

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号
特許第4327460号
(P4327460)

(45) 発行日 平成21年9月9日(2009.9.9)

(24) 登録日 平成21年6月19日(2009.6.19)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 2 F 1/18 (2006.01)

C 2 2 F 1/00 (2006.01)

C 2 2 F 1/18 G

C 2 2 F 1/18 F

C 2 2 F 1/00 6 0 4

C 2 2 F 1/00 6 2 3

C 2 2 F 1/00 6 5 0 A

請求項の数 3 (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2002-570787 (P2002-570787)	(73) 特許権者	503153986
(86) (22) 出願日	平成14年2月20日 (2002. 2. 20)		ハー ツェー シュタルク インコーポレ
(65) 公表番号	特表2004-526863 (P2004-526863A)		イテッド
(43) 公表日	平成16年9月2日 (2004. 9. 2)		H. C. Starck, Inc.
(86) 国際出願番号	PCT/US2002/005033		アメリカ合衆国 マサチューセッツ ニュ
(87) 国際公開番号	W02002/070765		ートン インダストリアル プレイス 4
(87) 国際公開日	平成14年9月12日 (2002. 9. 12)		5
審査請求日	平成17年2月21日 (2005. 2. 21)		45 Industrial Place
(31) 優先権主張番号	60/269, 983		, Newton, MA 02461,
(32) 優先日	平成13年2月20日 (2001. 2. 20)		USA
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100061815
			弁理士 矢野 敏雄
		(74) 代理人	100094798
			弁理士 山崎 利臣

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 均一な集合組織を有する耐火金属板及び該板を製造する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

厚さ、中心及びエッジを有している耐火金属板において、金属がタンタル及びニオブからなる群から選択されており、前記金属が少なくとも 99.99%の純度を有しており、前記板が 40 μm未満の平均粒度を有し、かつ前記の厚さを通して及び前記の中心から前記のエッジへの双方とも均一な集合組織を有しており、さらに前記耐火金属板が、
i) 配向 { 1 0 0 } 及び { 1 1 1 } 結晶学的配向を有する粒子の一定の混合物、及び
i i) 前記耐火金属板の任意の平面の表面の全域で 30 パーセント未満で変化する { 1 0 0 } 及び { 1 1 1 } 結晶学的配向の分布、その際に前記平面は前記耐火金属板の厚さに対して直交の平面及び前記耐火金属板の厚さに対して対角の平面から選択されており、かつ
板の中心から板のエッジへの厚さを通して板内部に優先方向を有さず、主に { 1 0 0 } 又は { 1 1 1 } 配向が存在していないほど均一である、及び
i i i) 前記耐火金属板の任意の厚さの全域で 30 パーセント未満で変化する { 1 0 0 } 及び { 1 1 1 } 結晶学的配向の分布
を有することを特徴とする、厚さ、中心及びエッジを有している耐火金属板。

【請求項 2】

耐火金属板を製造する方法において、次の段階：
(a) タンタル及びニオブからなる群から選択される少なくとも 99.99%純度の耐火金属出発物を準備する段階；
(b) 第一の、アブセット鍛造により耐火金属出発物の長さを減少させて、第一の加工物

を形成させる段階；

(c) 第一の加工物を真空又は不活性ガス中で少なくとも 1 3 7 0 の第一の温度にアニールする段階；

(d) 第二の、ドロワーバック鍛造により第一の加工物の直径を耐火金属出発物の直径と同じ直径に減少させて、第二の加工物を形成させる段階；

(e) 第二の加工物を真空又は不活性ガス中で少なくとも 8 7 5 の第二温度にアニールする段階；

(g) 第三の、側部鍛造により第二の加工物を第一の厚さに減少させて、第一の板を形成させる段階；

(h) 第四の、クロスローリングにより第一の板の第一の厚さを第二の厚さに減少させて、第二の板を形成させる段階；及び 10

(i) 第二の板を真空又は不活性ガス中で少なくとも 8 7 5 の第二の温度にアニールする段階

を含むことを特徴とする、耐火金属板を製造する方法。

【請求項 3】

請求項 2 記載の方法によって製造された、耐火金属板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願への相互参照

