

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2007-521140
(P2007-521140A)

(43) 公表日 平成19年8月2日(2007.8.2)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 2 1 B 3/00 (2006.01)	B 2 1 B 3/00 L	4 E 0 0 2
C 2 3 C 14/34 (2006.01)	C 2 3 C 14/34 A	4 K 0 2 9
C 2 2 F 1/08 (2006.01)	C 2 2 F 1/08 A	
C 2 2 F 1/18 (2006.01)	C 2 2 F 1/18 G	
B 2 1 B 1/38 (2006.01)	C 2 2 F 1/18 F	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 71 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2006-547211 (P2006-547211)
 (86) (22) 出願日 平成16年12月20日 (2004.12.20)
 (85) 翻訳文提出日 平成18年8月14日 (2006.8.14)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2004/042734
 (87) 国際公開番号 W02005/064037
 (87) 国際公開日 平成17年7月14日 (2005.7.14)
 (31) 優先権主張番号 60/531, 813
 (32) 優先日 平成15年12月22日 (2003.12.22)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

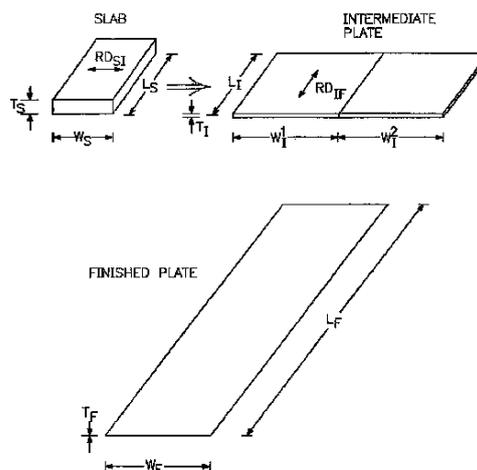
(71) 出願人 391010758
 キャボット コーポレイション
 CABOT CORPORATION
 アメリカ合衆国, マサチューセッツ 02
 210-2019, ボストン, トゥー シ
 ーポート レーン, スイート 1300
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100111903
 弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高い完全度のスパッタリングターゲット材料及びそれを大量に製造する方法

(57) 【要約】

金属プレート、並びにスパッタリングターゲット、を作る方法が記載される。さらに、本発明のプロセスで作られた製品がさらに記述される。本発明は好ましくは、金属製品の表面の大理石模様を減少させた又は最小にしたいろいろな利点がある製品を提供する。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

スパッタリングターゲットを作る方法であって：

少なくとも一つの金属を含むスラブを用意する工程；

前記スラブに第一の圧延を行って中間プレートを形成する工程、前記第一の圧延工程は複数の圧延パスを含む；

前記中間プレートを複数のサブロット・プレートに分割する工程；

少なくとも一つの前記サブロット・プレートに第二の圧延を行って金属プレートを形成する工程、前記第二の圧延工程は複数の圧延パスを含み、前記第二の圧延工程の各圧延パスは約0.2以上の真歪圧下率を付与する；

を含む方法。

10

【請求項 2】

前記第二の圧延工程によって付与される真歪圧下率が前記第一の圧延工程によって付与される真歪圧下率の約0.25倍～約2.0倍であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第二の圧延工程によって付与される真歪圧下率が前記第一の圧延工程によって付与される真歪圧下率の約0.5倍～約1.5倍であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記第一の圧延工程が圧延機ギャップ設定の変化によって定められる圧延スケジュールを含むことを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 5】

前記第二の圧延工程の最終圧延パスが、他の圧延パスによって付与される真歪圧下率と同等以上の真歪圧下率を付与することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記少なくとも一つの金属がニオブ、タンタル、又はそれらの合金であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

前記少なくとも一つの金属が銅、チタン、又はそれらの合金であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

さらに、前記スラブを焼鈍する工程を含む請求項 1 に記載の方法。

30

【請求項 9】

前記焼鈍する工程が真空又は不活性条件の下で約70 ～ 約1500 の温度で約30分間～約24時間行われることを特徴とする請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

さらに、前記スラブに約0.02インチ以内で平坦である二つの対向する圧延表面を付与する工程を含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 11】

前記スラブが電子ビーム溶解及び鑄造によって形成されることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

40

【請求項 12】

前記スラブがインゴットを鍛造することによって形成されることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

前記スラブが、約3～約6インチの厚さ、約9～約11インチの幅、及び18～約48インチの長さを有することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

前記中間プレートが約0.75～約1.5インチの厚さを有することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 15】

50

前記中間プレートが前記スラブの長さよりも約10%以下大きな長さを有することを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項16】

さらに、前記中間プレートを焼鈍する工程を含む請求項1に記載の方法。

【請求項17】

前記焼鈍する工程が真空又は不活性条件の下で約70～約1500の温度で約30分間～約24時間行われることを特徴とする請求項16に記載の方法。

【請求項18】

前記第二の圧延工程の前記圧延パスの少なくとも一つは前記第一の圧延工程の前記圧延パスの少なくとも一つに対して横断方向であることを特徴とする請求項1に記載の方法。

10

【請求項19】

前記第二の圧延工程の前記圧延パスが多方向的であることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項20】

請求項1に記載の方法によって形成された金属プレート。

【請求項21】

前記バルブ金属プレートの平均粒径が20ミクロン以下であることを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項22】

前記バルブ金属プレートの平均粒径が18ミクロン以下であることを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

20

【請求項23】

前記バルブ金属プレートの平均粒径が15ミクロン以下であることを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項24】

結晶粒の95%が100ミクロン未満の直径を有することを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項25】

結晶粒の99%が100ミクロン未満の直径を有することを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

30

【請求項26】

結晶粒の95%が50ミクロン未満の直径を有することを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項27】

結晶粒の99%が50ミクロン未満の直径を有することを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項28】

結晶粒の95%が25ミクロン未満の直径を有することを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項29】

結晶粒の99%が25ミクロン未満の直径を有することを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

40

【請求項30】

前記バルブ金属プレートが実質的に表面の大理石模様を含まないことを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項31】

スパッター又は化学的侵食後、表面積の75%未満が光沢斑点を含むことを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

【請求項32】

スパッター又は化学的侵食後、表面積の50%未満が光沢斑点を含むことを特徴とする請

50

求項 20 に記載の金属プレート。

【請求項 33】

スパッター又は化学的侵食後、表面積の25%未満が光沢斑点を含むことを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

【請求項 34】

スパッター又は化学的侵食後、表面積の10%未満が光沢斑点を含むことを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

【請求項 35】

スパッター又は化学的侵食後、表面積の5%未満が光沢斑点を含むことを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

10

【請求項 36】

スパッター又は化学的侵食後、表面積の1%未満が光沢斑点を含むことを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

【請求項 37】

前記バルブ金属プレートが実質的に集合組織バンドを含まない集合組織を有することを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

【請求項 38】

前記バルブ金属プレートがその厚さ全体にわたって一様な集合組織を有することを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

【請求項 39】

前記バルブ金属プレートが、表面に一次(111)、一次(100)、又は混合(111)(100)集合組織を、及び/又はその厚さ全体にわたって転置一次(111)、転置一次(100)、又は混合転置(111)(100)を有することを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート。

20

【請求項 40】

該プレートの厚さにわたって測定される極点方位の全体的変化()が：

基準極点方位を選ぶ工程；

厚さを有する前記プレート又はその一部分の断面を走査オリエンテーション・イメージ顕微鏡によって小刻みに走査して前記厚さの全体にわたって小刻みに多数の結晶粒の実際の極点方位を得る工程；

前記基準極点方位と前記プレート又はその一部分の多数の結晶粒の実際の極点方位との方位の差を決定する工程；

30

前記厚さ全体にわたって測定された各結晶粒において前記基準極点方位からの方位のずれの値を割り当てる工程；

前記厚さ全体にわたって測定された各刻みの平均的な方位のずれを決定する工程；及び

前記厚さ全体にわたって測定された各刻みの前記平均的な方位のずれの二次微分を決定することによって集合組織バンドを得る工程；

によって測定して、50/mm未満であることを特徴とする請求項 20 に記載の金属プレート

【請求項 41】

該極点方位の全体的変化()が25/mm未満であることを特徴とする請求項 40 に記載の金属プレート。

40

【請求項 42】

該極点方位の全体的変化()が10/mm未満であることを特徴とする請求項 40 に記載の金属プレート。

【請求項 43】

該プレートの厚さにわたって測定された該極点方位の全体的変化()が5/mm未満であることを特徴とする請求項 40 に記載の金属プレート。

【請求項 44】

該プレートの厚さにわたって測定される集合組織屈曲のスカラー強度()が：

基準極点方位を選ぶ工程；

50

前記プレート又は厚さを有するその部分の断面を走査オリエンテーション・イメージ顕微鏡によって小刻みに走査して前記厚さの全体にわたって小刻みに多数の結晶粒の実際の極点方位を得る工程；

前記基準極点方位と前記プレート又はその部分の多数の結晶粒の実際の極点方位との方位の差を決定する工程；

前記厚さ全体にわたって測定された各結晶粒において前記基準極点方位からの方位のずれの値を割り当てる工程；

前記厚さ全体にわたって測定された各刻みの平均的な方位のずれを決定する工程；及び前記厚さにわたって測定された各刻みの前記平均的な方位のずれの二次微分を決定することによって集合組織バンドを得る工程；

によって測定して、5/mm未満であることを特徴とする請求項20に記載の金属プレート。

10

【請求項45】

該集合組織屈曲のスカラー強度（ ）が4/mm未満であることを特徴とする請求項44に記載の金属プレート。

【請求項46】

該集合組織屈曲のスカラー強度（ ）が2/mm未満であることを特徴とする請求項44に記載の金属プレート。

【請求項47】

該集合組織屈曲のスカラー強度（ ）が1/mm未満であることを特徴とする請求項44に記載の金属プレート。

20

【請求項48】

請求項20に記載の金属プレートから成形されるスパッタリング・コンポーネント。

【請求項49】

成形する工程が、スピン成形、剪断成形、フロー成形、深絞り、又はハイドロフォーミングを含むことを特徴とする請求項20に記載のスパッタリング・コンポーネント。

【請求項50】

前記スパッタリング・コンポーネントが20ミクロン以下の平均粒径を有することを特徴とする請求項40に記載のスパッタリング・コンポーネント。

【請求項51】

前記スパッタリング・コンポーネントが20ミクロン以下の平均粒径を有し、前記スパッタリング・コンポーネントの成形後に焼鈍されないことを特徴とする請求項20に記載のスパッタリング・コンポーネント。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本出願は、35 U.S.C. § 119(e)の下で、以前の2003年12月22日に出願された米国特許仮出願No. 60/531,813の優先権を主張するものであり、同仮出願は参照によってその全体が本明細書に組み込まれる。

【0002】

本発明は、金属のビレット、スラブ、ロッド、及びスパッターターゲットに関する。詳しくは、本発明は、一様な細かい結晶粒サイズの、均一なマイクロ組織を有し表面大理石模様がない、スパッターターゲット及びその他の物体を作るために有用な金属を製造する方法に関する。

40

【背景技術】

【0003】

タンタルは、先端的な集積回路マイクロエレクトロニクス・デバイスで用いられる銅配線に対する主要な拡散バリア材料として浮上してきた。このようなマイクロエレクトロニクス・デバイスの製造シーケンスで、タンタル又はタンタル窒化物のバリア・フィルムが物理的蒸気デポジション（PVD）によってデポジットされる。これは高エネルギー・プラズマによって供給源材料（“スパッタリングターゲット”と呼ばれる）が侵食される十分

50

に確立されたプロセスである。スパッタリングターゲットをプラズマ・イオンが打撃しその結晶格子に貫入することによってスパッタリングターゲットの表面から原子がはじき出され、それが基板の上にデポジットされる。スパッター・デポジットされたフィルムの質は、多くの因子によって影響される、例えばスパッタリングターゲットの化学組成および金属学的均一性によって影響される。

【0004】

近年、研究は、タンタル・スパッタリングターゲット材料の純度を高め、粒径を小さくし、集合組織をコントロールするプロセスを開発することに焦点を合わせてきた。例えば、米国特許No. 6,348,113 (Michaluk et al.)及び米国特許出願Nos. 2002/0157736 (Michaluk)及び2003/0019746 (Ford et al.)は、それぞれ参照によって本明細書に組み込まれるが、変形及びアニーリング作業の特定組み合わせによってタンタル材料又はタンタル・スパッタリングターゲットコンポーネントにおいて精選された粒径及び/又は好ましいオリエンテーションを達成する金属加工プロセスを記載している。引用した各文献は、ただ一つ又は少数のタンタル・スパッタリングターゲット又はコンポーネントを製造するのに適したプロセス方法を詳しく述べている；特に、文献はタンタルのバッチ処理に関する。小さなワークピースからスパッタリングターゲットコンポーネントを製造する利点をいくつかあげると、小さな粉砕機やプレスを用いて冷間加工を行うことができること、材料をワークステーション内部又はステーション間で容易に移動させ取り扱うことができること、及び仕上りのパーツの寸法を一貫した変形作業を用いてきっちりとコントロールできること、などである。しかし、少量製造プロセスの欠点として、人件費や設備資本を含む変動するコストがどうしても高くなるということがある。

