, 进而保证靶坯溅射过程的稳定性和均匀性^[14]。因此, 开发具有晶粒尺寸均匀性可控、织构取向可调且硬度合适的钽靶坯, 已成为半导体靶材领域的重点攻关方向。

近年来, 国内外研究学者围绕钽靶坯的制备工艺、微观织构等方面开展了相关研究。Li等^[15]拟合构建了轧制变形量、退火时间、退火温度与平均晶粒尺寸之间的关系。Deng等^[16]通过时钟轧制及热处理工艺调控钽靶织构取向及力学性能, 发现经1300 $^{\circ}\text{C}/30\text{ min}$ 退火后的钽靶坯呈现较低的硬度值。Miao等^[17]发现更高的退火温

度会促进(111)晶面的生长并抑制(001)晶面的生长。吴孟海等^[18]研究发现较高的变形量有助于获得具有细小均匀晶粒尺寸的高纯钽靶。Zhu等^[19]发现低温退火得到的靶材会具有更均匀的晶粒尺寸与织构。袁倩婧等^[20]发现轧制后的钽靶材样品经1150 $^{\circ}\text{C}$ 退火工艺处理后表现出较佳的溅射效果。康彦等^[21]通过对冷变形后的高温钽棒进行不同温度的退火处理, 发现其屈服强度和应变硬化能力随着退火温度的增加而降低, 塑性得到明显改善。Yu等^[22]提出采用可动态偏移和调整剪切力的轧制工艺有效地弱化超高纯钽板的织构梯度和细化超高纯钽板再结晶晶粒。Baton等^[23]研究发现变形量与 γ 纤维(γ -fiber grains with $\langle 111 \rangle$ parallel to ND)晶粒中最高位错含量之间存在取向依赖性。这种纤维在压缩时似乎相当稳定, 但在轧制时则不太稳定。Long等^[24]分析了高纯钽在135 $^{\circ}$ 温横轧(WCR)过程中织构和微观结构均匀性的演变, 发现WCR中可获得厚度上相对均匀的“理想”变形纹理分布, 经再结晶完成后WCR样品中获得了均匀的细晶粒尺寸和更随机取向的晶粒。Zhu等^[25]研究发现相比于8道次时钟轧制处理, 更多的16道次时钟轧制有助于提升钽板再结晶微观结构的整体均匀性。尽管上述研究对高纯钽靶的制备工艺及其溅射性能进行了大量研究, 但关于轧制变形量对晶粒尺寸均匀性和硬度分布一致性等关键性能关注不足, 以及织构取向与力学性能之间的变

收稿日期: 2025-08-03

基金项目: 浙江省“尖兵”“领雁”研发攻关计划(2023C01092)

作者简介: 王寅, 男, 1998年生, 硕士, 浙江大学材料科学与工程学院, 杭州 浙江 310058, E-mail: wangyin1397@163.com

化关系尚未清晰阐明。

基于此,本研究采用电子束熔炼-轧制工艺探究轧制模式与变形量对钽靶坯物相结构、晶粒尺寸大小与均匀性、织构取向和表面硬度的变化规律,探究了钽靶坯硬度分布均匀性的变化规律,制备出晶粒尺寸均匀性可控、织构取向可调且硬度合适的高纯钽靶坯,为高可靠性钽溅射靶材的工业化生产提供理论指导。

2 实验

采用电子束熔炼技术制备高纯钽锭,以 99.999% 高纯钽粉为原料,运用电子束熔炼技术将钽粉熔炼,于熔炼温度 1050 °C、功率 550~600 kW 的条件下熔炼 1.5 h 制得高纯钽锭。随后,将钽锭切割为厚度 26 mm 的圆形钽坯,在氩气气氛中于 1000 °C 下退火处理 90 min,得到退火态的钽靶坯。热轧具体工艺如下:轧制温度为 1000 °C,轧制速率为 80 mm/s,道次间隔时间为 1 min;冷轧具体工艺如下:轧制温度为室温,轧制速率为 80 mm/s (和热轧一样),道次间隔时间为 1 min (和热轧一样)。基于相关文献[26-27]和前期实验基础,设计 20%、10%、2% 3 个变形量进行多道次循环轧制(见表 1),最终获得厚度为 4 mm 的钽靶坯;轧后样品再次于氩气气氛中经 1000 °C 退火处理 1.5 h,制得相应的钽靶坯样品,制备流程如图 1 所示。

采用场发射扫描电镜(SEM, SU-3500, Hitachi, 日本)观察高纯钽粉微观形貌。利用电感耦合等离子体-质谱仪(ICP-MS, Thermo Fisher, 美国)检测钽粉的纯度。采用 X 射线衍射仪(XRD, Bruker D8 Advance, Bruker, 德国)分析钽靶坯的物相结构。运用电子背散射衍射仪(EBSD, NordlysMax3, Oxford, 英国)测试钽靶坯断面的晶粒尺寸与织构取向。每个钽靶坯按照由靶坯中心到边缘位置各取 4 个分析样(尺寸为 5 mm×5 mm×4 mm),确保空间分布代表性。将分析样检测面研磨至镜面且无明显划痕,并采用体积比为 H₂SO₄:HNO₃:HF=3:2:2 的混合酸溶液腐蚀检测面 30 s,腐蚀完成后使用去离子水超声清洗 10 min 后自然干燥,用于 EBSD 检测。同时,将上述 4 个分析样采用数显显微硬度计(HVS-1000, 上海伦捷机电仪表有限公司,中国)进行硬度测试,其平均维氏硬度是通过在 4 个不同位置(包括 P1、P2、P3 和 P4 位置)测得硬度值取平均数计算获得。

