

(12)

## Patentschrift

(21) Anmeldenummer: A 9106/2007  
(86) PCT-Anmeldenummer PCT/US07005584  
(22) Anmeldetag: 06.03.2007  
(45) Veröffentlicht am: 15.02.2013

(51) Int. Cl. : **B21B 1/02** (2006.01)  
**B21B 1/08** (2006.01)

(30) Priorität:  
07.03.2006 US 779735 beansprucht.

(56) Entgegenhaltungen:  
US 6893513 B2  
JP 2001040470 A  
WO 2005064037 A2  
US 2005236076 A1  
WO 2004111295 A1  
US 2003168131 A1  
US 2003037847 A1

(73) Patentinhaber:  
CABOT CORPORATION  
02210 BOSTON (US)

### (54) VERFAHREN ZUR ERZEUGUNG VERFORMTER METALLGEGENSTÄNDE

(57) Ein erfindungsgemäßes Verfahren zur Herstellung eines Metallartikels mit einer endgültigen Dicke umfasst: Verformen eines Metallbarrens, um eine quaderförmige Bramme mit einer Länge, Breite und Dicke zu bilden, wobei eine erste dieser drei Abmessungen gleich einer zweiten dieser drei Abmessungen  $\pm 25\%$  ist; ein erstes Walzen der quaderförmigen Bramme, um eine Zwischenplatte zu bilden, wobei dieses erste Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält; und ein zweites Walzen der Zwischenplatte, um eine Metallplatte zu bilden, wobei dieses zweite Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält und wobei jeder dieser Walzdurchgänge des zweiten Walzens eine wahre Dehnung für die Dicke von etwa 0,06 bis 0,18 pro Durchgang verleiht.

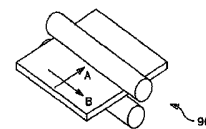


FIG. 1a

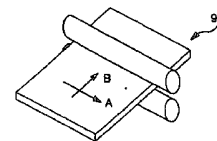


FIG. 1b

## Beschreibung

### VERFAHREN ZUR ERZEUGUNG VERFORMTER METALLGEGENSTÄNDE

#### HINTERGRUND DER ERFINDUNG

**[0001]** Die vorliegende Erfindung betrifft Metallknüppel, -brammen, -platten, -stangen und Sputtertargets und andere Metallartikel. Insbesondere betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Metalls, das vorzugsweise eine einheitlich feine Korngröße, eine homogene Mikrostruktur, geringe Texturbänder und/oder ein Fehlen von Oberflächenmarmorierung hat und welches für das Herstellen von Sputtertargets und anderen Gegenständen nützlich ist.

**[0002]** Bestimmte erkennbare Eigenschaften von Sputtertargets und Sputtertargetmaterialien sind erwünscht, um die Sputterleistung von Metallsputtertargets für Röhren zu verbessern (siehe z.B. Michaluk, „Correlating Discrete Orientation and Grain Size to the Sputter Deposition Properties of Tantalum“, JEM, Jänner 2000; Michaluk, Smathers, and Field, Twelfth International Conference on Texture of Materials, J.A. Szpunar (ed.), National Research Council of Canada, 1999, Seite 1357). Feine Korngröße und homogene Mikrostruktur, die im Wesentlichen frei von scharfen Texturbändern ist, sind Beispiele für solche Eigenschaften. Korngröße, Korneinheitlichkeit und Texturhomogenität von Metallmaterial im Allgemeinen und von Targetmaterial im Besonderen sind messbare Eigenschaften durch Verfahren, die z.B. im US Patent Nr. 6 462 339 B1 (Michaluk et al.) und Wright et al. „Scalar Measures of Texture Heterogeneity“, MATERIAL SCIENCE FORUM, Vols. 495-497 (Sept. 2005), Seiten 207 -212, beschrieben sind.

**[0003]** So besteht auf den relevanten Märkten ein andauerndes Interesse Verfahren zur Herstellung von hochreinen Metallgegenständen wie Sputtertargets, die die oben beschriebenen metallurgischen und texturbezogenen Eigenschaften haben, zu entwickeln. Herkömmliche Metallverarbeitungsmultischrittsequenzen beinhaltend Schmiede-, und/oder Walzschriffe kombiniert mit einem oder mehreren Zwischenvergütungsschritten, sowie einem oder mehreren Reinigungsschritten werden typischerweise bei der Herstellung in geeigneten Walzwerkformen verwendet und sind allgemein beschrieben in C. Pokross, „Controlling the Texture of Tantalum Plate“, JOURNAL OF METALS, October 1989, Seiten 46 - 49; und 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, Seiten 2183 - 2191 (1992). Ein Beispiel eines Multischritt-Schmiede-Reinigungs-Vergütungs-Walzverfahrens um ein Tantal-sputtertarget mit einer feinen Korngröße und einer homogenen Textur herzustellen ist im US Patent Nr. 6 348 113 (Michaluk et al.) beschrieben.

**[0004]** Tantal hat sich als das wichtigste Diffusionsbarrierematerial für Kupferverbindungen, die in modernen Mikroelektronikvorrichtungen mit integrierter Schaltung eingesetzt werden, herausgestellt. Während der Herstellungssequenz solcher Mikroelektronikvorrichtungen werden Tantal- oder Tantalnitridbarriereschichten durch physikalische Gasphasenabscheidung (PVD) einem gut etablierten Verfahren, bei dem ein Ausgangsmaterial (genannt ein „Sputtertarget“) durch Hochenergieplasma erodiert wird, abgelagert. Die Bombardierung und das Eindringen von Plasmaionen in das Kristallgitter des Sputtertargets bewirkt das Atome aus der Oberfläche des Sputtertargets emittieren, die sich dann auf einem Substrat ablagern. Die Qualität der durch Sputtern abgelagerten Schichten wird durch viele Faktoren einschließlich der Chemie und der metallurgischen Homogenität des Sputtertargets beeinflusst.

**[0005]** In den letzten Jahren haben sich die Forschungsbemühungen darauf konzentriert, Verfahren zu entwickeln, um die Reinheit von Tantal-sputtertargetmaterialien zu erhöhen, deren Körngröße zu reduzieren und die Textur dieser Materialien zu steuern. Z.B. beschreiben das US Patent Nr. 6 348 113 (Michaluk et al.) und die US Patentanmeldungen Nr. 2002/0157736 (Michaluk) und 2003/0019746 (Ford et al.) Metallverarbeitungsverfahren zum Erhalt ausgewählter Korngrößen und/oder bevorzugter Orientierungen in Tantalmaterialien oder Tantal-sputtertargetkomponenten durch besondere Kombinationen von Verformungs- und Vergütungsvorgängen.

**[0006]** Ein Verfahren, geeignet für die Herstellung von großen Partien und Großmengenquantitäten von hochreinen Tantalsputtertargets mit mikrostruktureller und texturbezogener Homogenität wird im US Patent Nr. 6 348 113 (Michaluk et al.) beschrieben. Während Großvolumenherstellungsverfahren wesentliche Kostenvorteile im Vergleich mit Kleinserienverfahren bieten, können sie oft mit Hilfe einer standardisierten und wiederholbaren Verformungssequenz keine engen Dimensionstoleranzen erzielen. Das mechanische Ansprechen von Barren und dicken Walzbrammen aus hochreinem Tantal ist aufgrund ihrer großen inhomogenen Kornstruktur stark variierend. Das Anwenden eines vorgegebenen und festen Walzreduktionsschemas auf dicke Brammen aus hochreinem Tantal kann zu einer Divergenz in der Plattendicke bei jedem Reduktionsdurchgang führen und schließlich Plattenprodukte ergeben, die eine unverhältnismäßige Dickenvariation haben. Aufgrund dieses Verhaltens wird bei herkömmlichen Verfahren zum Walzen von Tantalplatten aus dicken Brammen der Walzenspalt des Walzwerkes um einen bestimmten Betrag, anhängig von der Breite und der Dicke der Platte, reduziert und dann werden leichte Finishdurchgänge angeschlossen, um eine Dickentoleranz, von typischerweise etwa +/-10% der Targetdicke zu erzielen.

**[0007]** Manche Walztheorien schreiben vor, dass starke Reduktionen pro Walzdurchgang notwendig sind, um eine einheitliche Druckverteilung über die Dicke der Komponente zu erhalten, was für den Erhalt eines homogenen Vergütungsergebnisses und einer feinen einheitlichen Mikrostruktur in der fertig gestellten Platte günstig ist. Ausmaß stellt einen primären Faktor dar, der die Möglichkeit starke Walzreduktion bei der Verarbeitung von Tantalbrammen mit hohem Volumen zu Platten einzusetzen, beengt, da starke Reduktion (z.B. echte Dehnungsreduktion) mehr Druck ausmachen kann, als das Walzwerk verarbeiten kann. Dies ist insbesondere zutreffend beim Beginn des Walzens, wo die Brammen- oder Plattendicke am größten ist. Z.B. erfordert eine echte 0,2 Dehnungsreduktion einer vier Zoll dicken Bramme einen 0,725 Zoll Reduktionsdurchgang. Die Trennkraft, die notwendig wäre, um einen solchen schweren Druck aufzunehmen, würde die Leistungsfähigkeit herkömmlicher Produktionswalzwerke übersteigen. Umgekehrt entspricht einer echten 0,2 Dehnungsreduktion an einer 0,40 Zoll dicken Platte nur einer 0,073 Zoll Walzreduktion, was gut in der Leistungsfähigkeiten vieler herstellender Walzwerke liegt. Ein zweiter Faktor, der die Walzreduktionsrate von Tantal beeinflusst, ist die Plattenbreite. Für einen gegebenen Walzenspalt pro Durchgang, Plattendicke und Walzwerk werden breitere Platten einen geringeren Reduktionswert pro Walzdurchgang als schmälere Platten erfahren.

**[0008]** Da die Verarbeitung von Großmengen an Tantal nicht nur auf starker Walzreduktion um Brammen zu Platten zu reduzieren beruhen kann, ist es nicht wahrscheinlich, dass der Druck gleichmäßig über die Dicke der Platte verteilt ist. Folglich spricht das Produkt nicht gleichförmig auf Vergütung an, wie durch die Existenz von mikrostrukturellen und texturbezogenen Diskontinuitäten in Tantalplatten nachgewiesen wird, wie in der Literatur berichtet (z.B. Michaluk et al. „Correlating Discrete Orientation and Grain Size to the Sputter Deposition Properties of Tantalum,“ JEM, January, 2002; Michaluk et al., "Tantalum 101: The Economics and Technology of Tantalum,“ Semiconductor Inter., Juli 2000). Die metallurgische und texturbezogene Homogenität von vergüteten Tantalplatten wird durch Aufnahme von Zwischenvergütungsarbeitsvorgängen, wie im Verfahren, das durch die US-PS Nr. 6,348,113 gelehrt wird, verbessert. Die Aufnahme von einem oder mehreren Zwischenvergütungsarbeitsvorgängen während der Verarbeitung einer Tantalplatte wird aber auch den Gesamtdruck, der dem Endprodukt verliehen wird, reduzieren. Dies wird in Folge die Vergütungsergebnisse der Platte verringern und damit die Möglichkeit zum Erhalt einer feinen mittleren Korngröße im Tantalprodukt beschränken.