10

20

【0005】

ミクロ組織と集合組織が均一である高純度タンタル・スパッタリングターゲットを大きなロットで大量に製造するために適した方法が米国特許No. 6,348,113 (Michaluk et al.)に記載されている。大量製造プロセスはバッチ・プロセスに比べてコスト面で著しく有利であるが、標準化された反復可能な変形シーケンスのために、しばしばきっちりとした寸法許容誤差を達成することができない。高純度タンタル・インゴットと圧延された重いスラブの機械的な応答性は、その大きな不均一な結晶粒組織のためにきわめて変動しやすい。高純度タンタルの重いスラブに対して予め定められた一貫した圧下スケジュールを実行すると、各圧下パスによる板厚に開きを生じ、最終的にゲージが過大にばらついている板製品を生ずることがある。このような挙動のため、重いスラブからタンタル・プレート

30

【0006】

を圧延する通常の方法は、プレートの幅とゲージによってミル・ロールのギャップを一定量減らし、軽い仕上げパスを加えて、目標厚さの普通は約 $\pm 10\%$ というゲージ許容誤差を達成するというものである。

圧延理論は、コンポーネントの厚さ全体にわたって歪を一様に分布させるためには、圧延パスあたり大きな圧下率が必要であり、それが均一な焼鈍応答を達成し、仕上がりプレートで細かい一様なミクロ組織を達成するために有利であると教えている。大きなタンタル・スラブをプレートに加工するとき大きな圧下率を取りうる能力を妨げる第一の因子はスケールである。すなわち、大きな圧下率（例えば、真歪圧下率）は、圧延機が扱えるよりも大きなバイト（bite：噛込み）を必要とすることがある。これは特に、スラブ又はプレートの厚さが最大である圧延の開始時にあてはまる。例えば、4"の厚さのスラブで0.2の真歪を達成するためには0.725"の圧下率パスが必要である。このような大きなバイトを取るために必要な分離力は、通常の生産用圧延機の能力を超えるであろう。反対に、0.4"の厚さのスラブで0.2の真歪圧下率を達成する場合は僅か0.073"の圧下となり、これは多くの製造機械の能力の範囲に十分収まる。タンタルの圧下率に影響を及ぼす第二の因子はプレート幅である。与えられたパスあたりの圧延ギャップ、プレート・ゲージ、及び圧延機で、幅の広いプレートは狭いプレートよりも圧延パスあたりの圧下量が小さくなる。

40

【0007】

50

大きなタンタルの加工は、スラブをプレートに圧下するのに大きな圧下率だけに頼ることができないので、歪はプレートの厚さ全体にわたって様に分布し難い。その結果、製品は焼鈍に対して均等に応答せず、それは文献で報告されているタンタル・プレートにおける不連続なミクロ組織と集合組織の存在によって明らかである（例えば、Michaluk et al. “ 離散的な方位と粒径とタンタルのスプッター・デポジション性質の関係 ” , JEM, January, 2002; Michaluk et al., “ タンタル101; タンタルの経済学とテクノロジー ” , Semiconductor Inter., July, 2000, どちらも参照によって本明細書に組み込まれる）。焼鈍されたタンタル・プレートの金属学的及び集合組織的な均一性は、米国特許No. 6,348,113に教示されているように、中間焼鈍処理をプロセスに組み込むことによって高められる。しかし、タンタル・プレートの加工で一つ以上の中間処理を組み込むことは、最終製品に付与される全歪も減少させる。それはさらに、プレートの焼鈍応答を減少させ、タンタル製品において細かい平均粒径が得られる度合いを制限する。

10

【0008】

本発明者たちは、大きなタンタルの機械的応答のばらつきは冷間加工の量を増加させると減少すると予期されると考えている。変形加工は大きなタンタル・インゴットまたは圧延スラブに存在する大結晶粒組織を破壊するように働き、それにより高純度タンタルの機械的性質のロット内部のばらつきもロット間の変動もタンタルのゲージが冷間圧延で減少するにつれて収斂するであろう。したがって、本発明者たちは、タンタルの圧延においてそれを超えると機械的応答のばらつきが十分に減少するという臨界変形点（CDP）を見出した。さらに、タンタルの多量生産（high-volume production）で用いられるすべての圧延スラブの出発点寸法はきちりとコントロールされるので、CDPは圧延されたプレートの特定ゲージと相関するであろう。CDPを超えて圧延されたすべての生産材料の応答は一貫性（consistent）があり予測可能であると考えられる。

20

【0009】

タンタルにおける大理石模様組織の存在又は発生は、タンタル・スプッターリングターゲット材料及びコンポーネントの性能と信頼性にとって有害であると見なされてきた。タンタル及びその他の材料で二つの異なるタイプの大理石模様：すなわち、侵食されたタンタルターゲット又はコンポーネントのスプッターされた表面に見られる大理石模様、及びタンタルターゲット又はコンポーネントの製造されたときの表面の回りに見られる大理石模様、が見られるということがごく最近になって本発明者たちによって見出された。侵食されたタンタル・スプッターリングターゲットでは、大理石模様は、マトリックス材料（多数の面を有するスプッター侵食された粒によって作られる）のつや消し仕上げのまわりの露出した耐スプッター性（100）集合組織バンド（光沢がある領域として現れる）の混合で形成される。スプッター侵食された表面の大理石模様を生ずる傾向は、米国特許No. 6,348,113に記載されているように、タンタルターゲットの厚さ全体にわたって均一な集合組織を有するように処理されたタンタル・スプッターリングターゲット又はコンポーネントで、極小になるか又は消失する。タンタル・スプッターリングターゲット材料又はコンポーネントの集合組織均一性を定量化する分析方法は、米国特許No. 6,462,339（Michaluk et al.）に記載されており、これは参照によって本明細書に組み込まれる。バンド形成を定量化する別の分析方法は、2004年2月18日に出願された米国特許出願No. 60/545,617に記載されており、これも参照によって本明細書に組み込まれる。

30

40

【0010】

加工されたタンタル材料又はスプッターリング・コンポーネントの製造されたときの表面に見られる表面の大理石模様は、軽いスプッターリング（例えば、burn-throughトリアル）又はフッ化水素酸、濃アルキライド（alkylide）、又は発煙硫酸、及び/又は硫酸を含む溶液、又はその他の適当なエッチング溶液における化学的エッチングによって解消させることができる。焼鈍されたタンタル・プレートでは、表面の大理石模様は大きな、孤立したパッチ、及び/又は変色した領域のネットワークとして酸でクリーニングされた圧延された表面に現れる。本発明者たちは、また、タンタルの大理石模様のある表面は、各表面から約0.025”の材料を機械処理（milling）又はエッチングすることによって除去でき

50

るということを明らかにした：しかし、表面の大理石模様を除去するこのやり方は経済的に望ましいものではない。技術の現状は、タンタルにおける表面の大理石模様を問題にしてもいないし、この現象を減少させる、又は消失させる手段を教示してもいない。

【0011】

したがって、実質的に表面大理石模様がないタンタル（又はその他の金属）スパッタリングターゲット材料又はコンポーネントを製造することが必要とされている。さらに、実質的に表面大理石模様がないスパッタリングターゲットがえられる大量生産に適した製造プロセスに対するニーズも存在する。

【発明の開示】

【0012】

したがって、本発明の特徴は、実質的に表面大理石模様がないバルブ金属（又はその他の金属）材料又はスパッタリング・コンポーネントを提供することである。

【0013】

本発明の別の特徴は、平均粒径が約20ミクロン以下である細かい、均一なミクロ組織を有し、金属材料又はスパッタリング・コンポーネントの厚さ全体にわたって一様な集合組織を有する大量（bulk quantities）の金属材料又はスパッタリング・コンポーネントを製造するプロセスを提供することである。

【0014】

本発明の別の特徴は、製品のある生産ロット内で一貫した（consistent）化学的、金属学的、及び集合組織的な性質を有する大量の金属材料又はスパッタリング・コンポーネントを製造するプロセスを提供することである。

【0015】

本発明の別の特徴は、製品の複数生産ロットの間で一貫した（consistent）化学的、金属学的、及び集合組織的な性質を有する大量の金属材料又はスパッタリング・コンポーネントを製造するプロセスを提供することである。

【0016】

本発明の別の特徴は、製品の複数生産ロット内で一貫した（consistent）化学的、金属学的、及び集合組織的な性質を有する大量の金属（例えば、タンタル）材料又はスパッタリング・コンポーネントを製造するプロセスを提供することである。

【0017】

本発明のその他の特徴は、Ford, 米国特許出願公開No. 2003/0019746（これは参照によって全体が本明細書に組み込まれる）に記載されているような、スパッタリング・コンポーネント又はスパッタリングターゲットを含むコンポーネントを形成するのに適したミクロ組織及び集合組織的な性質を有する金属（例えば、タンタル）材料を提供することである。

【0018】

本発明のその他の特徴は、成形されたスパッタリング・コンポーネント及びスパッタリングターゲットを含む成形された金属（例えば、タンタル）コンポーネントであって、平均粒径が約20ミクロン以下の細かい均一なミクロ組織を有し、成形されたコンポーネント、スパッタリング・コンポーネント、又はスパッタリングターゲットの厚さ全体にわたって一様な集合組織を有し、未成形金属材料の金属学的及び集合組織的な属性を十分に保持しており成形後コンポーネントを焼鈍する必要がない成形された金属（例えば、タンタル）コンポーネントを提供することである。

【0019】

本発明のその他の特徴及び利点は、以下の記述から明らかになる、又は本発明の実施によって知ることができる。本発明の目的及びその他の利点は、以下の記述と添付された特許請求の範囲において具体的に指摘される要素と組み合わせによって実現され達成されるであろう。

【0020】

これらの利点及びその他の利点を実現するため、そして本明細書において具体化され広

10

20

30

40

50

く説明される本発明の目的に従って、本発明はスパッタリングターゲットを作る方法に関する。この方法は、少なくとも一つの金属（例えば、少なくとも一つのバルブ金属）を含むスラブを用意する工程とスラブを中間プレートに成形する第一の圧延を行う工程を含み、第一の圧延工程は一回以上の圧延パスを含む。この方法はさらに、中間プレートを複数のサブロット・プレートに分割する工程、及び少なくとも一つのサブロット・プレートを金属プレートに成形する第二の圧延を行う工程を含み、第二の圧延工程は一回以上の圧延パスを含み、第二の圧延工程の圧延パスの各々は約0.2よりも大きい真歪圧下率を付与する。本発明はさらに、このプロセスから作られる製品、スパッターターゲット及びその他のコンポーネントを含む製品に関する。圧延工程は、冷間圧延、温間圧延、又は熱間圧延工程があり得る。

10

【0021】

前記の一般的な記述と以下の詳細な記述は、どちらも例示的な説明的な性格のものであって、特許請求の範囲に示された本発明を詳しく説明することを意図していることはいうまでもない。

【0022】

本出願に組み込まれてその一部を成す添付図面は、本発明のいくつかの実施形態を図示し、以下の説明と合わせて本発明の原理を説明するのに役立つ。

本発明の詳細な説明

【0023】

本発明は、薄膜分野を含むいくつかのテクノロジーで有用な方法及び金属製品（例えば、スパッターターゲット及びその他のコンポーネント、そのようなターゲットへのパーフォーム、など）に関する。部分的に、本発明は、望ましい特性（例えば、集合組織、粒径、など）を有する金属材料を調製する方法に関し、さらに、製品自体に関する。詳しくは、工程ターゲットを作る方法が記載され、少なくとも一つの金属を含むスラブを用意する工程を含む。このスラブに対して、中間プレートを成形する第一の圧延工程が行われ、この第一の圧延工程は複数の圧延パスを含むことができる。この方法はさらに、中間プレートを複数のサブロット・プレートに分割する工程；及び一つ以上のサブロット・プレートに対して第二の圧延を行って金属プレートを成形する工程を含み、この第二の圧延工程は複数の圧延パスを含むことができ、第二の圧延工程の各圧延パスは約0.1以上の真歪圧下率、さらに好ましくは約0.15以上、さらにより好ましくは約0.2以上の真歪圧下率、を付与する。第二の圧延工程の最終圧延パスは、他の圧延パスによって付与されると同等以上の真歪圧下率を付与することができる。第二の圧延工程の圧延パスの少なくとも一つは、第一の圧延工程の圧延パスの少なくとも一つに対して横断方向に行うことができる。第二の圧延工程の圧延パスは多方向性であってもよい。圧延工程は冷間圧延、又は温間圧延、又は熱間圧延、またはこれらの圧延工程のいろいろな組み合わせがあり得る。真歪の定義は $e = \ln(t_i/t_f)$ である、ここで e は真歪又は真歪圧下率、 t_i はプレートの初期厚さ、 t_f はプレートの最終厚さ、そして \ln はこの比の自然対数である。