3 结果与讨论

3.1 高纯钽粉的微观形貌与物相组成

高纯钽粉是制备高纯钽靶的关键原料,对其纯度、杂质元素含量要求严苛。由图 2a、2b 可知,所用钽粉在形貌上呈无定形颗粒状,平均粒径约 100 μm,在物相上呈体心立方结构,对应于 PDF 卡片 01-072-3282,于衍射角

表 1 不同高纯钽靶坯轧制样品的加工工艺参数

Table 1 Rolling and annealing condition of different high-purity tantalum target billets

Rolling mode	Reduction/%	Rolling pass	Annenealing temperature/annealing time
Cold rolling	2	92	1000 °C/1.5 h
	10	18	1000 °C/1.5 h
	20	8	1000 °C/1.5 h
Hot rolling	10	18	1000 °C/1.5 h

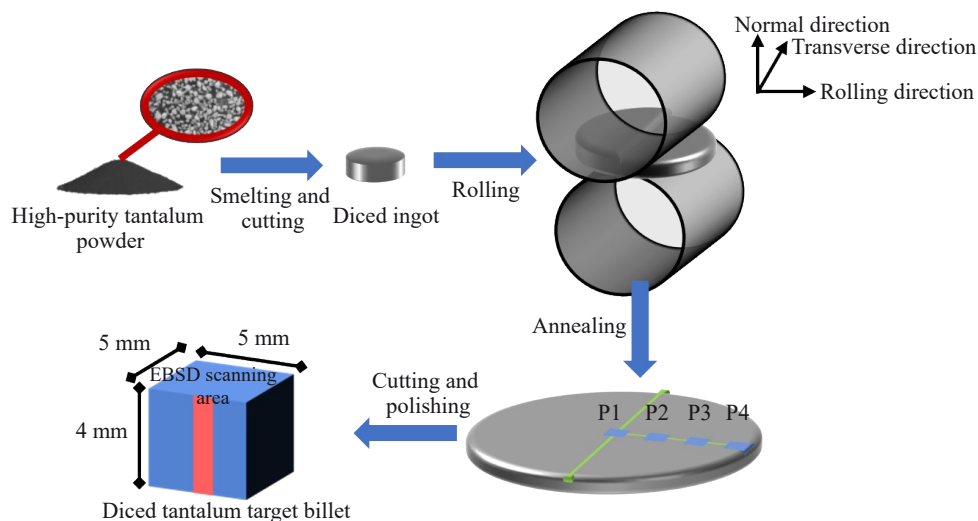


图 1 高纯钽靶坯制备流程示意图

Fig.1 Schematic diagram of the tantalum target preparation

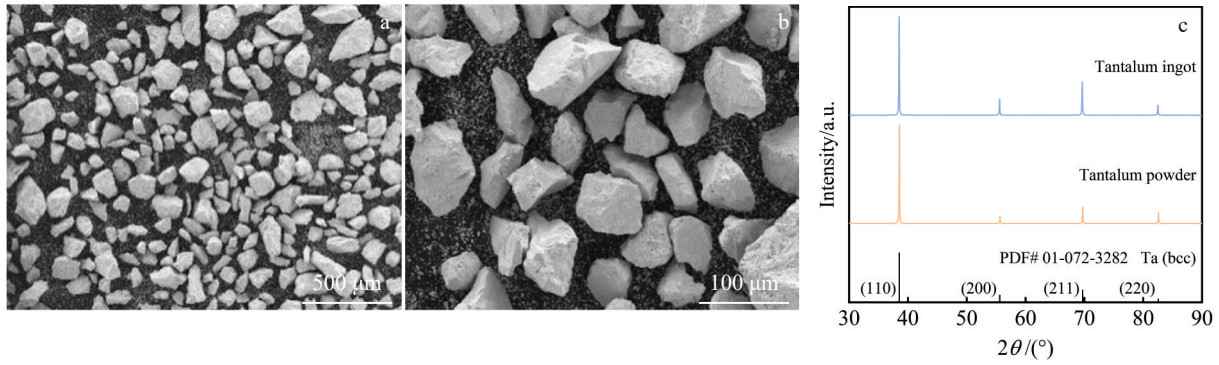


图2 高纯钽粉的SEM照片与XRD图谱

Fig.2 SEM images (a–b) and XRD pattern (c) of the high-purity tantalum powder

38.52°、55.62°、69.68°、82.56°分别对应于晶面指数(110)、(200)、(211)、(220)。同时,经ICP-MS检测可知,钽粉纯度大于99.998%,如表2所示。

3.2 高纯钽靶坯的制备与表征

高纯钽靶坯的组织结构与性能优化调控是研制高品质溅射钽靶的重要研究内容。本工作重点探究轧制模式和冷轧变形量对高纯钽靶坯的晶粒尺寸、织构取向与硬度均匀性的影响规律,制备出晶粒尺寸与织构取向可控、硬度大小合适且分布均匀的高纯钽靶坯。