**[0009]** Die Existenz oder das Vorkommen einer marmorierten Struktur in Tantal wird als nachteilig für die Leistung und die Verlässigkeit von Tantalsputtertargetmaterial und -komponenten gehalten. Es wurde erst unlängst von den Erfindern entdeckt, dass zwei bestimmte Typen von Marmorierung in Tantal und anderen Metallen gefunden werden können: Marmorierung, die entlang der gesputterten Oberfläche eines erodierten Tantaltargets oder -komponente beobachtet wird und Marmorierung, die an der Oberfläche des Tantaltargets oder -komponente im Herstellungszustand beobachtet wird. In einem erodierten Tantalsputtertarget wird die Marmorie-

rung aus der Mischung von exponierten sputterresistenten (100)-Texturbändern (die als glänzende Bereiche erscheinen) um die matte Oberfläche des Matrixmaterials (erzeugt durch sputtererodierte Körner mit vielen Facetten) gebildet. Die Tendenz zur Marmorierung einer sputtererodierten Oberfläche wird in Tantal-sputtertargets oder -komponenten, die wie in US Patent Nr. 6,348,113 beschrieben bearbeitet werden, um eine homogene Textur über die Dicke des Tantal-targets zu haben, minimiert oder eliminiert. Ein analytisches Verfahren zur Quantifizierung der Texturhomogenität von Tantal-sputtertargetmaterialien und -komponenten ist im US Patent Nr. 6,462,339 (Michaluk et al.) beschrieben. Ein anderes analytisches Verfahren für die Quantifizierung von Bänderbildung ist in der US Patentanmeldung 60/545617 angemeldet am 18. Februar 2004 beschrieben.

**[0010]** Oberflächenmarmorierung kann entlang der Oberfläche von rohen Tantalmaterialien oder Sputterkomponenten im Herstellungszustand nach leichtem Sputtern (z.B. Durchbrennversuche) oder durch chemisches Ätzen in Lösungen mit Flußsäure, konzentrierten Alkyliden oder rauchender Schwefelsäure und/oder Schwefelsäure oder anderen geeigneten Ätzlösungen beseitigt werden. In vergüteten Tantalplatten tritt Oberflächenmarmorierung als große isolierte Flecken und/oder ein Netzwerk von farblosen Regionen auf der mit Säure gereinigten Oberfläche im gewalzten Zustand auf. Die marmorierte Oberfläche von Tantal kann durch Fräsen oder Ätzen von etwa 0,025 Zoll Material von jeder Oberfläche entfernt werden; dieser Zugang zur Eliminierung von Oberflächenmarmorierung ist jedoch ökonomisch unerwünscht.

**[0011]** Oberflächenmarmorierung kann als Regionen angesehen werden, die eine abweichende Korngröße in diesen Bereichen oder Bereiche von abweichender Primärstruktur (z.B.(100) gegenüber (111)) aufweisen. Oberflächenmarmorierung kann eher auf Korngrößenvarianzen beruhen, wobei die Bereiche eine Varianz in der mittleren Korngröße von  $\pm 2$  ASTM oder mehr, wie  $\pm 2$  ASTM bis  $\pm 5$  ASTM oder  $\pm 2$  ASTM bis  $\pm 4$  ASTM oder  $\pm 2$  ASTM bis  $\pm 3$  ASTM, beim Vergleich der mittleren Korngröße in einem Bereich mit der mittleren Korngröße in einem anderen Bereich haben können.

**[0012]** Aus dem Stand der Technik, u.a. US 6 893 513 B2, JP 2001040470 A, WO 2005/064037 A2, US 2005236076 A1, WO 2004/111295 A1, US 2003168131 A1, US 2003037847 A1, sind zahlreiche Herstellungsverfahren, wie Walzverfahren, für Metallartikel aus Metallbarren und Vergütungsverfahren bekannt. Für einen anspruchsvollen Einsatz solcher Metallartikel, wie z.B. als Sputtertargetmaterial, sind jedoch die metallurgische Qualität und die Textur der damit hergestellten Metallartikel nicht zufriedenstellend.

**[0013]** Entsprechend besteht die Notwendigkeit für ein Verfahren zur Herstellung eines Sputtertargetmaterials mit besseren metallurgischen und texturbezogenen Qualitäten und die Kosten, die mit dieser Herstellung von Sputtertargets, die solche Qualitäten aufweisen, zu reduzieren.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER VORLIEGENDEN ERFINDUNG

**[0014]** Es ist daher ein Merkmal der vorliegenden Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Metalls zu schaffen, das eine einheitlich feine Korngröße und/oder texturbezogene Homogenität und optional Dimensionen hat, die ausreichen, um in mehrere Brammen oder Sputtertargets geteilt zu werden.

**[0015]** Ein anderes Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Verformung eines Metallbarrens zu schaffen.

**[0016]** Ein weiteres Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Sputtertargets in großem Maßstab zu schaffen.

**[0017]** Ein weiteres Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es ein Metallmaterial für Röhren (oder anderes Metallmaterial) oder eine Sputterkomponente zu schaffen, das bzw. die im Wesentlichen frei von Oberflächenmarmorierung ist.

**[0018]** Ein anderes Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Großmengen von Metallmaterialien oder Sputterkomponenten zu schaffen, die eine feine homogene Mikrostruktur mit einer mittleren Korngröße von etwa 150  $\mu\text{m}$  oder weniger, oder

75 µm oder weniger und/oder eine einheitliche Textur über die Dicke des Metallmaterials oder der Sputterkomponente haben.

**[0019]** Ein anderes Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Großmengen von Metallmaterialien oder Sputterkomponenten zu schaffen, die einheitliche chemische, metallurgische und texturbezogene Eigenschaften in einer Herstellungscharge des Produkts haben.

**[0020]** Ein anderes Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Großmengen von Metallmaterialien oder Sputterkomponenten zu schaffen, die einheitliche chemische, metallurgische und texturbezogene Eigenschaften zwischen Produktionschargen eines Produkts haben.

**[0021]** Ein anderes Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, ein Verfahren zur Herstellung von Großmengen von Metall- (z.B. Tantal-)Materialien oder Sputterkomponenten zu schaffen, die einheitliche chemische, metallurgische und texturbezogene Eigenschaften in Produktionschargen eines Produkts haben.

**[0022]** Ein weiteres Merkmal der vorliegenden Erfindung ist die Schaffung eines Metall- (z.B. Tantal-) Materials mit mikrostrukturellen und texturbezogenen Merkmalen, die geeignet sind, in Komponenten einschließlich Sputterkomponenten und Sputtertargets geformt zu werden, wie jene, die in Ford, US veröffentlichte Patentanmeldung Nr. 2003/0019746 beschrieben sind.

**[0023]** Ein weiteres Merkmal der vorliegenden Erfindung ist es, eine geformte Metall- (z.B. Tantal-) Komponente einschließlich geformter Sputterkomponenten und Sputtertargets mit einer feinen homogenen Mikrostruktur mit einer mittleren Korngröße von etwa 150 µm oder weniger, 75 µm oder weniger oder 20 µm oder weniger und/oder einer einheitlichen Textur über die Dicke der gebildeten Komponente, Sputterkomponente oder des Sputtertargets, zu schaffen, welche die metallurgischen und texturbezogenen Eigenschaften des einheitlichen Metallmaterials, ohne die Notwendigkeit die Komponente nach dem Formen zu vergüten, ausreichend behält.

**[0024]** Zusätzliche Merkmale und Vorteile der vorliegenden Erfindung werden teilweise in der folgenden Beschreibung dargelegt und sind teilweise aus der Beschreibung offensichtlich. Die Ziele und andere Vorteile der vorliegenden Erfindung werden durch die Elemente und Kombinationen, die in der Beschreibung und den beiliegenden Ansprüchen aufgezeigt werden, realisiert und erhalten.

**[0025]** Um diese oder andere Vorteile zu erzielen und in Übereinstimmung mit den Zwecken der vorliegenden Erfindung, wie sie hier durchgeführt und ausführlich beschrieben ist, bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein Verfahren zur Herstellung eines Metallartikels mit einer Enddicke. Das Verfahren beinhaltet die Verformung eines Metallbarrens, um eine Bramme wie eine quaderförmige Bramme mit einer Länge, Breite und Dicke zu bilden, wobei eine erste dieser drei Abmessungen gleich einer zweiten dieser drei Abmessungen  $\pm 25\%$  oder  $\pm 15\%$  ist, und dann das Durchführen eines ersten Walzens der Bramme, um eine Zwischenplatte zu bilden, wobei das erste Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält. Das Verfahren enthält ferner ein zweites Walzen der Zwischenplatte um eine Metallplatte zu bilden, wobei das zweite Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält und wobei jeder der Walzdurchgänge des zweiten Walzens eine wahre Dehnung für die Dicke von etwa 0,06 bis 0,18 pro Durchgang verleiht. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner Produkte, die mit diesem Verfahren hergestellt sind, einschließlich Sputtertargets und anderer Komponenten. Die Walzschriffe können Kaltwalz-, Warmwalz- oder Heißwalzschriffe sein.

**[0026]** Die angeschlossenen Zeichnungen, die in die Anmeldung eingebracht sind und einen Teil derselben bilden, stellen einige der Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung dar und dienen, gemeinsam mit der Beschreibung, um die Prinzipien der vorliegenden Erfindung zu erklären.

## KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

- [0027]** Die Figuren 1a und 1b stellen ein transversales Walzverfahren dar.
- [0028]** Die Fig. 2 ist eine schematische Darstellung eines Verformungsverfahrens gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung.
- [0029]** Die Fig. 3 ist eine schematische Darstellung eines Verformungsverfahrens gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung.
- [0030]** Die Fig. 4 ist eine farbkodierte Orientierungskarte mit einer inversen Polfigur für eine Tantalplatte der vorliegenden Erfindung.
- [0031]** Fig. 5 ist eine Kristallrichtungskarte mit einer 5 Grad Toleranz für eine Tantalplatte der vorliegenden Erfindung.
- [0032]** Fig. 6 ist eine Kristallrichtungskarte mit einer 10 Grad Toleranz für eine Tantalplatte der vorliegenden Erfindung.
- [0033]** Fig. 7 ist eine Kristallrichtungskarte mit einer 15 Grad Toleranz für eine Tantalplatte der vorliegenden Erfindung.
- [0034]** Fig. 8 sind Polfigurenplots für (111), (001), und (110), und
- [0035]** Fig. 9 sind die inversen Polfigurenplots für eine Tantalplatte der vorliegenden Erfindung.
- [0036]** Fig. 10 ist ein Korngrößenhistogramm und Daten für eine Tantalplatte der vorliegenden Erfindung.
- [0037]** Fig. 11 ist ein Flussdiagramm, das die verschiedenen Verfahrensschritte und -parameter für zahlreiche Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung zeigt.
- [0038]** Fig. 12 ist eine Zeichnung eines Metallartikels, wie einer Scheibe, die ferner erwünschte Stellen zeigt um Proben des Metallartikels zu nehmen um die Textur und/oder Korngröße zu messen, um ein komplettes Verständnis des Metallartikels über alle Ebenen (x, y, z) zu erhalten.

## DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER VORLIEGENDEN ERFINDUNG

**[0039]** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines verformten Metalls, das gegebenenfalls Abmessungen hat, die ausreichen um geteilt zu werden, um eine Vielzahl von Brammen, Knüppeln, Stangen, Platten und dergleichen zu bilden, die dann in Metallartikel wie Sputtertargets geformt werden können. Das Ventilmetal kann überlegene metallurgische und texturbezogene Qualitäten haben. Vorzugsweise hat das Metall eine einheitlich feine Korngröße und eine homogene Mikrostruktur und/oder ist frei oder ist im Wesentlichen frei von Texturgradienten. Z.B. kann das Metall ein Ventilmetal sein, wobei das Ventilmetal eine durchschnittliche Korngröße von weniger als etwa 100  $\mu\text{m}$  und/oder eine Textur haben kann, die im Wesentlichen frei von Texturbändern (oder Bänderung) wie (100)-Texturbänder oder anderen Typen von (x, y, z)-Texturbändern ist. Die vorliegende Erfindung bezieht sich auch auf Verfahren und Metallprodukte, die in einer Anzahl von Technologien nützlich sind, einschließlich dem Dünnschichtbereich (z.B. Sputtertargets und andere Komponenten, die solche Targets bieten und dergleichen). Teilweise bezieht sich die vorliegende Erfindung auf Verfahren um Metallmaterial mit gewünschten Eigenschaften (z.B. Textur, Korngröße und dergleichen) herzustellen und bezieht sich ferner auf das Produkt selbst. In einer Ausführungsform beinhaltet das Verfahren zuerst die Verarbeitung eines Metallbarrens (wie eines Tantalbarrens) vorzugsweise in eine quaderförmige Form oder andere geeignete Formen zur Verformungsverarbeitung (z.B. Formen einer Bramme aus einem Barren mit einem rechteckigen Querschnitt, quadratischen Querschnitt, achteckigen Querschnitt oder runden Querschnitt). Der Barren kann kommerziell erhältlich sein.