20

30

【0024】

さらに、本発明は、複数のスパッタリングターゲットブランク又はコンポーネントを生産するのに十分なサイズの高純度タンタル・プレート（又は他のタイプの金属プレート）を製造する方法に関する。好ましくは、その金属（例えば、タンタル）は細かい一様なミクロ組織を有する。例えば、その金属、例えばバルブ金属、の平均粒径は約20ミクロン以下、例えば18ミクロン以下、又は15ミクロン以下、であり、その集合組織は（100）集合組織バンドを実質的に含まない。本発明の目的には、本明細書の全体にわたってタンタル金属が厳密に説明のために論じられるが、本発明は、他のバルブ金属やその他の金属を含めて他の金属にも同様に適用できることは認識されている。

40

【0025】

この方法は、タンタル・インゴットを変形処理（deformation processing）に適当な長方形形態に処理する工程を含む。インゴットは商業的に入手できる。インゴットは、参照によって本明細書に組み込まれるMichaluk et al.の米国特許No. 6,348,113の教示に従っ

50

て調製することができる。この方法はまた、高純度タンタル金属を変形処理に適した形に直接鑄造する工程を含むこともできる。長方形形態はまた、適切な焼鈍応答を実現し大理石模様の表面形成を回避するために必要な量の加工（例えば、冷間加工）を処理の間に達成するために十分な厚さがなければならない。例えば5インチ×10.25インチで長さが30インチを超える寸法を有する長方形形態が適当であろう。長方形形態は、オプションとして一回以上保護的環境で熱処理して（例えば、焼鈍して）応力緩和、部分的再結晶、又は完全再結晶を達成することもできる。

【0026】

次に、長方形形態を処理して平坦で平行な圧延面を有する圧延スラブ又はバーを製造する。圧延面は、表面を汚染しない、又は表面に異物を埋め込まないような仕方で処理することが好ましい。平削り又はフライ・カッティング（fly cutting）などの機械加工方法が平坦で平行な圧延面を作るのに好ましい方法である。その他の方法、例えばblanchard研削やラッピング、を用いることもでき、その後のクリーニング作業、例えばていねいな酸洗浄、を用いて約0.001"をすべての表面から除去して埋め込まれた汚染物質を除去することができる。この時点で、厳密に一例としてであるが、加工されたスラブは厚さが約3～約6インチ、幅が約9～約11インチ、長さが約18～約48インチとなる。好ましくは、機械加工されたスラブは厚さが4.5インチ、幅が10.25インチ、長さが30インチであり、圧延表面を有し、好ましくは、二つの対向する圧延表面が0.020インチ以内で平坦である。本発明の目的にはその他の寸法も用いることができる。

【0027】

次に、加工されたスラブをクリーニングしてオイル及び/又は酸化物残渣など表面の上の異物を除去することができる。米国特許No.6,348,113に記載されているようなフッ化水素酸、硝酸、及び脱イオン水などの酸洗溶液で十分である。次にスラブは真空中又は不活性雰囲気中で700-1500 の間又は850-1500 の間の温度で約30分間～約24時間、さらに好ましくは約1050から約1300 までの間の温度で2-3時間、焼鈍して応力緩和、又は部分的又は完全な再結晶化を、過剰な非一様な結晶粒成長又は二次再結晶化なしに達成することができる。

【0028】

次に各スラブが圧延（例えば、冷間圧延、温間圧延、熱間圧延）されて、以下の規準に従って多数のスパッタリングターゲットブランクが得られる所望のゲージ及びサイズのプレートが製造される。スラブは圧延されて、スラブと所望の仕上がりプレートの間の厚さの中間プレートが形成される。例えば、中間プレートの厚さは、約0.75～約1.5インチとしてよい。中間プレートの厚さは、中間ゲージから仕上がりへの圧延で付与される真歪が、スラブから中間ゲージへの圧延で付与される全真歪が約0.1以上、好ましくは約0.15以上、又は0.2以上、例えば約0.25～約2.0、そして好ましくは約0.5～約1.5となるような厚さである。第二の圧延工程の最終圧延は、他の圧延パスによって付与される真歪圧下率以上の真歪圧下率を付与することができる。例えば、4.5"のスラブを厚さ0.360"の仕上がりプレートに冷間圧延することは、2.52という全真歪圧下率になる；厚さ1.125"の中間プレートから圧延された仕上がりプレートは、中間ゲージから仕上がりへの圧延で付与される真歪がスラブから中間プレートへの圧延で付与される真歪の0.63になる。同様に、厚さ0.950"の中間プレートから圧延された仕上がりプレートは、中間ゲージから仕上がりへの圧延で付与される真歪がスラブから中間プレートへの圧延で付与される真歪の0.442になる。本発明の目的には、本発明で記載される各圧延工程は、冷間圧延工程、温間圧延工程、又は熱間圧延工程であってよい。さらに、各圧延工程は、一回以上の圧延工程を含むことができ、ある特定工程で一回より多くの圧延工程が用いられる場合、多数の圧延工程は全部が冷間圧延工程、温間圧延工程、又は熱間圧延工程であっても、又はいろいろな冷間圧延、温間圧延、又は熱間圧延工程の混合であってもよい。これらの用語は当業者には公知である。冷間圧延は、普通、圧延の間は周囲温度以下であり、温間圧延は普通わずかに周囲温度より高く、例えば周囲温度よりも10 ～約25 高く、他方、熱感圧延は普通、周囲温度よりも25 以上高い。また、本発明の目的には、金属の加工前、又は金属の加

10

20

30

40

50

工（例えば、圧延など）後、金属材料は各加工工程で一回以上（例えば、1、2、3回以上）熱的に処理（例えば、焼鈍）することができる。この熱処理では、応力緩和、部分的再結晶、又は完全再結晶化を達成することができる。

【0029】

大きなスラブを中間プレートに圧延する工程では、中間プレートで一様な加工（work）を達成するために各圧延パスで強い歪の圧下率を取るとは実際的でないし、必要でもない。スラブを中間プレートに圧延する一つの目的は、コントロールされた反復可能なプロセスで中間形態を生成することである。中間形態は、十分なサイズで一つ以上のセクションにカットして、それを多数の工程ターゲットブランクが得られる十分なサイズの仕上がりプレートに圧延できるようにしなければならない。スラブから中間プレートへの圧下率がスラブからスラブに反復できるように、そしてスラブの側方への拡がりを限定してスラブからの製品の収率を最適にするように、プロセスをコントロールすることが好ましい。ワークピースの長さが許容できる限界を超えて拡がった場合、中間プレートをターゲットゲージ範囲に圧延し、同時に製品の収率を最適にするために必要な最小幅を達成することは困難になる。好ましくは、中間プレートの長さはスラブの長さよりも約10%大きい。

10

【0030】

スラブを中間プレートに圧延するプロセスは、各圧延パスあたり小さな圧下率を取ることから始まる。例えば、本明細書の表1～24を参照。スラブを中間プレートに圧延する圧延スケジュールをパスあたり所望の真歪圧下率を目標として定めることはできるが、このようなアプローチは、実行し、モニターし、合致を検証することが難しく時間がかかる。もっと好ましいアプローチは、圧延機のギャップ設定の変化によって定められる圧延スケジュールを用いてスラブを中間プレートに圧延することである。本明細書の表1～24を参照。このプロセスは、一又は二回の“サイジング・パス”を行って予め定められる圧延機ギャップ設定に到達することから始めて、次にこのギャップをパス毎に予め定められた量だけ減らしてゆく。圧延機ギャップ設定の各圧延パスでの変化は、一定に保持することも、順次増加させることも、又は小刻みに増加させることもできる。ワークピースの厚さが中間プレートの目標厚さに近づいたら、圧延機ギャップ設定の変更は、所望の中間プレートの幅及び厚さの範囲に到達するように圧延機オペレーターの指示に従って変更してもよい。

20

【0031】

スラブを中間プレートに圧延するとき、ワークピースの側方への拡がりの量を制限するように注意を払わなければならない。側方への拡がりは、平坦化（flattening）パスを取ることによって発生するので、平坦化パスの回数及び平坦化パスあたり付与される歪の量を最小にしなければならない。また、圧延機にワークピースに角度をつけて送り込むことを避けなければならない。押し込みバーを用いて圧延機にワークピースを送り込むことが望ましい。

30

【0032】

オプションとして、中間プレートを約700-1500 の間又は約850-1500 の間の温度で約30分間～約24時間、さらに好ましくは約1050から約1300 までの間の温度で1-3時間以上、焼鈍して応力緩和、又は部分的又は完全な再結晶化を、過剰な非一様な結晶粒成長又は二次再結晶化なしに達成することができる。別の時間及び温度を用いることもできる。

40

【0033】

中間プレートを仕上がりプレートに圧延する第一の目的は、パスあたり十分な真歪を付与して、アニーリング後の材料で細かい均一な結晶粒組織と集合組織を達成するために必要な均一な歪をプレートの厚さ全体にわたって実現することである。具体的には、中間プレート厚さを仕上がりプレート厚さまで減らすときに各圧延パスで最小0.2の真歪圧下率を付与することが望ましい。大きな圧下を補助するために中間プレートは、中間プレートよりも小さい、スパッターターゲットブランクの直径に等しいか、それよりもわずかに大きな幅のサブロット・プレートにカットされる。さらに、大きな圧下率の圧延プロセスでの圧延方向は中間プレートの圧延方向と直角であることが望ましい。しかし、スラブから

50

仕上がりプレートへのストレート圧延、又は中間プレートから仕上がりプレートへのクロック (clock) 圧延は許容される。

【0034】

次に、中間プレートの各サブロットが所望の寸法の仕上がりプレートに、定められたパスあたりの最小真歪を有する圧延スケジュールによって圧延される (例えば、冷間圧延)。ロット毎のプロセスと製品の一貫性を保証するために、強圧下パスの数、及び各パスで許される真歪圧下率の範囲を予め定めること (例えば、表1~24に示されているように) が好ましい。また、圧延後のプレートの過剰な曲がりを防ぐために、最後の圧延パスは以前の圧延パスよりも大きな真歪圧下率を付与することが有益である。中間プレートを最終製品に圧延スルスケジュールの一例は次のようなものである：厚さが0.950-1.00”の範囲にある中間プレート・ロットは、目標ゲージ0.360”に、パスあたり0.2-0.225という歪の4回の圧下パス、プラス真歪圧下率が0.2以上の5回目の圧下パス、によって圧延できる。

10

【0035】

スラブ、中間プレート、サブロット・プレート、プレート、工程ターゲット、及びインゴットを含めたその他のコンポーネント、に関して、これらの材料は、存在する金属に関してどんな純度であってもよい。例えば、純度は、95%以上、例えば少なくとも99%、少なくとも99.5%、少なくとも99.9%、少なくとも99.95%、少なくとも99.99%、少なくとも99.995%、又は少なくとも99.999%、という存在する金属に関する純度であってもよい。例えば、これらの純度はタンタル金属スラブにあてはまり、スラブは99%純粋なタンタルである、等、もっと高い純度でも同様である。さらに、出発時のスラブはどんな粒径であってもよく、例えば2000ミクロン以下であっても、さらに好ましくは1000ミクロン以下であっても、さらに好ましくは500ミクロン以下であっても、又はさらにもっと好ましくは150ミクロン以下であってもよい。

20

【0036】

さらに、出発スラブ又はスラブが普通それから作られるインゴット、並びにその後のスラブの加工から得られる他のコンポーネント、例えば中間プレート、サブロット・プレート、などの集合組織に関して言うと、集合組織は材料、例えばスラブ、の表面で及び/又はその厚さ全体にわたって、一次(100)又は一次(111)集合組織又は(111):(100)混合集合組織など、どんな集合組織であってもよい。好ましくは、スラブなどの材料は、集合組織が一次(111)又は混合(111):(100)集合組織であるとき、(100)集合組織バンドなどの集合組織バンドを含まない。

