



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101374611 B

(45) 授权公告日 2015.04.08

(21) 申请号 200780003134.7
(22) 申请日 2007.03.06
(30) 优先权数据
60/779,735 2006.03.07 US
(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2008.07.14
(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/US2007/005584 2007.03.06
(87) PCT国际申请的公布数据
W02007/103309 EN 2007.09.13
(73) 专利权人 卡伯特公司
地址 美国马萨诸塞州
(72) 发明人 克雷格·M·卡彭特
詹姆斯·D·马奎尔
(74) 专利代理机构 北京市柳沈律师事务所
11105
代理人 宋莉

(56) 对比文件
US 6893513 B2, 2005.05.17, 说明书第2栏
33-39行, 第7栏第4行至第8栏第21行、第9栏
到第10栏中实施例3.
JP 特开2001-040470 A, 2001.02.13, 全文.
US 6238494 B1, 2001.05.29, 全文.
CN 1484711 A, 2004.03.24, 全文.
WO 2005/064037 A2, 2005.07.14, 全文.
CN 1659305 A, 2005.08.24, 全文.

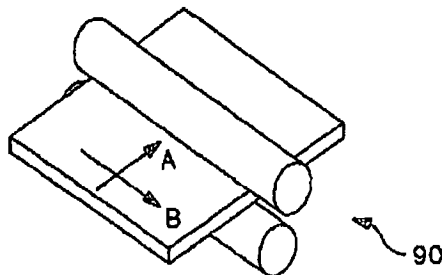
审查员 李锦弟

(51) Int. Cl.
B21B 1/02(2006.01)
B21B 1/20(2006.01)
C22F 1/18(2006.01)
C23C 14/34(2006.01)

权利要求书3页 说明书22页 附图11页

(54) 发明名称
制备变形金属制品的方法

(57) 摘要
描述了一种制造金属制品和溅射靶的方法, 其包括使锭变形至优选尺寸。此外, 进一步描述了由本发明方法制造的产品。



1. 一种制备具有最终厚度的金属制品的方法,包括:
变形金属锭以形成具有长度、宽度和厚度的矩形板坯,其中该三个尺寸中的两个相对于彼此的偏差不超过 25% ;
第一轧制所述矩形板坯以形成中间板,其中所述第一轧制包括多个轧制道次 ;和
第二轧制所述中间板以形成金属板,其中所述第二轧制包括多个轧制道次,且其中所述第二轧制的每个所述轧制道次赋予每道次 0.06 到 0.18 的真实应变压下量。
2. 根据权利要求 1 的方法,其中所述三个尺寸中的两个相对于彼此的偏差不超过 15%。
3. 根据权利要求 1 的方法,其中所述三个尺寸中的两个相对于彼此的偏差不超过 10%。
4. 根据权利要求 1 的方法,其中所述三个尺寸中的两个相对于彼此的偏差不超过 1%。
5. 根据权利要求 1 的方法,其中所述三个尺寸中的两个是宽度和厚度。
6. 根据权利要求 1 的方法,其中所述金属锭的直径至少为 $9\frac{1}{2}$ 英寸。
7. 根据权利要求 1 的方法,其中所述金属锭的直径至少为 11 英寸。
8. 根据权利要求 1 的方法,其中所述金属锭的直径为 10 英寸~ 20 英寸。
9. 根据权利要求 1 的方法,其中所述矩形板坯在所述第一轧制之前的厚度是所述金属制品的最终厚度的至少 5 倍。
10. 根据权利要求 1 的方法,其中所述矩形板坯在所述第一轧制之前的厚度是所述金属制品的最终厚度的至少 10 倍。
11. 根据权利要求 1 的方法,其中所述矩形板坯在所述第一轧制之前的厚度是所述金属制品的最终厚度的至少 15 倍。
12. 根据权利要求 1 的方法,其中所述矩形板坯在所述第一轧制之前的厚度是所述金属制品的最终厚度的至少 20 倍。
13. 根据权利要求 1 的方法,其中由所述第二轧制赋予的总真实应变压下量为真实应变压下量的 0.10 ~ 1.0。
14. 根据权利要求 1 的方法,其中由所述第二轧制赋予的总真实应变压下量为真实应变压下量的 0.20 ~ 0.5。
15. 根据权利要求 1 的方法,其中所述第一轧制包括由轧机间隙设置改变所限定的轧制制度。
16. 根据权利要求 1 的方法,其中所述第二轧制的最终轧制道次赋予的真实应变压下量等于或大于任何其他轧制道次赋予的真实应变压下量。
17. 根据权利要求 1 的方法,其中所述金属锭是铌、钽、或其合金。
18. 根据权利要求 1 的方法,其中所述金属锭是铜或钛或其合金。
19. 根据权利要求 1 的方法,进一步包括在所述第一轧制之前对所述板坯退火。
20. 根据权利要求 19 的方法,其中所述退火是在真空或惰性条件下在 700 ~ 1500℃ 的温度下进行 30 分钟~ 24 小时的时间。
21. 根据权利要求 1 的方法,进一步包括给所述矩形板坯提供两个相对轧制表面,其在 0.02 英寸内平坦。

22. 根据权利要求 1 的方法,其中所述矩形板坯厚度 3~8 英寸,宽度 3~8 英寸,和长度 10~48 英寸。
23. 根据权利要求 1 的方法,其中所述中间板的厚度为 0.40~1.5 英寸。
24. 根据权利要求 1 的方法,其中所述中间板的长度比所述矩形板坯长度大 10%或更少。
25. 根据权利要求 1 的方法,进一步包括对所述中间板退火。
26. 根据权利要求 25 的方法,其中所述退火是在真空或惰性条件下在 700~1500℃的温度下进行 30 分钟~24 小时的时间。
27. 根据权利要求 1 的方法,其中所述第二轧制的所述轧制道次的至少一个在相对于所述第一轧制的所述轧制道次的至少一个的横向方向上。
28. 根据权利要求 1 的方法,其中所述第二轧制的所述轧制道次为多向的。
29. 根据权利要求 1 的方法,其中所述金属锭具有横截面面积,和所述矩形板坯具有横截面面积,其中在形成所述矩形板坯时,与所述矩形板坯的横截面面积相比,所述金属锭的所述横截面面积遭受基于真实应变的至少 95%的真实应变压下量。
30. 根据权利要求 29 的方法,其中横截面面积上的所述真实应变压下量为至少 100%。
31. 由权利要求 1 方法形成的金属板。
32. 根据权利要求 31 的金属板,其中所述金属的平均晶粒尺寸为 20 微米或更小。
33. 一种制造具有最终厚度的金属制品的方法,包括:
 - a) 将具有横截面面积的金属锭变形以形成具有横截面面积的矩形板坯,其中与金属锭的横截面面积相比,该矩形板坯的横截面面积减小基于总真实应变压下量的至少 100%;
 - b) 第一轧制所述矩形板坯以形成中间板,其中所述第一轧制包括多个轧制道次;
 - c) 第二轧制所述中间板以形成金属板,其中所述第二轧制包括多个轧制道次,且其中所述第二轧制的每个所述轧制道次赋予 0.06 或更大的真实应变压下量。
34. 根据权利要求 33 的方法,其中该板坯的所述横截面面积减小基于总真实应变压下量的 100%~500%。
35. 根据权利要求 33 的方法,其中所述金属锭的直径为至少 $9\frac{1}{2}$ 英寸。
36. 根据权利要求 33 的方法,其中所述金属锭的直径为至少 11 英寸。
37. 根据权利要求 33 的方法,其中所述金属锭的直径为 10 英寸~20 英寸。
38. 根据权利要求 33 的方法,其中由所述第二轧制赋予的总真实应变压下量为真实应变压下量的 0.10~1.0。
39. 根据权利要求 33 的方法,其中由所述第二轧制赋予的总真实应变压下量为真实应变压下量的 0.20~0.5。
40. 根据权利要求 33 的方法,其中所述金属锭为铌、钽或其合金。
41. 根据权利要求 33 的方法,进一步包括在所述第一轧制之前对所述板坯退火。
42. 根据权利要求 33 的方法,进一步包括对所述中间板或所述金属板或两者退火。
43. 根据权利要求 33 的方法,其中进行所述第二轧制,且所述第二轧制的所述轧制道次的至少一个在相对于所述第一轧制的所述轧制道次的至少一个的横向方向上。
44. 根据权利要求 31 的金属板,其中该金属为 BCC 金属,其具有 0.3 或更小的织构梯度

均匀系数 (H)。

45. 根据权利要求 44 的金属板,其中所述结构梯度均匀系数为 0.1 ~ 0.2。

46. 根据权利要求 44 的金属板,其中所述结构梯度均匀系数为 0.12 ~ 0.17。

47. 根据权利要求 31 的金属板,其中该金属为 BCC 金属,其具有 0.1 或更小的结构梯度条带系数 (B)。

48. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述结构梯度条带系数为 0.01 ~ 0.075。

49. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述结构梯度条带系数为 0.02 ~ 0.05。

50. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述 BCC 金属具有 0.2 或更小的结构梯度均匀系数 (H)。

51. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述结构梯度均匀系数为 0.1 ~ 0.2。

52. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述结构梯度均匀系数为 0.12 ~ 0.17。

53. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述 BCC 金属为钽。

54. 根据权利要求 44 的金属板,其中所述 BCC 金属为钽。

55. 根据权利要求 47 的金属板,所述 BCC 金属具有至少 99.95% 的金属纯度。

56. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述 BCC 金属的平均晶粒尺寸为 75 微米或更小。

57. 根据权利要求 47 的金属板,其中所述 BCC 金属为钽,且具有在整个该 BCC 金属厚度上的主 (111) 结构。

58. 根据权利要求 33 的方法,其中所述第一轧制为时钟脉冲轧制以形成所述金属板。

59. 根据权利要求 1 的方法,其中所述真实应变压下量为每道次 0.06 ~ 0.15。

60. 根据权利要求 1 的方法,其中第二轧制中的随后轧制道次相对于前一轧制道次的真实应变压下量的偏差不超过 25%。

61. 根据权利要求 1 的方法,其中第二轧制中的随后轧制道次相对于前一轧制道次的真实应变压下量的偏差不超过 5%。

62. 根据权利要求 44 的金属板,其中在整个 BCC 金属中均匀系数变化不超过 ± 0.1 。

63. 根据权利要求 47 的金属板,其中在整个 BCC 金属中结构梯度条带系数变化不超过 ± 0.05 。

制备变形金属制品的方法

[0001] 本申请基于 35 U. S. C. § 119(e) 要求于 2006 年 3 月 7 日提交的美国临时专利申请 No. 60/779, 735 的优先权, 其作为参考在此全部引入。

技术领域

[0002] 本发明涉及金属坯段 (billet)、板坯 (slab)、板、棒和溅射靶及其它金属制品。更特别地, 本发明涉及制造优选具有均匀的细晶粒尺寸、均匀微观结构、低织构带 (texture banding) 和 / 或没有表面纹路 (marbleizing) 的金属的方法, 该金属用于制造溅射靶和其它物体。

背景技术

[0003] 溅射靶和溅射靶材料的某些可观察到的性质对于增强阀金属 (valve metal) 溅射靶的溅射性能是期望的 (参见, 例如, Michaluk, “Correlating Discrete Orientation and Grain Size to the Sputter Deposition Properties of Tantalum”, JEM, 2000 年 1 月; Michaluk, Smathers 和 Field, Twelfth International Conference on Texture of Materials, J. A. Szpunar (ed.), National Research Council of Canada, 1999, p. 1357)。细晶粒尺寸和几乎没有尖锐织构带的均匀微观结构是这种性质的实例。通常金属材料特别是靶材料的晶粒尺寸、晶粒均匀性和织构均匀性是通过例如美国专利 No. 6, 462, 339B1 (Michaluk 等) 和 Wright 等的 “Scalar Measures of Texture Heterogeneity”, Material Science Forum, Vols. 495 ~ 497 (2005 年 9 月), pp. 207 ~ 212 中描述的方法可测量的品质, 其全部内容作为参考在此全部引入。

[0004] 因此, 在相关市场中对开发用于生产具有上述冶金和织构品质的高纯度金属制品如溅射靶的方法存在正在进行的兴趣。包含有锻造和 / 或轧制步骤的传统金属加工多步骤程序, 与一个或多个中间退火步骤以及一个或多个清洁步骤组合, 典型地用于制造适当的轧制形式, 并通常地描述于 C. Pokross, “Controlling the Texture of Tantalum Plate”, Journal of Metals, 1989 年 10 月, pp. 46 ~ 49; 和 J. B. Clark, R. K. Garrett, Jr., T. L. Jungling, R. I. Asfahani, “Influence of Transverse Rolling on the Microstructural and Textural Development in Pure Tantalum”, Metallurgical Transactions A, 23A, pp. 2183 ~ 91 (1992), 其全部内容作为参考在此全部引入。生产具有细晶粒尺寸和均匀织构的钽溅射靶的多步骤锻造、清洁、退火和轧制方法的实例描述于美国专利 No. 6, 348, 113 (Michaluk 等) 中, 在此作为参考全部引入。