3.2.1 轧制模式对钽靶坯晶粒尺寸的影响

为调控钽靶坯的晶粒尺寸大小和均匀性,分别采用热轧和冷轧工艺对钽靶坯进行轧制试验。由图3a、3b可知,相比于热轧工艺,冷轧工艺制得的靶坯晶粒尺寸细小,更为均匀,无明显的大尺寸晶粒存在。经Image J软件统计分析可知,冷轧样品平均晶粒尺寸(58.94 μm)相较于热轧晶粒尺寸(125.80 μm)更低,同时冷轧样品晶粒尺寸的标准偏差(7.0)相较于热轧样品晶粒尺寸的标准偏差(20.59)更低,表现出了更均匀的晶粒尺寸分布。这主要是因为,在冷轧过程中,冷轧样品芯部与表层的温度差相较于热轧样品的温度差要小很多,使得冷轧样品表面与芯部组织中晶粒生长速率相较于热轧样品更加均匀,进而表现出更佳的晶粒尺寸均匀性^[28]。

表2 钽粉原料中钽元素及主要杂质元素含量(ICP-MS法)

Table 2 Tantalum and major impurity elements contents of the high-purity tantalum powder (measured by ICP-MS method)

Element	Content/wt%
Ta	99.998 78±0.000 40
Na	0.000 17±0.000 12
K	0.000 15±0.000 01
Ca	0.000 06±0.000 03
Cr	0.000 23±0.000 07
Mn	0.000 02±0.000 01
Fe	0.000 36±0.000 14
Ni	0.000 23±0.000 11

3.2.2 冷轧变形量对钽靶坯物相结构、晶粒尺寸与织构取向的影响

图4为图1中位置P1 20%、10%与2%变形量制得钽靶坯样品的XRD图谱。由图4a可知,随着冷轧变形量从20%变化至2%时,冷轧样品在物相结构上均呈现典型的体心立结构(bcc)钽相(PDF#01-072-3282),在衍射角 $2\theta=38.52^\circ$ 、 55.62° 、 69.68° 、 82.56° 处分别对应(110)、(200)、(211)、(220)晶面。但当冷轧变量降至2%时,钽靶坯中(110)晶面的衍射峰强度最小。

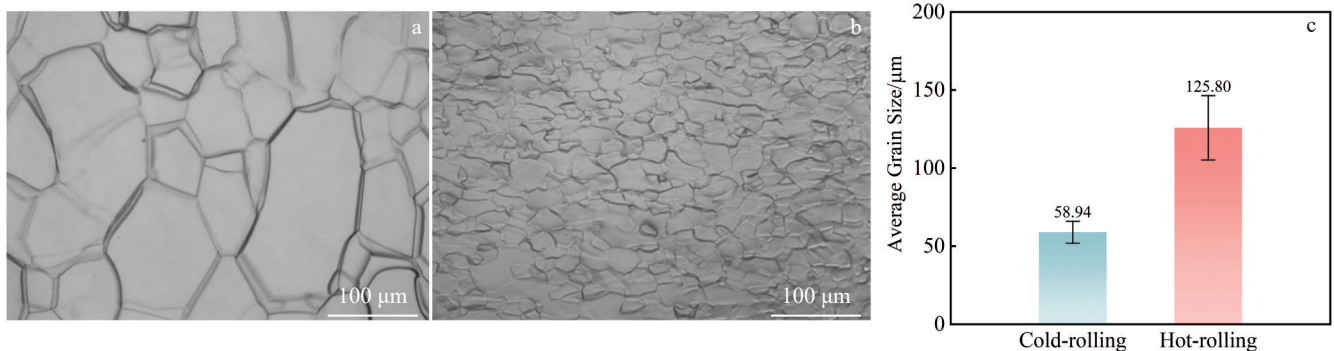


图3 热轧制钽靶坯及冷轧制钽靶坯SEM照片和2种钽靶坯的平均晶粒尺寸

Fig.3 SEM images of the hot-rolling (a) and the cold-rolling (b) targets; average grain size of the targets under different rolling processes (c)

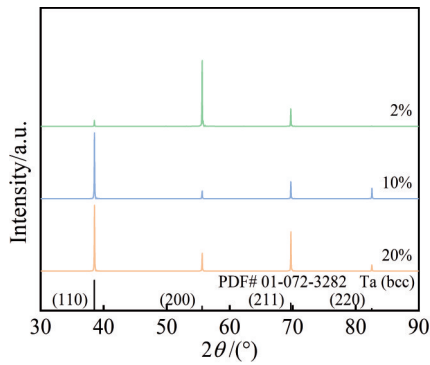


图4 图1中P1位置不同冷轧变形量钽靶坯样品XRD图谱
Fig.4 XRD patterns of cold-rolling targets with different reductions at P1 in Fig.1