**[0040]** Der Barren kann gemäß den Lehren von Michaluk et al. US Patent 6,348,113 hergestellt sein. Im Hinblick auf den Metallbarren kann der Metallbarren jeden beliebigen Durchmesser und jede beliebige Länge haben. Das Metall kann ein bcc-Metall sein. Das Metall kann ein Ventilmetall, wie Tantal oder Niob sein, oder kann eine Legierung, die mindestens ein bcc- oder mindestens ein Ventilmetall enthält, sein. Zum Zwecke der vorliegenden Erfindung enthalten die Ventilmetalle im Allgemeinen Tantal, Niob und Legierungen davon und können auch Metalle aus den Gruppen IVB, VB und VIB und Aluminium und Kupfer und Legierungen davon enthalten. Ventilmetalle sind z.B. bei Diggle in „Oxides and Oxide Films“, Volume 1, Seiten 94-95, 1972, Marcel Dekker, Inc., New York, beschrieben. Ventilmetalle werden im Allgemeinen aus ihren Erzen extrahiert und durch Verfahren die chemische Reduktion enthalten, wie z.B. im US Patent Nr. 6,348,113 beschrieben, durch einen Primärmetallprozessor in Pulver verarbeitet. Ferner enthalten die Metallraffinationstechniken, die typischerweise von einem Primärmetallprozessor durchgeführt werden, thermisches Agglomerieren des Metallpulvers, Desoxidieren des agglomerierten Metallpulvers in Gegenwart eines Gettermaterials und dann Auslaugen des desoxidierten Metallpulvers in einer sauren Laugenlösung, wie z.B. in US Patent Nr. 6,312,642 offenbart. Ein Primärmetallprozessor kann dann das Ventilmetallpulver oder das Schmelzausgangsmaterial einem Elektronenstrahl- oder Vakuumbogensmelzen oder anderen Schmelztechniken unterwerfen, um einen Metallbarren zu gießen oder zu formen. Das in der vorliegenden Erfindung verarbeitete Material kann ein hochschmelzendes Metall sein, jedoch können andere Metalle auch verwendet werden. Spezielle Beispiele des Metalltyps, der mit der vorliegenden Erfindung verarbeitet werden kann, enthalten, sind jedoch nicht beschränkt auf, Tantal, Niob, Kupfer, Titan, Gold, Silber, Kolbalt und Legierungen davon.

**[0041]** In mindestens einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung hat der Metallbarren vorzugsweise einen Durchmesser von mindestens 8 Zoll und insbesondere einen Durchmesser von mindestens 9½ Zoll, mindestens 11 Zoll, mindestens 12 Zoll oder größer. Z.B. kann der Metallbarren einen Durchmesser von etwa 10 Zoll bis etwa 20 Zoll oder von etwa 9½ Zoll bis etwa 13 Zoll oder von 10 Zoll bis 15 Zoll oder von 9½ Zoll bis 15 Zoll oder von 11 Zoll bis 15 Zoll haben. Die Höhe oder Länge des Barrens kann jeden Wert haben, wie mindestens 20 Zoll, mindestens 30 Zoll, mindestens 40 Zoll, mindestens 45 Zoll und dergleichen. Z.B. kann die Länge oder Höhe des Barrens von etwa 20 Zoll bis etwa 120 Zoll oder von etwa 30 Zoll bis etwa 45 Zoll sein. Der Barren kann eine zylindrische Form haben, obwohl andere Formen verwendet werden können. Nach der Ausbildung des Barrens und vor irgendeiner Verformung des Barrens kann der Barren gegebenenfalls unter Verwendung herkömmlicher Techniken maschinell gereinigt werden. Z.B. kann die maschinelle Reinigung (von der Oberfläche) zu einer Reduktion des Durchmessers des Barrens führen, wobei eine solche Durchmesserreduktion von etwa 1% bis etwa 10% stattfindet. Als ein spezielles Beispiel kann der Barren einen nominellen wie-gegossen Durchmesser von 12 Zoll haben und, aufgrund der maschinellen Reinigung, einen Durchmesser nach der maschinellen Reinigung von 10,75 bis 11,75 Zoll im Durchmesser haben. In zumindest einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung wird der Metallbarren verformt, um eine Bramme, die vorzugsweise eine quaderförmige Bramme ist, mit einer Länge, einer Breite und einer Dicke zu bilden, wobei eine erste dieser drei Abmessungen gleich einer zweiten dieser drei Abmessungen  $\pm 25\%$  oder  $\pm 15\%$  ist. Ist der Bereich der Abweichung der Abmessungen voneinander  $\pm 10\%$  oder  $\pm 5\%$  oder  $\pm 1\%$ , wie von  $\pm 0,1\%$  bis  $\pm 25\%$  oder von  $\pm 0,5\%$  bis  $\pm 15\%$  oder von  $\pm 1\%$  bis  $\pm 10\%$ . Mit anderen Worten haben mindestens zwei der drei Abmessungen sehr ähnliche Ausmaße. Z.B. können zwei der drei Abmessungen die Breite und die Dicke der Bramme sein, die nach Verformung des Metallbarrens gebildet wird. Am bevorzugtesten sind die zwei der drei Abmessungen im Wesentlichen oder exakt in ihren Abmessungen gleich. Z.B. sind zwei der drei Abmessungen, wie die Dicke und die Breite, jeweils 5 bis 5½ Zoll. In einer oder mehreren Ausführungsformen wird der Metallbarren verformt, um eine Bramme zu bilden, die irgendwelche Querschnittsformen hat, wie einen quadratischen Querschnitt, rechteckigen Querschnitt, achteckigen Querschnitt, kreisförmigen Querschnitt und dergleichen. Dieses Verformen in eine Bramme führt vorzugsweise zu einer Reduktion der Querschnittsfläche des Barrens um mindestens 0,95 oder 95% (Basis wahrer Dehnung) und bevorzugter mindestens 1,0 oder 100% und noch mehr bevorzugt 1,2 oder 120% basierend auf

einer wahren Dehnung. Die Reduktion in der Querschnittsfläche kann in einen Bereich von 0,95 bis 5,0 oder von 1,0 bis 5,0 oder von 1,1 bis 4,7 oder von 1,0 bis 4,5 oder von 1,1 bis 4 oder von 1,5 bis 3 oder von 2,0 bis 4,0 und dergleichen basierend auf einer Basis wahrer Dehnung reichen. Diese Reduktion in der Querschnittsfläche kann durch Bestimmung der Querschnittsfläche eines zylindrischen Barrens, der auf der Seite liegt (d.h.  $\pi R^2$ ) und dann Berechnen der Querschnittsfläche der Bramme, d.h. der Höhe x der Breite, berechnet werden. Die Reduktion der wahren Dehnung wird durch die folgende Formel berechnet:  $\varepsilon = \ln(T/T_0)$ , wobei  $T$  die Dicke vor der Reduktion und  $T_0$  die Dicke nach der Reduktion ist. In jedem Fall werden die Länge des Barrens und die Länge der resultierenden Bramme ignoriert, da dies nicht Teil der Berechnung der Querschnittsfläche ist. Z.B. wenn ein kreisförmiger 12 Zoll Barren verwendet wird, wird die Querschnittsfläche 113,1 Quadratzoll im Querschnittsbereich sein, und wenn dieser Barren zu einem Rechteck verformt wird, der eine quadratische Querschnittsfläche hat, bei der die Breite und die Dicke jeweils  $5\frac{1}{2}$  Zoll sind, dann wird die Reduktion der wahren Dehnung im Querschnittsbereich etwa 1,32 oder etwa 132% Reduktion sein. Die hochprozentige Reduktion im Querschnittsbereich kann mit der Ausführungsform kombiniert werden, bei der zumindest zwei der drei Dimensionen, nachdem der Barren in eine Bramme geformt wurde, innerhalb von 25% oder innerhalb von 15% zueinander oder innerhalb von 10% zueinander oder innerhalb von 5% zueinander oder innerhalb von 1% zueinander oder im Wesentlichen gleich oder identisch sind, kombiniert werden.

**[0042]** Die Verformung des Metallbarrens kann erzielt werden, indem irgendeine Standardmetallbearbeitung verwendet wird. Vorzugsweise wird das Verformen des Metallbarrens, um die Bramme zu bilden, durch Schmiedetechniken gemacht, wie Schmieden mit einer Schmiedepresse, Seitenschmieden und/oder Stauchschmieden alleine (oder andere Verformungstechniken wie Extrudieren) oder in Kombination mit Seitenschmieden, Extrusion und dergleichen. Am bevorzugtesten ist das Verformen des Metallbarrens durch Schmieden mit einer Schmiedepresse, wobei der zylindrische Metallbarren auf seiner Seite liegt und durch eine Schmiedepresse oberhalb und unterhalb gepresst wird und dann um  $90^\circ$  gedreht und einem weiteren Schmieden mit einer Schmiedepresse unterworfen wird und dieser Prozess fortgeführt wird bis die gewünschte Bramme mit den hier beschriebenen Abmessungen ausgeformt ist. Dieses Schmieden kann in einer offenen Form stattfinden. Nach dem Verformen des Metallbarrens, um eine Bramme zu bilden, kann die Bramme gegebenenfalls einen quadratischen oder annähernd quadratischen Querschnitt mit jeder gewünschten Länge haben. Andere Querschnittsformen können erzielt werden. Die Bramme kann von ausreichender Größe und Volumen sein, um einen oder eine Vielzahl von Metallartikeln, wie Platten, Sputtertargetrohlinge und dergleichen zu erzeugen. Zum Zwecke dieser Erfindung kann das Endprodukt jeglicher Metallartikel sein und Sputteringrohlinge sind nur ein bevorzugtes Beispiel. Die Bramme sollte auch ausreichend Dicke haben, um den Erhalt von notwendigen Arbeitsmengen (z.B. Kaltbearbeitung) während der Verarbeitung zu erlauben, um das geeignete Vergütungsergebnis zu erzielen, und vorzugsweise die Ausbildung einer marmorierten Oberfläche zu vermeiden. Diesbezüglich, und zweifellos nur als Beispiel, kann die Bramme eine Dicke von etwa 3 bis etwa 11 Zoll, eine Breite von etwa 3 bis etwa 11 Zoll und eine Länge von etwa 18 bis etwa 200 Zoll und mehr haben.

**[0043]** Der Querschnitt der Bramme kann rechteckig, quadratisch, oktogonal, doppel-oktogonal oder rund sein. Die hier angegebenen Abmessungen sind für einen quadratischen oder rechteckigen Querschnitt. Ähnliche Abmessungen, bei denen die Gesamtbreite und die Dicke der Bramme (oder der Fläche) im Wesentlichen ähnlich sind, kann für nicht quaderförmige Formen verwendet werden.