[0005] 钽已经作为用于在先进集成电路微电子器件中使用的铜互连的主要扩散阻挡材料出现。在这种微电子器件的制造过程中, 钽或氮化钽阻挡膜通过物理气相沉积 (PVD) (一种沿用已久的方法) 沉积, 由此通过高能等离子体腐蚀源材料 (称为 “溅射靶”)。等离子体离子轰击和穿透进入溅射靶的晶格使原子从溅射靶表面排出, 该原子然后沉积在基底顶上。溅射沉积膜的质量受许多因素影响, 包括溅射靶的化学和冶金均匀性。

[0006] 近些年, 研究工作已集中在开发提高纯度、减小晶粒尺寸并控制钽溅射靶

材料织构的方法上。例如,美国专利 No. 6, 348, 113(Michaluk 等) 和美国专利申请 No. 2002/0157736(Michaluk) 和 2003/0019746(Ford 等) 描述了通过变形和退火操作的特定组合在钽材料或钽溅射靶部件中获得选择晶粒尺寸和 / 或优选取向的金属加工方法, 这些文献各自作为参考在此全部引入。

[0007] 美国专利 No. 6, 348, 113(Michaluk 等) 中描述了一种适于制造大批次大量具有微结构和织构均匀性的高纯度钽溅射靶的方法。尽管高容量制造方法与分批法相比具有显著的成本收益, 但它们经常不能通过标准且可重复的变形顺序获得精密的尺寸公差。由于其大的、非均质的晶粒结构, 高纯度钽锭和重轧制板坯的机械响应性是高度易变的。在高纯度钽的重板坯上施加预定且一致的轧制压下量制度 (rolling reduction schedule) 可以导致每个压下道次板厚的发散, 并最终将生产厚度尺寸过量变化的板产品。由于这种行为, 从重板坯轧制钽板的传统方法是通过取决于板宽和厚度的特定量来减小轧辊隙, 然后增加轻精加工道次以获得典型地靶厚约 $\pm 10\%$ 的厚度公差。

[0008] 一些轧制理论规定每轧制道次的大压下量必须实现在整个部件厚度上应变的均匀分布, 这有益于获得均匀的退火响应和在成品板中精细、均匀的微结构。当将高容量钽板坯加工成板时, 尺度代表阻碍采取大的轧制压下量能力的主要因素, 因为大压下量 (如真实应变压下量 (true strain reduction)) 可呈现比轧机所能处理的多的咬合 (bite)。在其中板坯或板厚度最大的轧制开始时这是尤其正确的。例如, 4" 厚的板坯的 0.2 真实应变压下量需要 0.725" 压下量道次。采取这种大咬合所需的分离力将超过传统生产轧机的能力。相反, 在 0.40" 厚的板上的 0.2 真实应变压下量仅等于 0.073" 轧制压下量, 其很好地处于许多制造轧机的能力内。影响钽的轧制压下量率的第二因素是板的宽度。对于给定的每道次的辊隙、板轨和轧机, 较宽的板经历比窄板小的每个轧制道次的压下量。

[0009] 由于加工大块钽不能单独依靠大轧制压下量以使板坯变成板, 应变不能均匀分布在板厚度上。结果, 产品并不均匀地响应退火, 如文献 (例如 Michaluk 等, "Correlating Discrete Orientation and Grain Size to the Sputter Deposition Properties of Tantalum", JEM, 2002年1月; Michaluk 等, "Tantalum 101: The Economics and Technology of Tantalum", Semiconductor Inter., 2000年7月, 两者都作为参考在此引入) 中报道的钽板中微结构和织构不连续性的存在所证明的。退火的钽板的冶金和织构均匀性通过如美国专利 No. 6, 348, 113 中教导的将中间退火操作引入到处理中而提高。然而, 在钽板加工过程中引入一个或多个中间退火操作还将减少赋予最终产品的总应变。这又将减轻板的退火响应, 且因此限制在钽产品中获得微细平均晶粒尺寸的能力。

[0010] 钽中纹路结构的存在或出现已被视为对钽溅射靶材和部件的性能和可靠性有害。发明人在近期才已发现, 可以在钽和其它金属中发现两种不同类型的纹路: 沿着腐蚀的钽靶或部件的溅射表面观察到的纹路, 和在钽靶或部件制造状态 (as-fabricated) 表面周围观察到的纹路。在腐蚀的钽溅射靶中, 纹路由在基体材料糙面精整 (由多面溅射腐蚀晶粒产生) 周围的暴露的抗溅射 (100) 织构带 (作为光泽区域出现) 的混合物形成。溅射腐蚀表面形成纹路的倾向在加工以在钽靶厚度上具有均匀织构的钽溅射靶或部件中最小化或消除, 如美国专利 No. 6, 348, 113 中公开的。美国专利 No. 6, 462, 339(Michaluk 等) 中公开了用于量化钽溅射靶材料和部件的织构均匀性的分析方法, 其作为参考在此引入。2004年2月18日提交的美国专利申请 No. 60/545, 617 中公开了用于量化条带的另一种分析方法,

其作为参考在此引入。

[0011] 表面纹路可以沿着锻造的钽材或溅射部件的制造状态表面在光溅射 (light sputtering) (如烧穿试验) 之后或通过含有氢氟酸、浓缩烃基化物、或发烟硫酸和 / 或硫酸的溶液中或其它合适蚀刻溶液中的化学蚀刻得到解决。在退火的钽板中, 表面纹路作为大的隔离的斑和 / 或褪色区域的网状物出现在酸洗轧制表面顶上。钽的纹路表面可以通过从每个表面研磨或蚀刻 0.025" 材料来去除; 然而, 这种消除表面纹路的手段在经济上不理想。表面纹路可以认为是具有区域中不同平均晶粒尺寸的区域和 / 或不同于主织构的区域 (如 (100) 对 (111))。表面纹路可更多地是由于晶粒尺寸的变化, 其中当将一个区域中的平均晶粒尺寸与另一区域中的平均晶粒尺寸相比时, 区域可具有平均晶粒尺寸变化为 $\pm 2\text{ASTM}$ 或更大, 如 $\pm 2\text{ASTM} \sim \pm 5\text{ASTM}$, 或 $\pm 2\text{ASTM} \sim \pm 4\text{ASTM}$, 或 $2\text{ASTM} \sim \pm 3\text{ASTM}$ 。

[0012] 因此, 需要制造具有优良冶金和织构品质的溅射靶材料, 和降低与制造具有这种品质的溅射靶相关的成本的方法。

发明内容

[0013] 因此, 本发明一个特征是提供一种制造具有均匀细晶粒尺寸和 / 或织构均匀性和任选地尺寸足以分割成多个板坯或溅射靶的金属的方法。

[0014] 本发明另一个特征是提供一种变形金属锭的方法。

[0015] 本发明进一步特征是提供一种制造溅射靶的大规模制造方法。

[0016] 本发明进一步特征是提供一种基本上没有表面纹路的钽金属 (或其它金属) 材料或溅射部件。

[0017] 本发明另一特征是提供一种制造大批量金属材料或溅射部件的方法, 该金属材料或溅射部件具有平均晶粒尺寸为约 150 微米或更小、或 75 微米或更小的精细、均匀的微结构, 和 / 或在贯穿金属材料或溅射部件的厚度上具有均匀的织构。

[0018] 本发明的另一特征是提供一种制造大批量金属材料或溅射部件的方法, 该金属材料或溅射部件在一个生产批次的产品中具有一致的化学、冶金和织构特性。

[0019] 本发明的另一特征是提供一种制造大批量金属材料或溅射部件的方法, 该金属材料或溅射部件在各生产批次的产品中具有一致的化学、冶金和织构特性。

[0020] 本发明的另一特征是提供一种制造大批量金属 (如钽) 材料或溅射部件的方法, 该金属材料或溅射部件在各生产批次的产品中具有一致的化学、冶金和织构特性。

[0021] 本发明的进一步特征是提供一种金属 (如钽) 材料, 其具有适合于形成部件的微结构和织构属性, 该部件包括溅射部件和溅射靶如 Ford 的美国公开专利申请 No. 2003/0019746 中公开的那些, 该专利申请文件全文作为参考在此引入。

[0022] 本发明的进一步特征是提供一种包括成型的溅射部件和溅射靶的成型金属 (如钽) 部件, 其具有平均晶粒尺寸为约 150 微米或更小、75 微米或更小、或 20 微米或更小的微细、均匀的微结构, 和 / 或在贯穿成型的部件、溅射部件或溅射靶的厚度上具有均匀织构, 其充分保留均匀化金属材料的冶金和织构属性, 而无需在成形后退火。

[0023] 本发明其它的特征和优点将部分地在随后的说明书中阐述, 部分地将通过说明书而明晰, 或可以通过实践本发明而获知。本发明的目的和其它优点将通过在说明书和所附权利要求中特别指出的要素和组合来实现和获得。

[0024] 为了实现这些和其它优点,且依据本发明的目的,如在此具体表达和概述的,本发明涉及一种制备具有最终厚度的金属制品方法。该方法包括:使金属锭变形以形成具有长度、宽度和厚度的板坯如矩形板坯,其中这些尺寸中的两个相对于彼此的偏差不超过 25%、或相对于彼此的偏差不超过 15%,然后对该板坯进行第一轧制以形成中间板,其中该第一轧制包括一个或多个轧制道次。作为选择,该方法进一步包括中间板的第二轧制以形成金属板,其中该第二轧制包括一个或多个轧制道次,且其中第二轧制的每个轧制道次优选赋予大于约 0.06 的真实应变压下量。本发明进一步涉及由该方法制备的产品,包括溅射靶和其它部件。该轧制步骤可以是冷轧、温轧或热轧步骤。

[0025] 应当理解,以上概述和随后详细说明都仅仅是示范性和说明性的,并用于对要求保护的本发明提供进一步解释。

[0026] 在此引入并构成申请一部分的附图说明了本发明的一些实施方式,并和说明书一起用来解释本发明的原理。

附图说明

[0027] 图 1a 和 1b 说明横向轧制过程。

[0028] 图 2 是根据本发明一个实施方式的变形过程的略图。

[0029] 图 3 是根据本发明一个实施例的变形过程的略图。

[0030] 图 4(有颜色)是本发明钽板的具有反极图的定向颜色编码图。

[0031] 图 5(有颜色)是本发明钽板的具有 5 度公差的结晶定向图。

[0032] 图 6(有颜色)是本发明钽板的具有 10 度公差的结晶定向图。

[0033] 图 7(有颜色)是本发明钽板的具有 15 度公差的结晶定向图。

[0034] 图 8(有颜色)是 (111)、(001) 和 (110) 的极图图表,和图 9(有颜色)是本发明钽板的反极图图表。

[0035] 图 10(有颜色)是本发明钽板的晶粒尺寸频率分布图和数据。

[0036] 图 11 是显示用于本发明各种实施方式的各个加工步骤和参数的流程图。

[0037] 图 12 是金属制品如盘的图,其进一步显示取金属制品的样品以测量织构和/或晶粒尺寸来获得在所有平面 (x, y, z) 上全部金属制品的完整理解的可取位置。

具体实施方式

[0038] 本发明涉及一种制造变形金属的方法,该金属任选地具有足以分割为多个板坯、坯段、棒、板等的尺寸,其然后可形成金属制品如溅射靶。阀金属可具有优良的冶金和织构品质。优选地,该金属具有均匀的细晶粒尺寸和均匀的微结构和/或没有或基本上没有织构梯度。例如,该金属可为阀金属,其中该阀金属可以具有小于约 100 微米的平均晶粒尺寸和/或基本上没有织构带(或条带)如 (100) 织构带或其他类型的 (x, y, z) 织构带的织构。本发明还涉及在许多工艺中有用的方法和金属产品,包括薄膜领域(例如溅射靶和其他部件,这种靶的预成型坯等)。部分地,本发明涉及制备具有所需特性(如织构、晶粒尺寸等)的金属材料的方法,和进一步涉及该产品本身。在一个实施方式中,该方法首先包括将金属锭(如钽锭)优选加工成矩形形式或适于变形加工的其它形式(如从具有矩形横截面、方形横截面、八边形横截面或圆形横截面的锭形成板坯)。该锭可是市售的。