30

【0037】

金属に関して言うと、本発明で処理される金属は、好ましくは、バルブ金属又は耐火金属であるが、他の金属も用いることができる。本発明で処理できる金属の具体的な例としては、タンタル、ニオブ、銅、チタン、金、銀、コバルト、及びそれらの合金、などがあるが、それだけに限定されない。

【0038】

本発明のある実施形態では、本発明のプロセスから得られる製品は、好ましくはプレート又はスパッターターゲットであって、存在する粒の少なくとも95%は100ミクロン以下、又は75ミクロン以下、又は50ミクロン以下、又は35ミクロン以下、又は25ミクロン以下、である。さらに好ましくは、本発明のプロセスから得られる製品はプレート又はスパッターターゲットであって、存在する粒の少なくとも99%は100ミクロン以下、又は75ミクロン以下、又は50ミクロン以下、そしてさらに好ましくは35ミクロン以下、又は25ミクロン以下、である。好ましくは、存在する粒の少なくとも99.5%はこの望ましい結晶粒組織を有し、さらに好ましくは、存在する粒の少なくとも99.9%はこの望ましい結晶粒組織を有する、すなわち、100ミクロン以下、75ミクロン以下、50ミクロン以下、さらに好ましくは35ミクロン以下、そしてさらにもっと好ましくは25ミクロン以下である。この小さな結晶粒の高いパーセンテージの決定は、好ましくは、結晶粒組織を示す顕微鏡写真でランダムに選ばれた500個の結晶粒の測定に基づく。

40

50

【0039】

好ましくは、バルブ金属プレートは、表面に一次(primary)(111)又は一次(100)又は混合(111)(100)集合組織、及び/又は、その厚さ全体にわたって転置一次(transposed primary)(111)又は転置一次(100)又は混合転置(111)(100)集合組織、を有する。

【0040】

さらに、プレート(並びに、スパッターターゲット)は、製品がプレート又はターゲットの表面に大理石模様を実質的に含まないように製造されることが好ましい。大理石模様を実質的に含まないとは、好ましくは、プレート又はターゲットの表面の表面積の25%以下が大理石模様を含まないこと、さらに好ましくは、プレート又はターゲットの表面の表面積の20%以下、15%以下、10%以下、5%以下、3%以下、又は1%以下が大理石模様を含まないことを意味する。普通、大理石模様とは、一次集合組織とは異なる集合組織を含むパッチ又は大きな縞状部分である。例えば、一次(111)集合組織が存在する場合、パッチ又は大きな縞状部分という形の大理石模様は、普通、プレート又はターゲットの表面にある(100)集合組織の部分であり、プレート又はターゲットの厚さ全体にわたって伸びていることが十分にあり得る。このパッチ又は大きな縞状部分は、一般にプレート又はターゲットの全表面積の少なくとも.25%の表面積を有するパッチと考えることができ、その表面積はさらに大きく、例えばプレート又はターゲットの表面上の単一パッチで.5%、1%、2%、3%、4%、又は5%以上である可能性もある。プレート又はターゲットの表面上で大理石模様を画定するパッチが二つ以上あることも十分あり得る。上で言及した米国特許出願No. 60/545,617における縞状部分の非破壊試験法を用いて、本出願ではこれを定量的に確認することができる。さらに、プレート又はターゲットは、バンド率(%縞状面積)が1%以下、例えば0.60~0.95%であってもよい。本発明は、大理石模様を示す個々のパッチのサイズを小さくする、及び/又は発生する大理石模様の全パッチの数を減らすのに役立つ。すなわち、本発明は大理石模様によって影響される表面積を最小にし、発生する大理石模様パッチの数を減少させる。プレート又はターゲットの表面で大理石模様を減らすことによって、プレート又はターゲットはそれ以上の加工処理を行ったり及び/又は焼鈍したりする必要がなくなる。さらに、大理石模様の影響を排除するためにプレート又はターゲットの最上部表面を除去する必要もなくなる。したがって、本発明によって、プレート又はターゲットで必要な物理的作業が少なくなり、人件費及び資材のコストの節約になる。さらに、大理石模様が少ない製品を提供することにより、プレート、そしてもっと重要なことに、ターゲットは一様にスパッタリングすることができ、材料の浪費がなくなる。

【0041】

本発明の金属プレートは、スパッター又は化学的侵食後、光沢がある斑点の表面積が75%未満、例えば50%未満又は25%未満である。好ましくは、スパッター又は化学的侵食後、光沢がある斑点の表面積は10%未満である。さらに好ましくは、スパッター又は化学的反応後、光沢がある斑点の表面積は5%未満であり、最も好ましくは、光沢がある斑点の表面積は1%未満である。

【0042】

本発明の目的には、集合組織は混合集合組織、例えば(111)(100)混合集合組織などであってもよく、この混合集合組織は、プレート又はターゲットの表面及び/又は厚さの全体にわたって一様であることが好ましい。米国特許No. 6,348,113に記載されているような薄膜、キャパシターかん、キャパシター、などの形成を含むいろいろな利用がここで可能であり、反復を避けるが、これらの利用などは本明細書に組み込まれる。また、米国特許No. 6,348,113に述べられている利用、粒径、集合組織、純度などは本発明における金属でも用いることができるので、その全体が本明細書に組み込まれる。

【0043】

本発明の金属プレートは、極点方位()の全体的変化があり得る。極点方位の全体的変化はプレートの厚さにわたって米国特許No. 6,462,339に従って測定することができる。極点方位の全体的変化を測定する方法は多結晶材料の集合組織均一性を定量化する方法と同じである。この方法は、基準の極点方位を選ぶ工程、その材料の断面又は厚さを有す

るその一部を走査オリエンテーション・イメージ顕微鏡によって小刻みに走査して多数の粒の実際の極点方位を厚さの全体にわたる小刻みな増分で (in increment) 求める工程、基準の極点方位と材料又はその一部の多数の結晶粒の実際の極点方位の方位差を決定する工程、厚さ全体にわたって測定された各粒で基準極点方位からの方位のずれの値を割り当てる工程、そして厚さ全体にわたって測定された各増分の平均された方位のずれを決定する工程；及び厚さにわたって測定された各増分の平均された方位のずれの二次微分を決定することによって集合組織バンドを求める工程、を含む。上述の方法を用いて本発明の金属プレートの極点方位のプレートの厚さにわたって測定された全体的変化は約50/mm未満であってよい。好ましくは、本発明のプレートの厚さにわたって米国特許No. 6,462,339に従って測定された極点方位の全体的変化は約25/mmであり、さらに好ましくは、約10/mmであり、最も好ましくは約5/mmである。

【0044】

本発明の金属プレートは、米国特許No. 6,462,339に従ってプレートの厚さにわたって測定された集合組織屈曲のスカラー強度 (scalar severity) () を有することがあり得る。この方法は、基準の極点方位を選ぶ工程、その材料の断面又は厚さを有するその一部を走査オリエンテーション・イメージ顕微鏡によって小刻みに走査して多数の粒の実際の極点方位を厚さの全体にわたる小刻みな増分で (in increment) 求める工程、基準の極点方位と材料又はその一部の多数の粒の実際の極点方位の方位差を決定する工程、厚さ全体にわたって測定された各粒で基準極点方位からの方位のずれの値を割り当てる工程、そして厚さ全体にわたって測定された各増分の平均された方位のずれを決定する工程；及び厚さにわたって測定された各増分の平均された方位のずれの二次微分を決定することによって集合組織バンドを求める工程、を含む。本発明の金属プレートについてプレートの厚さにわたって測定された集合組織屈曲のスカラー強度は約5/mm未満であってよい。好ましくは米国特許No. 6,462,339に従ってプレートの厚さにわたって測定された集合組織屈曲のスカラー強度は、約4/mm未満であり、さらに好ましくは約2/mm未満であり、最も好ましくは約1/mm未満である。

【0045】

本発明は、以下の実施例によってさらに説明されるが、これらは純粹に本発明を例示するためのものである。表における%で表された真歪は、100で割ることによって変換されて本明細書において上で用いられている単位が得られる。

【0046】

実施例1：通常の鍛造工程によってスラブに成形されたタンタル・インゴットは表1に示されているような出発寸法を有していた。各圧延工程の前の出発厚さも表1に示されている。所望のパスあたり真歪、並びに所望のポストパス厚さ、はその後の各圧延工程で望まれる真歪及びポストパス厚さである。実際のポストパス厚さと実際の圧延機 (mill) ストレッチは、各圧延工程で得られる測定の結果である。厚さの減少は冷間圧延工程であった圧延工程を表す。CとDは、記された寸法のスラブに成形された二つの異なるインゴットである。C-splitとD-splitは、中間プレートをサブロット・プレートにカットしたところを表す。それらのプレートの一つをその後表1に示されているようにさらに圧延した。

【0047】

実施例2：実施例1が、いろいろな出発厚さとその後の冷間圧延による厚さ減少を示す表2に示された圧延スケジュール以外は実施例1が繰り返された。

【0048】

実施例3：この実施例では、表3aと3bに示されている記された違いを除いて本質的に実施例1に従った。split 1とsplit 2は、中間プレートから形成されたサブロット・プレートを表す。サブロット・プレートの個別圧延は、表3aと3bに示されているデータに表されているように行われた。プロセスのいくつかの点で、中間プレートに対して平坦化 (flatten) パスが行われたが、ここで中間プレートは90°回され、設定を調整することなく圧延機に通され金属の波状の形が平坦にされた。この圧延のスケジュールから得られたデータが表3aと3bに示されている。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 9 】

実施例 4 : 実施例 4 は、記された違いを除き実施例 1 の手順に従った別の実験である。

【 0 0 5 0 】

実施例 5 : 実施例 5 は、出発厚さと所望のパスあたり圧下率によってどんな設定を用いるかという一例である。この表は、各圧下率及び達成された実際の厚さに対して圧延機ギャップの設定がどのようになるかを示す。これらの実施例から見られるように、その後スバッティングターゲットに成形できるサブロット・プレートを、サブロット・プレートの圧延が好ましくは約 0.1 以上の真歪圧下率を付与するように、さらに好ましくは約 0.2 以上の真歪圧下率を付与するように作ることができる。

【 0 0 5 1 】

実施例 6 : 表 6 ~ 2 4 は、これらの表に示された圧延スケジュールが適用されたタンタル・スラブのその他の例である。各表は、別々のスラブについての個別実験である。

【 0 0 5 2 】

図 1 は、長さと幅に関して本明細書で言及された寸法を示す。図 2 (a)-(f) は、実施例からの二つの仕上がりプレートの光学顕微鏡写真であり、一様で小さな粒径を示している。図 3 は、実施例の一つからの焼鈍された仕上がりプレートの IPF であり、これは米国特許 No. 6,348,113 と同様の手順を用いて決定されたものである。IPF は、一様な一次混合 (111):(100) 集合組織を示し、集合組織バンドは何もない。図 4 は、商業的に入手できるプレートのカラー写真で、表面に大理石模様が見られる。非一様な外観に注意しよう。他方、図 5 は、本発明の実施例の一つからの仕上がりプレートのカラー写真である。一様な表面外観で大理石模様が見られないことに注意しよう。

【 0 0 5 3 】

特許請求の範囲には本発明の別の実施形態が示されている。本発明のその他の実施形態は、本明細書を考察し、ここで開示された本発明を実施することによって当業者には明らかになるであろう。本明細書及び実施例は、例示的なものであって、本発明の真の範囲及び精神は以下の特許請求の範囲及びその等価物によって示される。

10

20

【表 1】

表1(その1)

出発 LxW 27 5/16 x 10 1/2	インゴット# C	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
		3.6	3.46	0.05	3.41	3.517	0.107	54	-0.0233255	
		3.517	3.38	0.12	3.26	3.396	0.136	x	-0.0350101	
		3.396	3.26	0.12	3.143	3.275	0.132	64	-0.0362804	
		3.275	3.15	0.10	3.046	3.174	0.128	63	-0.0313252	
		3.174	3.05	0.10	2.949	3.074	0.125	61	-0.032013	
		3.074	2.95	0.12	2.838	2.956	0.118	60	-0.0391426	
		2.956	2.84	0.13	2.71	2.831	0.121	61	-0.043207	
		2.831	2.72	0.12	2.6	2.722	0.122	48	-0.0392631	
		2.722	2.62	0.12	2.494	2.604	0.11	53	-0.0443182	
		2.604	2.50	0.12	2.379	2.488	0.109	54	-0.0455695	
		2.488	2.39	0.14	2.25	2.364	0.114	55	-0.0511241	
		2.364	2.27	0.13	2.14	2.25	0.11	53	-0.0494249	
		2.25	2.08	0.16	1.92	2.047	0.127	63	-0.0945549	
		2.047	1.89	0.16	1.733	1.848	0.115	56	-0.1022713	
		1.848	1.71	0.15	1.56	1.677	0.117	60	-0.0970975	
		1.677	1.55	0.13	1.42	1.517	0.097	49	-0.1002718	