20

本出願は、2001年2月20日付で提出され、かつ参照により本明細書に取り入れられる“均一な集合組織を有する耐火金属板”と題された仮出願番号60/269,983の優先権の特許保護を請求するものである。

【0002】

発明の分野

本発明は、一般にスパッタリング用ターゲットとして有用な改善された耐火金属板、及び他の目的のためには高純度、微細粒度で、高強度で、均一な集合組織構造を有する板を形成することに関する。

【0003】

背景技術

30

スパッターターゲットは、プラズマスパッタ法において使用されて、多様な用途において、例えばインクジェットプリンター中で蒸気バブルが形成される表面として、及び他に例えば、集積電子回路中の銅とケイ素との間のバリアー層として使用される金属薄膜が生じる。酸化タンタルの薄膜は、また実地上、例えば波長分割多重(WDM)デバイスにおいて、及び、潜在的に、電気キャパシタにおいて価値がある。

【0004】

耐火金属スパッタリング用ターゲットは、耐火金属板中のミクロ構造上の均一性により幅広い需要を例示する。先行技術により製造されたターゲットを用いて、公知方法を用いて生産されたスパッタリング用ターゲット板中に見出された集合組織の不等質性は、スパッタリング速度(衝突するスパッタガス、例えばアルゴンイオン当たりの基板上にスパッタされた金属原子の数として定義される)の予測不能を引き起こす。また、集合組織の不等質性は、スパッタされた原子がターゲットを去る方向の不等質性を引き起こす。

40

【0005】

スパッタリング速度及びスパッタリング方向の予測不能は、点から点へ基板上に生じた膜の厚さの変化を引き起こし、かつまた、基板から基板へ及びターゲットからターゲットへ基板上に生じた膜の平均厚さの変化を引き起こす。

【0006】

多くのスパッタリング用途において、膜の厚さは、最重要であり、かつ厳密に制御される必要がある。集積回路において、例えば、膜が薄すぎると、バリアーを提供せず、かつ膜が厚すぎると、ビア又はトレンチをブロックする。WDMデバイスにおいて、酸化タン

50

タル層の厚さは、それを通過している光の波長の4分の1に極めて近い必要がある。堆積された膜の厚さが、設計者により言及された範囲内ではない場合には、デバイスは、利用にはふさわしくなく、かつ試験の点までの製造の全費用は失われる、それというのも、修理又は再加工は通常は不可能であるからである。

【0007】

達成するのが最も難しいスパッタリング性能の態様は、通常ターゲットと同じ形状からなるが、しかし幾分より小さいその全領域に亘り基板上に生じた薄膜の厚さの均一性である。典型的には、ターゲット及び基板は平行である。任意の与えられた点での薄膜の厚さは、その点に着いた原子の結果である。大部分のそれらの原子は、与えられた点の反対の位置に直接中心にあるターゲットの円形領域から来ている。ターゲット上のその円形領域は、ほぼ1cm半径といったところである。それゆえ、そのような円のスパッタリング速度が、円がターゲットの表面上にある場合にどこでも同じである場合には、完全に均一な厚さの薄膜は、不均一性を引き起こす装置又はその操作の特徴が存在する限り、堆積される。

10

【0008】

毎秒円からスパッタされた原子の平均数として定義されたそのような円のスパッタリング速度は、円内部の各粒子からスパッタされた原子数の積分である。異なる配向を有する粒子は、異なる速度でスパッタする。それゆえ円#1が主に配向Aを有する粒子からなる場合には、その場合にAが遅い - スパッタリング配向であり、円#2よりも遅い全スパッタリング速度を有し、円#2が主に配向Bを有する粒子からなる場合には、その場合にBが速い - スパッタリング配向である。しかしながら、それぞれの円が、粒子の同じ混合物（例えば、主にA、又は他に例えば、配向Aを有する粒子及び配向Bを有する粒子の一定の混合物）から製造されている場合には、スパッタリング性能は改善する。それゆえ、均一な集合組織は、より制御された膜厚を提供する、それというのも、スパッタ速度は、より予測可能であるからである。