[0039] 该锭可以按照 Michaluk 等的美国专利 No. 6, 348, 113 的教导来制备, 其作为参考在此引入。至于金属锭, 该金属锭可以是任何直径和长度。该金属可以是 bcc 金属。该金属可以是阀金属如钽或铌, 或可以是包含至少一种 bcc 金属或至少一种阀金属的合金。对于本发明, 阀金属通常包括钽、铌及其合金, 且还可包括 IVB、VB 和 VIB 族的金属、及铝和铜、及其合金。阀金属由例如 Diggle 在“Oxides and Oxide Films”, Vol. 1, 94 ~ 95 页, 1972, Marcel Dekker, Inc., New York 中描述, 其全部内容参考在此引入。阀金属通常由原生金属处理机通过包括化学还原的方法 (如例如在美国专利 No. 6, 348, 113 中描述的) 从其矿石中提取并形成粉末。典型地通过原生金属处理机进行的进一步的金属精炼技术包括使金属粉末热团聚、在吸气材料存在下使团聚的金属粉末脱氧, 和然后在酸沥滤溶液中沥滤该脱氧的金属粉末, 如在例如美国专利 No. 6, 312, 642 中公开的。然后, 原生金属处理机可使阀金属粉末或熔体原料遭受电子束或真空电弧熔炼或其它熔炼技术以铸造或形成金属锭。本发明中加工的金属可以是难熔金属, 但其它金属也可以使用。可用本发明加工的金属类型的具体实例包括, 但不限于, 钽、铌、铜、钛、金、银、钴及其合金。

[0040] 在本发明至少一个实施方式中, 优选金属锭直径为至少 8 英寸, 更优选为至少 $9\frac{1}{2}$ 英寸、至少 11 英寸、至少 12 英寸或更大。例如, 金属锭直径可为约 10 英寸~约 20 英寸、或 $9\frac{1}{2}$ 英寸~约 13 英寸、或 10 英寸~ 15 英寸、或 $9\frac{1}{2}$ 英寸~ 15 英寸、或 11 英寸~ 15 英寸。锭的高度或长度可为任何量, 如至少 20 英寸, 至少 30 英寸, 至少 40 英寸, 至少 45 英寸, 等。例如, 锭的长度或高度可为约 20 英寸到约 120 英寸或约 30 英寸到约 45 英寸。锭的形状可为圆柱形, 虽然也可使用其他形状。在锭成形后和锭的任何变形之前, 任选地, 锭可使用常规技术机械清洁。例如, 机械清洁 (清除该表面) 可以导致锭的直径减少, 如直径减少约 1% 到约 10%。作为具体实例, 锭可以具有 12 英寸的标称铸造直径和, 由于机械清洁, 可以在机械清洁后具有 10.75 至 11.75 英寸的直径。在本发明的至少一个实施方式中, 金属锭变形以形成具有长度、宽度和厚度的板坯, 其优选为矩形板坯, 其中这三个尺寸中的至少两个相对于彼此的偏差不超过 25% 或不超过 15%。更优选, 三个尺寸中的至少两个相对于彼此的偏差不超过 10% 或不超过 5% 或不超过 1%, 如相对于彼此的偏差在 0.1-25% 范围内、在 0.5% -15% 范围内或在 1% -10% 范围内。换句话说, 三个尺寸中的至少两个具有非常相似的尺寸。例如, 三个尺寸中的两个可以是在使金属锭变形后成型的板坯的宽度和厚度。最优选, 三个尺寸中的两个是尺寸基本相同或完全相同的。例如, 三个尺寸的两个, 如厚度和宽度, 每个是 5 至 $5\frac{1}{2}$ 英寸。在一个或多个实施方式中, 金属锭变形以形成具有任何横截面形状的板坯, 如方形横截面、矩形横截面、八角形横截面、圆形横截面等。该变形成板坯优选导致锭的横截面面积压下量为基于真实应变的至少 0.95 或 95% (真实应变基础), 和更优选至少 1.0 或 100%, 和再更优选 1.2 或 120%。横截面表面积的压下量可以在 0.95 至 5.0 或 1.0 至 5.0, 或 1.1 至 4.7, 或 1.0 至 4.5, 或 1.1 至 4, 或 1.5 至 3, 或 2.0 至 4.0 等的范围内, 基于真实应变基础。该横截面面积的压下量可以如下计算: 确定侧置的圆柱形锭的横截面表面积 (即, πR^2) 和然后计算板坯的横截面面积, 即高度 \times 宽度。真实应变压下量通过下式计算: $\varepsilon = \ln(T/T_0)$, 其中 T 为压下前的厚度, T_0 为压下后的厚度。在每种情况下, 忽略锭的长度和所得板坯的长度, 因为其不是横截面面积的计算部分。例如, 如果使用

12 英寸的圆形形锭,横截面表面积为横截面面积 113.1 平方英寸,和如果将该锭变形成其中宽度和厚度各为 $5\frac{1}{2}$ 英寸的具有方形横截面积的矩形,然后横截面积的真实应变压下量为约 1.32 或约 132% 压下量。横截面积的大百分比压下量可以与以下实施方式组合,在该实施方式中一旦锭变形成板坯,三个尺寸中的至少两个相对于彼此的偏差不超过 25% 或不超过 15%,或相对于彼此的偏差不超过 10%,或相对于彼此的偏差不超过 5% 或相对于彼此的偏差不超过 1%,或基本上相同或相等。

[0041] 金属锭的变形可以使用任何标准金属加工实现。优选地,金属锭变形以形成板坯通过锻造技术如单独的压锻、侧锻、和 / 或顶锻 (或其它变形技术,如挤出) 或其与侧锻、挤出等组合。最优选,金属锭变形通过压锻,其中圆柱形金属锭侧置,在顶部和底部压锻,然后旋转 90° ,和进一步压锻,并持续该过程直到形成具有在此所述尺寸的所需板坯。该锻造可以在开式模中进行。在金属锭变形以形成板坯时,板坯可以任选地具有任何所需长度的方形或接近方形横截面。可获得其它横截面形状。板坯可以具有足以制造一个或多个金属制品如板、溅射靶坯等的尺寸和体积。就本发明来说,最终产品可以是任何金属制品,且溅射坯只是优选的实例。板坯还应该具有足够的厚度以允许在加工过程中获得必要的加工量 (如冷加工) 以获得适当退火响应和优选避免纹路表面的形成。在这一点上,且严格地仅做为实例,板坯可以具有约 3 ~ 约 11 英寸的厚度、约 3 ~ 约 11 英寸的宽度和约 18 ~ 约 200 英寸或更大的长度。板坯的横截面可以是矩形、方形、八角形、双八角形 (double octagonal) 或圆形。在此给出的尺寸是对于方形或矩形横截面。对于非矩形形状可使用其中板坯 (或面积) 的总宽度和厚度大体相似的类似尺寸。

[0042] 在形成板坯后或在其后的任何点处可使用传统金属切割技术如线切割将板坯分成多个板坯。所分板坯的数目取决于初始长度和最终金属制品的所需尺寸。例如,长度为 150 ~ 200 英寸的板坯可以分割成多个板坯,如每个板坯长度为 20 ~ 40 英寸,如 30 英寸。优选地,板坯的厚度为 4.5 ~ 6 英寸、宽度为 4.5 ~ 6 英寸、长度为 30 英寸,具有轧制面 (rolling face), 优选具有在 0.040 英寸或更小内平坦的两个相对轧制面。对本发明来说,其它尺寸也可以使用。例如,具有基本上方形横截面的矩形形式可以具有 5 英寸乘 5 英寸乘大于 30 英寸长度的尺寸。板坯可以任选以如上所述相同的方式机械清洁。例如,形成厚度的两个侧面可以机械清洁并可以去除总共 0.250 英寸 (各面上 0.125 英寸)。作为选择,可清洁一个或多个或全部表面。板坯可以任选地热处理 (如退火) 一次或多次,例如,在保护性环境中 (如惰性或真空退火) 以实现应力消除、部分再结晶和 / 或完全再结晶。可使用的退火条件将在后面描述。板坯可以然后至少进行第一轧制以形成中间板,其中第一轧制可以包括多个轧制道次。作为选择,该方法可以进一步包括对中间板进行第二轧制以形成金属板,其中第二轧制可以包括多个轧制道次,且第二轧制的每个轧制道次优选赋予的真实应变压下量为每道次约 0.06 或更大 (如每道次 0.06 ~ 0.35、每道次 0.06 ~ 0.25、每道次 0.06 ~ 0.18、每道次 0.06 ~ 0.16、每道次 0.06 ~ 0.15、每道次 0.06 ~ 0.13、每道次 0.06 ~ 0.12、每道次 0.06 ~ 0.10、每道次 0.08 ~ 0.18、每道次 0.09 ~ 0.17、每道次 0.1 ~ 0.15), 或例如约 0.12 或更大,或例如不大于约 0.35。第二轧制的最终轧制道次可任选地赋予等于或大于其它轧制道次中所赋予的真实应变压下量的真实应变压下量。第二轧制的轧制道次的至少一个 (优选全部) 可以在相对于第一轧制的轧制道次的至少一个的横向方向

上。第一和 / 或第二轧制的轧制道次可为多向的、时钟脉冲轧制 (clock rolling) 等。该轧制步骤可以是冷轧或温轧或热轧或这些轧制步骤的 各种组合。真实应变的定义为： $\epsilon = \ln(t_i/t_f)$ ，其中 ϵ 为真实应变或真实应变压下量， t_i 为板的初始厚度（压下前）， t_f 为板的最终厚度（压下后）， \ln 为该比值的自然对数。

[0043] 在一个或多个实施方式中，第一轧制和 / 或第二轧制中每一随后的轧制道次可以相对于前一轧制道次的真实应变压下量的偏差不超过 25%，和可以相对于前一轧制道次的偏差不超过 20% 或不超过 15%、或不超过 10%、或不超过 7%、或不超过 5%、或不超过 2.5% 或不超过 1%。例如，随后轧制道次的真实应变压下量可与前一轧制道次的真实应变压下量相同或基本相同，或可以相对于前一轧制道次的真实应变压下量的偏差在 0.5% ~ 25% 范围内或在 1% ~ 20% 范围内或在 1.5% ~ 15% 范围内。接下来或随后轧制道次的真实应变压下量接近于前一轧制道次真实应变压下量的这种选择可以有助于金属中更均匀的织构和 / 或晶粒尺寸。

[0044] 如所述的，对每个板坯进行轧制（如冷轧、温轧、热轧）以制造所需规格和尺寸的板，以依据如下标准产生一个或多个溅射靶坯。轧制该板坯以形成具有处于该板坯和所需成品板之间的厚度的中间板。例如，该中间板可具有约 0.3 ~ 约 1.5 英寸的厚度。该中间板的厚度，使得在从中间规格到完成的轧制中所赋予真实应变，可为在将板坯从中间规格轧制到最终规格中所赋予全部真实应变的约 0.35 或更大，优选约 0.50 或更大，或者通常在至少一个实施方式中，不大于 1.0，如约 0.35 ~ 约 1.0。该第二轧制的最终轧制可赋予等于或大于其它任何轧制道次所赋予的真实应变压下量的真实应变压下量。例如，对将 5.25" 板坯冷轧成具有 0.300" 厚度成品板表示全部真实应变压下量为 2.86；从 0.569" 厚度的中间板轧制的成品板具有的从中间规格轧制到完成所赋予的真实应变为 0.64。类似地，例如，从 0.950" 厚度的中间板轧制的成品板具有的从中间规格轧制到完成 (0.300") 所赋予的真实应变为 1.15，当从板坯轧制到中间板时所赋予的真实应变为约 1.71。对本发明来说，本发明中描述的每个轧制步骤可以为冷轧步骤、温轧步骤或热轧步骤或其任意组合。此外，每个轧制步骤可以包括一个或多个轧制步骤，其中如果在特定步骤中使用超过一个轧制步骤，则多个轧制步骤可以全部是冷轧、温轧和 / 或热轧，或可以是各种冷轧、温轧和 / 或热轧步骤的组合。这些术语是本领域技术人员理解的。冷轧典型地是轧制过程中处于室温或更低的温度，而温轧典型地是在稍微高于室温，如高于室温 10°C ~ 约 25°C，而热轧典型地是高于室温 25°C 或更高，其中该温度为金属温度。在本发明中，轧制板坯如矩形板坯可以通过任何轧制制度和轧制方向实现。例如，板坯的轧制可以通过横轧或横向轧制实现。通过在两个或多个方向上轧制实现的压下量可以在各方向上相等或可以在各方向上不同。例如，在本发明一个实施方式中，板坯可以在两个方向上进行横向轧制，例如，在长度方向和宽度方向上，例如在图 1A 和 1B 中所示。这些方向各自中的轧制从实现板坯厚度相同%的压下量的观点来看可为类似的，或轧制可以是不同的，使得一个方向上的%压下量大于另一个方向。“第一轧制”可都在相同方向或不同方向上。同样，“第二轧制”可都在相同方向或不同方向上。第一轧制可以在第二轧制不同的方向上。例如，在横轧或横向轧制中，第一轧制可都在一个方向上，第二轧制可与第一轧制成 90°。作为进一步的实例，一个方向上的真实应变%压下量（相对于厚度上的%压下量）可在相对于其它方向的一个方向上为 100% 或更大、150% 或更大、200% 或更大、250% 或更大、300% 或更大、350% 或更大、或 400% 或