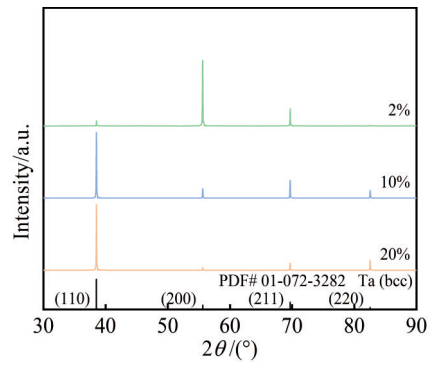


图6 图1中P3位置不同冷轧下压量钽靶坯样品XRD图谱
Fig.6 XRD patterns of cold-rolling targets with different reductions at P3 in Fig.1

图5~图7分别为图1中钽靶坯样品在P2~P4位置的XRD图谱。由图5~图7可知,样品在P2~P4位置测得的物相组成与P1位置测得的物相组成差异较小,同样出现了(110)晶面的衍射峰强度最小的现象。由此可见,冷轧变形量的变化并不改变钽靶坯的物相组成,但是较小冷轧变形量(2%)在一定程度上有助于抑制钽靶坯中(110)晶面的生长。

图8为图1中P1位置各变形量样品的EBSD照片。由图8a与8b可知,20%变形量与10%变形量样品中(110)晶面主要集中在接触轧辊的上下表面,(111)晶面趋向于在最中心分布,而(001)晶面趋向于在两者的中间分布。而2%变形量样品则无明显(110)晶面分布区域,(001)晶面趋向于在接触轧辊的表面接触,而(111)晶面趋向于在靶坯的内部分布(见图8c)。图1中P2~P4位置的EBSD照片如图9~图11所示,呈现出了与P1位置类似的晶面分布规律。这主要是因为,在冷轧过程高轧制变形量样品表面受到的应力高于低轧制变形量样品表面受到的应力,且冷轧样品上下表面受到的应力会高于样品中心的应力,导致了(110)晶面在20%与10%变形量样品上下表面的集中分布,这一结果与前人报道的关于(110)晶面

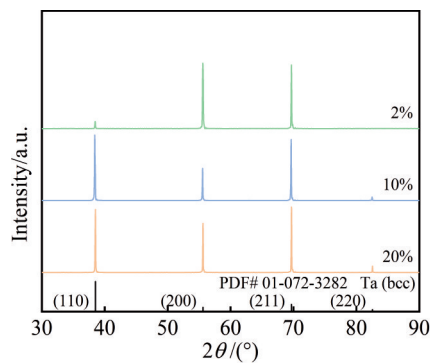


图7 图1中P4位置不同冷轧下压量钽靶坯样品XRD图谱
Fig.7 XRD patterns of cold-rolling targets with different reductions at P4 in Fig.1

趋向于在高应力区域集中分布的研究结论相吻合^[29-30]。

钽靶坯的织构内部晶面占比如图12所示。由图12a可知,当冷轧变形量为20%时,样品(100)、(110)和(111)晶面占比分别为17.1%、15.1%和25.5%。随着冷轧变形量降至10%时,(110)晶面占比减小至8.7%,继续降至20%时,(110)晶面占比减小至0.7%。随着轧制变形量的降低,(110)晶面的占比逐渐减小,说明较小的变形量会减少(110)晶面的占比,这一结果与前述XRD图谱中2%冷轧变形量下制得钽靶坯中(110)晶面的衍射峰强度最小是相吻合的。同理,而在靶坯其他位置的织构内部晶面占比数据呈现出与P1位置类似的变化趋势(见图12b~图12d)。

钽靶坯的平均晶粒尺寸如图13所示。随着轧制变形量从20%降至2%,样品P1~P4处的晶粒尺寸均呈现逐渐增加趋势。结合表3可知,当冷轧变形量为20%时,样品的平均晶粒尺寸为46.01 μm;随着冷轧变形量降低至2%,样品平均晶粒尺寸从46.01 μm变化至58.92 μm,标准偏差从1.04变化至2.05。进一步,采用方差分析研究了不同变形量间晶粒尺寸的差异性(表4),由表4可知:不同变形量样本对于样品晶粒尺寸呈现出显著性差异($p <$

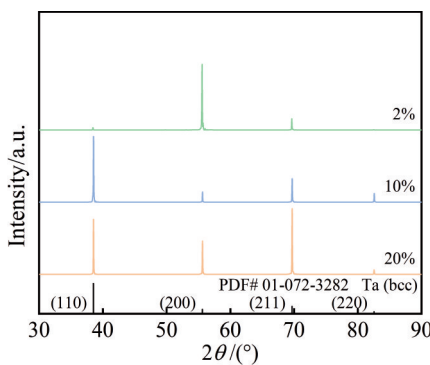


图5 图1中P2位置不同冷轧下压量钽靶坯样品XRD图谱
Fig.5 XRD patterns of cold-rolling targets with different reductions at P2 in Fig.1