20

【0009】

Turnerによる米国特許第6,331,233号明細書は、外側のエッジから板の中心への板の厚さ中でくまなく均一な集合組織の存在を明らかに示す。しかしながら、中心での材料のひずみ履歴は、エッジでのそれとは異なる。差異は、材料がアブセット - 鍛造される場合に“変形ステージ(Deformation Stage) 2”の間に起こる。アブセット鍛造の間に、エッジ又は高い半径での材料は、中程度の水準のひずみを獲得する。板の中心又は低い半径での材料は、頂部又は底部の表面近くで低い水準のひずみを獲得し、かつ中間の厚さである場合には高い水準のひずみを獲得する。アニーリング、圧延及び再 - アニーリング後でさえ、ひずみの差異は、集合組織に影響を及ぼすことが予期されていた。

30

【0010】

技術水準のスパッタリング装置を用いてでさえ、不均一な性質を有するターゲットを用いて基板上の1点から他の点への薄膜の厚さの変化を制御することは不可能である。基板から基板へ、及びターゲットからターゲットへの厚さの変化の部分的な、しかし全体ではない制御は、試験片を用いて可能である。しかしながら、試験片の使用は、時間を消費し、かつ費用がかかる。冗長加工を導入し、かつそれによりミクロ構造の等質性を改善する再結晶熱処理と共に、鍛造技術、例えばアブセット - 及び - 鍛造 - バックの使用は、十分公知である。しかしながら、そのような技術は、加工された金属中の多様なタイプの欠陥、例えば割れ、ひだ及びゆがみの発生に感受性であり、任意のそれらはターゲットとして使用されることができる加工された金属の割合を減少させる（即ち収量を減少させる）。材料が割れる傾向は、しばしば、鍛造操作のための500°F ~ 600°Fの領域内の温度にそれを加熱することにより減少するが、しかしそのような加熱は、高価であり、加工物を取り扱うのをより困難にし（こうしてその最終形状は、所望の形状からより離れる）、かつ特に表面近くの酸素含有量の増大の結果となりうる。また、他の鍛造技術（それらは一般にアブセット - パーを鍛造として公知である）は、軸対称だけれども、中心からエッジへの半径で変化する集合組織を有する生成物を与える。均一な集合組織を達成するた

40

50

めの粉末冶金技術の使用は公知でもある。しかしながら、これらの技術は、一般により高い費用のために好ましくない、かつそれというのも圧縮粉末部材がボイドを含みうるものであり、かつ非金属介在物を含みうるからであり、その双方はスパッタリング性能にとって望ましくない。

【 0 0 1 1 】

本発明の目的のためには、物品の1つの領域の集合組織が、統計理論から予期されることを除いて、物品の任意の他の領域のそれとは計れる程度に異なっていない場合に、集合組織は、均一であると記載される。均一な集合組織は、物品のサイズ又は領域のサイズに依存しない。

【 0 0 1 2 】

それゆえ、本発明の対象は、生じる膜の厚さの予測精度を改善し、ひいてはターゲットの使用の容易性を改善するスパッタリング用ターゲットを提供することである。

【 0 0 1 3 】

本発明のさらなる対象は、増強されたミクロ構造上の均一性のタンタル及びニオブ生成物のクラス及び該生成物を製造する方法を提供することである。

【 0 0 1 4 】

本発明のさらなる対象は、それゆえ方法の費用有効性を改善する、タンタルインゴットの与えられた塊状物から生産されたスパッタリング用ターゲットを提供することである。

【 0 0 1 5 】

課題を解決するための手段

本発明は、インゴットを短い長さの工作物に切断し、かつ交互の本質的に直交の加工軸に沿って工作物をプレス加工する方法によって、必須の純度の耐火金属のインゴットからスパッタリング用ターゲット及び他の板生成物を形成させる方法を含む。中間のアニールは、必要に応じて適用されて、中心を含めてターゲット中くまなく均一な集合組織を確立する。均一な集合組織は、実質的に配向 { 1 0 0 } 及び { 1 1 1 } を有する粒子の一定の混合物であり、その際、これらの数のセットは、スパッタされた表面に平行であるか又はほぼ平行である結晶学的平面のセットのMiller指数に関連している。粒子配向の一定の混合物はそれにより、膜厚を制御するためにより予測可能なスパッタ速度を提供することによりスパッタリング性能を改善する。