**[0044]** Die Bramme kann unter Verwendung konventioneller Metallschneidetechniken, wie Sägeschneiden, in eine Vielzahl von Brammen geteilt werden, nachdem sie zu einer Bramme geformt wurde oder zu irgendeinem Zeitpunkt danach. Die Anzahl der aufgetrennten Brammen hängt von der ursprünglichen Länge und den gewünschten Abmessungen des/der fertigen Metallartikel(s) ab. Z.B. kann eine Bramme mit einer Länge von 150 bis 200 Zoll in mehrere Brammen geteilt werden, z.B. mit jeweils einer Länge von 20 bis 40 Zoll, wie 30 Zoll. Vorzugs-



weise hat die Bramme eine Dicke von 4,5 bis 6 Zoll, eine Breite von 4,5 bis 6 Zoll, eine Länge von 30 Zoll mit Walzflächen, vorzugsweise mit zwei gegenüberliegenden Walzflächen, die innerhalb von 0,040 Zoll oder weniger flach sind. Andere Abmessungen zum Zwecke der vorliegenden Erfindung können verwendet werden. Z. B. kann eine Quaderform mit im Wesentlichen quadratischem Querschnitt eine Dimension von 5 Zoll x 5 Zoll bei einer Länge von größer als 30 Zoll haben. Die Bramme(n) kann (können) optional in der gleichen Weise wie oben beschrieben maschinell gereinigt werden. Z.B. können die beiden Seiten, die die Dicke bilden, maschinell gereinigt werden und eine Gesamtheit von 0,250 Zoll kann entfernt werden (0,125 Zoll auf jeder Seite). Als Option können eine oder mehrere oder alle Oberflächen gereinigt werden. Die Bramme kann ein oder mehrere Male optional thermisch behandelt (z.B. vergütet) werden z.B. in einer Schutzatmosphäre (z.B. in Inertgas- oder Vakuum vergütet), um Spannungsabbau, Teilrekristallisation und/oder vollständige Rekristallisation zu erzielen. Die Vergütungsbedingungen, die verwendet werden können, sind hier später beschrieben. Die Bramme(n) kann (können) dann einem ersten Walzen unterworfen werden, um eine Zwischenplatte zu bilden, wobei das erste Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält. Das Verfahren beinhaltet ferner die Zwischenplatte einem zweiten Walzen zu unterwerfen, um eine Metallplatte zu bilden, wobei das zweite Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält und wobei jeder der Walzdurchgänge des zweiten Walzens eine wahre Dehnung für die Dicke von etwa 0,06 oder mehr, (z.B. 0,06 bis 0,35 pro Durchgang, 0,06 bis 0,25 pro Durchgang, 0,06 bis 0,18 pro Durchgang, 0,06 bis 0,16 pro Durchgang, 0,06 bis 0,15 pro Durchgang, 0,06 bis 0,13 pro Durchgang, 0,06 bis 0,12 pro Durchgang, 0,06 bis 0,10 pro Durchgang, 0,08 bis 0,18 pro Durchgang, 0,09 bis 0,17 pro Durchgang, 0,1 bis 0,15 pro Durchgang) oder z.B. etwa 0,12 oder mehr oder z.B. nicht mehr als 0,35 pro Durchgang, verleiht. Der abschließende Walzdurchgang des zweiten Walzens kann optional eine wahre Dehnung verleihen, die gleich oder größer der wahren Dehnung ist, die durch irgendeinen vorangegangenen Walzdurchgang verliehen wurde. Mindestens einer (und vorzugsweise alle) der Walzdurchgänge des zweiten Walzens können in einer transversalen Richtung relativ zu zumindest einem der Walzdurchgänge des ersten Walzens sein. Die Walzdurchgänge des ersten und/oder zweiten Walzens können multidirektionales Walzen, Clockrolling und dergleichen sein. Die Walzschritte können Kaltwalzen oder Warmwalzen oder Heißwalzen oder verschiedene Kombinationen dieser drei Walzschritte sein. Die Definition für wahre Dehnung ist  $\epsilon = \ln(t_i / t_f)$  wo  $\epsilon$  die wahre Dehnung oder die Reduktion der wahren Dehnung ist,  $t_i$  die ursprüngliche Dicke (vor der Reduktion) der Platte ist,  $t_f$  die abschließende Dicke (nach der Reduktion) der Platte ist und  $\ln$  der natürliche Logarithmus des Verhältnisses ist.

**[0045]** In einer oder mehreren Ausführungsformen verleiht jeder folgende Walzdurchgang beim ersten Walzen und/oder zweiten Walzen eine wahre Dehnung, die der wahren Dehnung des vorangegangenen Walzdurchganges  $\pm 25\%$ ,  $\pm 20\%$ ,  $\pm 15\%$ ,  $\pm 10\%$ ,  $\pm 7\%$ ,  $\pm 5\%$ ,  $\pm 2,5\%$  oder  $\pm 1\%$  entspricht. Z.B. kann die wahre Dehnung des darauffolgenden Walzdurchganges die gleiche sein oder annähernd die gleiche sein, wie die wahre Dehnung des vorangegangenen Walzdurchganges oder kann innerhalb von  $\pm 0,5\%$  bis  $\pm 25\%$  oder innerhalb von  $\pm 1\%$  bis  $\pm 20\%$  oder innerhalb von  $\pm 1,5\%$  bis  $\pm 15\%$  der wahren Dehnung des vorangegangenen Walzdurchganges liegen. Diese Option der wahren Dehnung des nächsten oder darauffolgenden Walzdurchganges, die nahe der wahren Dehnung des vorangegangenen Walzdurchganges liegt, kann zu einer einheitlicheren Textur und/oder Korngröße im Metall beitragen.

**[0046]** Wie angegeben wird jede Bramme gewalzt (z.B. kalt gewalzt, warm gewalzt oder heiß gewalzt), um eine Platte gewünschter Dicke und Größe zu erzeugen, um eine oder eine Vielzahl von Sputtertargetrohlingen in Übereinstimmung mit den folgenden Kriterien zu liefern. Die Bramme wird gewalzt, um eine Zwischenplatte zu bilden, die eine Dicke zwischen jener der Bramme und der gewünschten fertiggestellten Platte hat. Z.B. kann die Zwischenplatte eine Dicke von etwa 0,3 bis etwa 1,5 Zoll haben. Die Dicke der Zwischenplatte ist so, dass die durch Walzen von der Zwischendicke zur endgültigen Dicke verliehene wahre Dehnung etwa 0,35 oder mehr und vorzugsweise etwa 0,50 oder mehr, oder allgemein in zumindest einer Ausführungsform nicht mehr als 1,0, wie von etwa 0,35 bis etwa 1,0, der gesamten wahren Dehnung,

die durch Walzen der Bramme von Zwischendicke auf Enddicke verliehen wird, sein kann. Das abschließende Walzen des zweiten Walzens kann eine wahre Dehnung verleihen, die gleich oder größer ist, als die wahre Dehnung, die durch jeden anderen Walzdurchgang verliehen wird. Z.B. stellt das Kaltwalzen einer 5,25 Zoll Bramme in eine fertiggestellte Platte mit einer Dicke von 0,300 Zoll eine gesamte wahre Dehnung von 2,86 dar; eine fertiggestellte Platte, die aus einer Zwischenplatte mit einer Dicke von 0,569 Zoll gewalzt würde, hätte eine durch Walzen aus einer Zwischendicke auf eine Enddicke verliehene wahre Dehnung von 0,64. Ähnlich hätte z.B. eine fertiggestellte Platte, die aus einer Zwischenplatte mit einer Dicke von 0,950 Zoll gewalzt würde eine durch Walzen aus einer Zwischendicke zu einer Enddicke (0,300 Zoll) verliehene wahre Dehnung von 1,15, wobei eine wahre Dehnung von etwa 1,71 verliehen wird, wenn ein Walzen von einer Bramme zu einer Zwischenplatte stattfindet. Zum Zwecke der vorliegenden Erfindung kann jeder Walzschrift, der in der vorliegenden Erfindung beschrieben ist, ein Kaltwalzschrift, ein Warmwalzschrift oder ein Heißwalzschrift oder jede Kombination davon sein. Ferner kann jeder Walzschrift einen oder mehrere Walzschriften enthalten, wobei wenn mehr als ein Walzschrift in einem bestimmten Schritt verwendet wird, die mehreren Walzschriften alle Kaltwalz-, Warmwalz-, und/oder Heißwalzschriften sein können oder eine Mischung von verschiedenen Kaltwalz-, Warmwalz-, und/oder Heißwalzschriften sein können. Diese Ausdrücke werden vom Fachmann verstanden. Kaltwalzen ist typischerweise bei Umgebungstemperatur oder geringeren Temperaturen während des Walzens, wohingegen Warmwalzen typischerweise leicht über Umgebungstemperatur, wie 10° Celsius bis etwa 25° Celsius über Umgebungstemperatur ist, während Heißwalzen typischerweise 25° Celsius oder mehr über Umgebungstemperatur stattfindet, wobei die Temperatur die Temperatur des Metalls ist. In der vorliegenden Erfindung kann das Walzen der Bramme, wie der quaderförmigen Bramme, durch ein beliebiges Walzschema und eine beliebige Walzrichtung erzielt werden. Z.B. kann das Walzen der Bramme durch Quer- oder Transversalwalzen erzielt werden. Die durch das Walzen in zwei oder mehr Richtungen erzielten Reduktionen können gleich im Bezug auf jede Richtung oder verschieden in Bezug auf jede Richtung sein. Z.B. kann in einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung die Bramme einem transversalen Walzen in zwei Richtungen, z.B. in Richtung der Länge und in Richtung der Breite, z.B. wie in Figur 1A und B gezeigt, unterworfen werden. Das Walzen in jeder dieser Richtungen kann ähnlich vom Standpunkt des Erzielens der gleichen prozentuellen Reduktion in der Dicke der Bramme sein oder das Walzen kann verschieden sein, sodass eine prozentuelle Reduktion in einer Richtung größer ist als in einer anderen Richtung. Das "erste Walzen" kann in der gleichen Richtung oder in verschiedenen Richtungen sein. Ebenso kann das "zweite Walzen" in der gleichen Richtung oder in verschiedenen Richtungen sein. Das erste Walzen kann in einer Richtung sein, die verschieden ist vom zweiten Walzen. Z.B. kann beim Quer- oder Transversalwalzen das erste Walzen in nur einer Richtung sein und das zweite Walzen kann 90° zum ersten Walzen sein. Als ein weiteres Beispiel kann die prozentuelle wahre Dehnung in eine Richtung (in Hinblick auf die prozentuelle Reduktion in der Dicke) 100% oder mehr, 150% oder mehr, 200% oder mehr, 250% oder mehr, 300% oder mehr, 350% oder mehr oder 400% oder mehr (z.B. von 100% bis 500% oder von 150% bis 400%) in einer Richtung gegenüber der anderen Richtung sein. Z.B. kann die prozentuelle Reduktion in der Breitenrichtung (entlang der Breite) 50% bis 400% größer als in der Längsrichtung (entlang der Länge) sein. Als weiteres Beispiel kann die Reduktion in einer Richtung in der Größenordnung von 60% bis 300% oder von etwa 50% bis etwa 85% oder von etwa 70% sein, wobei diese prozentuellen Reduktionen mit Bezug auf die Reduktion in der Anfangsdicke der Bramme vor dem Walzen ist. In einer oder mehreren Ausführungsformen hat die Bramme, die vorzugsweise quaderförmig ist, eine Dicke vor dem ersten Walzen, die mindestens fünfmal dicker ist, als die Enddicke des Metallartikels oder mindestens 10 mal dicker ist, als die Enddicke des Metallartikels oder mindestens 15 mal dicker ist, als die Enddicke des Metallartikels, oder mindestens 20 mal dicker ist, als die Enddicke des Metallartikels, wie von etwa 5 mal bis etwa 20 mal dicker, als die Enddicke des Metallartikels. Auch kann für die Zwecke der vorliegenden Erfindung vor irgendeiner Bearbeitung des Metalls oder nach irgendeiner Bearbeitung des Metalls (z.B. Walzen und dergleichen) das Metallmaterial ein oder mehrmals (z.B. 1, 2, 3, 4 oder mehrere Male) in jedem Arbeitsschritt thermisch behandelt (z.B. vergütet) werden. Diese thermische Behandlung kann einen Spannungsabbau und/oder Teil- oder vollständige

Rekristallisation erzielen.

