

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3659921号

(P3659921)

(45) 発行日 平成17年6月15日(2005.6.15)

(24) 登録日 平成17年3月25日(2005.3.25)

(51) Int. Cl.⁷

F I

C 2 2 F 1/18
 C 2 3 C 14/34
 // C 2 2 F 1/00

C 2 2 F 1/18 H
 C 2 3 C 14/34 A
 C 2 2 F 1/00 6 O 4
 C 2 2 F 1/00 6 6 1 Z
 C 2 2 F 1/00 6 8 3

請求項の数 3 (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2002-6307 (P2002-6307)	(73) 特許権者	390007227
(22) 出願日	平成14年1月15日 (2002.1.15)		東邦チタニウム株式会社
(65) 公開番号	特開2003-213389 (P2003-213389A)		神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号
(43) 公開日	平成15年7月30日 (2003.7.30)	(74) 代理人	100096884
審査請求日	平成15年1月23日 (2003.1.23)		弁理士 未成 幹生
前置審査		(72) 発明者	高橋 勝一
			神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号
			東邦チタニウム株式会社内
		(72) 発明者	岩淵 隆夫
			神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号
			東邦チタニウム株式会社内
		(72) 発明者	牛島 健介
			神奈川県茅ヶ崎市茅ヶ崎三丁目3番5号
			東邦チタニウム株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ターゲット用チタン材の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

V A R 溶解または E B 溶解で溶製されたチタンインゴットを 7 0 0 ~ 変態点未満の温度域で鍛造比 1 ~ 1 0 で粗鍛造した後、室温 ~ 3 5 0 にて鍛造比 2 ~ 1 0 で仕上げ鍛造し、次いで第 1 の焼鈍を行い、引き続き前記第 1 の焼鈍温度よりも高温域で第 2 の焼鈍を行うことを特徴とするターゲット用チタン材の製造方法。

【請求項2】

前記第 1 および第 2 の焼鈍の温度を 4 0 0 ~ 6 0 0 の範囲とし、かつ、前記第 2 の焼鈍の温度を前記第 1 の焼鈍の温度よりも 2 5 以上高い温度とすることを特徴とする請求項 1 に記載のターゲット用チタン材の製造方法。

【請求項3】

前記チタンインゴットは、F e が 1 5 p p m 以下、N i が 1 0 p p m 以下、C r , M n , A l , S i , C u がそれぞれ 5 p p m 以下、O が 2 5 0 p p m 以下であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載のターゲット用チタン材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ターゲット用チタン材の製造方法に係り、特に、V A R 溶解または E B 溶解後の高純度チタン材からターゲット用チタン材にするための加工方法に関する。

【0002】

10

20

【従来の技術】

近年における電子部品の発展に伴い、それに用いるバリア材としてのチタン材が脚光をあびつつある。この分野に用いられるチタン材は、不純物の混入が極端に嫌われるので、Fe, Ni, Crは勿論のこと酸素や窒素等のガス成分までppmオーダーで規定されている。

【0003】

しかしながら、ターゲット材に電子線を照射してチタンを基盤に蒸着させる工程においては、ターゲットから離脱したチタンの大部分は基盤に達するものの、残りはスパッタリング装置の内面に付着する。また、上記の工程においては、パーティクルと呼ばれるチタン粒子が生成し、基盤上に達して付着する場合がある。このようなパーティクルの発生は、細線化が進んでいる基盤上の回路の短絡等を招くため、好ましくないとされている。そのため、前記したように基盤上へのチタン歩留まりの改善やパーティクルの発生防止等が望まれている。

10

【0004】

これらの問題点を解決する試みとしては、例えば、特開平9-241842号公報では、ターゲットに達するチタン歩留まりの向上を狙い、ターゲットを構成する結晶粒を特定の方位に揃える技術が開示されている。また、特開平11-200024号公報では、表面粗さのある範囲以下に抑えることにより、ターゲット表面の凹凸によって生じるパーティクルの発生を抑制するという技術が開示されている。