【 0 0 1 6 】

付加的に、本発明は、微細な粒子構造及び均一な集合組織の独特の組合せを有している高純度の耐火金属材料を製造する方法を提供する。

【 0 0 1 7 】

本発明は、フラットな又は曲がった形（円筒形又は半円形又は弓形又は円錐形にロールアップすることを含む）の板に適用可能である。板は、スパッタリングとしてのそれらのミクロ構造及び粒子均一性を考慮して利点、炉部材、宇宙空間及びエンジンの部材に、コンテナ及び高度に腐食性の化学的環境のためのパッチの製品として使用されることが出来る。板は、非破壊であってもよいが、又はドリルで穴あけされてホールを有していてもよいが、又はエキスパンデッドメッシュ（引き出されたスリット及びエッジ）であってもよい。

【 0 0 1 8 】

他の対象、特徴及び利点は、添付の図面に関連して得られた好ましい実施態様の次の詳細な記載からはっきりと理解できる：

発明を実施するための最良の形態

ところで、図1に関連して、本発明の好ましい実施態様（方法段階10）の実施は、最終使用に適している不純物含有量を有する、典型的には極めて高い純度、好ましくは99.999%の8"直径の、耐火金属インゴット11、好ましくはタンタルインゴットを用いて出発する。機械加工によりインゴットの表面を清浄化した後に、インゴットは、直径の1.5倍～3倍、又は約12インチ～24インチの長さの最初の加工物12に切断される。第一の鍛造操作（段階14）は、それぞれ最初の加工物12をその長軸に沿って35

10

20

30

40

50

～ 50 % 減少させて第一の鍛造された加工物 16 を形成させる。第一の鍛造された加工物 16 を、ついで高い温度、好ましくは 1370 で、真空又は不活性ガス中でアニールされて（段階 18）、再結晶を引き起こして、第二の加工物形 20 を生じさせる。第二の鍛造操作（段階 22）は、ついで、長軸方向で第二の加工物形 20 を鍛造するのに適用されて、最初の加工物 12 の直径の 80 % ～ 120 % の範囲内の最初の加工物 12 の直径に実質的にほぼ戻される。第二の加工物形 20 は、その側部に置かれ、かつフラットな又は曲がったダイ、例えばスエーピング型は、第二の鍛造操作（段階 22）において第二の加工物形 20 をドロワーバック鍛造するのに使用されて、第三の加工物形 24 を形成させる。これは、最初の加工物 12 の当初の形状を実質的に再獲得するのに十分な力で衝撃を与えることにより行われる。第二の加工物形 20 は、冷間加工のためでさえ鍛造サイクルの間に旋削されて、工作物中で一定のひずみを引き起こす。全ての鍛造は、加工物の自然の加熱の許容と共に室温で行われる。しかしながら、加工物が 800 ° F を超えないことが好ましい。全ての鍛造は、好ましくはハンマーよりむしろプレス上で行われて、ひずみ速度を減少させ、かつ加工物の形状のより良好な制御を可能にする。第三の加工物形 24 は、金属に適切な温度、好ましくはタンタル及びその合金には 875 で、真空又は不活性ガス中でアニールされて（段階 26）、第四の加工物形 28 を再結晶させる。アプセット - 鍛造 - バックサイクル（段階 14 及び 22）は、必要に応じて数回繰り返されて、板の均一な集合組織が達成されることが出来る。

10

【0019】

適切な場合にはミクロ構造を調質するためにか、又は必要に応じて割れ、又は過剰のプレス負荷を回避するために、より低い温度、例えば 1065 での特別のアニーリング処理は、鍛造方法の間に任意の点で使用されることが出来る。