10

20

30

40

表1(その2)

出発 LxW	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
27 5/16 x 10 1/2	C	1.517 1.4	-0.078 -0.078	1.40 1.29	0.10 0.18	1.303 1.118	1.4 1.285	0.097 0.167	52 50	-0.0802625 -0.0857135	30.75 x 27.5 x 1.285
15 3/8 x 27.5	C-スプリット	1.285 x x 0.91 x	-0.12413 -0.13668 -0.11892 -0.12851 -0.12819	1.135 0.990 0.879 0.773 0.680	0.100 0.100 0.100 0.100 0.100	1.035 0.89 0.779 0.673 0.58	x x 0.91 x 0.7	x x x x 0.12	x x x x x	x x x x x	
		0.7	-0.1285	0.598	0.100	0.498	0.61	0.112	x	-0.1376214	
		0.61	-0.25586	0.463	0.140	0.323	0.47	0.147	x	-0.2607263	
		0.47	-0.25162	0.360	0.145	0.215	0.37	0.155	x	-0.2392297	27.5 x(53)
27 3/8 x 10 1/2	D/	3.58 3.517 3.392 3.275	-0.04 -0.04 -0.04 -0.04	3.440 3.379 3.259 3.147	0.03 0.12 0.12 0.10	3.41 3.26 3.143 3.046	3.517 3.392 3.275 3.174	0.107 0.132 0.132 0.128	46 67 65 64	-0.0177544 -0.0361886 -0.0351018 -0.0313252	

表1(その3)

出発 LxW	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
27 3/8 x 10 1/2	D/	3.174	-0.04	3.050	0.10	2.949	3.074	0.125	62	-0.032013	
		3.074	-0.04	2.953	0.12	2.838	2.959	0.121	63	-0.0381283	
		2.959	-0.04	2.843	0.13	2.71	2.831	0.121	58	-0.0442214	
		2.831	-0.04	2.720	0.12	2.6	2.717	0.117	55	-0.0411017	
		2.717	-0.04	2.610	0.12	2.494	2.604	0.11	47	-0.0424796	
		2.604	-0.04	2.502	0.12	2.379	2.486	0.107	54	-0.0463737	
		2.486	-0.04	2.389	0.14	2.25	2.364	0.114	54	-0.0503199	
		2.364	-0.04	2.271	0.13	2.14	2.244	0.104	55	-0.0520951	
		2.244	-0.078	2.076	0.16	1.92	2.047	0.127	36	-0.0918847	
		2.047	-0.078	1.893	0.16	1.733	1.843	0.11	55	-0.1049806	
		1.843	-0.078	1.705	0.14	1.56	1.677	0.117	61	-0.0943882	
		1.677	-0.078	1.551	0.13	1.42	1.538	0.118	58	-0.0865236	
		1.538	-0.078	1.423	0.12	1.303	1.4	0.097	43	-0.0940106	
		1.4	-0.078	1.295	0.18	1.118	1.288	0.17	x	-0.0833816	
		1.288	-0.078	1.191	0.11	1.079	1.155	0.076	x	-0.1089903	
		1.155	-0.078	1.068	0.08	0.988	1.09	0.102	50	-0.0579226	
		1.09	-0.078	1.008	0.10	0.907	1.017	0.11	x	-0.0693206	41 x 27.5 x 1.017

【表 4】

表1(その4)

出発 LxW	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
20.5 x 27.5	D	1.017	-0.13	0.893	0.11	0.786	0.896	0.11	52	-0.126672	
		0.896	-0.13	0.787	0.11	0.676	0.781	0.105	52	-0.1373653	
		0.781	-0.13	0.686	0.12	0.561	0.671	0.11	53	-0.151806	
		0.671	-0.13	0.589	0.07	0.516	0.594	0.078	x	-0.1218898	
		0.594	-0.25	0.463	0.19	0.277	0.44	0.163	81	-0.3001046	
		0.44	-0.2	0.360	0.12	0.24	0.371	0.131	x	-0.1705727	

10

20

30

40

【表 5】

表2(その1)

出発 LxW	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
		4.605	-0.0205	4.512	0.120	4.392					
		4.51	-0.0205	4.420	0.125	4.295					
		4.42	-0.0205	4.330	0.130	4.200					
		4.33	-0.0205	4.242	0.110	4.132					
		4.24	-0.0205	4.156	0.110	4.046					
		4.16	-0.0205	4.072	0.110	3.962					
		4.07	-0.0205	3.989	0.110	3.879					
		3.99	-0.0205	3.908	0.110	3.798					
		3.91	-0.0205	3.829	0.110	3.719					
		3.83	-0.0205	3.751	0.110	3.641					
		3.75	-0.0205	3.675	0.110	3.565					
		3.68	-0.0205	3.601	0.110	3.491					
		3.60	-0.0205	3.528	0.110	3.418					

10

20

30

40

表2(その2)

出発 LxW 27.5/16 x 10 1/2	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
	C	3.6	-0.04	3.46	0.05	3.41	3.517	0.107	54	-0.0233255	
		3.517	-0.04	3.38	0.12	3.26	3.396	0.136	x	-0.0350101	
		3.396	-0.04	3.26	0.12	3.143	3.275	0.132	64	-0.0362804	
		3.275	-0.04	3.15	0.10	3.046	3.174	0.128	63	-0.0313252	
		3.174	-0.04	3.05	0.10	2.949	3.074	0.125	61	-0.032013	
		3.074	-0.04	2.95	0.12	2.838	2.956	0.118	60	-0.0391426	
		2.956	-0.04	2.84	0.13	2.71	2.831	0.121	61	-0.043207	
		2.831	-0.04	2.72	0.12	2.6	2.722	0.122	48	-0.0392631	
		2.722	-0.04	2.62	0.12	2.494	2.604	0.11	53	-0.0443182	
		2.604	-0.04	2.50	0.12	2.379	2.488	0.109	54	-0.0455695	
		2.488	-0.04	2.39	0.14	2.25	2.364	0.114	55	-0.0511241	
		2.364	-0.04	2.27	0.13	2.14	2.25	0.11	53	-0.0494249	
		2.25	-0.078	2.08	0.16	1.92	2.047	0.127	63	-0.0945549	
		2.047	-0.078	1.89	0.16	1.733	1.848	0.115	56	-0.1022713	
		1.848	-0.078	1.71	0.15	1.56	1.677	0.117	60	-0.0970975	
		1.677	-0.078	1.55	0.13	1.42	1.517	0.097	49	-0.1002718	
		1.517	-0.078	1.40	0.10	1.303	1.4	0.097	52	-0.0802625	
		1.4	-0.078	1.29	0.18	1.118	1.285	0.167	50	-0.0857135	30.75 x 27.5 x 1.285

【表 7】

表2(その3)

出発 LxW	インゴット#	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギヤップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
15 3/8 x 27.5	C-スプリット	1.285	1.285	-0.12413	1.135	0.100	1.035	x	x	x	x	
		x	x	-0.13668	0.990	0.100	0.89	x	x	x	x	
		x	x	-0.11892	0.879	0.100	0.779	0.91	x	x	x	
		0.91	0.91	-0.12851	0.773	0.100	0.673	x	x	x	x	
		x	x	-0.12819	0.680	0.100	0.58	0.7	0.12	x	x	
		0.7	0.7	-0.1285	0.598	0.100	0.498	0.61	0.112	x	-0.1376214	
		0.61	0.61	-0.25586	0.463	0.140	0.323	0.47	0.147	x	-0.2607263	
		0.47	0.47	-0.25162	0.360	0.145	0.215	0.37	0.155	x	-0.2392297	27.5 x(53)

10

20

30

40

【表 8】

表2(その4)

出発 LxW 27 3/8 x 10 1/2 D	インゴット#	出発厚さ	所望の		圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の		実際の ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
			パス当り 真歪	パス後 厚さ			パス後 厚さ	パス後 厚さ				
		3.58	-0.04	3.440	0.03	3.41	3.517	0.107	46	-0.0177544		
		3.517	-0.04	3.379	0.12	3.26	3.392	0.132	67	-0.0361886		
		3.392	-0.04	3.259	0.12	3.143	3.275	0.132	65	-0.0351018		
		3.275	-0.04	3.147	0.10	3.046	3.174	0.128	64	-0.0313252		
		3.174	-0.04	3.050	0.10	2.949	3.074	0.125	62	-0.032013		
		3.074	-0.04	2.953	0.12	2.838	2.959	0.121	63	-0.0381283		
		2.959	-0.04	2.843	0.13	2.71	2.831	0.121	58	-0.0442214		
		2.831	-0.04	2.720	0.12	2.6	2.717	0.117	55	-0.0411017		
		2.717	-0.04	2.610	0.12	2.494	2.604	0.11	47	-0.0424796		
		2.604	-0.04	2.502	0.12	2.379	2.486	0.107	54	-0.0463737		
		2.486	-0.04	2.389	0.14	2.25	2.364	0.114	54	-0.0503199		
		2.364	-0.04	2.271	0.13	2.14	2.244	0.104	55	-0.0520951		
		2.244	-0.078	2.076	0.16	1.92	2.047	0.127	36	-0.0918847		
		2.047	-0.078	1.893	0.16	1.733	1.843	0.11	55	-0.1049806		
		1.843	-0.078	1.705	0.14	1.56	1.677	0.117	61	-0.0943882		
		1.677	-0.078	1.551	0.13	1.42	1.538	0.118	58	-0.0865236		
		1.538	-0.078	1.423	0.12	1.303	1.4	0.097	43	-0.0940106		
		1.4	-0.078	1.295	0.18	1.118	1.288	0.17	x	-0.0833816		

10

20

30

40

【表 9】

表2(その5)

出発 LxW	インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	パス後寸法 LxW x t
27 3/8 x 10 1/2 D	D	1.288	-0.078	1.191	0.11	1.079	1.155	0.076	x	-0.1089903	41 x 27.5 x 1.017
		1.155	-0.078	1.068	0.08	0.988	1.09	0.102	50	-0.0579226	
		1.09	-0.078	1.008	0.10	0.907	1.017	0.11	x	-0.0693206	
20.5 x 27.5	D スプリット	1.017	-0.13	0.893	0.11	0.786	0.896	0.11	52	-0.126672	
		0.896	-0.13	0.787	0.11	0.676	0.781	0.105	52	-0.1373653	
		0.781	-0.13	0.686	0.12	0.561	0.671	0.11	53	-0.151806	
		0.671	-0.13	0.589	0.07	0.516	0.594	0.078	x	-0.1218898	
		0.594	-0.25	0.463	0.19	0.277	0.44	0.163	81	-0.3001046	
		0.44	-0.2	0.360	0.12	0.24	0.371	0.131	x	-0.1705727	

10

20

30

40

表3a (その1)

インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	コメント	実際のマイ ナス目標
811B Slab	4.605	-0.0205	4.512	0.120	4.392	4.520	0.128	64	-1.9%		0.008
	4.51	-0.0205	4.420	0.125	4.295	4.410	0.115	75	-2.5%		-0.010
	4.42	-0.0205	4.330	0.130	4.200	4.362	0.162	74	-1.1%		0.032
	4.33	-0.0205	4.242	0.110	4.132	4.292	0.160	78	-1.6%		0.050
	4.292	-0.0205	4.205	0.165	4.040	4.206	0.166	81	-2.0%	プラン調整	0.001
	4.206	-0.0205	4.121	0.165	3.956	4.118	0.162	82	-2.1%		-0.003
	4.118	-0.0205	4.034	0.165	3.869	4.024	0.155	77	-2.3%		-0.010
	4.024	-0.0205	3.942	0.160	3.782	3.937	0.155	78	-2.2%		-0.005
	3.937	-0.0205	3.857	0.160	3.697	3.872	0.175	75	-1.7%		0.015
	3.872	-0.0205	3.793	0.162	3.631	3.780	0.149	73	-2.4%		-0.013
	3.780	-0.0205	3.703	0.161	3.542	3.692	0.150	75	-2.4%		-0.011
	3.692	-0.0205	3.617	0.161	3.456	3.604	0.148	75	-2.4%		-0.013
										平坦化パス	
		3.604	-0.0205	3.531	0.161	3.370	3.485	0.115	58	-3.4%	追加
	3.485	-0.04	3.348	0.161	3.187	3.334	0.147	80	-4.4%		-0.014