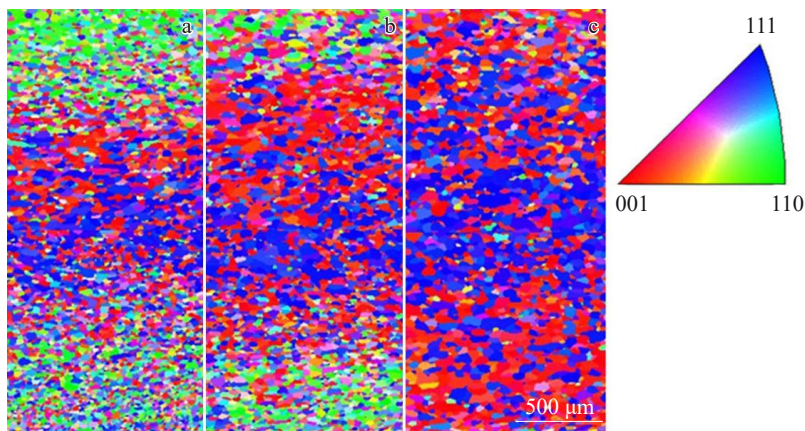


图8 图1中P1位置不同冷轧变形量钽靶坯样品的EBSD照片

Fig.8 EBSD images of cold-rolling tantalum billets at P1 marked in Fig.1 with different reductions: (a) 20%, (b) 10%, and (c) 2%

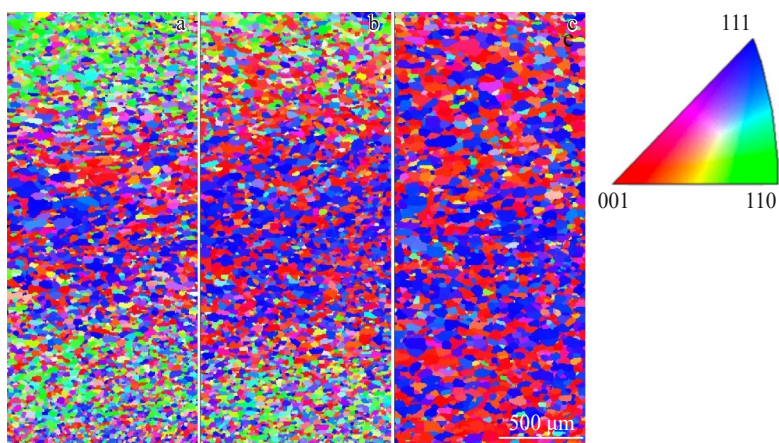


图9 图1中P2位置不同冷轧下压量钽靶坯样品的EBSD照片

Fig.9 EBSD images of cold-rolling tantalum targets at P2 marked in Fig.1 with different reductions: (a) 20%, (b) 10%, and (c) 2%

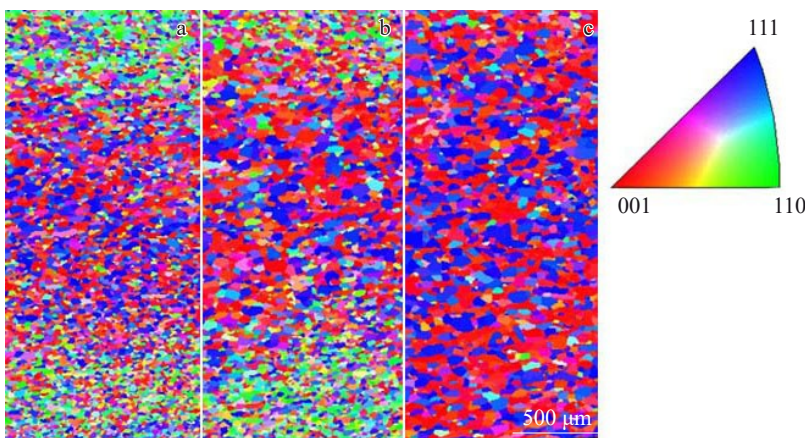


图10 图1中P3位置不同冷轧下压量钽靶坯样品的EBSD照片

Fig.10 EBSD images of cold-rolling tantalum targets at P3 marked in Fig.1 with different reductions: (a) 20%, (b) 10%, and (c) 2%

0.05), 这表明不同变形量样本对于晶粒尺寸有着差异性。由此可见,较大的轧制变形量使得钽靶坯拥有较小的平均晶粒尺寸,这一变化规律与文献[18]的研究结论

相吻合。

综上所述可知,在冷轧工艺条件下,尽管大变形量(20%和10%)有利于钽靶坯获得较小的晶粒尺寸,但导

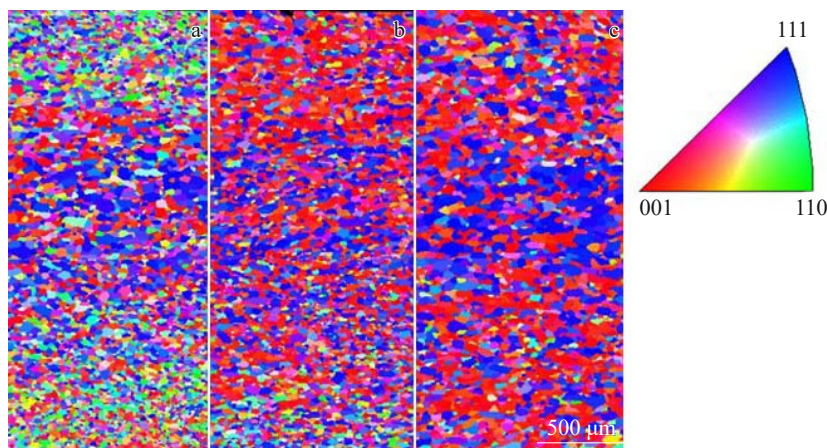


图 11 图 1 中 P4 位置不同冷轧下压量钽靶坯样品的 EBSD 照片

Fig.11 EBSD images of cold-rolling tantalum targets at P4 marked in Fig.1 with different reductions: (a) 20%, (b) 10%, and (c) 2%