20

【0020】

第三の鍛造操作（段階 30）、好ましくは側部鍛造は、第四の加工物形 28 をフラットにして、好ましくは約 4 " の厚さのシートバー 32 を形成させる。シートバーは、クロスローリングされて（段階 34）、典型的には 0.25 インチ ～ 0.5 インチの範囲内のその厚さに減少させて板 36 を形成させる。クロスローリング（段階 34）は、2 つの直交方向におけるほぼ等しいひずみが達成されるように配置される。クロスローリングに続いて、板 36 は、875 ～ 1065 の範囲内の相対的に低い温度でアニールされて（段階 38）、完全に再結晶された微細な粒子構造及び均一な集合組織の板 40 を形成させる。引き続いて、構成要素の形状 42 は、板から切断され、かつスパッタリング用ターゲットとしての使用のためのスパッタリング装置中で組み立てられたバックリングプレートに結合される。

30

【0021】

本発明の一実施態様は好ましくは、第二のアプセット - 鍛造バックサイクル後にスラブにフラットにする前にプレス及び 1 つの特別のアニーリングサイクルが実施される、2 つのアプセット - 鍛造バック段階に利用される。

【0022】

本発明の生成物及び方法の有効性及び利点は、次の制限されない例によりさらに説明される。

40

【0023】

実施例

例 1

この例は、直線切片 30 μm の平均粒度及び図 7 に説明されているような縞状の集合組織を有している、常用の先行技術の方法により製造した生成物（側部鍛造及びインゴット区間の一方の圧延）を説明する。

【0024】

例 2

通常の厚さ及び約 99.99 % 純度を有するタンタル板を、上記のようにかつ図 1 に説明されているように、本発明の好ましい実施態様の方法により製造した。約 8 " 直径のタ

50

ンタルインゴットを、インゴット直径約 1 . 5 ~ 3 倍の加工物に切断した。加工物を、当初の長さの約 4 0 % にアプセット鍛造し、かつ約 1 3 7 0 にアニールした。次に、加工物をおよそ当初の 8 " 直径にドロバック鍛造し、当初の長さの約 4 0 % に再アプセットし、約 7 . 2 5 " 直径にドロバックし、かつ約 1 0 6 5 の雰囲気アニールした。加工物を、約 4 " 厚さのシートバーに側部鍛造し、約 0 . 5 0 0 " 厚さの板にクロスローリングし、かつ約 1 0 6 5 の雰囲気アニールした。生じる板は、直線切片 3 0 μ m の平均粒度及び図 5 及び 6 に説明されているようにバンディングなしで均一な集合組織を有していた。

【 0 0 2 5 】

例 3

タンタル板を例 2 と同じ方法により製造したが、9 9 . 9 9 9 % 純度のタンタルインゴットを用いた。生じる板は、直線切片 3 5 μ m の平均粒度を有し、かつ集合組織はバンディングなしで均一である。

【 0 0 2 6 】

例 4

例 2 と同じ方法を適用して実行可能であるが、しかし 9 9 . 9 9 9 % 純度のタンタルインゴット及び約 8 7 5 のより低い最終的なアニーリング温度を用いた。生じる板は、より低いアニーリング温度及び低い水準の不純物のために、直線切片 1 5 μ m の平均粒度を有していた。均一な集合組織は予期される、それというのも例 2 の方法は、実質的に同じ材料を用いてバンディングなしで集合組織を証明したからである。

【 0 0 2 7 】

例 5

例 2 と同じ方法を適用して実行可能であるが、しかし 9 9 . 9 9 9 % 純度のタンタルインゴットを用い、かつ圧延された厚さが約 0 . 8 0 0 " であった。生じる板は直線切片 3 8 μ m の平均粒度を有していた。集合組織は、バンディングなしで均一であることが予期される、それというのも、好ましい発明は、圧延の間に導入されたひずみが通常より低い場合でさえ集合組織均一性を保証するからである。

【 0 0 2 8 】

例 6

例 2 と同じ方法を適用して実行可能であるが、しかし 9 9 . 9 9 % 純度のニオブインゴットを用いた。0 . 5 0 0 " 厚さのニオブ板は、直線切片 3 0 μ m の平均粒度及びタンタルの比較可能な結果を基礎としてバンディングなしで均一な集合組織を有することが予期される。ニオブ板は、タンタル板に類似して実施することが予期される、それというのもそれらの物理的性質は類似であるからである。