更大（例如，100%~500%、或150%~400%）。例如，宽度方向上（沿着宽度）的%压下量可比长度方向上（沿着长度）大50%~400%。作为进一步的实例，一个方向上的压下量可以是大约60%~300%或约50%~约85%、或约70%，其中这些百分比压下量是对于轧制前板坯初始厚度的压下量。在一个或多个实施方式中，板坯，优选为矩形，在第一轧制前的厚度为金属制品最终厚度的至少5倍、或是金属制品最终厚度的至少10倍、或是金属制品最终厚度的至少15倍、或是金属制品最终厚度的至少20倍，如是金属制品最终厚度的约5倍~约20倍。同样，就本发明来说，在金属的任何加工之前或金属的任何加工之后（如轧制等），金属材料可以在各加工步骤中热处理（如退火）一次或多次（如1、2、3、4或多次）。该热处理可以获得应力释放和/或部分或完全再结晶。

[0045] 在从大板坯轧制成中间板的过程中，每个轧制道次采用大应变压下量以获得中间板的均匀加工经常是不实际也不必需的。从板坯轧制成中间板的一个目的是通过受控且可重复的过程产生中间形态。该中间形态可具有足够尺寸，使得其然后可被轧制成具有足够尺寸的成品板以产生一个或多个金属制品，如溅射靶坯。优选控制该过程，使得从板坯到中间板的压下量率在各板坯之间是可重复的，且使得限制板坯的宽展量以优化来自板坯的产品的产率。如果工件的长度伸展超过容许限度，那么难以将中间板轧制成目标规格范围并同时获得优化产品产率所需的最小宽度。在至少一个实施方式中，中间板的长度比板坯长度大至少约10%或更大（如10%~50%、或15%~45%或20%~40%）。

[0046] 将板坯轧制成中间板的过程可以在每个轧制道次采用小的压下量开始。例如参见本文中的表1~3。尽管可限定板坯轧制成中间板的轧制制度以把每个道次所需的真实应变压下量作为目标，这种手段的实施、监测和校验一致性是困难的而且花费时间。更优选的手段是使用由轧机间隙设置变化所限定的轧制制度来将板坯轧制成中间板。参见本文中的表1~3。该过程以采用一个或两个“定径道次”以达到预定的轧机间隙设置开始，然后通过每个道次的预定量来减少轧机间隙。每个轧制道次的轧机间隙设置的变化可以保持恒定、顺序增加、或增量增加。当工件厚度接近中间板的目标厚度时，轧机间隙设置的改变可以由每个轧机操作工的判断来改变，以获得所需的中间板宽度和厚度范围。

[0047] 当从板坯轧制成中间板时，必须注意限制工件的宽展量。通过采用整平道次可产生宽展，所以整平道次的数量和每个整平道次赋予的应变应该最小化。整平道次的总数量可以为1~20、或1~10或1~5。而且，工件以角度供给入轧机是不优选的。期望使用推钢杆将工件供给至轧机。

[0048] 作为选择，在第一轧制（其可为例如宽展轧制）之后，轧制方向上的尺寸将增加，和在一个或多个实施方式中，轧制方向上的尺寸将大大增加。例如，如果第一轧制是在宽度方向上或沿着宽度方向，该宽度可增加从100%至1000%或更大。这严格作为例子。当轧制方向上的尺寸急剧增加时，作为选择，该轧制板坯或中间板可以然后任选地分成两个或多个中间板。作为进一步的实例，在尺寸增加的轧制方向上，中间板可以分成一半或三分之一或四分之一，取决于最终产品的所需最终尺寸。作为进一步的实例，在第一轧制后该宽度可为约50英寸，和在去除边缘之后，可切割中间板，使得各切割中间板的宽度为约20英寸。而且，作为选择，可以去除进入辊的板的前缘（或前沿）和后缘（或后沿）。有时，这些边缘由于在轧制过程中对板的边缘（前和后）发生的成型而可称为“管”（pipe）。这些“管”部分可以从前缘和后缘上去除，有时可为轧制方向上整个尺寸的1%~15%。例如，约40英

寸的宽度可以具有在各边缘上去除的 5 英寸的“管”部分。在第一轧制之后,中间板可以任选地使用后面描述的条件热处理或退火。

[0049] 作为选择,在第二轧制之后,在前缘、后缘或两者上的“管”部分可以对第一轧制中产生的“管”部分如上所述相同的方式去除。此外,在第一和 / 或第二轧制之后,该板可以用下面描述的方式退火。而且,该板可以基于最终产品分成所需尺寸。例如,该材料可以剪切或喷射切割 (jet cut) 至所需尺寸。而且,在任何变形步骤之后或在任何变形步骤之前,金属如板坯或板可以拉平轧制以获得跨越金属一个或多个表面的更均匀的平面度,使得两个相对轧制表面在 0.050 英寸或更小内,如 0.020 英寸或更小、或 0.010 英寸或更小内 (如 0.001 英寸 ~ 0.050 英寸内、或 0.005 英寸 ~ 0.020 英寸内) 平坦。

[0050] 在任何变形步骤和 / 或清洁 / 清洗步骤和 / 或分割 / 切割步骤之前和 / 或之后,金属可退火一次或多次 (如 1、2、3、4 或更多次)。优选在 5×10^{-4} 托或更高的真空下以及足以确保金属的回收 (recovery) 或完全再结晶的温度和时间下完成退化。可以使用其它退火条件。金属可以任选地在约 700 ~ 1500°C 或约 850 ~ 约 1500°C 的温度下退火约 10 ~ 30 分钟或最高达约 24 小时或更长时间,更优选在约 1050 ~ 约 1300°C 的温度下退火 1 ~ 3 小时或更长时间,以实现应力消除、和 / 或部分或完全再结晶,并优选没有过量的不均匀晶粒生长或二次再结晶。可以使用其它时间和温度。退火温度指的是烤箱或炉内的温度。

[0051] 将中间板轧制成成品板的一个目的可为每道次赋予足够的真实应变,以获得整个板厚度上的均匀应变,以在退火后的材料中获得精细且均匀的晶粒结构和组织。在至少一个实施方式中,期望在将中间板厚度减至成品板厚度的各轧制道次中赋予最小 0.06 的真实应变压下量 (如 0.06 ~ 0.19、或 0.06 ~ 0.18、或 0.06 ~ 0.15、或 0.06 ~ 0.12)。期望在第二压下轧制过程中的轧制方向垂直于中间板的第一轧制方向。然而,从板坯直接轧制成成品板或从中间板时脉冲轧制成成品板是容许的。

[0052] 然后,可以使用具有每道次限定的最小真实应变的轧制制度将每个中间板轧制 (如冷轧) 成所需尺寸的成品板。为保证批次之间加工和产品的一致性,优选大压下量道次的数量和每个道次允许的真实应变压下量范围是预定的 (例如,如表 1 ~ 3 所示)。而且,为了防止轧制后板的过度弯曲,最后一个轧制道次赋予大于之前的轧制道次的真实应变压下量是有利的。将中间板轧制成最终产品的制度实例如下:厚度范围为 0.4 ~ 1.00" 的中间板批次可以通过每道次 0.06 ~ 0.22 真实应变或每道次 0.06 ~ 0.18 真实应变的五个压下道次轧制成 0.300" 的目标规格。

[0053] 在任何时刻或阶段,板坯、中间板和 / 或成品板可以加工以具有平坦且平行的表面。优选以不污染表面或不将杂质材料嵌入表面的方式加工轧制表面。机加工方法如磨铣 (milling) 或快速切削 (fly cutting) 是使得轧制表面平坦且平行的优选方法。可使用其它方法如研磨 (grinding) 或精研 (lapping) (如使用来自 Blanchard, Mattison, Gockel 或 Reform 的机器),并可以使用随后的清洁操作,如重酸洗,以例如从所有表面去除约 0.001", 以去除任何嵌入的污染物。

[0054] 在任何时刻或阶段,然后可将板坯、中间板和 / 或成品板清洁,以去除表面顶上的任何异物如油和 / 或氧化物残留物。如美国专利 No. 6, 348, 113 中描述的氢氟酸、硝酸和去离子水的酸洗液是足够的。如所述的,板坯、中间板和 / 或成品板和 / 或金属制品可以在真空或惰性气氛下退火,例如,在 700 ~ 1500°C 或 850 ~ 1500°C 的温度下退火约 10 ~ 30 分

钟或最高达约 24 小时或更长,更优选在约 1050 ~约 1300°C 的温度下退火 2 ~ 3 小时,以实现应力消除、和 / 或部分或完全再结晶,而没有过量的非均匀晶粒生长或二次再结晶。

[0055] 图 2 和 3 示出了根据本发明的一些实施方式的将金属锭 10 如钽或铌变形以最终产生板 100 的一些实施方式。金属锭 10 可以例如通过锻造例如 (如箭头所示) (压锻) 进行第一变形,以形成板坯 20。板坯 20 可为矩形形状,其具有第一尺寸 L、垂直于所述第一尺寸 L 的第二尺寸 W、和垂直于该第二尺寸的第三尺寸 T,其可相对于第二尺寸 W 的偏差不超过 15%。板坯 20 可以任选地如所讨论地进行所述退火。板坯 20 可以任选地分成如图 2 所示具有板坯 20 的 W 和 T 的多个板坯 25。板坯 20 (未分割的) 或分割的板坯 25 可以在两个方向 (或多于两个方向) 上轧制,以形成中间板和然后形成成品板 30。根据另一个实施方式,板坯的变形可以通过对板坯初轧轧制 (bloom rolling) 来获得,优选使用初轧机。成品板可以分成如图 3 所示的多个板。使阀金属多向变形可与在大于一个方向上横轧板坯对比,例如,如图 1a 和 1b 所示。在横轧过程中,金属工件 90 在第一方向 (A) 上轧制,且然后在垂直于第一方向 (A) 的第二方向 (B) 上轧制,使得长度和宽度增加,同时最小尺寸 (例如厚度) 减小。从而,横轧具有这样的效果:使得金属工件平整至所需厚度。多向变形还不同于多余 (redundant) 锻造,其使金属工件恢复或基本恢复至先前形式,如例如在美国专利申请公开 No. 2002/0112789 A1 中所示。板 30 或分割的板 100 可以进一步加工成溅射靶,如在美国专利 No. 6, 348, 113 B1 (Michaluk 等) 中和在美国专利申请公开 No. 2003/0037847 A1、2003/0019746 A1、2002/0157736 A1、2002/0072475 A1 和 2002/002695 A1 中描述的,其全部内容作为参考在此引入。溅射靶或靶坯可为例如平面的或圆柱形的 (例如中空阴极磁控管),且可进一步结合或附着到背衬板上。

[0056] 作为具体实例,图 11 阐述了金属的加工,其可以由生坯 (green log) 通过在 EB 炉中熔炼 (一次或多次,如两次) 形成锭开始,然后机械清洁该锭。然后,该锭可以锻造,细分,然后机械清洁。然后可将已机械清洁分割的板坯宽展轧制,然后可去除“管”部分。进一步,由第一轧制形成的中间板可以如所示地进行细分。然后,切割的中间板可旋转和横向轧制,之后可将板切割至合适尺寸。可以在该过程的任何阶段进行退火,为了示例形目的,图 11 示出了各种起始直径、尺寸和最终尺寸和百分比压下量。

[0057] 根据本发明一个实施方式,成品变形金属制品可具有足以分割形成多个溅射靶的尺寸,优选一个或多个测试或质量控制样品。成品金属制品可以为任何形状,并优选基本为矩形形状。例如,长度可以为 12 英寸 ~ 50 英寸或更大,宽度可以为 12 英寸 ~ 100 英寸或更大,厚度可以为 0.1 ~ 1 英寸、或 0.1 ~ 0.8 英寸、或 0.1 ~ 0.5 英寸。优选,矩形为 42 英寸乘以 84 英寸、20 英寸乘以 84 英寸、或 24 英寸乘以 36 英寸。优选,金属具有约 0.1 ~ 约 0.8 英寸的标称厚度,更优选约 0.25 ~ 约 0.46 英寸。