**[0047]** Beim Walzen einer großen Bramme zu einer Zwischenplatte ist es oft nicht praktisch und es ist auch nicht notwendig, starke Dehnung bei jedem Walzdurchgang vorzunehmen, um eine einheitliche Bearbeitung der Zwischenplatte zu erzielen. Ein Zweck des Walzens von einer Bramme zu einer Zwischenplatte ist es, eine Zwischenform durch einen gesteuerten und wiederholbaren Prozess zu erzeugen. Diese Zwischenform kann von ausreichender Größe sein, sodass sie dann zu einer fertiggestellten Platte oder fertiggestellten Platten ausreichender Größe gewalzt werden kann, um eine oder mehrere Metallartikel wie Sputtertargetrohlinge zu liefern. Es ist bevorzugt den Prozess so zu steuern, dass die Reduktionsrate von der Bramme zur Zwischenplatte von Bramme zu Bramme wiederholbar ist und so, dass der Wert der seitlichen Ausbreitung der Bramme begrenzt ist, um den Erhalt des Produkts von der Bramme zu optimieren. Sollte die Länge des Werkstücks über eine erlaubte Grenze ausgebreitet werden, wäre es schwierig, die Zwischenplatte auf den Targetdickenbereich zu walzen und in der Folge die minimale Breite, die für die Optimierung des Produktertrages notwendig ist, zu erzielen. In zumindest einer Ausführungsform hat die Zwischenplatte eine Länge, die größer ist als die Länge der Bramme, um mindestens etwa 10% oder mehr (z.B. 10% bis 50% oder von 15% bis 45% oder von 20% bis 40%).

**[0048]** Das Verfahren des Walzens einer Bramme zu einer Zwischenplatte kann damit beginnen, kleine Reduktionen bei jedem Walzdurchgang vorzunehmen. Siehe z.B. Tabellen 1 bis 3 hierin. Während das Walzschema für das Walzen einer Bramme zu einer Zwischenplatte definiert werden kann, um auf eine gewünschte wahre Dehnung pro Durchgang abzielen, wäre ein solcher Ansatz schwierig und zeitaufwendig umzusetzen, zu überwachen und deren Einhaltung zu verifizieren. Ein bevorzugter Ansatz ist, eine Bramme zu einer Zwischenplatte zu walzen, indem ein Walzschema verwendet wird, das durch die Änderungen in der Walzwerkspalteinstellungen definiert ist. Siehe Tabellen 1 bis 3 hierin. Das Verfahren würde beginnen, indem ein oder zwei "Anpassungsdurchgänge" vorgenommen werden, um eine vordefinierte Walzwerkspalteinstellung zu erreichen und dann durch Reduzieren des Walzwerkspaltes um einen vorgegebenen Wert pro Durchgang. Die Änderung in der Walzwerkspalteinstellung mit jedem Walzdurchgang kann konstant gehalten, sequentiell erhöht oder schrittweise erhöht werden. Wenn die Dicke des Werkstückes sich der Zieldicke der Zwischenplatte annähert, kann die Änderung in der Walzwerkspalteinstellung nach Gutdünken des Walzwerkoperators geändert werden, um den gewünschten Zwischenplattenbreiten- und -dickenbereich zu erzielen.

**[0049]** Es muss darauf geachtet werden, das Maß der seitlichen Ausbreitung des Werkstückes beim Walzen der Bramme zu einer Zwischenplatte zu beschränken. Seitliche Ausbreitung kann bei der Vornahme von Abflachungsdurchgängen auftreten, sodass die Anzahl der Abflachungsdurchgänge und das Maß des aufgebrachtten Druckes pro Abflachungsdurchgang minimiert sein sollte. Die Gesamtanzahl an Abflachungsdurchgängen kann von 1 bis 20 oder von 1 bis 10 oder von 1 bis 5 sein. Das Zuführen des Werkstückes in das Walzwerk in einem Winkel ist ebenfalls nicht bevorzugt. Die Verwendung einer Schieberstange zur Zuführung des Werkstückes in das Walzwerk ist erwünscht.

**[0050]** Alternativ werden nach dem ersten Walzen, das z.B. (ein) Breitseitenwalzen sein kann, die Abmessungen in Richtung des Walzens zunehmen und in einem oder mehreren Ausführungsformen werden die Abmessungen in Richtung des Walzens stark zunehmen. Z.B. wenn das erste Walzen in der Richtung der Breite oder entlang der Breitenrichtung ist, kann die Breite von 100% auf 1000% oder mehr zunehmen. Dies ist lediglich ein Beispiel. Wenn die Abmessungen in der Walzrichtung dramatisch zugenommen haben, kann wahlweise die gewalzte Bramme oder die Zwischenplatte dann in zwei oder mehrere Zwischenplatten geteilt werden. Als weiteres Beispiel kann in der Walzrichtung, in der die Abmessungen zugenommen haben, die Zwischenplatte in die Hälfte oder in Dritteln oder in Vierteln geteilt werden, abhängig von den gewünschten Endabmessungen des Endprodukts. Als ein weiteres Beispiel kann die Breite etwa 50 Zoll nach dem ersten Walzen sein und nach Entfernung der Ränder kann die Zwischenplatte so geschnitten werden, dass die Breite für jede geschnittene Zwischenplatte etwa 20 Zoll ist. Wahlweise kann auch die Vorderkante (oder führende Kante) und die hintere Kante

(oder nachlaufende Kante) der Platte, die zwischen die Walzen eingetreten ist, entfernt werden. Manchmal werden diese Kanten "Pipe" genannt, aufgrund des Formens, das an den Kanten der Platte (vorne und hinten) während des Walzens stattfindet. Diese "Pipe"-Abschnitte können von der vorderen Kante und rückwärtigen Kante entfernt werden und können manchmal 1% bis 15% der gesamten Abmessungen in der gewalzten Richtung ausmachen. Z.B. kann eine Breite von etwa 40 Zoll einen 5 Zoll "Pipe"-Abschnitt von ihrer Kante entfernt haben. Nach dem ersten Walzen kann die Zwischenplatte wahlweise hitzebehandelt oder vergütet werden, indem die später beschriebenen Bedingungen verwendet werden.

**[0051]** Nach dem zweiten optionalen Walzen kann wahlweise der "Pipe"-Abschnitt an der vorderen Kante, an der hinteren Kante oder an beiden auf die gleiche Weise wie oben in Hinblick auf den "Pipe"-Abschnitt, der während des erstens Walzens aufgetreten ist, entfernt werden. Ferner kann nach dem ersten und/oder zweiten Walzen die Platte auf eine unten beschriebene Weise vergütet werden. Und die Platte kann in auf dem Endprodukt basierende gewünschte Abmessungen geteilt werden. Z.B. kann das Material auf die Größe abgeschnitten oder strahlgelassen werden. Und nach irgendeinem Verformungsschritt oder vor irgendeinem Verformungsschritt kann das Metall, wie die Bramme oder die Platte, nivelliert gewalzt werden, um eine einheitlichere Ebenheit über eine oder mehrere Oberflächen des Metalls zu erzielen, so dass die beiden gegenüberliegenden Walzoberflächen innerhalb von 0,050 Zoll oder weniger, wie 0,020 Zoll oder weniger oder innerhalb von 0,010 Zoll oder weniger (z.B. innerhalb der 0,01 Zoll bis 0,050 Zoll oder innerhalb von 0,005 Zoll bis 0,020 Zoll) eben sind.

**[0052]** Vor und/oder nach irgendeinem Verformungsschritt und/oder Reinigungs-Waschschritt und/oder Teilungs-/Schneideschritt kann das Metall ein oder mehrmals (1, 2, 3, 4 oder mehrere Male) vergütet werden. Das Vergüten wird vorzugsweise in einem Vakuum von  $5 \times 10^{-4}$  Torr oder höher und bei einer ausreichenden Temperatur und für eine ausreichende Zeit, um die Rückgewinnung oder vollständige Rekristallisation des Metalls sicherzustellen, erzielt werden. Andere Vergütungsbedingungen können verwendet werden. Das Metall kann wahlweise bei einer Temperatur von etwa 700° bis 1500° Celsius oder von etwa 850° bis etwa 1500° Celsius für 10 bis 30 Minuten oder bis zu etwa 24 Stunden oder mehr und bevorzugt bei einer Temperatur von etwa 1050° bis 1300° Celsius für 1 bis 3 Stunden oder mehr, vergütet werden, um einen Spannungsabbau und/oder teilweise oder vollständige Rekristallisation und vorzugsweise ohne übermäßige nichteinheitliches Kornwachstum oder Sekundärrekristallisation, zu erzielen. Andere Zeiten und Temperaturen können verwendet werden. Die Vergütungstemperatur bezieht sich auf die Temperatur im Ofen oder Feuerraum.

**[0053]** Ein Ziel des Walzens einer Zwischenplatte zu einer fertiggestellten Platte kann es sein, ausreichend echte Dehnung pro Durchgang aufzubringen, um eine homogene Dehnung durch die Dicke der Platte zu erzielen, um eine feine und einheitliche Kornstruktur und Textur im Material nach der Vergütung zu erhalten. In mindestens einer Ausführungsform ist es erwünscht, ein Minimum an wahrer Dehnung von 0,06, (z.B. 0,06 bis 0,19 oder 0,06 bis 0,18, 0,06 bis 0,15 oder 0,06 bis 0,12) in jedem Walzdurchgang, beim Reduzieren der Dicke der Zwischenplatte zur Dicke der fertiggestellten Platte zu verleihen. Es ist wünschenswert, dass die Walzrichtung während des zweiten Reduktionswalzverfahrens normal zur Richtung des ersten Walzens der Zwischenplatte ist. Jedoch ist ein direktes Walzen von Bramme zu fertiggestellter Platte oder Clockrolling der Zwischenplatte zur fertiggestellten Platte zulässig.

**[0054]** Jede Zwischenplatte kann dann in eine fertiggestellte Platte gewünschter Abmessungen unter Verwendung eines Walzschemas mit einer vorgegebenen minimalen wahren Dehnung pro Durchgang gewalzt (z.B. kaltgewalzt) werden. Um die Konsistenz des Verfahrens und des Produkts von Charge zu Charge sicherzustellen, wird bevorzugt, dass die Anzahl der Durchgänge starker Reduktion und der Reduktionsbereich der zulässigen wahren Dehnung für jeden Durchgang vorgegeben sind (z.B. wie in den Tabellen 1 bis 3 gezeigt). Und um ein übermäßiges Krümmen der Platte nach dem Walzen zu verhindern, ist es vorteilhaft, dass der letzte Walzdurchgang eine wahre Dehnung verleiht, die größer ist als bei früheren Walzdurchgängen. Ein Beispiel für ein Schema, um eine Zwischenplatte zu einem fertiggestellten Produkt zu walzen, ist wie folgt: Die Chargen an Zwischenplatten mit einem Dickenbereich von 0,4 bis 1,0 Zoll

können auf eine Zieldicke von 0,300 Zoll durch 5 Reduktionsdurchgänge von 0,06 bis 0,22 wahrer Dehnung pro Durchgang oder 0,06 bis 0,18 wahrer Dehnung pro Durchgang gewalzt werden.

**[0055]** An jedem Punkt und in jedem Stadium kann die Bramme, die Zwischenplatte und/oder die fertiggestellte Platte bearbeitet werden, um Flächen zu haben, die eben und parallel sind. Es wird bevorzugt, dass die Walzflächen in einer Weise bearbeitet werden, die die Oberfläche nicht kontaminiert oder Fremdmaterialien in die Oberfläche einbringt. Maschinelle Verfahren wie Fräsen oder Fly-Cutting sind bevorzugte Verfahren, um die Walzflächen eben und parallel zu machen. Andere Verfahren wie Schleifen oder Läppen können verwendet werden (z.B. Verwendung der Maschinen von Blanchard, Mattison, Gockel oder Reform) und darauffolgende Reinigungsvorgänge, wie starkes Abbeizen, können verwendet werden, um z.B. etwa 0,001 Zoll von allen Oberflächen zu entfernen, um jegliche eingebettete Kontaminationen zu entfernen.