【0005】

また、ターゲットの元材であるチタン材は、ターゲットのマクロ組織が均一であることだけでは不十分であり、ミクロ組織についても微細かつ均一であることが必要となる。具体的には、VAR溶解またはEB溶解したチタンインゴットには鑄造組織が残っており、そのままではターゲットとして用いることは難しく、鍛造や焼鈍等を組み合わせて、ターゲット用としての材料に造り込むことが必要である。

20

【0006】

この点を解消すべく特開平6-010107号公報においては、チタンの鑄造材を熱間鍛造加工後、400以下の温度範囲で圧延加工し、その後、500~650の温度範囲にて熱処理を施すことで薄膜の膜厚を均一にすることができるターゲット用チタン材の製造方法が開示されている。しかし、ここに開示されている技術は、最終的には圧延加工によってターゲット材を得ようとするものであり、これは比較的厚みの薄い原材料を加工する場合には適しているが、厚いチタンブロックあるいはインゴットの加工には圧延加工は適しておらず、この場合における好ましい態様である、鍛造等の手段による態様は開示されていない。また、この公報では、鑄造材の熱間鍛造後の圧延加工方法についての記載はあるものの、熱間鍛造の温度規定の開示が十分されていない。

30

【0007】

さらに、近年ではターゲット用チタン材のマクロ組織やミクロ組織に対する要求が年々厳しさを増しており、これらの要求に見合うターゲット用チタン材の製造方法が望まれている。従来のチタン材の製造方法においては、チタンインゴットを変態点以上の温度で鍛造し、次いで、低温鍛造および焼鈍を行うことにより、結晶粒度が微細で均一なチタンビレットを得ている。しかしながら、この方法では、チタンインゴットを変態点以上の温度により鍛造を行うため、得られるチタンビレットのマクロ組織の表面に、図2(a)に示すような、結晶組織の配向に起因すると考えられる輪状や十字状の模様が現れてしまう場合がある。この模様は、その後の温間鍛造後にチタンビレットの表面を研磨加工しても、図2(b)に示すように依然として残存してしまう場合がある。そのため、この方法によると、ミクロ組織については、図2(c)に示すように、結晶粒度が微細で均一なターゲット用チタン材を製造することができるが、マクロ組織においては、輪状あるいは十字状の模様が表面に残存してターゲットとしての性状を損なうといった問題を有していた。このような課題について合理的に解決する条件はまだ見出されておらず、具体的な条件の確立が望まれている。

40

50

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

よって、本発明は、前記したような現状を踏まえ、特定温度域での鍛造と焼鈍とを組み合わせ、EB溶解またはVAR溶解されたチタンインゴットから、結晶粒度が微細で均一なミクロ組織と、チタン材の表面が無模様で表面性状に優れたマクロ組織とを兼ね備えたターゲット用チタン素材を製造する方法を提供することを目的としている。

【0009】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、前記の課題を解決すべく鋭意検討してきたところ、VAR溶解またはEB溶解して得られた高純度チタンインゴットを、変態点(880)未満の温度域で鍛造した後、室温から350の温度域で鍛造し、次いで、焼鈍を行うことにより、マクロ組織が均一で、またミクロ組織も均一になることを見出し本願発明を完成するに至った。

【0010】

すなわち、本発明のターゲット用チタン材の製造方法は、VAR溶解またはEB溶解で溶製されたチタンインゴットを700～変態点未満の温度域で鍛造比1～10で粗鍛造した後、室温～350にて鍛造比2～10で仕上げ鍛造し、次いで第1の焼鈍を行い、引き続き前記第1の焼鈍温度よりも高温域で第2の焼鈍を行うことを特徴としている。なお、本発明においては、焼鈍の温度を400～600とすることが好ましい形態である。

【0012】

このような構成とすることで、VAR溶解またはEB溶解で得られた高純度チタンインゴットからターゲットに好適なチタン材を提供することができる。なお、本発明でいう高純度チタンとは、純度が4N5またはそれ以上の純度を有するものを指す。具体的には、Feが15ppm以下、Niが10ppm以下、Cr, Mn, Al, Si, Cuがそれぞれ5ppm以下、Oが500ppm以下、好ましくは250ppm以下である。このように、特に低酸素であることが要求されるため、溶解方法としては、処理工程での大気暴露による汚染が少ないEB溶解が好ましい。