【 0 0 2 9 】

例 7

選択的な実施態様は、アプセット - ドロバック鍛造する操作方法を、Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) の十分公知の方法と置き換える ; 例えば米国特許 5,400,633、5,513,512、5,600,989 及び米国特許出願公開 2001/0001401、2001/0054457、2002/0000272、及び Segal 他 の 2002/0007880 参照。E C A E 法は、タンタル 9 9 . 9 9 % 純度を用いて、4 回の C - タイプパス、8 0 0 でのアニール、4 回の C - タイプパス、及び 8 0 0 でのアニールを含む。生じる生成物は直線切片 8 μ m の平均粒度を有する。

【 0 0 3 0 】

ミクロ構造、例えば、粒度及び集合組織の均一性は、図 5 及び 6 に示されており、図 7 に示されているように (非ランダム分布を有する不等質性)、先行技術が有するよりも、粒子配向が改善されていた (類似のランダム分布の均質なパターン)。均一性を説明する他の方法は、フッ化水素酸を含有している酸溶液中でエッチングすることにより現れる板表面のマクロ構造を試験することによる。改善された方法は、図 8 に示された先行技術の方法に対比して図 9 に説明されている。

【 0 0 3 1 】

10

20

30

40

50

均一な集合組織の結果として、図 2 に説明されているように使用されたスパッタリング用ターゲットの表面は、図 3 及び 4 に説明された先行技術により製造されたターゲットに共通の、粗大粒子により引き起こされた小斑点のついた外観又は縞状の集合組織により引き起こされた渦を巻いているパターンに対比して、均一な外観を有する。特に、集合組織は、板の全域で均一であり、かつ板内部に優先方向、例えば主に $\{100\}$ 又は $\{111\}$ を有さず、板の中心から板のエッジへの厚さを通して均一である。均一な集合組織は、 $\{100\}$ 及び $\{111\}$ 結晶学的配向の実質的に一定の混合物である。板（厚さに対して直交又は対角）の任意の与えられた平面中の $\{100\}$ 及び $\{111\}$ 結晶学的配向の分布は、そのような平面の表面の全域で 30 パーセント未満で変化し、かつ任意の厚さの全域の変化は 30 パーセント未満である。0.5" 未満の厚さの板は、主に $\{111\}$ からなり、かつ少なくとも 0.5" の厚さの板は、主に $\{100\}$ からなる。付加的に、図 2 は、先行技術の方法に固有の粗く粉砕された材料を説明する。

10

【0032】

また、均一な集合組織は、試験方法 ASTM E112 について測定される場合に微細な粒度、典型的には ASTM 7 ~ 8.8 と組み合わせられる。本発明は、これらの望ましい性質を有して製造されるべき少なくとも 0.8" までの厚さの板を提供する。先行技術において、集合組織及び粒度の均一性、及び粒子の微細度は、約 0.5" を上回る厚さと共に低下した。

【0033】

第一のアプセット - 鍛造操作後の第一の中間のアニールの導入は、その後の機械加工操作におけるかなり低下した材料が割れる傾向をもたらす。それは、その後の鍛造操作のための材料を加熱する必要も取り除く。

20

【0034】

それぞれのタンタル及びニオブへの参照は、タンタル - ニオブ合金並びにそれぞれの他の合金を含めたその合金、並びにそれぞれと他の材料との積層物及び他の複合材料を含む。本発明は、これらの金属及び誘導体（例えば酸化物）の形及び使用並びにそれらを製造する方法に適用する。板又は金属の他の形の使用は、スパッタリング用ターゲットの使用法を含むが、しかし化学的、医学的、電気的、高温耐性用途のための板の直接使用（炉部材、宇宙空間ホイール、タービンプレード）も含むことができる。