[0058] 根据本发明至少一个实施方式的阀金属的变形可以制造具有平均晶粒尺寸小于约 250 微米和 / 或基本没有 (100) 织构带或其它 (xyz) 织构带的织构的板坯。板坯优选具有平均晶粒尺寸为约 5 ~ 100 微米或约 20 ~ 约 150 微米,或更优选 50 微米或更小。平均晶粒尺寸可以为 5 ~ 75 微米,或 5 ~ 50 微米,或 5 ~ 35 微米,或 5 ~ 25 微米,或 5 ~ 20 微米。

[0059] 本发明至少一个实施方式,该方法进一步包括将可然后进一步热和 / 或机械加工的板坯、轧制板坯、板和 / 或成品板进行分割。分割可以通过将板坯、轧制板坯或板或成品

板分成预定数量的轧制块而实现。分割可以通过例如切割、机加工、水喷射切割、冲压、等离子体切割、火焰切割、磨铣、研磨、锯切、激光切割、钻孔、电极放电加工或其任意组合。一个或多个分割的块可特别制成规定尺寸以用作测试或质量控制样品。

[0060] 此外,本发明涉及一种制备高纯度金属板(或其它类型金属板)的方法,其任选具有足以产生多个溅射靶坯或部件的尺寸。优选,得到的金属,例如,成品板(如钽)具有精细、均匀的微结构。平均晶粒尺寸可以为5~75微米、或5~50微米、或5~35微米、或5~25微米、或5~20微米。例如,得到的金属,例如钨金属,可以具有约150微米或更小、或约75微米或更小、或50微米或更小,如18微米或更小、或15微米或更小的平均晶粒尺寸和/或基本没有织构带如(100)织构带或其它(xyz)织构带的织构。得到的金属可以没有或基本没有织构梯度。得到的金属可以基本没有未再结晶带。得到的金属可以在表面上和/或整个厚度上具有均匀的织构,如(100)、(111)、混合织构如(111):(100)等。该织构可以是主织构,如主(111)、或主(100)织构、或混合(111)(100)织构,其中全部优选在表面上和/或整个厚度上是均匀的。该织构可以是随机的,如均匀随机(或非优势(non-dominant))织构,优选贯穿厚度。随机可以具有任何比例的织构,其优选在整个金属中基本一致。就本发明来说,严格地为了示例性的目的,在整个本申请中讨论钽金属,应认识到本发明同样地应用于其它金属,包括其它钨金属(如铌)和其它金属及其合金。

[0061] 至于板坯、中间板、成品板、金属制品和/或溅射靶和包括该锭的任何其它部件,这些材料可以具有相对于存在的金属的任何纯度。例如,该纯度可以是相对于存在的金属的95%或更高,如至少99%、至少99.5%、至少99.9%、至少99.95%、至少99.99%、至少99.995%或至少99.999%纯,如99.95%~99.99995%、或99.99%~99.999%,其中%表示金属和没有金属杂质。例如,将这些纯度应用于钽金属板坯,其中该板坯对于较高的纯度为99%纯的钽等。金属制品或成品板可以具有在此列举的金属纯度、织构和/或晶粒尺寸的任何组合。此外,该起始锭或板坯可以具有任何平均粒度,如2000微米或更小,更优选1000微米或更小,更优选500微米或更小,甚至更优选150微米或更小。

[0062] 此外,对于起始板坯或典型地制造该板坯的锭、以及由加工该板坯得到的其他随后的部件如中间板的织构,该织构可以是任何织构,如在材料如板坯的表面上和/或整个厚度中的主(100)或主(111)织构、或混合(111):(100)织构(或其它混合和/或随机织构)。优选地,当织构为主(111)或混和(111):(100)织构时,该材料如板坯不具有任何织构带,如(100)织构带。

[0063] 在本发明的一个实施方式中,由本发明方法得到的产品优选产生板或金属制品如溅射靶,其中所有存在晶粒的至少95%为100微米或更小、或75微米或更小、或50微米或更小、或35微米或更小、或25微米或更小,在所有存在晶粒的95%处。平均晶粒尺寸可以为5~75微米、或为5~50微米、或5~35微米、或5~25微米或5~20微米。更优选,由本发明方法得到的产品产生板或溅射靶,其中所有存在晶粒的至少99%为100微米或更小、或75微米或更小、或50微米或更小,更优选35微米或更小,甚至更优选25微米或更小,如平均晶粒尺寸可以为5~75微米、或5~50微米、或5~35微米、或5~25微米或5~20微米。优选,所有存在晶粒的至少99.5%具有该期望的晶粒结构,和更优选所有存在晶粒的至少99.9%具有该期望的晶粒结构,即100微米或更小、75微米或更小、50微米或更小,更优选35微米或更小,甚至更优选25微米或更小,如平均晶粒尺寸可以为5~75

微米、或 5 ~ 50 微米、或 5 ~ 35 微米、或 5 ~ 25 微米或 5 ~ 20 微米。高百分比的小晶粒尺寸的确定优选基于测量在显示该晶粒结构的显微照片中随机选取 500 个晶粒。板和 / 或金属制品的平均晶粒尺寸可以为约 150 微米或更小, 如约 5 微米 ~ 约 100 微米、或约 10 微米 ~ 约 75 微米。

[0064] 优选, 该阀金属板具有在表面上的主 (111) 或主 (100) 或混合 (111) (100) 织构和 / 或在其整个厚度上的转置 (transposed) 主 (111)、转置主 (100) 或混合转置 (111) (100)。

[0065] 此外, 优选制造板 (以及溅射靶), 其中该产品在板或靶的表面上基本没有纹路。基本没有纹路优选是指板或靶的表面的 25% 或更少的表面积没有纹路, 更优选板或靶的表面的 20% 或更少、15% 或更少、10% 或更少、5% 或更少、3% 或更少、1% 或更少的表面积没有纹路。该纹路可以为含有与主织构不同的织构的斑或大条带区域。例如, 当主 (111) 织构存在时, 斑或大条带区域的形式的路径典型地为在板或靶表面上且也可在板或靶的整个厚度上蔓延的 (100) 织构区域。这种斑或大条带区域通常可以认为是具有板或靶整个表面面积的至少 0.25% 表面面积的斑, 且对于板或靶的表面上的单斑, 表面积可甚至更大, 如 0.5% 或 1%、2%、3%、4%、5% 或更高。当然可存在在板或靶表面上限定纹路的多于一个斑。使用美国专利申请 No. 60/545, 617 中上述提及的非破坏性条带测试, 本发明可以定量地确定这个。此外, 板或靶可以具有 1% 或更少如 0.60 ~ 0.95% 的条带 (% 条带区域)。本发明用于减少显示出纹路的单独的斑的尺寸和 / 或减少出现的纹路的全部斑的数量。因此, 本发明使受纹路影响的表面积最小, 并减少出现的纹路斑的数量。通过减少板或靶的表面上的纹路, 该板或靶无需经受进一步板或靶的加工和 / 或进一步退火。另外, 不需要去除板或靶的顶面以去除纹路影响。因此, 通过本发明, 需要较少的板或靶的物理加工, 因此产生劳动成本以及对于材料损失的节约。另外, 通过提供较少纹路的产品, 该板及更重要的靶可以均匀地受溅射, 且不浪费材料。

[0066] 本发明的金属板可以具有在溅射或化学腐蚀之后具有低于 75% 如低于 50% 或低于 25% 的光泽斑点的表面区域, 如 0.5% ~ 50%、或 0.75% ~ 25% 或 0.50% ~ 15%。优选地, 该表面区域具有在溅射或化学腐蚀之后低于 10% 的光泽斑点。更优选地, 该表面区域具有在溅射或化学反应之后低于 5% 的光泽斑点, 且最优选, 低于 1% 的光泽斑点。

[0067] 对本发明来说, 该织构也可以是混合织构如 (111) : (100) 混合织构, 且该混合织构优选在板或靶的整个表面和 / 或厚度上是均匀的。如美国专利 No. 6, 348, 113 中所述的包括形成薄膜、电容器壳、电容器等的各种用途可以在此实现, 且为了避免重复, 在此引入这些用途等。而且, 美国专利 No. 6, 348, 113 中阐释的用途、粒度、织构和纯度也可在此用于这里的材料, 其全文在此引入。

[0068] 本发明的金属板可以具有在极取向 (Ω) 的总变化。该极取向的总变化可以根据美国专利 No. 6, 462, 339 通过板的厚度测量。极取向总变化的测量方法与量化多晶材料织构均匀性的方法相同。该方法可包括选择参考极取向, 采用扫描取向图像显微术对具有厚度的材料或其部分的横截面增量扫描以在整个厚度上增量获得多个晶粒的实际极取向, 确定参考极取向和该材料或其部分中多个晶粒的实际极取向之间的差, 在整个厚度上测量的每个晶粒处分配距参考极取向的取向误差的值, 并确定在整个厚度上每个测量的增量的平均取向误差; 和通过确定贯穿厚度的每个测量的增量的平均取向误差的二阶导数来获得织构条带。使用上述方法, 贯穿板的厚度测量的本发明金属板的极取向总变化可以小于约

50/mm。优选地,根据美国专利 No. 6, 462, 339, 贯穿本发明板厚度测量的极取向总变化小于约 25/mm, 更优选小于约 10/mm, 最优选小于约 5/mm, 如 1/mm ~ 49/mm、或 1/mm ~ 25/mm 或 1/mm ~ 10/mm。

[0069] 本发明金属板可以具有根据美国专利 No. 6, 462, 339 贯穿板厚度测量的织构弯曲 (inflection) 的数量加工深度 (scalar severity) (Λ)。该方法可以包括选择参考极取向, 采用扫描取向图像显微术对具有厚度的材料或其部分的横截面增量扫描以在整个厚度上增量获得多个晶粒的实际极取向, 确定参考极取向和该材料或其部分中多个晶粒的实际极取向之间的差, 在整个所述厚度上测量的每个晶粒处分配距参考极取向的取向误差的值, 并确定在整个厚度上每个测量的增量的平均取向误差; 和通过确定贯穿厚度每个测量的增量的平均取向误差的二阶导数来确定织构条带。贯穿板厚测量的本发明金属板的织构弯曲的数量加工深度可以小于约 5/mm。优选地, 根据美国专利 No. 6, 462, 339 贯穿板厚测量的织构弯曲的数量加工深度小于约 4/mm, 更优选小于约 2/mm, 最优选小于约 1/mm, 如 0.1/mm ~ 4.9/mm、或 0.5/mm ~ 3.9/mm、或 0.5/mm ~ 1.9/mm。

[0070] 在本发明至少一个实施方式中, 本发明的金属板或金属制品可具有非常低的织构梯度。例如, 该织构梯度可对于金属板的不均匀性和条带测量, 如使用 Wright, S. I. 和 D. F. Field 在 Proceedings of ICOTOM 14(2005) 中公开的“Scalar Measures of Texture Heterogeneity”计算的。这在 Materials Science Forum, Vols. 495-497, 2005 年 9 月, pgs. 207-212 中进一步讨论。织构梯度是基于在这些公开文献中阐述的方法使用自动化的 EBSD 或取向成像电子显微镜 (OIM)。就本发明而言, 和在至少一个实施方式中, 均匀系数 (H), 具有 0.3 或更小或 0.2 或更小的值, 如 0.05 至 0.2, 或 0.12 至 0.175, 或约 0.13 至约 0.16。在至少一个实施方式中, 本发明的金属板或金属制品可以具有 0.1 或更小的条带系数 (B), 如约 0.01 至约 0.075, 或约 0.02 至约 0.05, 或约 0.03 至约 0.04。

[0071] 本发明的一个或多个实施方式中, 均匀系数 (H) 在整个金属板或金属制品中可变化不大于 0.2, 如不大于 0.1, 或不大于 0.05, 或不大于 0.01, 或不大于 0.005, 或不大于 0.001。均匀系数 (H) 在整个金属板或金属制品中可变化从 0.001 至 0.05, 或可变化从 0.01 至 0.15, 或可变化从 0.01 至 0.2。在本发明的一个或多个实施方式中, 条带系数 (B) 可变化不大于 0.05, 如不大于 0.04, 或不大于 0.03, 或不大于 0.02, 或不大于 0.01。条带系数 (B) 在整个金属板或金属制品中可变化从 0.005-0.05 或 0.01-0.04, 或 0.01-0.03, 或可变化不大于 0.01-0.025。在本发明的一个或多个实施方式中, 在整个金属板或金属制品中的织构的随机度 (degree random) 或随机次数 (times random) 可变化不超过 5 随机度或次数, 如不超过 4 随机度或次数, 或不大于 2 随机度或次数, 或 1 随机度或次数。在整个金属板或金属制品中随机度或次数可变化从 1 随机度或次数到 5 随机度或次数, 或从 1 随机度或次数到 4 随机度或次数, 或从 1 随机度或次数到 3 随机度或次数, 或从 1 随机度或次数到 2 随机度或次数。“随机度或次数”是指其中在比随机大的特定数量中存在特定织构 (例如, (111) 或 (100) 或混合的织构) 的数量。在金属板或金属制品的受控均匀性测量中, 可跨越金属板或金属制品取 10 个样品, 如在图 12 中所示, 以对每个样品测定 (H), (B), 随机度, 结晶定向图, 和 / 或平均晶粒尺寸。在图 12 中, S1 或 S2 的仅一个用作 10 个样品之一。尽管图 12 显示圆盘形状, 但可以相同的方式遵循用于其它金属制品的类似位置。这 10 个样品反映了关于观察 10 个样品中每一个的厚度的金属制品和金属板的理解, 并进一步代