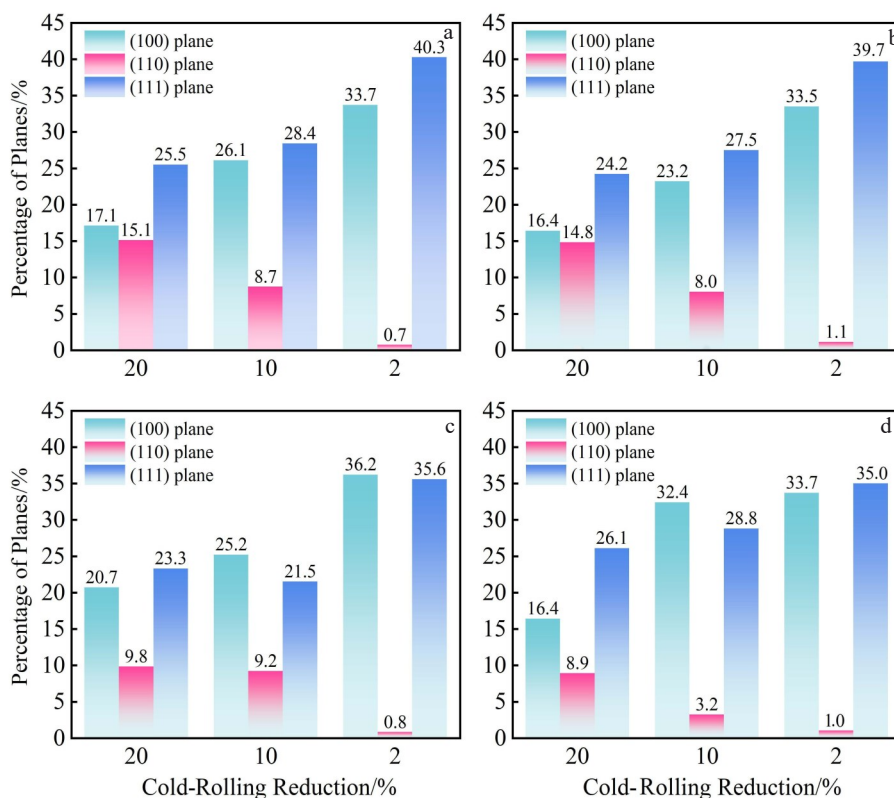


图 12 图 1 中不同位置不同冷轧变形量样品中(100)、(110)与(111)晶面的占比

Fig.12 Percentages of (100), (110) and (111) planes of different cold-rolling targets at different positions marked in Fig.1: (a) P1, (b) P2, (c) P3 , and (d) P4

致出现较高比例的(110)晶面,不利于改善钽靶溅射速率的均一性^[17]。而2%变形量有利于抑制(110)晶面生长,促进钽靶坯中(100)晶面与(111)晶面生长,使得钽靶坯内部形成(100)-(111)混合随机织构,这一结果与前述 XRD 分析结果相吻合。因此,采用较小的冷轧变形量(2%)有助于获得改善钽靶溅射速率均一性的织构取向。

3.2.3 高纯钽靶坯的硬度性能

高纯钽靶坯的硬度性能也是评价钽靶溅射性能的重要参数,采用维氏硬度计对钽靶坯表面硬度进行了测试,结果如表 5 所示。当变形量为 20% 时,样品平均维氏硬度为 130.75 HV,不同位置间硬度的标准偏差为 3.85;当变形量下降至 10% 时,其平均维氏硬度增至 141.15 HV,不同位置间硬度的标准偏差为 6.82;当变形量变为 2%