【0013】

【発明の実施の形態】

(チタンインゴットの原料)

チタンインゴットの原料としては、クロール法により製造されたスポンジチタン塊のうち、ターゲットとして要求される品質特性を満足するFe, Ni, Crのみならず酸素や窒素等の低い材料を溶解原料とする。

【0014】

(粗鍛造)

粗鍛造で扱うインゴットは、通常、その直径が大きいいため、まずは高温に加熱して材料を軟化させた後、鍛造によりターゲットに要求される素材とほぼ同等の大きさのピレットに加工する。この粗鍛造は、加工の容易な変態点よりも高温域で行われるのが通例であるが、本発明においては、加熱温度が700～変態点未満の温度範囲で粗鍛造することの特徴としている。この温度範囲での粗鍛造により、得られたチタンピレットの表面に輪状や十字状の模様が形成されるのを防ぐことができ、優れたマクロ組織が得られる。また、本願発明で扱う高純度チタンインゴットは合金等に比べて強度が低いいため、比較的低温でも鍛造を行うことが可能である。さらに、低温で行った方が加工歪みも蓄積されやすいので、後の工程の焼鈍工程においての再結晶を助長して結晶粒微細化を促進するという効果も奏する。

【0015】

粗鍛造に供されるインゴットは、鍛造比が1～10で加工することが好ましく、さらには、2～3とすることがより好ましい。粗鍛造時の鍛造比がこの値よりも小さい場合には、チタンインゴットの鑄造組織が残留し、後の仕上げ鍛造を入念に行う必要が出てくる。また逆に、この値以上の鍛造比まで加工することも可能であるが経済的でない。

【0016】

なお、鍛造雰囲気は、酸化物の発生を抑えるためにアルゴンガス雰囲気が好ましいが、製造コストを考慮すると、大気中で手際よく鍛造を行うことでスケールの発生を最小限に抑えることができる。また、必要に応じて、鍛造後のピレットの表面を切削してスケールを除去しても良い。

【0017】

(仕上げ鍛造)

次に、粗鍛造で得られたピレットは、室温から350の温度範囲に保持した後、ターゲット用チタン材に要求される径に近いところまで仕上げ鍛造する。仕上げ鍛造前のインゴットは、特別に加熱する必要はないが、350を越えない温度域まで加熱すると、仕上げ鍛造をより円滑に進めることができる。しかし、仕上げ鍛造温度が350を越える場合には、その後の焼鈍工程における再結晶が十分でない場合がある。すなわち、仕上げ鍛造を前記した比較的低温域で行うことで材料に加工歪を蓄積させ、その後の焼鈍にて加工歪を開放して結晶粒を微細化することができる。

10

【0018】

仕上げ鍛造では、鍛造比が2～10で加工することが好ましく、さらには3～5とすることがより好ましい。仕上げ鍛造時の鍛造比がこの値よりも小さいと、後の焼鈍において結晶粒の微細化を進めることができない。一方、仕上げ鍛造時の鍛造比がこの値よりも大きい場合には、チタン材に割れが発生する場合もあり好ましくない。

【0019】

(焼鈍)

前記したように、仕上げ鍛造のままでは材料内部に歪が蓄積した状態になっており、仕上げ鍛造に次いで焼鈍を行うことが必要である。焼鈍温度は、400～600の温度範囲で行うことが好ましい。この温度以下では、材料内部に蓄積された歪が十分に開放されず、一方、この温度以上では、再結晶した後、結晶粒同士が合体して結晶粒の粗大化を招き好ましくない。

20

【0020】

さらに、本発明においては、焼鈍温度を2段階に昇温することがより好ましい場合もある。例えば、500まで昇温した後、同温度で所定時間維持し、次いで、550まで昇温して所定時間保持しても良い。このように段階的な焼鈍を行うことで、より均一な結晶粒を有するターゲット用チタン材を得ることができる。なお、焼鈍を行う際のターゲット用チタン材の直径は、焼鈍可能であるならば特に制限はないが、加熱焼鈍の容易さを考えると200～400mm程度の大きさが好ましい。