**[0056]** An jedem Punkt und in jedem Stadium können die Bramme, die Zwischenplatte und/oder die fertiggestellte Platte dann gereinigt werden, um jegliche Fremdmaterialien auf der Oberfläche wie Öl und/oder Oxidreste zu entfernen. Eine saure Abbeizlösung aus Flusssäure, Salpetersäure und entionisiertem Wasser, wie in US Patent Nr. 6,348,113 beschrieben, würde genügen. Wie angegeben, können die Bramme, die Zwischenplatte und/oder die fertiggestellte Platte und/oder der Metallartikel in Vakuum oder in einer inerten Atmosphäre, z.B. bei einer Temperatur zwischen 700 bis 1500° Celsius oder 850° bis 1500° Celsius für etwa 10 bis 30 Minuten oder bis zu etwa 24 Stunden oder mehr und bevorzugter bei einer Temperatur von etwa 1050 bis etwa 1300° Celsius für 2 bis 3 Stunden vergütet werden, um Spannungsabbau und/oder eine teilweise oder vollständige Rekristallisation ohne übermäßiges, nichteinheitliches Kornwachstum oder sekundäre Rekristallisation zu erzielen.

**[0057]** Die Figuren 2 und 3 zeigen mehrere Ausführungsformen der Verformung eines Metallbarrens 10, z.B. aus Tantal oder Niob, zu letztendlich gewonnenen Platten 100 gemäß mehreren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung. Der Metallbarren 10 kann zuerst durch Schmieden z.B. (z.B. wie durch die Pfeile angedeutet), Pressschmieden verformt werden, um eine Bramme 20 zu bilden. Die Bramme 20 kann in der Form eines Quaders mit einer ersten Abmessung L und einer zweiten Abmessung W normal zur ersten Abmessung L und einer dritten Abmessung T normal zu der zweiten Abmessung W, die  $\pm 15\%$  der zweiten Abmessung W sein kann, sein. Die Bramme 20 kann wahlweise wie abgehandelt vergütet werden. Die Bramme 20 kann wahlweise in mehrere Brammen 25 mit dem W und dem T der Bramme 20, wie in Figur 2 gezeigt, geteilt werden. Die Bramme 20 (ungeteilt) oder geteilt 25 kann in zwei Richtungen (oder mehr als zwei Richtungen) gewalzt werden, um eine Zwischenplatte und dann eine fertiggestellte Platte 30 zu bilden. Gemäß einer anderen Ausführungsform kann die Verformung der Bramme durch Vorblockwalzen der Bramme, vorzugsweise unter Verwendung eines Vorblockwalzwerkes erzielt werden. Die fertiggestellte Platte kann in mehrere Platten wie in Figur 3 gezeigt, geteilt werden. Multidirektionales Verformen des Ventilmetalls kann verglichen werden mit Querwalzen einer Bramme in mehr als einer Richtung, z.B. wie in den Figuren 1a und 1b gezeigt. Bei einem Querwalzverfahren wird das Werkstück 90 in einer ersten Richtung (A) gewalzt und dann in einer zweiten Richtung (B) gewalzt, die normal zur ersten Richtung (A) ist, sodass die Länge und die Breite zunehmen, während die kleinste Abmessung (z.B. die Dicke) verringert wird. Ferner hat das Querwalzen den Effekt, ein Metallwerkstück auf eine gewünschte Dicke abzuflachen. Multidirektionale Verformung unterscheidet sich auch von unnötigem Schmieden, das ein Metallwerkstück wiederherstellt oder im Wesentlichen wiederherstellt in einer früheren Form, wie z.B. in der US Patentanmeldungsveröffentlichung Nr. US 2002/0112789 A1 gezeigt. Die Platte 30 oder die geteilten Platten 100 können weiter in Sputtertargets verarbeitet werden, wie in der US Patent Nr. 6,348,113 B1 (Michaluk et al.) und in den US Patentanmeldungsveröffentlichungen Nr. US 2003/0037847 A1; 2003/0019746 A1; 2002/0157736 A1; 2002/0072475 A1; und 2002/002695 A1, beschrieben ist. Die Sputtertargets oder Targetrohlinge können z.B. eben oder zylindrisch (z.B. Hohlkathodenmagnetron) sein und können ferner an eine Stützplatte gebunden oder an dieser befestigt sein.

**[0058]** Fig. 11 legt als ein besonderes Beispiel die Bearbeitung des Metalls dar, die stattfinden

kann durch Beginnen des Formens des Barrens aus einem Grünling durch Schmelzen in einem EB-Ofen (ein oder mehrmals, wie zweimal) und dann danach maschinelles Reinigen des Barrens. Der Barren kann dann geschmiedet, unterteilt und dann maschinell gereinigt werden. Die maschinengereinigten geteilten Brammen können dann breitseitengewalzt werden und dann kann der "Pipe"-Abschnitt entfernt werden. Ferner kann die Zwischenplatte, die aus dem ersten Walzen gebildet wurde, wie gezeigt, unterteilt werden. Dann können die geschnittenen Zwischenplatten gedreht und quergewalzt werden und danach kann die Platte zu rechtgeschnitten werden. Vergüten kann in jedem Stadium dieses Verfahrens stattfinden und die Figur 11 zeigt, nur zum Zwecke des Beispiels, verschiedene Ausgangsdurchmesser, Abmessungen und Endabmessungen und prozentuelle Reduktionen.

**[0059]** Entsprechend einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung haben die fertiggestellten verformten Metallartikel Abmessungen, die ausreichen, um geteilt zu werden, um eine Vielzahl von Sputtertargets und vorzugsweise ein oder mehrere Test- oder Qualitätskontrollproben zu bilden. Der fertiggestellte Metallartikel kann jede Form haben und ist vorzugsweise im Wesentlichen in Form eines Rechtecks. Z.B. kann die Länge zwischen 12 Zoll und 50 Zoll oder mehr, die Breite zwischen 12 Zoll und 100 Zoll oder mehr und die Dicke von 0,1 bis 1 Zoll oder von 0,1 bis 0,8 Zoll oder von 0,1 bis 0,5 Zoll sein. Vorzugsweise ist das Rechteck 42 Zoll x 84 Zoll, 20 Zoll x 84 Zoll oder 24 Zoll x 36 Zoll. Vorzugsweise hat das Metall eine nominale Dicke von etwa 0,1 bis etwa 0,8 Zoll und bevorzugt davon etwa 0,25 bis etwa 0,46 Zoll.

**[0060]** Die Verformung eines Ventilmetalls gemäß mindestens einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann eine Bramme herstellen, die eine mittlere Korngröße von weniger als etwa 250  $\mu\text{m}$  und/oder eine Textur hat, die im Wesentlichen frei von (100)-Texturbändern oder anderen (x, y, z)-Texturbändern ist. Die Bramme hat vorzugsweise eine mittlere Korngröße von etwa 5 bis 100  $\mu\text{m}$  oder von etwa 20 bis etwa 150  $\mu\text{m}$  oder bevorzugter von 50  $\mu\text{m}$  oder weniger. Die mittlere Korngröße kann von 5 bis 75  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 50  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 35  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 25  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 20  $\mu\text{m}$  sein.

**[0061]** Bei mindestens einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung enthält das Verfahren, ferner das Auftrennen der Bramme, der gewalzten Bramme, der Platte und/oder der fertiggestellten Platte, die dann weiter thermo- und/oder mechanisch behandelt werden kann. Das Aufteilen kann durch Trennen der Bramme, der gewalzten Bramme oder der Platte oder der fertiggestellten Platte in eine vorbestimmte Anzahl von Walzstücken erzielt werden. Die Aufteilung kann durch z.B. Schneiden, Spanen, Wasserstrahlschneiden, Stanzen, Plasmaschneiden, Brennschneiden, Fräsen, Schleifen, Sägen, Laserschneiden, Bohren, Elektrodenentladungsbearbeitung oder jede Kombination davon, erfolgen. Eines oder mehrere der geteilten Stücke kann/können insbesondere für die Verwendung als eine Test- oder Qualitätskontrollprobe zugeschnitten sein.

**[0062]** Ferner betrifft die vorliegende Erfindung ein Verfahren zur Herstellung von Platten aus hochreinem Metall (oder anderen Arten von Metallplatten), wahlweise von ausreichender Größe, um eine Vielzahl von Sputtertargetrohlingen oder -komponenten zu liefern. Vorzugsweise hat das resultierende Metall z.B. die fertiggestellte Platte (z.B. Tantal) eine feine einheitliche Mikrostruktur. Die mittlere Korngröße kann von 5 bis 75  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 50  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 35  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 25  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 20  $\mu\text{m}$  sein. Z.B. kann das resultierende Material, wie das Röhrenmaterial, eine mittlere Korngröße von etwa 150  $\mu\text{m}$  oder weniger oder etwa 75  $\mu\text{m}$  oder weniger oder 50  $\mu\text{m}$  oder weniger, wie 18  $\mu\text{m}$  oder weniger oder 15  $\mu\text{m}$  oder weniger und/oder eine Textur haben, die im Wesentlichen frei von Texturbändern, wie z.B. (100)-Texturbänder oder andere (x, y, z)-Texturbänder, ist. Das resultierende Metall kann frei oder im Wesentlichen frei von Texturgradienten sein. Das resultierende Metall kann im Wesentlichen frei von unrekristallisierten Bändern sein. Das resultierende Metall kann eine gleichmäßige Textur an der Oberfläche und/oder über die Dicke wie (100)-, (111)-, gemischte Texturen, wie (111):(100) und dergleichen haben. Die Textur kann eine Primärtextur, wie eine primäre (111)- oder eine primäre (100)-Textur oder eine gemischte (111):(100)-Textur sein, wobei alle davon vorzugsweise einheitlich an der Oberfläche und/oder über die Dicke sind. Die Textur kann ungeordnet sein, wie eine einheitliche, ungeordnete (oder nicht dominante) Textur, vorzugswei-

se über die Dicke. Die Ungeordnetheit kann jedes Texturverhältnis, das vorzugsweise im Wesentlichen konsistent über das Metall ist, haben. Zum Zwecke der vorliegenden Erfindung wird Tantal-Metall durch die vorliegende Anmeldung aus rein beispielhaften Zwecken abgehandelt, wobei erkannt wurde, dass die vorliegende Erfindung ebenso auf andere Metalle, einschließlich anderer Ventilmetalle (z.B. Niob) oder andere Metalle und Legierungen davon, anwendbar ist.

**[0063]** In Hinblick auf die Bramme, die Zwischenplatte, die fertiggestellten Platten, Metallartikel und/oder das Sputtertarget und jegliche anderen Komponenten einschließlich des Barrens können diese Materialien jede Reinheit im Bezug auf das vorhandene Metall haben. Z.B. kann die Reinheit 95% oder höher, wie zumindest 99%, zumindest 99,5%, zumindest 99,9%, zumindest 99,95%, zumindest 99,99%, zumindest 99,995% oder zumindest 99,999% rein in Bezug auf das vorhandene Metall sein, wie von 99,95% bis 99,99995% oder von 99,99% bis 99,999%, wobei sich die Prozentangabe auf das Metall und das Fehlen von Metallunreinheiten bezieht. Z.B. würden diese Reinheiten für eine Tantalmetallbramme gelten, bei der die Bramme 99% reines Tantal usw. mit Bezug auf die höheren Reinheiten wäre. Der Metallartikel oder die fertiggestellte Platte können jede Kombination von Metallreinheit, Textur und/oder Korngröße, die hier genannt wurde, haben. Ferner können der Ausgangsbarren oder die Ausgangsbramme jede mittlere Korngröße wie 2000  $\mu\text{m}$  oder weniger und bevorzugter 1000  $\mu\text{m}$  oder weniger und bevorzugter 500  $\mu\text{m}$  oder weniger oder noch bevorzugter 150  $\mu\text{m}$  oder weniger haben.