表了跨越垂直于厚度的平面的完整理解。因此,该测试提供了在金属板或制品的每个面(x, y, z)上的金属的非常完整的理解。

[0072] 在本发明的一个或多个实施方式中,金属板或金属制品可具有主织构,其至少比随机多 7 度或次数,如比随机多 7 到 25(或更多)度或次数,比随机多 8 到 20 度或次数或比随机多 10 到 15 度或次数,在整个金属板或金属制品中,优选图 12 中 10 个样品位置。

[0073] 本发明的金属板或金属制品可具有与条带系数有关的均匀系数或仅仅单独的这些系数中的一个。均匀系数和 / 或条带系数可以独立存在或连同本文中列举的纯度、织构和 / 或粒度一起存在。因此,金属可以具有这些特性中的一个或多个。(H) 和 (B) 系数可对于任何织构或主织构,如 (111), (100), 或混合织构像 (111 :100)。优选,对于以上所有金属特性(例如,晶粒尺寸,织构, (H), (B), 和 / 或纯度), 优选的金属是钽, 铌, 或其合金。

[0074] 本发明将通过以下仅作为本发明示范的实施例来进一步阐述。表中以 % 表示的真实应变可以通过除以 100 来转换以获得本发明说明书以上使用的单位。

[0075] 实施例

[0076] 实施例 :通过压锻步骤使钽锭形成板坯以获得起始尺寸 $W_s = 5\frac{1}{2}$, $L_s =$ 如表 1 中所示, $T_s = 5.25$ " 标称。板坯被切成多个板坯(高达 6 块),使得切割的板坯长度是 27 英寸。然后机械清洁所切割的板坯。将板坯在真空炉中在 1050°C 下退火 3 小时。表 1 还提供了一旦从成品板切割时所需最终产品的尺寸。然后板坯经历在图 3 中 W 或图 1a 的 A 方向上的第一轧制(宽展轧制)。对各种板坯的第一轧制的轧制制度在表 2 中阐明。第一轧制之后,将轧制的板坯通过切割一半宽度而切割 / 分割。并且,修剪经受轧制的前沿和后沿。然后,如所示的,对于一些样品将切割的轧制板坯退火。“中间板”表示在第一轧制道次后和第二轧制前的板。第一轧制后,来自每个板坯的中间板具有以下尺寸: $L_i = L_s \pm 5$ 到 10%, $W_i =$ 见表 3, 和 $T_i =$ 见表 3。然后,中间板经受与第一轧制方向横向的第二轧制。第二轧制方向在图 3 中的 L 或图 1b 中的 B 方向上。

[0077] 该第二轧制制度和其它信息一起在表 4 中(30 个板样品)。第二轧制后,剪切轧制板坯的前沿。然后,将剪切的中间板拉平压制以获得更均匀的平面度。所有距离测量单位是英寸。实际碾轧伸展(Actual Mill Stretch)是估计的测量或在轧制过程中碾轧的“给予”。分离力是每个轧制道次过程中施加的力的量,其为 2,500 吨的百分数。每个“起始厚度”表示通过轧辊的道次。第二轧制后,成品钽板再次在真空炉内 1050°C 下退火 2 小时。实际的后道次厚度和实际碾轧伸展是轧制步骤产生的测量结果。厚度减少意味着轧制步骤,其为冷轧步骤。

[0078] 表 1- 切割板坯长度

[0079]

完成的圆盘尺寸	板坯长度 (L _s)
0.250" × 12.7"	28"
0.250" × 17.7"	30"
0.300" × 12.7"	27"
0.300" × 17.7"	27"

[0080] 表 2- 宽展轧制制度

[0081]

道次	轧机设置	道次	轧机设置	道次	轧机设置	道次	轧机设置	道次	轧机设置
1	5.5	11	4.5	21	3.5	31	2.5	41	1.36
2	5.4	12	4.4	22	3.4	32	2.4	42	1.23
3	5.3	13	4.3	23	3.3	33	2.3	43	1.1
4	5.2	14	4.2	24	3.2	34	2.2	44	0.97

[0082]

5	5.1	15	4.1	25	3.1	35	2.1	45	0.84
6	5.0	16	4.0	26	3.0	36	2.0	46	按需要
7	4.9	17	3.9	27	2.9	37	1.9		
8	4.8	18	3.8	28	2.8	38	1.8		
9	4.7	19	3.7	29	2.7	39	1.65		
10	4.6	20	3.6	30	2.6	40	1.51		

[0083] 表 3- 宽展轧制输出

[0084]

参数				
	0.250"(Tf)×12.7"	0.250"(Tf)×17.7"	0.300"(Tf)×12.7"	0.300"(Tf)×17.7"
在宽展轧制道次后的目标厚度(Ti)	0.720	0.568	0.722"	0.569"
良好宽度(宽展)(Wi)	27.5"	37.5"	27.5"	37.5"
用于长度轧制的剪切板的数	2	2	2	2
Lf	79"	67"	65"	48"
剪切板的宽度	13.75"	18.75"	13.7"	18.7"
Li = Ls±10% - 对于所有				
Wf = Wi±5-10% 对于所有				
从成品板获得圆盘的数	5	3	4	2

[0085] 表 4

[0086] 单宽 -. 300×17.7, 低 ε 275631D2

[0087]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.521	-13.00%	0.457	0.064	0.392	0.088	0.48	0.08	0.041
2	0.457	-13.00%	0.402	0.056	0.337	0.080	0.417	0.14	0.063

[0088]

3	0.402	-13.00%	0.353	0.049	0.288	0.074	0.362	0.14	0.055
4	0.353	-13.00%	0.310	0.043	0.244	0.073	0.317	0.13	0.045

[0089] 单宽 -. 300×12.7, 高

[0090] 275631C2

[0091]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.708	-27.00%	0.540	0.168	0.404	0.114	0.518	0.31	0.190
2	0.540	-27.00%	0.413	0.128	0.300	0.109	0.409	0.24	0.109
3	0.413	-27.00%	0.315	0.098	0.219	0.109	0.328	0.22	0.081

[0092] 单宽 -. 300×17.7, 低 ϵ 275631A2

[0093]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.722	-14.00%	0.628	0.094	0.545	0.085	0.63	0.14	0.092
2	0.628	-14.00%	0.546	0.082	0.467	0.083	0.55	0.14	0.080
3	0.546	-14.00%	0.474	0.071	0.399	0.078	0.477	0.14	0.073
4	0.474	-14.00%	0.412	0.062	0.338	0.072	0.41	0.15	0.067
5	0.412	-14.00%	0.359	0.054	0.285	0.065	0.35	0.16	0.060
6	0.359	-14.00%	0.312	0.047	0.238	0.063	0.301	0.15	0.049

[0094] 单宽 -. 250×12, 高 ϵ 275631F2

[0095]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.735	-26.00%	0.567	0.168	0.430	0.112	0.542	0.30	0.193
2	0.567	-26.00%	0.437	0.130	0.324	0.106	0.43	0.23	0.112
3	0.437	-26.00%	0.337	0.100	0.240	0.107	0.347	0.21	0.083
4	0.337	-26.00%	0.260	0.077	0.175	0.095	0.27	0.25	0.077

[0096] 单宽 -. 250×12, 低 ϵ 275631B2

[0097]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.715	-15.00%	0.615	0.100	0.529				
2	0.615	-15.00%	0.530	0.086	0.449				
3	0.530	-15.00%	0.456	0.074	0.378	0.064	0.442		
4	0.456	-15.00%	0.392	0.064	0.317	0.072	0.389	0.13	0.053
5	0.392	-14.00%	0.341	0.051	0.270	0.075	0.345	0.12	0.044
6	0.341	-14.00%	0.297	0.045	0.225	0.066	0.291	0.17	0.054
7	0.297	-14.00%	0.258	0.039	0.185	0.070	0.255	0.13	0.036

[0098] 单宽 -. 300×17.7, 高

[0099] 275631G2

[0100]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.523	-25.00%	0.407	0.116	0.304	0.126	0.43	0.20	0.093
2	0.407	-25.00%	0.343	0.064	0.272	0.049	0.321	0.29	0.109

[0101] 单宽 -. 250×17.75, 低 ϵ 279508A1

[0102]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.490	-13.00%	0.430	0.060	0.330	0.099	0.429	0.13	0.061
2	0.430	-13.00%	0.378	0.052	0.281	0.094	0.375	0.13	0.054
3	0.378	-13.00%	0.332	0.046	0.237	0.091	0.328	0.13	0.047
4	0.332	-14.00%	0.295	0.037	0.200	0.086	0.286	0.14	0.042
5	0.295	-14.00%	0.258	0.037	0.185	0.073	0.258	0.10	0.028

[0103] 单宽 -. 250×17.75, 低 ϵ 279739B2

[0104]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.486	-13.00%	0.427	0.059			0.457	0.06	0.029

[0105]

2	0.457	-13.00%	0.408	0.049	0.315	0.093	0.408	0.11	0.049
3	0.408	-13.00%	0.358	0.050	0.275	0.100	0.375	0.08	0.033
4	0.375	-14.00%	0.326	0.049	0.245	0.090	0.335	0.11	0.040
5	0.335	-14.00%	0.291	0.044	0.160	0.117	0.277	0.19	0.058

[0106] 单宽 -. 300×12.7, 高 ε 275631C1 退火中间板

[0107]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.829	-25.00%	0.646	0.183	0.518	0.070	0.588	0.34	0.241
2	0.646	-25.00%	0.503	0.143	0.399	0.072	0.471	0.22	0.117
3	0.503	-25.00%	0.392	0.111	0.316	0.072	0.388	0.19	0.083
4	0.392	-25.00%	0.305	0.087	0.232	0.079	0.311	0.22	0.077

[0108] 单宽 -. 300×12.7, 低 ε 275631A1 退火中间板

[0109]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.722	-14.00%	0.628	0.094	0.570	0.052	0.622	0.15	0.100
2	0.628	-14.00%	0.546	0.082	0.492	0.048	0.54	0.14	0.082
3	0.546	-14.00%	0.474	0.071	0.419	0.052	0.471	0.14	0.069
4	0.474	-14.00%	0.412	0.062	0.358	0.048	0.406	0.15	0.065
5	0.412	-14.00%	0.359	0.054	0.305	0.050	0.355	0.13	0.051
6	0.359	-14.00%	0.312	0.047	0.258	0.050	0.308	0.14	0.047

[0110] 单宽 -. 250×12, 高 ε 275631F1 退火中间板

[0111]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.735	-26.00%	0.567	0.168	0.450	0.108	0.558	0.28	0.177
2	0.567	-26.00%	0.437	0.130	0.344	0.086	0.43	0.26	0.128
3	0.437	-26.00%	0.337	0.100	0.260	0.084	0.344	0.22	0.086
4	0.337	-26.00%	0.260	0.077	0.185	0.086	0.271	0.24	0.073

[0112] 单宽 -. 250×12, 低 ϵ 275631B1 退火中间板

[0113]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.715	-15.00%	0.615	0.100	0.560	0.055	0.615	0.15	0.100
2	0.615	-15.00%	0.530	0.086	0.479	0.051	0.53	0.15	0.085
3	0.530	-15.00%	0.456	0.074	0.399	0.053	0.452	0.16	0.078
4	0.456	-15.00%	0.392	0.064	0.338	0.052	0.39	0.15	0.062
5	0.392	-14.00%	0.341	0.051	0.290	0.050	0.34	0.14	0.050
6	0.341	-14.00%	0.297	0.045	0.245	0.050	0.295	0.14	0.045
7	0.297	-14.00%	0.258	0.039	0.206	0.052	0.258	0.13	0.037

[0114] 单宽 -. 300×17.7, 高 ϵ 275631G1 退火中间板

[0115]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.505	-25.00%	0.393	0.112	0.293	0.100	0.393	0.25	0.112
2	0.393	-25.00%	0.306	0.087	0.219	0.095	0.314	0.22	0.079