表3a (その2)

インゴット#	出発厚さ	所望の バス当り 真歪	所望の バス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の バス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /バス	コメント	実際のマイ ナス目標
	3.334	-0.04	3.203	0.161	3.042	3.192	0.150	79	-4.4%		-0.011
	3.192	-0.04	3.067	0.161	2.906	3.055	0.149	75	-4.4%	平坦化バス追加	-0.012
	2.997	-0.04	2.879	0.161	2.718	2.866	0.148	80	-6.4%	平坦化後の出発 ゲージ	-0.013
	2.866	-0.04	2.754	0.161	2.593	2.740	0.147	79	-4.5%		-0.014
	2.740	-0.04	2.633	0.161	2.472	2.615	0.143	77	-4.7%		-0.018
	2.615	-0.04	2.512	0.161	2.351	2.489	0.138	74	-4.9%	平坦化バス追加	-0.023
	2.489	-0.04	2.391	0.150	2.241	2.365	0.124	65	-5.1%		-0.026
	2.365	-0.04	2.272	0.150	2.122	2.252	0.130	68	-4.9%		-0.020
	2.252	-0.04	2.164	0.150	2.014	2.143	0.129	70	-5.0%		-0.021
	2.143	-0.04	2.059	0.140	1.919	2.047	0.128	67	-4.6%		-0.012
	2.047	-0.04	1.967	0.140	1.827	1.952	0.125	65	-4.8%	平坦化バス追加	-0.015
	1.952	-0.078	1.806	0.140	1.666	1.800	0.134	65	-8.1%		-0.006
	1.800	-0.078	1.665	0.130	1.535	1.667	0.132	65	-7.7%	平坦化バス追加	0.002
	1.667	-0.078	1.542	0.130	1.412	1.537	0.125	61	-8.1%		-0.005

表3a (その3)

インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	コメント	実際のマイ ナス目標	
	1.537	-0.078	1.422	0.130	1.292	1.417	0.125	66	-8.1%		-0.005	
	1.417	-0.078	1.311	0.130	1.181	1.304	0.123	68	-8.3%	平坦化パス追加	-0.007	
	1.304	-0.078	1.206	0.125	1.081	1.201	0.120	62	-8.2%		-0.005	
	1.201	-0.078	1.111	0.125	0.986	1.104	0.118	61	-8.4%		-0.007	
	1.104	-0.078	1.021	0.125	0.896	1.016	0.120	63	-8.3%		-0.005	
	1.016	-0.078	0.940	0.120	0.820	0.938	0.118	57	-8.0%		-0.002	
スプリット 1 811B1	0.938	-0.12	0.832	0.100	0.732	0.835	0.103	50	-11.6%	19" 幅	0.003	
	0.835	-0.12	0.741	0.110	0.631	0.737	0.106	46	-12.5%		-0.004	
	0.737	-0.12	0.654	0.110	0.544	0.645	0.101	45	-13.3%		-0.009	
	0.645	-0.12	0.572	0.100	0.472	0.569	0.097	42	-12.5%		-0.003	
	0.569	-0.12	0.505	0.100	0.405	0.497	0.092	42	-13.5%		-0.008	
	0.497	-0.12	0.441	0.090	0.351	0.440	0.089	41	-12.2%		-0.001	
	0.440	-0.12	0.390	0.090	0.300	0.386	0.086	37	-13.1%	このゲージで停止	-0.004	

【表 1 3】

表3b

インゴット#	出発厚さ	所望の パス当り 真歪	所望の パス後 厚さ	圧延機 ストレッチ 補償	圧延機 ギャップ 設定	実際の パス後 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	実際の真歪 /パス	コメント	実際のマ イナス目 標
スブリット2	0.938	-0.2	0.768	0.100	0.668	0.793	0.125	60	-16.8%		0.025
フラン設定・実 行	0.768	-0.2	0.629	0.100	0.529	0.648	0.119	57	-20.2%		0.019
811B2	0.629	-0.2	0.515	0.100	0.415	0.529	0.114	54	-20.3%		0.014
	0.515	-0.2	0.421	0.100	0.321	0.434	0.113	53	-19.8%		0.013
	0.421	-0.2	0.345	0.100	0.245	0.351	0.106	50	-21.2%	.351 ~ .355	0.006

10

20

30

40

【表 1 4】

表4 (その1)

インゴット#- 811C Slab	実際の圧 延機設定	実際の 厚さ	実際の 圧延機 ストレッチ	分離力 (2500トン の%)	コメント
	4.400			60	
	4.300			60	
	4.200			74	
	4.100			76	
	4.000			81	
	3.900			77	
	3.800			80	
	3.700			78	
	3.600			74	
	3.500			75	
	3.400			74	
	3.300			54	平坦化バス追加

10

20

30

40

【表 1 5】

表 4 (その2)

インゴット#	実際の圧延機設定	実際の厚さ	実際の圧延機ストレッチ	分離力 (2500トンの%)	コメント
	3.200			65	
	3.100			70	
	3.000			70	
	2.900			70	平坦化パス追加
	2.800			60	
	2.700			66	
	2.600			63	
	2.500			68	平坦化パス追加
	2.400			60	
	2.300	2.425	0.125	63	
	2.175			64	
	2.050	2.179	0.129		平坦化パス追加

10

20

30

40

【表 1 6】

表 4 (その3)

インゴット#	実際の圧延機設定	実際の厚さ	実際の圧延機ストレッチ	分離力 (2500トンの%)	コメント
	1.950			55	
	1.850	1.970	0.120	59	
	1.700	1.835	0.135	71	平坦化パス追加
	1.550				
	1.400	1.535	0.135	70	
	1.250			66	
	1.100	1.235	0.135	70	
	0.950	1.092	0.142	75	停止して剪断

10

20

30

40

【表 17】

表4 (その4)

インゴット # スプリット1 811C1	所望の パス当り 真歪		所望の パス後 厚さ	圧延機ストレ ッチ補償	計算の 圧延機 ギャップ 設定	実際の圧 延機設定	実際の 厚さ	分離力 (2500ト ンの%)	真歪
	出発厚さ	真歪	厚さ						
	1.092	-0.2	0.894	0.100	0.794	0.794	0.930	66	0.136
	0.894	-0.2	0.732	0.100	0.632	0.632	0.797	65	0.165
	0.732	-0.2	0.599	0.100	0.499	0.499	0.621	60	0.122
	0.599	-0.2	0.491	0.100	0.391	0.391	0.510	56	0.119
	0.491	-0.3	0.363	0.100	0.263	0.263	0.390	64	0.127

10

20

30

40

表5

インゴット#/ スプリット 1	所望の バス当り		所望の バス後		圧延機 ストレッチ補償	計算の圧延機 ギャップ設定	実際の 圧延機設定	実際の厚さ	分離力 (2500トン の%)	真歪
	出発厚さ	真歪	厚さ	厚さ						
	1.092	-0.2	0.894	0.100	0.794	0.794	0.930	-	66	
	0.894	-0.2	0.732	0.100	0.632	0.632	0.797	-	65	-15.4%
	0.732	-0.2	0.599	0.100	0.499	0.499	0.621	-	60	-25.0%
	0.599	-0.2	0.491	0.100	0.391	0.391	0.510	-	56	-19.7%
	0.491	-0.3	0.363	0.100	0.263	0.263	0.390	-	64	-26.8%
バス当り圧下率	-22.5%	-22.2%	-21.8%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%
バス当り圧下率	-22.5%	-22.2%	-21.8%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%
バス当り圧下率	-22.5%	-22.2%	-21.8%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%
バス当り圧下率	-22.5%	-22.2%	-21.8%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%
バス当り圧下率	-22.5%	-22.2%	-21.8%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%	-20.0%
厚さ	1.120	1.100	1.080	1.060	1.040	1.020	1.000	0.980	0.960	0.940
	A	B	A	B	A	B	A	B	A	B
圧延機ギャップ1	0.894	0.881	0.868	0.868	0.851	0.835	0.819	0.802	0.786	0.770
圧延機ギャップ2	0.714	0.706	0.698	0.711	0.697	0.684	0.670	0.657	0.644	0.630
圧延機ギャップ3	0.570	0.566	0.561	0.582	0.571	0.560	0.549	0.538	0.527	0.516
圧延機ギャップ4	0.455	0.453	0.451	0.476	0.467	0.458	0.449	0.440	0.431	0.422
圧延機ギャップ5	0.363	0.363	0.363	0.390	0.383	0.375	0.368	0.361	0.353	0.346

【表 1 9】

表6 (その1)

プレートのブロードサイド圧延の典型的な圧延機設定

圧延方向	
ブロードサイド	圧延機設定
1	4.5
2	4.4
3	4.3
4	4.2
5	4.1
6	4
7	3.9
8	3.8
9	3.7
10	3.6
11	3.5
12	3.4
13	3
14	3.2
15	3.1
16	3
17	2.9
18	2.8

10

20

【表 2 0】

表6 (その2)

プレートのブロードサイド圧延の典型的な圧延機設定

圧延方向	
ブロードサイド	圧延機設定
19	2.7
20	2.6
21	2.5
22	2.4
23	2.3
24	2.2
25	2.1
26	2
27	1.9
28	1.8
29	1.7
30	1.65
31	1.51
32	1.36
33	1.23
34	1.1
35	0.97
36	0.84

10

20

【表 2 1】

表7 (その1)

226163C1

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.870	-24.00%	0.684	0.186	63	45	0.129	0.555	0.100	0.655	0.28
2	0.684	-22.00%	0.549	0.135	48	37	0.105	0.445	0.083	0.528	0.22
3	0.549	-24.00%	0.432	0.117	45	nd	0.099	0.334	0.082	0.416	0.24
4	0.432	-20.00%	0.354	0.078	34	32	0.081	0.273	0.070	0.343	0.19
5	0.354	-22.00%	0.284	0.070	33		0.080	0.204	0.079	0.283	0.19

10

20

30

40

表7 (その2)
作業ミス(第4パスを2回実施)

22616302

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.855	-20.00%	0.700	0.155	53	46	0.112	0.588	0.098	0.686	0.22
2	0.700	-20.00%	0.573	0.127	45	40	0.100	0.473	0.082	0.555	0.21
3	0.573	-24.00%	0.451	0.122	46	41	0.101	0.349	0.087	0.436	0.24
4	0.451	-24.00%	0.355	0.096	40	38	0.091	0.264	0.081	0.345	0.23
5	0.355	-25.00%	0.276	0.078	36	23	0.085	0.191	0.088	0.279	0.12

10

20

30

40

表7 (その3)

12インチディスク製作用0.250プレートに推奨

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.855	-20.00%	0.700	0.155	53	50	0.112	0.588	0.102	0.69	0.21
2	0.700	-20.00%	0.573	0.127	45	40	0.100	0.473	0.086	0.559	0.21
3	0.573	-24.00%	0.451	0.122	46		0.101	0.349	0.094	0.443	0.23
4	0.451	-24.00%	0.355	0.096	40	40	0.091	0.264	0.076	0.34	0.26
5	0.355	-25.00%	0.276	0.078	36	40	0.085	0.191	0.083	0.274	0.22

プレート間差 0.009

10

20

30

40

表8 (その1)

226163A1

バス	出発寸法	所望の 真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された バス後厚さ	実際の真歪
1	0.951	-21.00%	0.771	0.180	58		0.121	0.650	0.092	0.742	0.25
2	0.771	-23.00%	0.612	0.158	53	43	0.113	0.500	0.089	0.589	0.23
3	0.612	-23.00%	0.487	0.126	45	39	0.099	0.387	0.083	0.470	0.23

226163A2

バス	出発寸法	所望の 真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された バス後厚さ	実際の真歪
1	0.941	-21.00%	0.763	0.178	58	42	0.120	0.643	0.099	0.742	0.24
2	0.763	-23.00%	0.606	0.157	53	40	0.112	0.494	0.089	0.583	0.24
3	0.606	-23.00%	0.482	0.125	45	38	0.099	0.383	0.082	0.465	0.23

表8 (その2)

226163A3

バス	出発寸法	所望の 真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.941	-21.00%	0.763	0.178	58	45	0.120	0.643	0.099	0.742	0.24
2	0.763	-23.00%	0.606	0.157	53	43	0.112	0.494	0.092	0.586	0.24
3	0.606	-22.00%	0.486	0.120	43	37	0.096	0.390	0.079	0.469	0.22

223437A1

バス	出発寸法	所望の 真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.898	-21.00%	0.728	0.170	55	45	0.115	0.613	0.108	0.721	0.22
2	0.728	-23.00%	0.578	0.150	50	46	0.108	0.470	0.101	0.571	0.23
3	0.578	-21.00%	0.469	0.110	40	42	0.091	0.378	0.083	0.461	0.21