**[0064]** Ferner kann in Hinblick auf die Textur der Anfangsbramme oder des Anfangsbarrens, aus welchem die Bramme typischerweise gemacht wird, ebenso wie die anderen folgenden Komponenten, die aus der Bearbeitung der Bramme stammen, wie die Zwischenplatte, die Textur jede Textur, wie eine primäre (100)- oder eine primäre (111)-Textur oder eine gemischte (111):(100)-Textur (oder andere gemischte und/oder Zufallstexturen) an der Oberfläche und/oder über die Dicke des Materials, wie der Bramme, sein. Vorzugsweise hat das Material, wie die Bramme keinerlei Texturbänder, wie (100)-Texturbänder, wenn die Textur eine primäre (111)- oder eine gemischte (111):(100)-Textur ist.

**[0065]** In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung führt das Produkt, das aus dem Verfahren der vorliegenden Erfindung entsteht, vorzugsweise zu Platten oder Metallartikeln wie Sputtertargets, in denen zumindest 95% aller vorhandenen Körner 100  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder 75  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder 50  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder 35  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder 25  $\mu\text{m}$  oder kleiner bei 95% aller vorhandenen Körner ist. Die mittlere Korngröße kann von 5 bis 75  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 50  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 35  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 25  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 20  $\mu\text{m}$  sein. Bevorzugter führt das Produkt, das aus dem Verfahren der vorliegenden Erfindung stammt, zu Platten oder Sputtertargets, bei denen mindestens 99% aller vorhandenen Körner 100  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder 75  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder 50  $\mu\text{m}$  oder kleiner und bevorzugter 35  $\mu\text{m}$  oder kleiner oder noch mehr bevorzugt 25  $\mu\text{m}$  oder kleiner sind, sodass die mittlere Korngröße von 5 bis 75  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 50  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 35  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 25  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 20  $\mu\text{m}$  sein kann. Vorzugsweise haben zumindest 99,5% aller vorhandenen Körner diese gewünschte Kornstruktur und bevorzugter zumindest 99,9% aller vorhandenen Körner haben diese Kornstruktur, d.h. 100  $\mu\text{m}$  oder weniger, 75  $\mu\text{m}$  oder weniger, 15  $\mu\text{m}$  oder weniger oder bevorzugter 35  $\mu\text{m}$  oder weniger oder noch mehr bevorzugt 25  $\mu\text{m}$  oder weniger, sodass die mittlere Korngröße von 5 bis 75  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 50  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 35  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 25  $\mu\text{m}$  oder von 5 bis 20  $\mu\text{m}$  sein kann. Die Bestimmung dieses hohen Prozentsatzes von geringer Korngröße basiert vorzugsweise auf der Messung von 500 Körnern, die zufällig ausgewählt wurden, auf einem Mikrofotogramm, das die Kornstruktur zeigt. Die mittlere Korngröße der Platte und/oder des Metallartikels kann etwa 150  $\mu\text{m}$  oder weniger, wie von etwa 5 bis etwa 100  $\mu\text{m}$  oder von etwa 10  $\mu\text{m}$  bis etwa 75  $\mu\text{m}$  sein.

**[0066]** Vorzugsweise hat die Ventilmetalplatte eine primäre (111)- oder primäre (100)- oder eine gemischte (111):(100)-Textur an der Oberfläche und/oder eine transponierte primäre (111)-, eine transponierte primäre (100)- oder eine gemischte transponierte (111):(100)-Textur über ihre Dicke.

**[0067]** Zusätzlich werden die Platte (sowie das Sputtertarget) vorzugsweise hergestellt, wobei

das Produkt im Wesentlichen frei von Marmorierungen an der Oberfläche der Platte oder des Targets ist. Im Wesentlichen frei von Marmorierungen heißt vorzugsweise, dass 25% oder weniger der Oberflächenfläche der Oberfläche der Platte oder des Targets eine Marmorierung haben und bevorzugter 20% oder weniger, 15% oder weniger, 10% oder weniger, 5% oder weniger, 3% oder weniger oder 1% oder weniger der Oberflächenfläche der Oberfläche der Platte oder des Targets eine Marmorierung haben. Die Marmorierung kann ein Fleck oder ein großer Bänderbereich sein, der eine Textur enthält, die von der Primärtextur abweicht. Z.B. wenn eine Primär-(111)-Textur vorhanden ist, wird die Marmorierung in Form eines Flecks oder eines großen Bänderbereiches typischerweise ein (100)-Texturbereich sein, der auf der Oberfläche der Platte oder des Targets ist und auch durch die Dicke der Platte oder des Targets verlaufen kann. Dieser Fleck oder große Bänderbereich kann im Allgemeinen als ein Fleck mit einer Oberflächenfläche von mindestens 0,25% der gesamten Oberflächenfläche der Platte oder des Targets angesehen werden und kann sogar größer in der Oberflächenfläche sein, wie 0,5% oder 1%, 2%, 3%, 4% oder 5% oder höher in Bezug auf einen einzelnen Fleck auf der Oberfläche der Platte oder des Targets. Es kann sicherlich mehr als ein Fleck sein, der die Marmorierung auf der Oberfläche der Platte oder des Targets definiert. Unter Verwendung der nicht destruktiven Bändertests, auf die oben in der US Patent Anmeldung Nr. 60/545617 Bezug genommen wird, kann die vorliegende Anmeldung dies quantitativ bestätigen. Ferner können die Platte oder das Target eine Bänderbildung (%-Bänderbereich) von 1% oder weniger wie 0,60 bis 0,95% haben. Die vorliegende Erfindung dient dazu, die Größe der einzelnen Flecken, die Marmorierung zeigen, zu reduzieren und/oder reduziert die Anzahl der gesamt auftretenden Marmorierungsflecken. So minimiert die vorliegende Erfindung den Oberflächenbereich, der durch Marmorierung betroffen ist, und reduziert die Anzahl der Marmorierungsflecken, die auftreten. Durch Reduzierung der Marmorierung an der Oberfläche der Platte oder des Targets muss die Platte oder das Target nicht einer weiteren Bearbeitung der Platte oder des Targets und/oder einem weiteren Vergüten unterworfen werden. Zusätzlich muss die obere Oberfläche der Platte oder des Targets nicht entfernt werden, um den Marmorierungseffekt zu entfernen. So wird mit Hilfe der vorliegenden Erfindung weniger physikalische Bearbeitung der Platte oder des Targets benötigt, was sich sowohl auf die Arbeitskosten als auch auf die Einsparungen im Bezug auf Materialverlust auswirkt. Zusätzlich kann durch das Vorsehen eines Produkts mit weniger Marmorierung die Platte und noch wichtiger das Target einheitlich und ohne Vergeudung von Material gesputtert werden.

**[0068]** Die Metallplatte der vorliegenden Erfindung kann einen Oberflächenbereich haben, der weniger als 75%, wie weniger als 50% oder weniger als 25%, glänzende Flecken nach dem Sputtern oder der chemischen Erosion hat, wie 0,5% bis 50% oder 0,75% bis 25% oder 0,50% bis 15%. Vorzugsweise hat der Oberflächenbereich weniger als 10% glänzende Flecken nach dem Sputtern oder der chemischen Erosion. Bevorzugter hat der Oberflächenbereich weniger als 5% glänzende Flecken und am bevorzugtesten weniger als 1% glänzender Flecken nach dem Sputtern oder der chemischen Reaktion.

**[0069]** Zum Zwecke der vorliegenden Erfindung kann die Textur auch eine gemischte Textur wie eine (111):(100) gemischte Textur sein und diese gemischte Textur ist vorzugsweise über die Oberfläche und/oder die Dicke der Platte und des Targets einheitlich. Die verschiedenen Anwendungen, einschließlich der Bildung von dünnen Folien, Kondensatorgehäusen, Kondensatoren und dergleichen, wie in dem US Patent Nr. 6,348,113 beschrieben, können hier erzielt werden, und um Wiederholungen zu vermeiden, sind diese Verwendungen und dergleichen hier eingeschlossen. Auch die Verwendungen, die Korngrößen, die Texturreinheit, die in US Patent Nr. 6,348,113 dargelegt sind, können hier für die Metalle hierin verwendet werden und sind in ihrer Gesamtheit hier eingebracht.

**[0070]** Die Metallplatte der vorliegenden Erfindung kann eine Gesamtänderung in der Pol-Orientierung ( $\Omega$ ) haben. Die gesamte Änderung in der Pol-Orientierung kann über die Dicke der Platte in Übereinstimmung mit US Patent Nr. 6,462,339 gemessen werden. Das Verfahren zur Messung der Gesamtänderung bei der Pol-Orientierung kann das gleiche sein, wie ein Verfahren zur Quantifizierung der Texturhomogenität eines polykristallinen Materials. Das Verfahren



kann beinhalten, das Auswählen einer Referenz-Pol-Orientierung, das rasterförmige Scannen eines Querschnitts des Materials oder eines Teils davon mit einer Dicke mit Orientierungsscanbild-Mikroskopie, um die aktuellen Pol-Orientierungen einer Vielzahl von Körnern in Rastern über die Dicke zu erhalten, Bestimmen der Orientierungsdifferenzen zwischen der Referenz-Pol-Orientierung und den aktuellen Pol-Orientierungen einer Vielzahl von Körnern in dem Material oder dem Abschnitt davon, Bestimmen eines Wertes für die Missorientierung von der Referenz-Pol-Orientierung an jedem über die Dicke gemessenem Korn und Bestimmung einer mittleren Missorientierung jedes gemessenen Rasters über die Dicke; und Erhalten einer Texturbänderung durch Bestimmung einer zweiten Ableitung der mittleren Missorientierung jedes gemessenen Rasters über die Dicke. Durch Verwendung des oben beschriebenen Verfahrens kann die Gesamtänderung bei der Pol-Orientierung der Metallplatte der vorliegenden Erfindung, gemessen über die Dicke der Platte, weniger als etwa 50/mm sein. Vorzugsweise ist die Gesamtänderung bei der Pol-Orientierung gemessen über die Dicke der Platte der vorliegenden Erfindung in Übereinstimmung mit US Patenten Nr. 6,462,339 geringer als etwa 25/mm, bevorzugter weniger als 10/mm und am bevorzugtesten weniger als 5/mm, wie von 1/mm bis 49/mm oder von 1/mm bis 25/mm oder von 1/mm bis 10/mm.

**[0071]** Die Metallplatte der vorliegenden Erfindung kann eine skalare Gewichtung der Texturflexion (A) gemessen über die Dicke der Platte in Übereinstimmung mit US Patent Nr. 6,462,339 haben. Das Verfahren kann beinhalten eine Referenz-Pol-Orientierung auszuwählen, rasterförmig einen Querschnitt des Materials oder eines Teils davon mit einer Dicke mit Orientierungsscanbildmikroskopie zu scannen, um die tatsächliche Pol-Orientierung einer Vielzahl von Körnern in Rastern über die Dicke zu erhalten, die Orientierungsdifferenzen zwischen der Referenz-Pol-Orientierung und der tatsächlichen Pol-Orientierung einer Vielzahl von Körnern in dem Material oder einem Abschnitt davon zu bestimmen, einen Wert der Missorientierung von der Referenz-Pol-Orientierung bei jedem über die Dicke gemessenen Korn zu bestimmen und eine mittlere Missorientierung jedes gemessenen Rasters über die Dicke zu bestimmen; und Texturbänderung zu bestimmen durch Bestimmung einer zweiten Ableitung der mittleren Missorientierung jedes gemessenen Rasters über die Dicke. Die skalare Gewichtung der Texturflexion der Metallplatte der vorliegenden Erfindung, gemessen über die Dicke der Platte kann geringer als etwa 5/mm sein. Vorzugsweise ist die skalare Gewichtung der Texturflexion gemessen über die Dicke der Platte, gemäß US Patent Nr. 6,462,339, geringer als etwa 4/mm, bevorzugter weniger als etwa 2/mm und am bevorzugtesten weniger als etwa 1/mm, so wie von 0,1/mm bis 4,9/mm oder von 0,5/mm bis 3,9/mm oder von 0,5/mm bis 1,9/mm.