[0116] 单宽 -. 300×17.7, 低 ϵ 275631D1 退火中间板

[0117] A

[0118]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.521	-13.00%	0.457	0.064	0.422	0.057	0.479	0.08	0.042
2	0.457	-13.00%	0.402	0.056	0.352	0.071	0.423	0.12	0.056
3	0.402	-13.00%	0.353	0.049	0.298	0.072	0.37	0.13	0.053
4	0.353	-13.00%	0.310	0.043	0.244	0.072	0.316	0.16	0.054

[0119] 单宽 $- .300 \times 17.7$, 低 ϵ 275631D1 时钟脉冲轧制退火中间板

[0120] B

[0121]

道次	起始尺寸	真实应变	预计结束尺寸	压下量	计算辊隙	实际碾轧伸展	测量的后道次厚度	实际真实应变	材料压下量
1	0.521	-13.00%	0.457	0.064	0.392	0.060	0.452	0.14	0.069
2	0.457	-13.00%	0.402	0.056	0.337	0.047	0.384	0.16	0.068
3	0.402	-13.00%	0.353	0.049	0.288	0.039	0.327	0.16	0.057

[0122] 以上实施例之一中即从表 4 形成的钽板, 样品 275631D2, 然后进行电子背散射衍射 (defraction) 分析以对于由本发明制造的钽板提供结晶取向的空间具体测量和测量织构不均匀性。图 4 ~ 10 提供对于该钽板获得的数据。特别地, 图 4 提供来自表 4 的钽板的定向颜色编码图和反极图。每 10 微米进行扫描, 颜色编码图拼在一起以显示穿过钽板的厚度。如可看见的, (111) 方向由蓝色指示, 而 (001) 或 (100) 由红色指示, 和 (101) 由浅绿色色彩表示。观察颜色编码图, 显然主织构是在整个钽板厚度上的 (111) 织构, 该 (111) 织构为优势织构并在整个板厚度上是非常均匀的。还有一些 (100) 织构的痕迹, 该织构相对全部织构是少数。图 5 提供为了检测各种织构的具有 5 度公差的结晶定向图。如对于 5 度公差可看见的, 具有 5 度公差的主织构是具有非常少量 (100) 的 (111)。对于具有 10 度公差的结晶定向图即图 6, 和具有 15 度公差的结晶定向图即图 7, 可看出主织构清楚地是具有少量 (100) 和基本上没有 (101) 的 (111)。图 8 和图 9 分别提供来自表 4 的钽板 (样品 275631D2) 的极图图表和反极图图表。如从这些图表可看出的, 具有高度的 (111) 和量少很多的 (100) 和极少量的 (101)。最后, 图 10 提供晶粒尺寸频率分布图, 显示出平均晶粒尺寸为约 50 微米, 其标准偏差为 26 微米。再次, 所有这些数据是关于表 4 中所获得钽板。最后, 对于表 4 中所获得的钽板, 织构不均匀性是使用均匀系数 (H) 和条带系数 (B) 测量的, 其描述和计算在之前讨论的 Wright 等的“Scaler Measure of Texture Heterogeneity”和进一步描述在 Proceedings of ICOTOM 14(2005) 中。基于该方法和标准, 表 4 的钽板具有 0.16 的均匀系数 (H) 和 0.04 的条带系数 (B)。织构梯度为描述局部织构在扫描区域内如何均匀 / 不均匀分布的度量。还显示第二度量, 其表明织构是否由交替带构成。假定织构变化为水平或垂直变化。一次仅能检测一个相。计算之后的实际数学报道在 Wright, S. I. 和

D. P. Field(2005), “Scaler Measure of Texture Heterogeneity”中,其在 Proceedings of ICOTOM 14 出版并保存在 Leuven, Belgium, 2005 年 6 月中。H 是描述不均匀性的度量,其范围在对于结构完美均匀分布的 0 和对于不均匀结构的 1 之间的值。类似的,B 描述条带,和 0 值表示没有条带,而值 0.5 描述对理想化微结构中所示的极度条带化的情况。因此,本发明的铝板具有优异的低条带和在整个金属板厚度上的优异结构均匀性,以及非常可接受的平均晶粒尺寸。

[0123] 在本发明制造的金属板之一中,使用图 12 中阐述的样品位置,对 10 个样品分析均匀系数 (H)、条带系数 (B) 和对于 (111) 结构的随机度或次数。如从取自相同金属板的这 10 个样品可看出的,对于结构的均匀性和对于缺乏条带的均匀性是显著的。均匀系数 (H) 为 0.3 或更低,和在很多情况下,为 0.2 ± 0.05 , 并且条带系数 (B) 均匀地低,且为 0.05 或更低,很多时候为 0.03 ± 0.02 。此外,对于结构的随机度或次数非常均匀,并为 7.3 或更高,且不超过 8.9。因此,该随机度或次数在相当紧密的范围内,因此也显示了均匀性。

[0124] CSB 总结

[0125] ESBD 数据

[0126]

样品 ID	随机度	H	B
1	7.5	0.19	0.05
2	7.7	0.17	0.03
3	8.2	0.22	0.05
4	7.7	0.20	0.03
5	8.8	0.30	0.01
6	8.8	0.21	0.03
7	8.2	0.24	0.02
8	7.3	0.21	0.03
9	8.9	0.22	0.03
10	7.9	0.26	0.03

[0127] 在本公开内容中,申请人具体引入了所有引用的参考文献的全部内容。在此,当量、浓度或其它值或参数以范围、优选范围、或上限优选值和下限优选值的列举给出时,应当理解为具体公开了由任何上限范围界限或优选值和任何下限范围界限或优选值的任何组合所形成的所有范围,无论这些范围是否单独公开。当在此列举数值范围时,除非另有说明,该范围用于包括其端点和该范围内所有整数和分数。这并不表示本发明的范围限于当限定范围时列举的具体值。

[0128] 权利要求示出了本发明的附加实施方式。考虑到在此公开的本发明说明书和 本发明的实践,本发明其它实施方案对于本领域技术人员来说是明晰的。本说明书和实例被认为仅用以示例,本发明的真实范围和精神由所附权利要求和其等效物来表示。

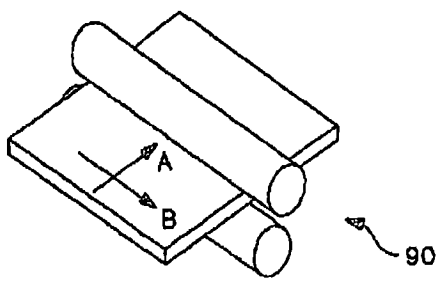


图 1a

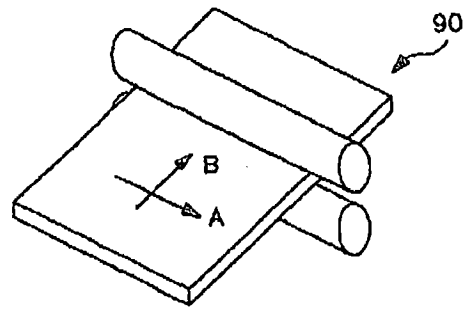


图 1b

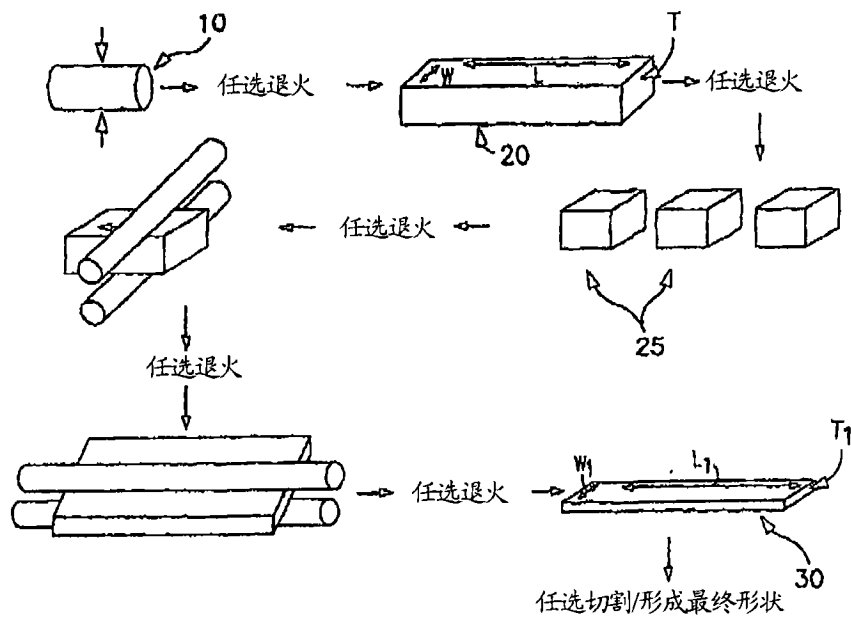


图 2

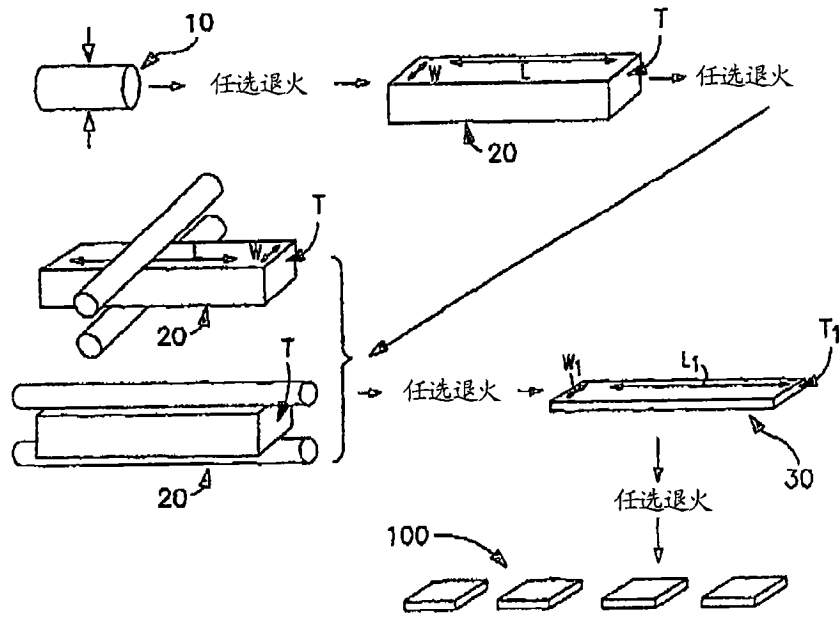
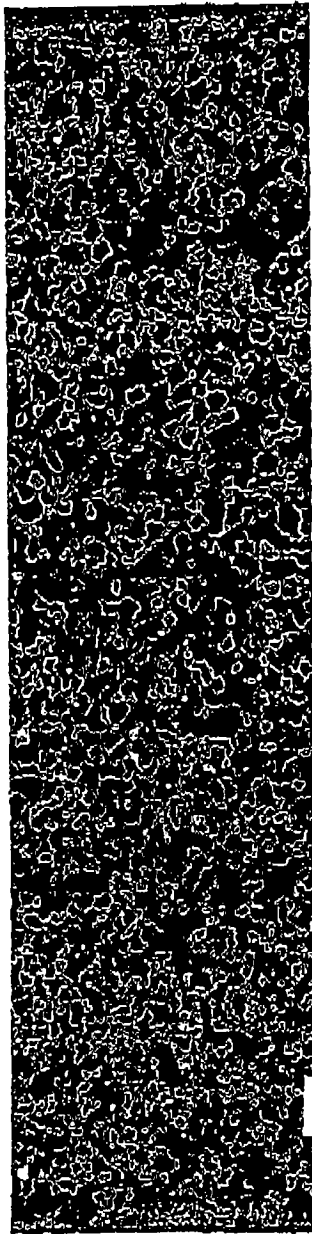
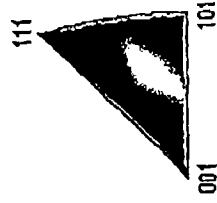