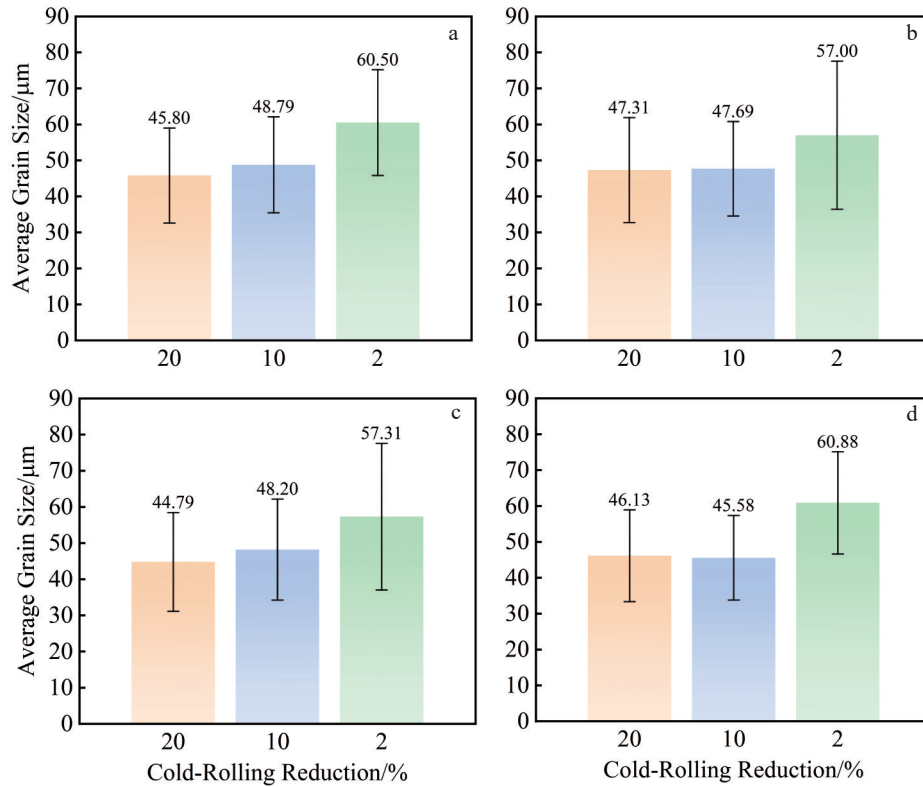


图 13 不同冷轧变形量样品的平均晶粒尺寸

Fig.13 Average grain size of different cold-rolling targets at different positions marked in Fig.1: (a) P1, (b) P2, (c) P3, and (d) P4

表 3 不同冷轧变形量钽靶坯样品的平均晶粒尺寸

Table 3 Average grain size of targets tantalum billets with different cold-rolling reductions

Position	Cold-rolling reduction/%		
	20	10	2
P1/μm	45.80	48.79	60.50
P2/μm	47.31	47.69	57.00
P3/μm	44.79	48.20	57.31
P4/μm	46.13	45.58	60.88
Average value/μm	46.01	47.57	58.92
Standard deviation (SD)	1.04	1.39	2.05

表 4 方差分析结果(SPSSAU 软件)

Table 4 Analysis results of variance (SPSSAU software)

Parameter	Deformation amount (mean±SD)			F	p
	0.05 (n=4)	0.1 (n=4)	0.2 (n=4)		
Average grain size/μm	58.92±2.05	47.56±1.40	46.01±1.04	82.406	0.000**
Hardness/HV	147.68±3.92	141.15±6.82	130.75±3.85	11.404	0.003**

Note: F-effective size (between-group variance/within-group variance); p-indicator of statistical significance; *: p<0.05; **: p<0.01

时,样品平均维氏硬度增至 147.68 HV,相应的标准偏差为 3.92。采用方差分析研究了变形量对样品硬度的差异性,由表 4 可知:不同变形量样本对于样品硬度呈现出显著性差异(p<0.05),意味着不同变形量样本对于硬度有

着差异性。由此可见,当冷轧变形量为 2% 时,样品平均维氏硬度最高,且拥有相对较小的标准偏差,表现为相对均匀的硬度,使得钽表面各方向强度均匀,这主要归因于该样品中存在高占比的(100)-(111)混合随机结构,且

表 5 不同冷轧变形量钽靶坯样品的硬度值

Table 5 Hardness of tantalum target billets with different cold-rolling reductions

Position	Cold-rolling reduction/%		
	20	10	2
P1/HV	133.20	140.10	145.30
P2/HV	130.80	142.60	144.70
P3/HV	133.70	149.20	153.30
P4/HV	125.30	132.70	147.40
Average/HV	130.75	141.15	147.68
Standard deviation	3.85	6.82	3.92

(111)织构比例更高。这一结果与文献[31]提及的高比例{111}织构利于改善钽力学性能的观点相吻合。

4 结论

1) 相比于热轧样品, 冷轧样品的平均晶粒尺寸为 58.94 μm , 标准偏差为 7.0, 表现出比热轧样品更均匀的晶粒尺寸分布。这主要归因于在冷轧过程中, 冷轧样品芯部与表层的温度差相较于热轧样品的温度差要小很多, 使得冷轧样品表面与芯部组织中晶粒生长速率相较于热轧样品更加均匀, 因此其晶粒尺寸的均匀性更好。

2) 在冷轧工艺中, 随着冷轧变形量从 20% 逐渐降低至 2%, 平均晶粒尺寸由 46.01 μm 增至 58.92 μm , 晶粒尺寸标准偏差由 1.04 变化至 2.05。同时, 钽靶坯的择优取向程度逐渐提高, 最密排面(100)晶面的占比逐渐提高, 且晶格畸变能最高的(110)晶面的占比逐渐降低。

3) 随着冷轧变形量的降低, 钽靶坯表面的平均维氏硬度从 130.75 HV 增加至 147.68 HV。这主要归因于 2% 冷轧变形量制得的钽靶坯样品中拥有高占比的(100)-(111)混合随机织构。

参考文献 References

- Ju Yanpeng(居炎鹏), Li Xinran(李心然). *Nonferrous Metal Processing(有色金属加工)*[J], 2024, 53(2): 1
- Lim J W, Choi G S, Zhu Y F et al. *Metals and Materials International*[J], 2008, 14(3): 381
- Le M T, Sohn Y U, Lim J W et al. *Materials Transactions*[J], 2010, 51(1): 116
- Dulkin A, Ko E, Wu L et al. *Journal of Vacuum Science & Technology A*[J], 2011, 29(4): 041514
- Mech K, Kowalik R, Zabinski P. *Archives of Metallurgy and Materials*[J], 2011, 56(4): 903
- Yang Qian(杨谦). *Research on the Evolution of Microstructure and Texture of High-purity Tantalum Through Different Rolling Methods and Annealing Process(高纯钽形变与退火过程中微观组织结构及织构演变的研究)*[D]. Chongqing: Chongqing University, 2010
- Peng Y C, Deng Y, Wang Y et al. *Thin Solid Films*[J], 2016,