表8 (その3)

223437A2

パス	出発寸法	所望の 真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.898	-21.00%	0.728	0.170	55	50	0.115	0.613	0.107	0.72	0.22
2	0.728	-23.00%	0.578	0.150	50	47	0.108	0.470	0.097	0.567	0.24
3	0.578	-19.00%	0.478	0.100	37	40	0.086	0.393	0.081	0.474	0.18

223437A3

パス	出発寸法	所望の 真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.898	-21.00%	0.728	0.170	55	51	0.115	0.613	0.107	0.72	0.22
2	0.728	-23.00%	0.578	0.150	50	48	0.108	0.470	0.104	0.574	0.23
3	0.578	-19.00%	0.478	0.100	37	40	0.086	0.393	0.089	0.482	0.17

プレート間差
プレート間差
スラブ間差

表9 (その1)

223437B1

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500トンの%)	実際の設定力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギヤップ設 定.950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.951	-22.00%	0.763	0.188	84	73	0.162	0.601	0.147	0.748	0.24
2	0.763	-22.00%	0.612	0.151	70	64	0.140	0.472	0.130	0.602	0.22
3	0.612	-22.00%	0.492	0.121	60	59	0.124	0.368	0.119	0.487	0.21
4	0.492	-22.00%	0.394	0.097	52	57	0.111	0.283	0.115	0.398	0.20
5	0.394	-22.00%	0.317	0.078	47	55	0.103	0.214	0.114	0.328	0.19

表9 (その2)

223437B2

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500トンの%)	実際の設定力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定.950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.947	-22.00%	0.760	0.187	83	75	0.162	0.598	0.142	0.74	0.25
2	0.760	-22.00%	0.610	0.150	70	65	0.140	0.470	0.132	0.602	0.21
3	0.610	-22.00%	0.489	0.120	60	59	0.123	0.366	0.117	0.483	0.22
4	0.489	-22.00%	0.393	0.097	52	56	0.111	0.282	0.118	0.4	0.19
5	0.393	-23.00%	0.312	0.081	48	55	0.105	0.207	0.117	0.324	0.21

表9 (その3)

226163B1

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500トンの%)	実際の設定力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギャップ設定950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.857	-20.00%	0.702	0.155	55	46	0.115	0.587	0.098	0.685	0.22
2	0.702	-25.00%	0.546	0.155	57	48	0.119	0.428	0.104	0.532	0.25
3	0.546	-26.00%	0.421	0.125	49	44	0.106	0.316	0.095	0.411	0.26
4	0.421	-27.00%	0.322	0.100	42	43	0.095	0.227	0.093	0.320	0.25

10

20

30

40

表9 (その4)

226163B2

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500トンの%)	実際の設定力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギャップ設 定.950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.857	-20.00%	0.702	0.155	55	50	0.115	0.587	0.103	0.69	0.22
2	0.702	-20.00%	0.574	0.127	47	43	0.103	0.472	0.091	0.563	0.20
3	0.574	-24.00%	0.452	0.123	48	45	0.104	0.348	0.096	0.444	0.24
4	0.452	-26.00%	0.348	0.103	44	44	0.097	0.251	0.094	0.345	0.25
追加								0.251		0.310	0.11

10

20

30

40

表9 (その5)

226163B3

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500トンの%)	実際の設定力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギヤップ設定.950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.857	-20.00%	0.702	0.155	55	50	0.115	0.587	0.098	0.685	0.22
2	0.702	-25.00%	0.546	0.155	57	50	0.119	0.428	0.103	0.531	0.25
3	0.546	-26.00%	0.421	0.125	49	48	0.106	0.316	0.096	0.412	0.25
4	0.421	-27.00%	0.322	0.100	42		0.095	0.227	0.095	0.322	0.25

プレート間差 - 163 0.012
 プレート間差 - 437 0.008
 スラブ間差 0.018

10

20

30

40

【表 3 2】

表10

バス	出発寸法	所望の真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	予測された圧延機ストレッチ	圧延機設定	実際の圧延機ストレッチ	測定されたバス後厚さ	実際の真歪
1	0.951	-21.00%	0.771	0.180	58		0.121	0.650	0.092	0.742	0.25
2	0.771	-23.00%	0.612	0.158	53	43	0.113	0.500	0.089	0.589	0.23
3	0.612	-23.00%	0.487	0.126	45	39	0.099	0.387	0.083	0.47	0.23

10

20

30

40

【表 3 3】

表11

パス	出発寸法	所望の真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	予測された圧延機ストレッチ	圧延機設定	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.951	-21.00%	0.771	0.180	58		0.121	0.650	0.092	0.742	0.25
2	0.771	-23.00%	0.612	0.158	53	43	0.113	0.500	0.089	0.589	0.23
3	0.612	-23.00%	0.487	0.126	45	39	0.099	0.387	0.083	0.47	0.23

10

20

30

40

表12

バス	出発寸法	所望の真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	予測された圧延機ストレッチ	圧延機設定	実際の圧延機ストレッチ	測定されたバス後厚さ	実際の真歪
1	0.941	-21.00%	0.763	0.178	58	42	0.120	0.643	0.099	0.742	0.24
2	0.763	-23.00%	0.606	0.157	53	40	0.112	0.494	0.089	0.583	0.24
3	0.606	-23.00%	0.482	0.125	45	38	0.099	0.383	0.082	0.465	0.23

10

20

30

40

表13

パス	出発寸法	所望の真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	予測された圧延機ストレッチ	圧延機設定	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.941	-21.00%	0.763	0.178	58	45	0.120	0.643	0.099	0.742	0.24
2	0.763	-23.00%	0.606	0.157	53	43	0.112	0.494	0.092	0.586	0.24
3	0.606	-22.00%	0.486	0.120	43	37	0.096	0.390	0.079	0.469	0.22

10

20

30

40

【表 3 6】

表 14

パス	出発寸法	-22.00%	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	予測された圧延機ストレッチ	圧延機設定	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.898	-21.00%	0.728	0.170	55	45	0.115	0.613	0.108	0.721	0.22
2	0.728	-23.00%	0.578	0.150	50	46	0.108	0.470	0.101	0.571	0.23
3	0.578	-21.00%	0.469	0.110	40	42	0.091	0.378	0.083	0.461	0.21

10

20

30

40

【表 3 7】

表15

バス	出発寸法	-22.00%	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	予測された 圧延機 ストレッチ	圧延機 設定	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.898	-21.00%	0.728	0.170	55	50	0.115	0.613	0.107	0.72	0.22
2	0.728	-23.00%	0.578	0.150	50	47	0.108	0.470	0.097	0.567	0.24
3	0.578	-19.00%	0.478	0.100	37	40	0.086	0.393	0.081	0.474	0.18

10

20

30

40

表16

パス	出発寸法	-22.00%	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	予測された圧延機ストレッチ	圧延機設定	実際の圧延機ストレッチ	最終パス前に水冷	
										測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.898	-21.00%	0.728	0.170	55	51	0.115	0.613	0.107	0.72	0.22
2	0.728	-23.00%	0.578	0.150	50	48	0.108	0.470	0.104	0.574	0.23
3	0.578	-19.00%	0.478	0.100	37	40	0.086	0.393	0.089	0.482	0.17

10

20

30

40

表17

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500 トンの%)	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギヤップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.951	-22.00%	0.763	0.188	84	73	0.162	0.601	0.147	0.748	0.24
2	0.763	-22.00%	0.612	0.151	70	64	0.140	0.472	0.130	0.602	0.22
3	0.612	-22.00%	0.492	0.121	60	59	0.124	0.368	0.119	0.487	0.21
4	0.492	-22.00%	0.394	0.097	52	57	0.111	0.283	0.115	0.398	0.20
5	0.394	-22.00%	0.317	0.078	47	55	0.103	0.214	0.114	0.328	0.19

表18

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力 (2500 トン の%)	実際の 分離力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギャップ 設定 .950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.947	-22.00%	0.760	0.187	83	75	0.162	0.598	0.142	0.74	0.25
2	0.760	-22.00%	0.610	0.150	70	65	0.140	0.470	0.132	0.602	0.21
3	0.610	-22.00%	0.489	0.120	60	59	0.123	0.366	0.117	0.483	0.22
4	0.489	-22.00%	0.393	0.097	52	56	0.111	0.282	0.118	0.4	0.19
5	0.393	-23.00%	0.312	0.081	48	55	0.105	0.207	0.117	0.324	0.21

表19

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.857	-20.00%	0.702	0.155	55	46	0.115	0.587	0.098	0.685	0.22
2	0.702	-25.00%	0.546	0.155	57	48	0.119	0.428	0.104	0.532	0.25
3	0.546	-26.00%	0.421	0.125	49	44	0.106	0.316	0.095	0.411	0.26
4	0.421	-27.00%	0.322	0.100	42	43	0.095	0.227	0.093	0.32	0.25

10

20

30

40

【表 4 2】

表20 スケジュール決定時に追加パスを採用

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.857	-20.00%	0.702	0.155	55	50	0.115	0.587	0.103	0.69	0.22
2	0.702	-20.00%	0.574	0.127	47	43	0.103	0.472	0.091	0.563	0.20
3	0.574	-24.00%	0.452	0.123	48	45	0.104	0.348	0.096	0.444	0.24
4	0.452	-26.00%	0.348	0.103	44	44	0.097	0.251	0.094	0.345	0.25
追加								0.251		0.31	0.11

10

20

30

40

【表 4 3】

表21

パス	出発寸法	真歪	予測された 最終寸法	压下率	予測さ れた力	実際の 分離力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギャップ 設定 .950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.857	-20.00%	0.702	0.155	55	50	0.115	0.587	0.098	0.685	0.22
2	0.702	-25.00%	0.546	0.155	57	50	0.119	0.428	0.103	0.531	0.25
3	0.546	-26.00%	0.421	0.125	49	48	0.106	0.316	0.096	0.412	0.25
4	0.421	-27.00%	0.322	0.100	42		0.095	0.227	0.095	0.322	0.25

10

20

30

40

表22

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機ギャップ設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.870	-24.00%	0.684	0.186	63	45	0.129	0.555	0.100	0.655	0.28
2	0.684	-22.00%	0.549	0.135	48	37	0.105	0.445	0.083	0.528	0.22
3	0.549	-24.00%	0.432	0.117	45	nd	0.099	0.334	0.082	0.416	0.24
4	0.432	-20.00%	0.354	0.078	34	32	0.081	0.273	0.070	0.343	0.19
5	0.354	-22.00%	0.284	0.070	33		0.080	0.204	0.079	0.283	0.19

表23
(第4パスを2回
実行)

パス	出発寸法	真歪	予測された 最終寸法	圧下率	予測さ れた力	実際の 分離力	圧延機 ストレッチ	圧延機 ギヤップ 設定 .950	実際の 圧延機 ストレッチ	測定された パス後厚さ	実際の真歪
1	0.855	-20.00%	0.700	0.155	53	46	0.112	0.588	0.098	0.686	0.22
2	0.700	-20.00%	0.573	0.127	45	40	0.100	0.473	0.082	0.555	0.21
3	0.573	-24.00%	0.451	0.122	46	41	0.101	0.349	0.087	0.436	0.24
4	0.451	-24.00%	0.355	0.096	40	38	0.091	0.264	0.081	0.345	0.23
5	0.355	-25.00%	0.276	0.078	36	23	0.085	0.191	0.088	0.279	0.12

【表 4 6】

表24
12インチディスク用の0.250プレートに推奨

パス	出発寸法	真歪	予測された最終寸法	圧下率	予測された力	実際の分離力	圧延機ストレッチ	圧延機設定 .950	実際の圧延機ストレッチ	測定されたパス後厚さ	実際の真歪
1	0.855	-20.00%	0.700	0.155	53	50	0.112	0.588	0.102	0.69	0.21
2	0.700	-20.00%	0.573	0.127	45	40	0.100	0.473	0.086	0.559	0.21
3	0.573	-24.00%	0.451	0.122	46		0.101	0.349	0.094	0.443	0.23
4	0.451	-24.00%	0.355	0.096	40	40	0.091	0.264	0.076	0.34	0.26
5	0.355	-25.00%	0.276	0.078	36	40	0.085	0.191	0.083	0.274	0.22

10

20

30

40

【図面の簡単な説明】

【0054】

【図1】図1は、スラブ、中間プレート、及び仕上がりプレートの寸法の関係を示す図である。

50

【図 2 a】図 2 a は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面を示す顕微鏡写真であり、平均粒径が約 8 ミクロンの一様な結晶粒組織を示している。