图 3



扫描尺寸:
X=8180 微米
Y=2050 微米
步长=10 微米



定向颜色编码图

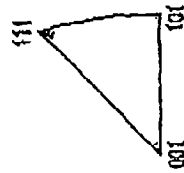
图 4



颜色编码图类型：结晶定向

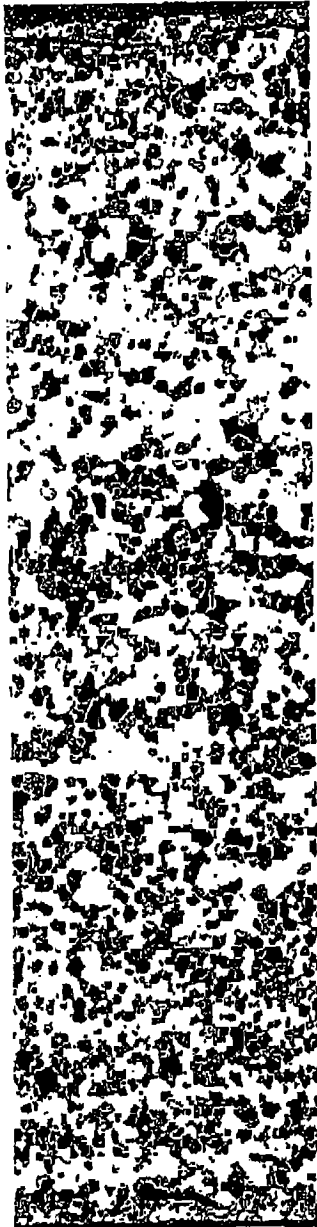
方向	最小	最大	总分数	分割分数
$\langle 111 \rangle$	0°	5°	0.167	0.472
$\langle 101 \rangle$	0°	5°	0.600	0.600
$\langle 001 \rangle$	0°	5°	0.032	0.033

铝 [001]



结晶定向图 5 度公差

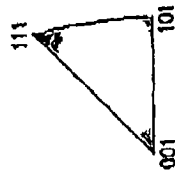
图 5



颜色编码图类型：结晶定向

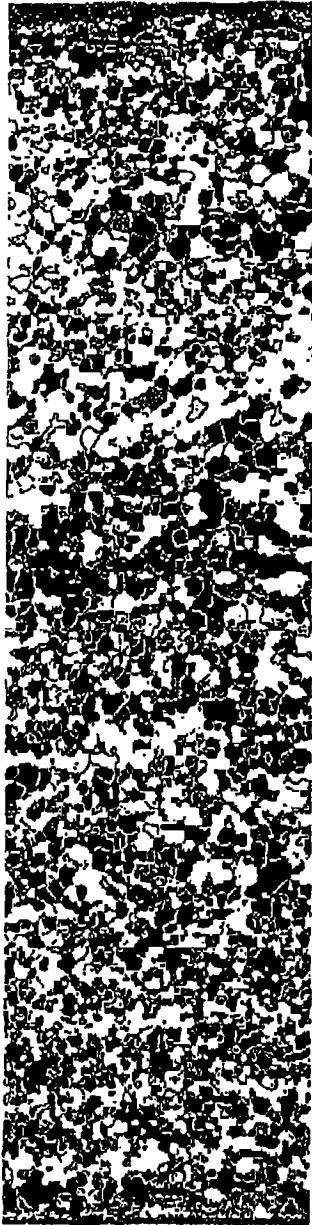
方向	最小	最大	总分数	分割分数
$\langle 111 \rangle$	0°	10°	0.423	0.434
$\langle 101 \rangle$	0°	10°	0.002	0.002
$\langle 001 \rangle$	0°	10°	0.085	0.088

轻 [001]



结晶定向图 10 度公差

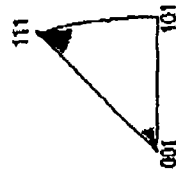
图 6



颜色编码图类型：结晶定向

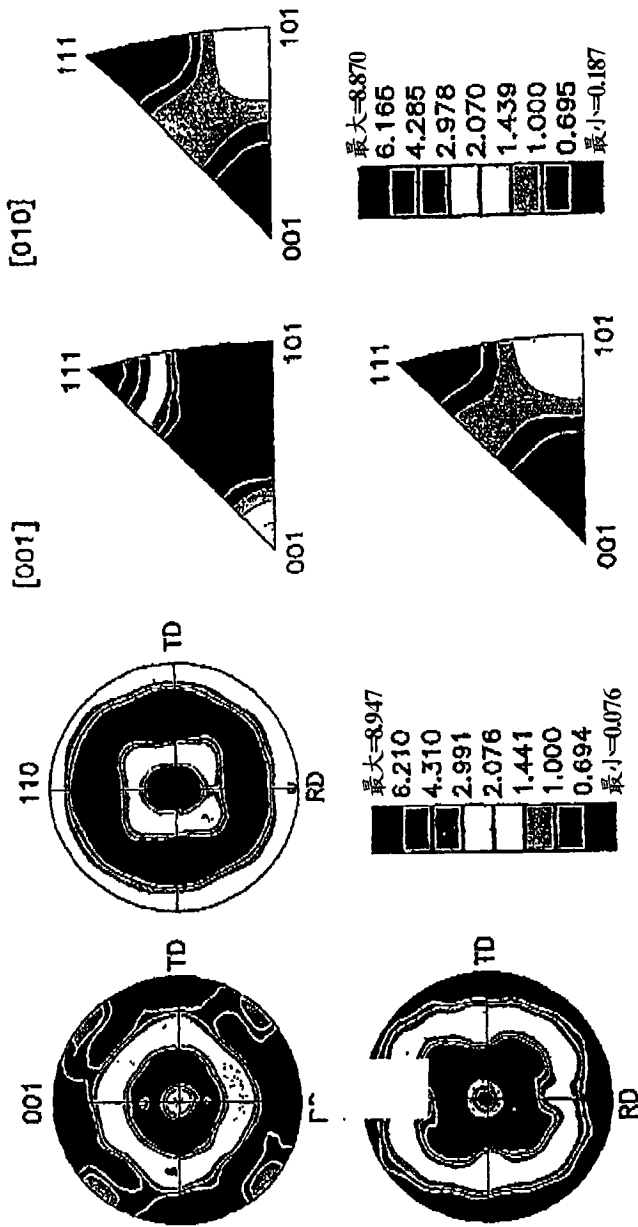
方向	最小	最大	总分数	分割分数
\blacksquare $\langle 111 \rangle$ / $[001]$	0°	15°	0.561	0.576
\square $\langle 101 \rangle$ / $[001]$	0°	15°	0.008	0.009
\blacksquare $\langle 001 \rangle$ / $[001]$	0°	15°	0.153	0.157

钽 [001]



结晶定向图 15 度公差

图 7



极图图表

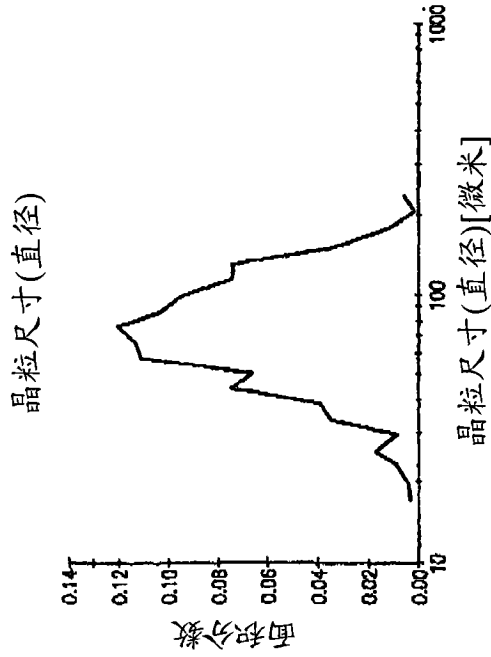
图 8

反极图图表

图 9

图表晶粒尺寸(直径)

取样的6013晶粒截取 分析中排除边缘晶粒	
直径[微米]	面积分数
17.0936	0.00375336
19.6139	0.00428062
22.5057	0.00788279
25.8239	0.0174688
29.6313	0.034584
34.0001	0.045177
39.013	0.0386927
44.765	0.0746023
51.3651	0.0659704
58.9382	0.11053
67.6279	0.13981
77.5989	0.120192
89.0398	0.102793
102.168	0.0954655
117.231	0.0747373
134.515	0.0744416
154.348	0.0330667
177.105	0.013828
203.217	0.00194748
233.178	0.00572617
平均数	50.7186
标准偏差	26.8747
面积	80.6285



晶粒尺寸频率分布图和数据

图 10

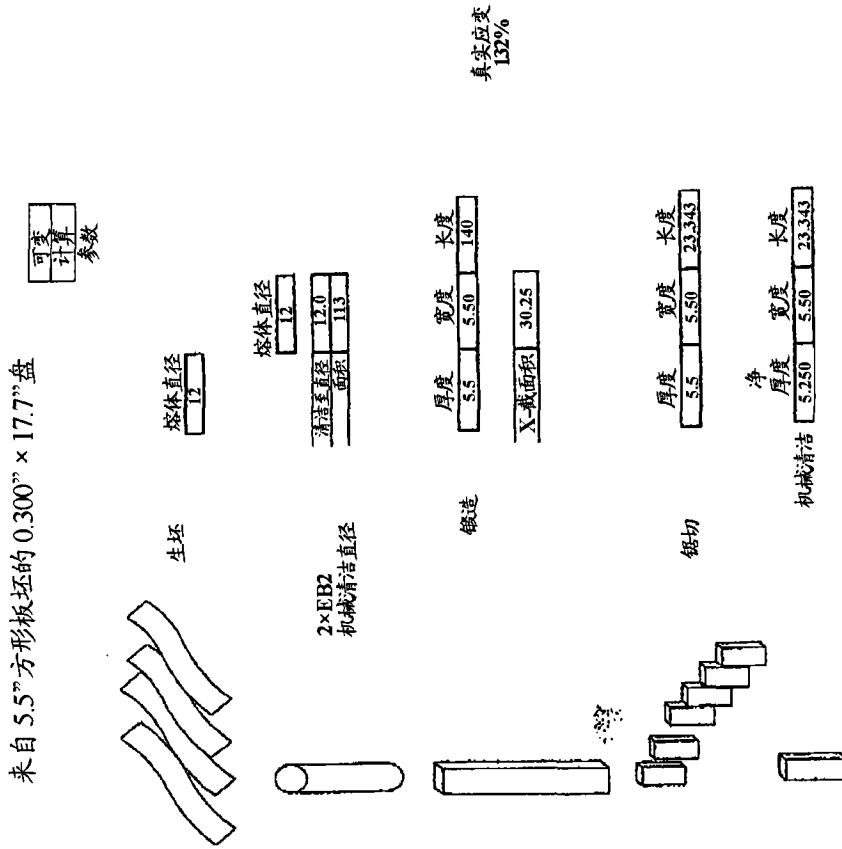
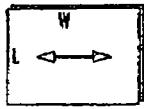


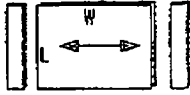
图 11a

来自 5.5" 方形板坯的 0.300" × 17.7" 盘

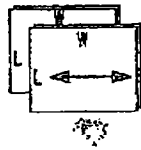


净	厚度	宽度	长度
宽展压制	0.569	47.400	23.343

真实应变
222%



厚度	宽度	长度
0.569	37.400	23.343



厚度	宽度	长度
0.569	17.700	23.343

旋转



厚度	宽度	长度
0.300	17.700	47.400

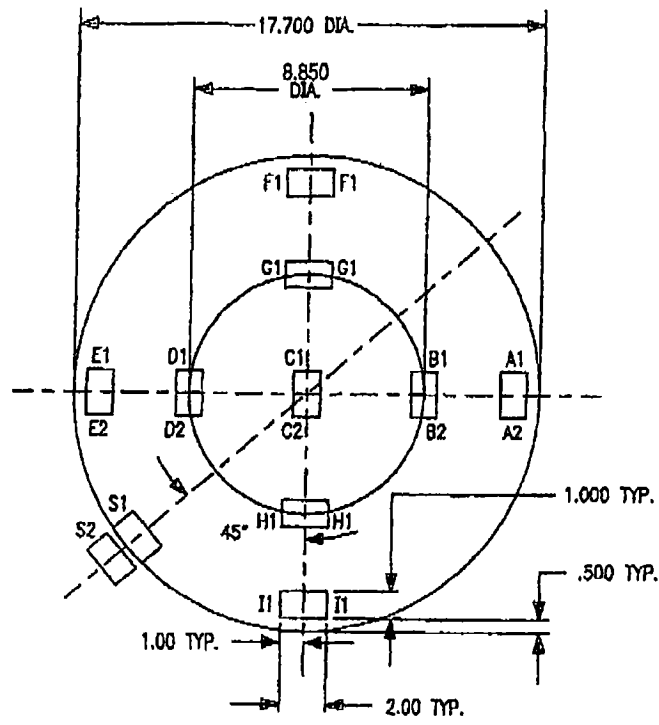
真实应变
64%
总真实应变压下量
266%
3.5

剪切或喷射剪切至应有的尺寸

总真实应变压下量对长度比



图 11b



用于金属制品或盘表征的位置

图 12