【0035】

30

ところで、他の実施態様、修正、詳細、及び使用が、後者及び前記の開示の精神と及び等価物の原則を含めて特許法に従って解釈される次の特許請求の範囲によってのみ制限されるこの特許の範囲内で一致されうことは当業者には明らかである。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【図 1】本発明の好ましい実施態様の方法を示すフローチャート。

【0037】

【図 2】図 1 の方法により製造されたタンタルターゲットの写真。

【0038】

【図 3】粗く粉砕されたか又は縞状の集合組織材料を用いて製造された使用されたタンタルターゲットの類似の写真。

40

【0039】

【図 4】粗く粉砕されたか又は縞状の集合組織材料を用いて製造された使用されたタンタルターゲットの類似の写真。

【0040】

【図 5】本発明による通常の方法に関して各粒子の配向を示しているターゲットの部分断面図の画像顕微鏡写真中の粒子配向を説明している拡大写真（400 μm スケール - バー）。

【0041】

【図 6】本発明による内部平面方向に関して各粒子の配向を示しているターゲットの部分

50

断面図の画像顕微鏡写真中の粒子配向を説明している拡大写真（400 μm スケール - バ）。

【0042】

【図7】先行技術による通常の方法に関して各粒子の配向を示しているターゲットの部分断面図の画像顕微鏡写真中の粒子配向を説明している拡大写真（500 μm スケール - バ）。

【0043】

【図8】表面集合組織の不均一性を説明している公知先行技術の方法により形成された板のマクロ - エッチングされた表面を説明している写真。

【0044】

【図9】表面集合組織の均一性を説明している本発明により形成された板のマクロ - エッチングされた表面を説明している写真。

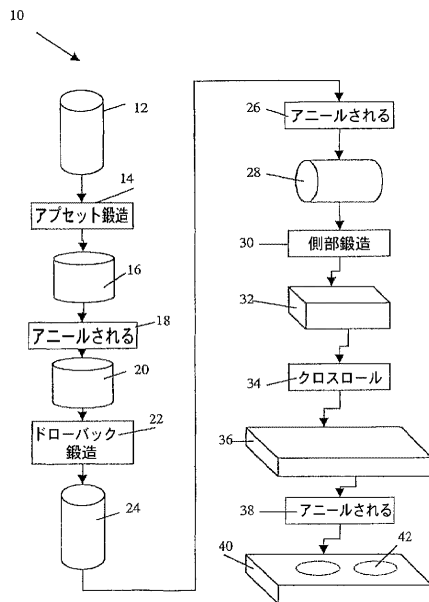
【符号の説明】

【0045】

10 段階、 12 最初の加工物、 14 第一の鍛造操作、 16 第一の鍛造された加工物、 18 段階、 20 第二の加工物、 22 第二の鍛造操作、 24 第三の加工物、 26 段階、 28 第四の加工物、 30 第三の鍛造操作、 32 シートバー、 34 クロスローリング、 36 板、 38 段階、 40 板、 42 形状