616: 562

- Kaziev A V, Tumarkin A V, Leonova K A et al. *Vacuum*[J], 2018, 156: 48
- Bleykher G A, Yuryeva A V, Shabunin A S et al. *Vacuum*[J], 2019, 169: 108914
- Rane R, Joshi A, Akkireddy S et al. *Pramana*[J], 2019, 92(4): 55
- Michaluk C A. *Journal of Electronic Materials*[J], 2002, 31(1): 2
- Zhang Z, Kho Ling, Wickersham C E et al. *Journal of Vacuum Science & Technology A*[J], 2006, 24(4): 1107
- Li Hongbin(李洪宾), Jiang Xuan(江轩), Wang Xinping(王欣平). *Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 2009, 33(3): 442
- Li Xu(李旭), Zhang Zhibin(张志彬), He Pengfei(何鹏飞) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2023, 52(3): 1131
- Li W, Liang C, Zhang X D. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*[J], 2022, 30(3): 035006
- Deng C, Liu S F, Hao X B et al. *Rare Metals*[J], 2017, 36(6): 523
- Miao L Y, Wang A J, Li Z B et al. *Materials Characterization*[J], 2023, 201: 112969
- Wu Menghai(吴孟海), Yu Tao(余涛), Zhu Fang(朱芳) et al. *Rare Metals and Cemented Carbides(稀有金属与硬质合金)*[J], 2025, 53(1): 81
- Zhu J L, Deng C, Liu Y H et al. *Metals*[J], 2019, 9(1): 1
- Yuan Qianjing(袁倩婧). *The Micro Structure Control and Application of Pure Tantalum Magnetron Sputtering Target(磁控溅射镀膜用纯钽靶材微观组织控制及其应用)*[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2018
- Kang Yan(康彦), Zhang Xiaoqing(张小庆), Zhong Kai(钟凯) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2023, 52(8): 2869
- Yu K, Xu F L, Wang L et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2025, 35(5): 1517
- Baton J, Geslin W, Moussa C. *Materials Characterization*[J], 2021, 171: 110789
- Long D D, Liu S F, Zhu J L et al. *Metals*[J], 2021, 11(11): 1665
- Zhu J L, Liu S F, Long D D et al. *Materials Characterization*[J], 2020, 160: 110076.
- Xu Xiaomin(徐潇敏), Liu Ning(刘宁), Liu Aijun(刘爱军) et al. *Heat Treatment(热处理)*[J], 2019, 34(1): 7
- Wang S, Chen C, Jia Y L et al. *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*[J], 2016, 54: 104
- Zhang Jiang(张江), Hao Gangling(郝刚领), Qian Jiexiang(千佳祥) et al. *Acta Materiae Compositae Sinica(复合材料学报)*[J], 2024, 41(12): 676
- Sevillano G J, Houtte V P, Aernoudt E. *Scripta Metallurgica*[J], 1976, 10(8): 775
- Borbély A, Driver J H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 387-389: 231
- Guo Lei(郭磊), Wang Zhifa(王志法). *Rare Metals and Cemented Carbides(稀有金属与硬质合金)*[J], 2005, 33(3): 18

Microstructure and Mechanical Property of High-Purity Tantalum Target Billets with Multi-pass Rolling Reduction

Wang Yin¹, Cao Xudan¹, Li Guipeng², Yuan Yubo², Wu Yanfang¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China)

(2. Tong-Chuang (Lishui) Specialty Materials Co., Ltd, Lishui 323010, China)

Abstract: To fabricate high-purity tantalum target billets with uniform grain size, preferential orientation, and homogeneous hardness distribution, a series of high-purity tantalum target billets were prepared by electron beam melting and multi-pass rolling technique. The effects of rolling modes (cold rolling/hot rolling) and multi-pass rolling reduction on the microstructure, and mechanical properties of tantalum target billets were investigated. The results indicate that compared with that prepared by hot rolling, the sample prepared by cold rolling exhibits smaller and more uniform grain size. Under cold rolling condition, the multi-pass rolling reduction decreases from 20% to 2%, and the grain size and standard deviation of the tantalum target billets change significantly, varying from 46.01 μm to 58.92 μm . Meanwhile, the proportion of (100) and (111) crystal planes gradually increase, while the proportion of (110) crystal plane rapidly decreases. When the multi-pass rolling reduction is 2%, the growth of the (110) crystal plane in the tantalum target blank sample is certainly inhibited, a high proportion of (100)-(111) mixed random texture is obtained, and the Vickers hardness of the tantalum target increases to 147.68 HV. These research findings provide an important reference for the development of high-quality tantalum target billets.

Key words: tantalum sputtering target; grain size; texture orientation; cold-rolling reduction

Corresponding author: Wu Yanfang, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Zhejiang University, Hangzhou 310058, P. R. China, E-mail: 11926036@zju.edu.cn