30

【0021】

【実施例】

次に、下記の実施例により本発明の効果を明らかにする。

<実施例1>

VAR溶解した直径520mmの円筒形の高純度チタンインゴット(表1に組成を示す)を、850で粗鍛造して、一辺300mmの正方形断面を有するチタンピレットにした。次いで、300で仕上げ鍛造して、直径165mmの円筒形のチタンピレットにした。その後、500で2時間、525で4時間の焼鈍を加えて、実施例1のターゲット用チタン材を得た。なお、粗鍛造時の鍛造比は2.4であり、仕上げ鍛造時の鍛造比は4.2であった。

40

【0022】

【表1】

	ppm											
Ti	Fe	Ni	Cr	Mn	Al	Si	Sn	Cu	Na	K	O	C
Balance	5	3	<1	<1	<1	<1	<1	<1	<0.05	<0.05	250	20

【0023】

50

上記の製造方法においては、粗鍛造後の一辺300mmの正方形断面を有するチタンビレットを図1(a)に、仕上げ鍛造後にさらに研磨を行った直径165mmの円筒形のチタンビレットを図1(b)に、および焼鈍後のターゲット用チタン材の結晶組織を図1(c)に示した。図から明らかなように、実施例1のターゲット用チタン材は、変態点未満の温度域で粗鍛造を行うことにより、仕上げ鍛造後においてもマクロ組織の表面に輪状または十字状の模様が形成されることなく均一であり、さらに、最終製品であるターゲット用チタン材におけるミクロ組織では、結晶粒度が27 μm と、微細でかつ均一であった。

【0024】

<比較例1>

実施例1と同様のVAR溶解した直径520mmの円筒形の高純度チタンインゴットを、950で粗鍛造して、一辺300mmの正方形断面を有するチタンビレットにした。次いで、300で仕上げ鍛造して、直径165mmの円筒形のチタンビレットにした。その後、500で2時間、525で4時間の焼鈍を加えて、比較例1のターゲット用チタン材を得た。なお、粗鍛造時の鍛造比は2.4であり、仕上げ鍛造時の鍛造比は4.2であった。

10

【0025】

上記の製造方法においては、粗鍛造後の一辺300mmの正方形断面を有するチタンビレットを図2(a)に、仕上げ鍛造後にさらに研磨を行った直径165mmの円筒形のチタンビレットを図2(b)に、および焼鈍後のターゲット用チタン材の結晶組織を図2(c)に示した。比較例1のターゲット用チタン材は、図2(c)に示すように、最終製品であるターゲット用チタン材のミクロ組織が微細(結晶粒度:27 μm)でかつ均一であったが、変態点以上の温度域で粗鍛造を行なったため、図2(a)に示すように、粗鍛造後の一辺300mmの正方形断面を有するチタンビレットのマクロ組織の表面に模様が形成され、さらに、図2(b)に示すように、仕上げ鍛造後においても模様が消えることはなかった。

20

【0026】

したがって、比較例1のターゲット用チタン材は、ミクロ組織における結晶粒度を好適な範囲とすることはできたが、マクロ組織においては、結晶の配向に起因すると考えられる輪状や十字状の模様が表面に形成されており、ターゲット素材としての品質特性が不十分であった。

30

【0027】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明によれば、VAR溶解またはEB溶解で溶製されたチタンインゴットを700～変態点未満の温度域で粗鍛造した後、室温～350にて仕上げ鍛造し、次いで焼鈍を行うことにより、粗鍛造後のビレット表面に図3(a)に示すような模様が形成されることなく、結晶粒度が微細で均一なミクロ組織と、図3(b)に示すように、チタン材の表面が無模様で表面性状に優れたマクロ組織とを兼ね備えたターゲット用チタン素材を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明の実施例1のターゲット用チタン材の製造方法において、(a)は変態点以上の温度域で粗鍛造を行った一辺300mmの正方形断面を有するチタンビレットのマクロ組織、(b)はその後に温間鍛造を行った直径165mmの円筒形のチタンビレットのマクロ組織、および、(c)は本発明により得られたターゲット用チタン材の結晶組織を示す写真である。