【図 2 b】図 2 b は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面を示す顕微鏡写真であり、平均粒径が約 8 ミクロンの一様な結晶粒組織を示している。

【図 2 c】図 2 c は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面を示す顕微鏡写真であり、平均粒径が約 8 ミクロンの一様な結晶粒組織を示している。

【図 2 d】図 2 d は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面を示す顕微鏡写真であり、平均粒径が約 8 ミクロンの一様な結晶粒組織を示している。

【図 2 e】図 2 e は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面を示す顕微鏡写真であり、平均粒径が約 8 ミクロンの一様な結晶粒組織を示している。

【図 2 f】図 2 f は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面を示す顕微鏡写真であり、平均粒径が約 8 ミクロンの一様な結晶粒組織を示している。

【図 3 a】図 3 a は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面の逆極点図 (IPF) 方位マップであり、集合組織バンドを十分に欠いた均一な (111)(100) 混合集合組織を示している。

【図 3 b】図 3 b は、焼鈍されたタンタル・プレートの横方向断面の逆極点図 (IPF) 方位マップであり、集合組織バンドを十分に欠いた均一な (111)(100) 混合集合組織を示している。

【図 4】図 4 は、表面大理石模様を示すエッチされたタンタル・プレートの写真である。

【図 5】図 5 は、本発明に従って処理されたエッチされたタンタル・プレートの写真であり、表面大理石模様がなことを示している。

10

20

【図 1】

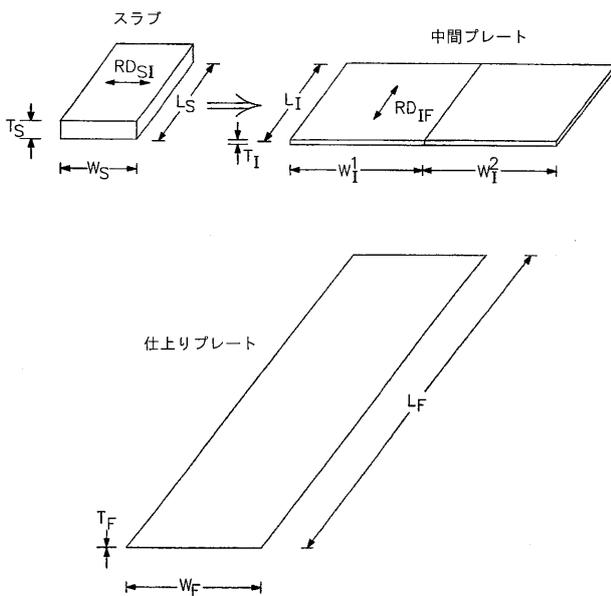


FIG. 1

【図 2 a】

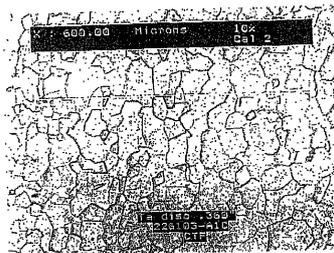


FIG. 2a

【図 2 b】

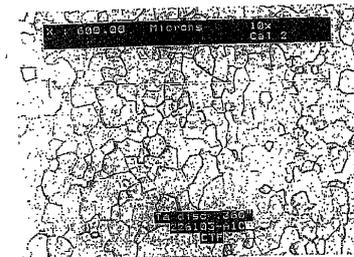


FIG. 2b

【 図 2 c 】

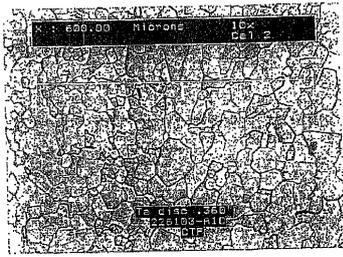


FIG. 2c

【 図 2 e 】

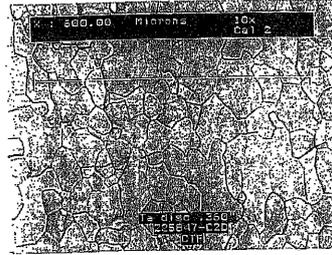


FIG. 2e

【 図 2 d 】

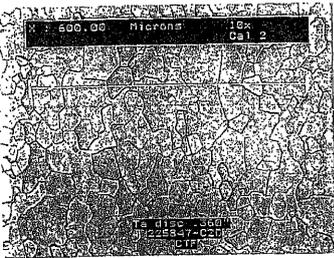


FIG. 2d

【 図 2 f 】

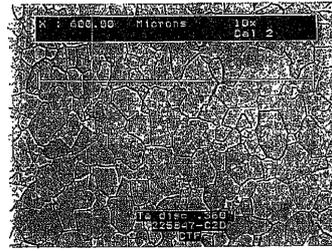


FIG. 2f

【 図 3 a 】

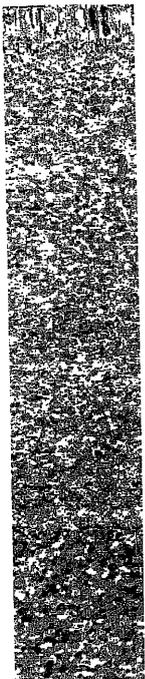
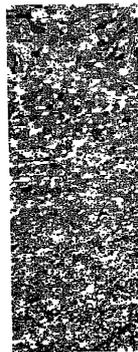


FIG. 3a

【 図 3 b 】



250.0 μ

FIG. 3b

【 図 4 】

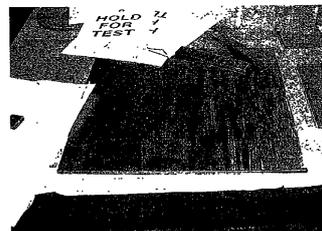


FIG. 4

【 図 5 】

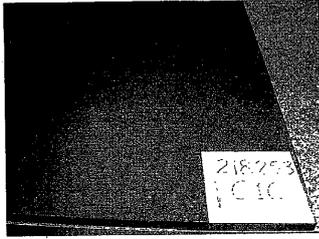


FIG. 5

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		PCT/US2004/042734
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC 7 C23C14/34 C22F1/18		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 7 C23C C22F		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 6 348 113 B1 (MICHALUK CHRISTOPHER A ET AL) 19 February 2002 (2002-02-19) cited in the application	20-39, 48
Y	column 7, line 1 - column 8, line 18; example 3; table 3	49
X	US 6 264 813 B1 (LEROY MICHEL ET AL) 24 July 2001 (2001-07-24)	1-5, 18
Y	column 7, line 22 - column 8, line 67	6-17, 19
X	US 6 238 494 B1 (SEGAL VLADIMIR) 29 May 2001 (2001-05-29)	20, 48
Y	column 4, line 26 - column 5, line 6 column 1, line 24 - column 2, line 11	6-17, 19
	-/--	
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubt on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 10 October 2005		Date of mailing of the international search report 20/10/2005
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Ekhuitt, H

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US2004/042734

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 2003/019746 A1 (FORD ROBERT B ET AL) 30 January 2003 (2003-01-30) cited in the application paragraphs '0033!, '0039! -----	49
A	DE 20 37 542 A1 (DEUTSCHE EDELSTAHLWERKE) 10 February 1972 (1972-02-10) claim 1 -----	1-19
A	US 2002/125128 A1 (TURNER STEPHEN P) 12 September 2002 (2002-09-12) paragraph '0024!; table 1 -----	1,20,48

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US2004/042734

Box II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of Item 2 of first sheet)

This International Search Report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.: 40-47, 50, 51
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.: 40-47, 50, 51
because they relate to parts of the International Application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful International Search can be carried out, specifically:
see FURTHER INFORMATION sheet PCT/ISA/210

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers all searchable claims.

2. As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.

3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this International Search Report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this International Search Report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

International Application No. PCT/US2004 /042734

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCTISA/ 210

Continuation of Box II.2

Claims Nos.: 40-47,50,51

1.

Present claims 40-47,50,51 relate to a metal plate and a sputtering component defined by reference to the following parameter(s):

P1: "overall change in pole orientation measured through the thickness"

P2: " the scalar severity of texture inflection measured through the thickness"

The use of these parameters in the present context is considered to lead to a lack of clarity within the meaning of PCT Article 6. It is impossible to compare the parameters the applicant has chosen to employ with what is set out in the prior art. The lack of clarity is such as to render a meaningful complete search impossible.

Consequently, the search has been restricted to the method of claims 1-19, and the metal plates and the sputtering components of claims 20-39,48,49

The applicant's attention is drawn to the fact that claims relating to inventions in respect of which no international search report has been established need not be the subject of an international preliminary examination (Rule 66.1(e) PCT). The applicant is advised that the EPO policy when acting as IPEA is normally not to carry out a preliminary examination on matter which has not been searched. This is the case irrespective of whether or not the claims are amended following receipt of the search report or during any Chapter II procedure."

2.

The present claim 20-39,48,49 relate to an extremely large number of possible metal plates and sputtering components. Support and disclosure in the sense of Article 6 and 5 PCT is to be found however for only a very small proportion of the metal plates and sputtering components. See Examples 1-6 disclosing tantalum plates. The non-compliance with the substantive provisions is to such an extent, that the search was performed taking into consideration the non-compliance in determining the extent of the search of claims 20-39,48,49. (PCT Guidelines 9.19 and 9.23).

The search of claim 20-39,48,49 was restricted to those claimed metal plates and sputtering components which appear to be supported and a generalisation of their composition to include other refractory metal plates and sputtering components.

The applicant's attention is drawn to the fact that claims relating to inventions in respect of which no international search report has been established need not be the subject of an international preliminary examination (Rule 66.1(e) PCT). The applicant is advised that the EPO policy when acting as an International Preliminary Examining Authority is

International Application No. PCT/US2004/042734

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

normally not to carry out a preliminary examination on matter which has not been searched. This is the case irrespective of whether or not the claims are amended following receipt of the search report or during any Chapter II procedure. If the application proceeds into the regional phase before the EPO, the applicant is reminded that a search may be carried out during examination before the EPO (see EPO Guideline C-VI, 8.5), should the problems which led to the Article 17(2) declaration be overcome.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

PCT/US2004/042734

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6348113	B1	19-02-2002	AT 279542 T 15-10-2004
			AU 764689 B2 28-08-2003
			AU 1920400 A 13-06-2000
			BR 9915674 A 22-01-2002
			CA 2352336 A1 02-06-2000
			CN 1333838 A 30-01-2002
			DE 69921181 D1 18-11-2004
			EP 1137820 A1 04-10-2001
			ID 29867 A 18-10-2001
			JP 2002530534 T 17-09-2002
			MX PA01005264 A 06-05-2002
			RU 2233899 C2 10-08-2004
			TW 530091 B 01-05-2003
			WO 0031310 A1 02-06-2000
US 2002026965 A1 07-03-2002			
US 6264813	B1	24-07-2001	DE 69733964 D1 15-09-2005
			EP 0948663 A1 13-10-1999
			FR 2756572 A1 05-06-1998
			WO 9824945 A1 11-06-1998
			JP 2001504898 T 10-04-2001
			KR 2000057369 A 15-09-2000
US 6238494	B1	29-05-2001	EP 1027463 A1 16-08-2000
			JP 2003532791 T 05-11-2003
			WO 9902743 A1 21-01-1999
US 2003019746	A1	30-01-2003	US 2005167015 A1 04-08-2005
DE 2037542	A1	10-02-1972	BE 769926 A1 16-11-1971
			FR 2100285 A5 17-03-1972
			NL 7110278 A 01-02-1972
US 2002125128	A1	12-09-2002	NONE

フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード(参考)
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F 1/18	H
	B 2 1 B 3/00	K
	B 2 1 B 1/38	A
	C 2 2 F 1/00	6 0 4
	C 2 2 F 1/00	6 0 6
	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 1 C
	C 2 2 F 1/00	6 9 1 Z
	C 2 2 F 1/00	6 9 4 A

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(74) 代理人 100113918

弁理士 亀松 宏

(72) 発明者 ミカルク, クリストファー エー.

アメリカ合衆国, ペンシルベニア 1 9 5 2 5, ギルバーツビル, カッサード サークル 2 3 0 6

(72) 発明者 フーバー, ルイス イー.

アメリカ合衆国, ペンシルベニア 1 8 1 0 4, アレンタウン, ウェスト フェアービュー ストリート 2 2 4 2

(72) 発明者 アレクサンダー, ピー. トッド

アメリカ合衆国, ペンシルベニア 1 9 3 1 2, バーウィン, ファラガット ロード 8 5 6

F ターム(参考) 4E002 AA08 AB05 AD09 BC01 BC05 BD06 CB01 CB03

4K029 BA21 CA05 DC04 DC08