10

【図1】



【図2】

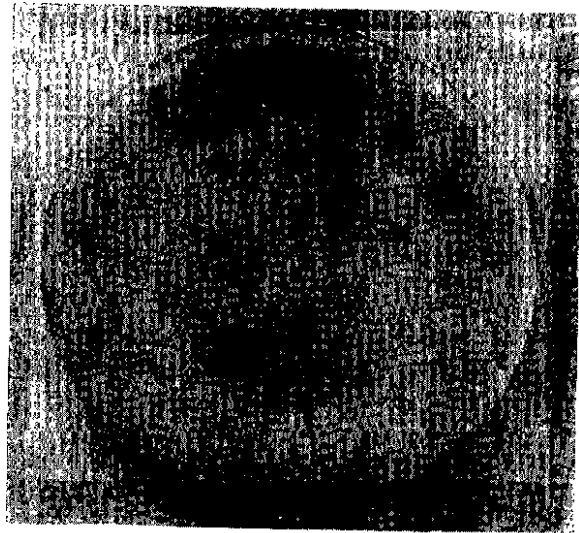


FIG. 2

【図 3】

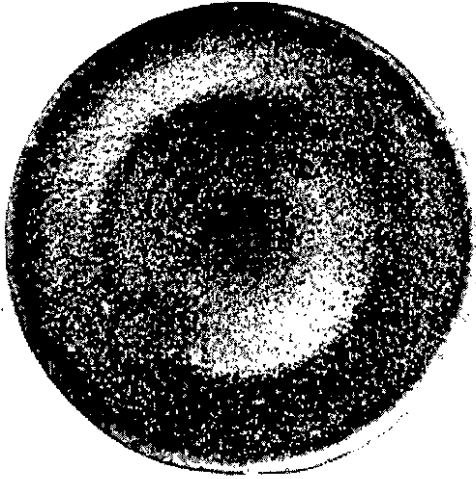


FIG. 3

【図 4】

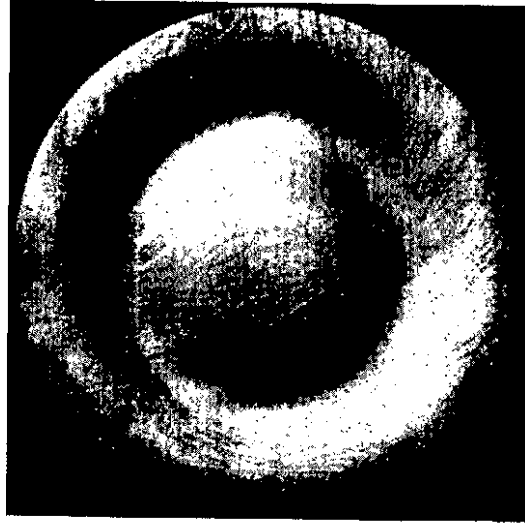


FIG. 4

【図 5】

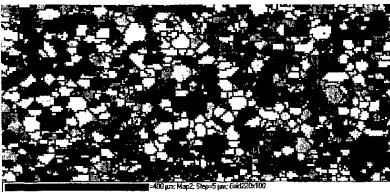


FIG. 5

【図 6】

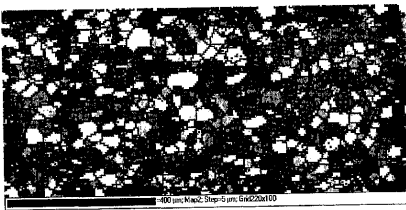


FIG. 6

【図 7】

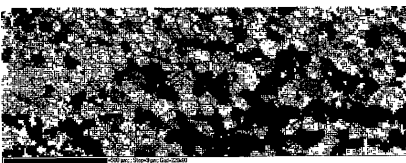


FIG. 7

【図 8】



FIG. 8

【図 9】

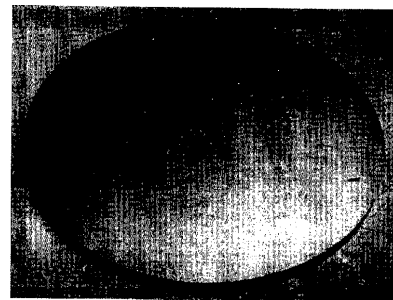


FIG. 9

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

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

(74)代理人 100099483

弁理士 久野 琢也

(74)代理人 100114890

弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト

(72)発明者 ピーター アール ジェブソン

アメリカ合衆国 マサチューセッツ ニューベリー マーシュ アヴェニュー 2 1

(72)発明者 ヘニング ウーレンフォート

アメリカ合衆国 マサチューセッツ ケンブリッジ フランクリン ストリート 5 6 6 アパートメント 3

(72)発明者 ブラッパハット クマー

アメリカ合衆国 マサチューセッツ フラミンガム パインウッド ドライヴ 3 1

審査官 蛭田 敦

(56)参考文献 特開平 1 1 - 0 8 0 9 4 2 (J P , A)

特開平 0 6 - 2 6 4 2 3 3 (J P , A)

特開 2 0 0 0 - 2 3 4 1 6 7 (J P , A)

特開平 1 0 - 2 4 5 6 7 0 (J P , A)

特開平 0 4 - 0 0 9 4 6 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C22F 1/00 ~ 1/18

C22C 27/00 ~ 27/06

C23C 14/00 ~ 14/58