40

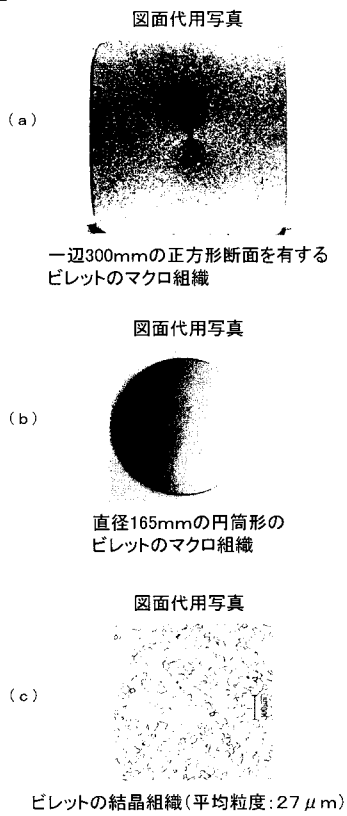
【図2】 比較例1の従来のターゲット用チタン材の製造方法において、(a)は変態点以上の温度域で粗鍛造を行った一辺300mmの正方形断面を有するチタンビレットのマクロ組織、(b)はその後に温間鍛造を行った直径165mmの円筒形のチタンビレットのマクロ組織、および、(c)は従来の方法により得られたターゲット用チタン材の結晶組織を示す写真である。

【図3】 (a)および(b)は図2(b)および図1(b)をそれぞれ拡大した写真で

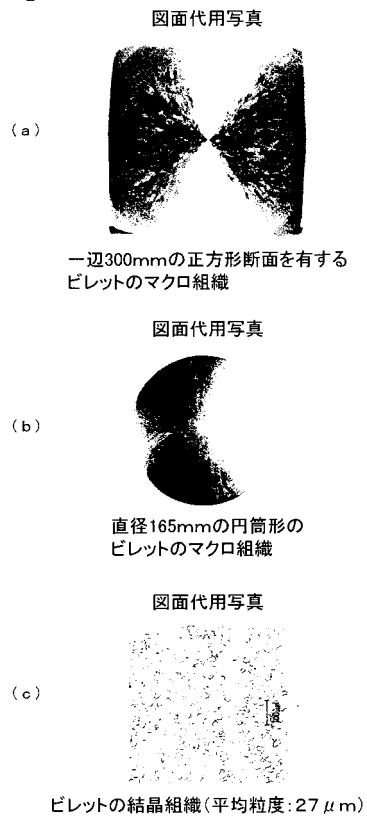
50

ある。

【 図 1 】

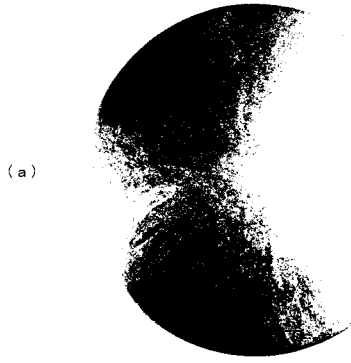


【 図 2 】

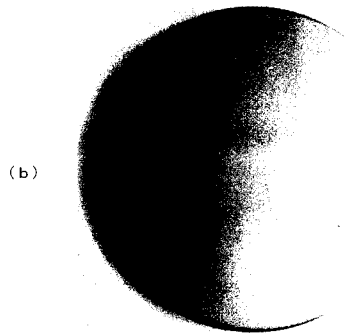


【 図 3 】

図面代用写真



図面代用写真



フロントページの続き

(51) Int.Cl.⁷

F I

C 2 2 F	1/00	6 8 5 Z
C 2 2 F	1/00	6 9 1 B
C 2 2 F	1/00	6 9 4 A
C 2 2 F	1/00	6 9 4 B

審査官 小川 武

(56) 参考文献 特開平 1 1 - 2 6 9 6 2 1 (J P , A)

(58) 調査した分野(Int.Cl.⁷, D B名)

C22F 1/00-1/18