**[0072]** In mindestens einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung kann die Metallplatte oder der Metallartikel der vorliegenden Erfindung einen Texturgradienten haben, der sehr gering ist. Z.B. kann der Texturgradient in Hinblick auf die Heterogenität und die Bänderung der Metallplatte gemessen werden, sowie unter Verwendung des "Scalar Measures of Texture Heterogeneity", wie in Proceedings of ICOTOM 14 (2005) durch Wright, S.I. und D.F. Field veröffentlicht, berechnet werden. Dies wird weiter in the Material Science Forum, von Vols. 495-497, September 2005, Seiten 207-212, abgehandelt. Dieser Texturgradient basiert auf dem Verfahren, das in diesen Publikationen beschrieben ist, unter Verwendung von automatisierter EBSD oder Orientierungsbildmikroskopie (OIM). Zum Zwecke dieser vorliegenden Erfindung und in mindestens einer Ausführungsform hat der Gleichförmigkeitsfaktor einen Wert von 0,3 oder weniger oder 0,2 oder weniger, wie von 0,05 bis 0,2 oder von 0,12 bis 0,175 oder von etwa 0,13 bis etwa 0,16. In mindestens einer Ausführungsform kann die Metallplatte oder der Metallartikel der vorliegenden Erfindung einen Bandbildungsfaktor (B) von 0,1 oder weniger, wie von etwa 0,01 bis etwa 0,75 oder von etwa 0,02 bis etwa 0,05 oder von etwa 0,03 bis etwa 0,04 haben.

**[0073]** In einer oder mehreren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung kann der Gleichförmigkeitsfaktor (H), um nicht mehr als 0,2 über die Metallplatte oder den Metallartikel, wie nicht mehr als 0,1 oder nicht mehr als 0,05 oder nicht mehr als 0,01 oder nicht mehr als 0,005 oder nicht mehr als 0,001 variieren. Der Gleichförmigkeitsfaktor (H) kann von 0,001 bis 0,05 variieren oder kann von 0,01 bis 0,15 variieren oder kann von 0,01 bis 0,2 über die Metallplatte

oder den Artikel variieren. In einer oder mehreren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung kann der Bandbildungsfaktor (B) um nicht mehr als 0,05 variieren, wie nicht mehr als 0,04 oder nicht mehr als 0,03 oder nicht mehr als 0,02 oder nicht mehr als 0,01. Der Bandbildungsfaktor (B) kann variieren von 0,005 bis 0,05 oder kann variieren von 0,01 bis 0,04 oder kann variieren von 0,01 bis 0,03 oder kann variieren von nicht mehr als 0,01 bis 0,025 über die Metallplatte oder den Metallartikel. In einer oder mehreren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung kann der Gradzufall oder Mal-Zufall der Textur über die Metallplatte oder den Metallartikel nicht mehr als 5 Grad- oder Mal-Zufall, wie nicht mehr als 4 Grad- oder Mal-Zufall oder nicht mehr als 2 Grad- oder Mal-Zufall oder 1 Grad- oder Mal-Zufall, sein. Der Grad- oder Mal-Zufall kann von 1 Grad- oder Mal-Zufall bis 5 Grad- oder Mal-Zufall oder von 1 Grad- oder Mal-Zufall bis 4 Grad- oder Mal-Zufall oder von 1 Grad- oder Mal-Zufall bis 3 Grad oder Mal-Zufall oder von 1 Grad- oder Mal-Zufall bis 2 Grad- oder Mal-Zufall über die Metallplatte oder den Metallartikel variieren. Der "Grad- oder Mal-Zufall" bezieht sich auf einen numerischen Wert, um den eine bestimmte Textur (z.B. (111)- oder (100)-oder gemischte Textur) in der bestimmten Menge größer als zufällig vorhanden ist. Bei der Messung dieser gesteuerten Gleichförmigkeit der Metallplatte oder des Metallartikels können 10 Proben, wie in Fig. 12 gezeigt, über die Metallplatte oder den Metallartikel entnommen werden, um für jede Probe (H), (B), Gradzufall, Kristallrichtungskarte und/oder mittlere Korngröße zu bestimmen. In Fig. 12 wird nur eine von S1 oder S2 als eine der 10 Proben verwendet. Während Fig. 12 eine Scheibenform zeigt, können ähnliche Positionen für andere Metallartikel in der gleichen Weise abgeleitet werden. Diese 10 Proben stellen ein Verstehen des Metallartikels oder der Metallplatte in Hinblick auf die durchgehende Dicke für jede der 10 Proben dar und stellen weiters ein vollständiges Verstehen der Querflächen, die normal zur Dicke sind, dar. Somit schafft dieser Test ein sehr vollständiges Verstehen des Metalls in jeder Ebene (x, y, z) der Metallplatte oder des Artikels.

**[0074]** In einer oder mehreren Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung kann die Metallplatte oder der Metallartikel eine Primärtextur haben, die mindestens 7 Grad oder Mal mehr als zufällig, wie von 7 bis 25 Grad oder mehr Grad oder Mal mehr als zufällig, von 8 bis 20 Grad oder Mal mehr als zufällig oder 10 bis 15 Grad oder Mal mehr als zufällig über die Metallplatte oder den Metallartikel sind, vorzugsweise unter Verwendung der 10 Probenorte aus Fig. 12.

**[0075]** Die Metallplatte oder der Metallartikel der vorliegenden Erfindung kann einen Gleichförmigkeitsfaktor in Verbindung mit dem Bandbildungsfaktor oder nur einen dieser Faktoren alleine haben. Der Gleichförmigkeitsfaktor und/oder der Bandbildungsfaktor kann unabhängig von/oder gleichzeitig mit der Reinheit, Textur und/oder Korngröße, die hier angeführt sind, vorhanden sein. Somit kann ein Metall ein oder mehrere dieser Merkmale haben. Die (H) und (B) Faktoren können für jede Textur oder Primärtextur wie für (111), (100) oder gemischte Texturen wie (111):(100) sein. Vorzugsweise ist in Hinblick auf alle der obigen Merkmale des Metalls (z.B. Korngröße, Textur, (H), (B) und/oder Reinheit) das bevorzugte Metall Tantal, Niob oder Legierungen davon.

**[0076]** Die vorliegende Erfindung wird weiter durch die folgenden Beispiele erklärt, die rein beispielhaft für die vorliegende Erfindung gedacht sind. Die wahre Dehnung in % in den Tabellen kann durch Dividieren durch 100 umgewandelt werden, um die in der vorliegenden Druckschrift verwendeten Einheiten zu erhalten.

## BEISPIELE

**[0077]** Beispiele: Tantalbarren wurden in Brammen unter Verwendung von Pressschmiedeschritten geformt, um die Ausgangsabmessungen  $W_s = 5 \frac{1}{2}$ ,  $L_s =$  wie in Tabelle 1 und  $T_s = 5,25$  Zoll nominal zu erhalten. Die Brammen wurden in mehrere Brammen (bis zu 6) geschnitten, sodass die geschnittene Brammenlänge 27 Zoll war. Die geschnittenen Brammen wurden dann maschinell gereinigt. Die Brammen wurden dann bei 1050° Celsius für drei Stunden in einem Vakuumofen vergütet. Tabelle 1 liefert auch die gewünschte Endproduktgröße, nachdem es von der fertiggestellten Platte abgeschnitten ist. Die Bramme wurde dann einem ersten Walzen (Breitseitenwalzen) in der Richtung von W in Fig. 3 oder A in Fig. 1a unterworfen. Das Walzschema für das erste Walzen der verschiedenen Brammen ist in Tabelle 2 angegeben. Nach

dem ersten Walzen wurde die gewalzte Bramme durch Schneiden der Breite in die Hälfte geschnitten / geteilt. Auch wurden die vorangehende Kante und die nachlaufende Kante, die durch das Walzen gegangen sind, versäubert. Die geschnittene gewalzte Platte wurde dann bei einigen der Proben, wie angegeben, vergütet. Die "Zwischenplatte" stellt die Platte nach den ersten Walzdurchgängen und vor dem zweiten Walzen dar. Nach dem ersten Walzen hatte die Zwischenplatte von jeder der Brammen die folgenden Abmessungen  $L_i = L_S \pm 5$  bis 10%,  $W_i =$  siehe Tabelle 3 und  $T_i =$  siehe Tabelle 3. Dann wurde die Zwischenplatte einem zweiten Walzen, das quer zur ersten Walzrichtung war, unterworfen. Die zweite Walzrichtung war in der Richtung von L in Fig. 3 oder B in Fig. 1b.

**[0078]** Das zweite Walzschema findet sich mit anderen Informationen in Tabelle 4 (30 Plattenproben). Nach dem zweiten Walzen wurde die vorangehende Kante der gewalzten Platte versäubert. Dann wurde die Zwischenplatte, die versäubert wurde, niveaugewalzt, um eine gleichförmigere Flachheit zu erzielen. Alle Abstandsmessungen sind in Zoll. Die tatsächliche Walzwerkdehnung ist die geschätzte Messung oder das „Gegebene“ des Walzwerkes während des Walzens. Die Trennkraft ist der Wert der Kraft, die während jedes Walzdurchganges aufgebracht wird und ist ein Prozentsatz von 2500 Tonnen. Jede „Anfangsdicke“ stellt einen Durchgang durch die Walzwerkwalzen dar. Nach dem zweiten Walzen wurde die fertiggestellte Tantalplatte wiederum bei 1050° Celsius für zwei Stunden in einem Vakuumofen vergütet. Die tatsächliche Dicke nach dem Durchgang und die tatsächliche Walzwerkdehnung sind das Ergebnis von Messungen, die sich aus den Walzschritten ergeben haben. Die Reduktion in der Dicke kennzeichnet einen Walzschritt, welcher ein Kaltwalzschritt war.

**[0079]** Tabelle 1 - Länge der geschnittenen Bramme

Fertige Scheibengröße	Brammenlänge ( $L_S$ )
0,250" x 12,7"	28"
0,250" x 17,7"	30"
0,300" x 12"	27"
0,300" x 17,7"	27"

**[0080]** Tabelle 2 - Breitseitenwalzschema

Durchgang	Walzwerkeinstellung	Durchgang	Walzwerkeinstellung	Durchgang	Walzwerkeinstellung	Durchgang	Walzwerkeinstellung	Durchgang	Walzwerkeinstellung
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
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	wie gewünscht
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		

**[0081]** Tabelle 3 - Breitseitenwalzerggebnis

Parameter				
	0,250" ( $T_i$ )x 12,7"	0,250" ( $T_i$ )x 17,7"	0,300" ( $T_i$ )x 12,7"	0,300" ( $T_i$ )x 17,7"
Zieldicke nach Breitseitendurchgängen ( $T_i$ )	0,720	0,568	0,722"	0,569"
Gute Breite (Breitseite) ( $W_i$ )	27,5"	37,5"	27,5"	37,5"
Anzahl gescherter Platten für das	2	2	2	2

Längswalzen				
$L_i$	79"	67"	65"	48"
Breite der gescherten Platte	13,75"	18,75"	13,7"	18,7"
$L_i = L_s \pm 10\%$ für alle				
$W_r = W_i \pm 5-10\%$ für alle				
Anzahl der Scheiben, die aus der fertigen Scheibe erhalten wurden	5	3	4	2

[0082] Tabelle 4

[0083] Einzelbreite - 0,300 x 17,7, niedriges  $\epsilon$ , 275631D2

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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
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

[0084] Einzelbreite - 0,300 x 12,7, hohes  $\epsilon$ , 275631C2

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

[0085] Einzelbreite - 0,300 x 12,7, niedriges  $\epsilon$ , 275631A2

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

[0086] Einzelbreite - 0,250 x 12, hohes  $\epsilon$ , 275631F2

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

[0087] Einzelbreite - 0,250 x 12, niedriges  $\epsilon$ , 275631B2

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

[0088] Einzelbreite - 0,300 x 17,7, hohes  $\epsilon$ , 275631G2

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0089] Einzelbreite - 0,250 x 17,75, niedriges  $\epsilon$ , 279508-A1**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0090] Einzelbreite - 0,250 x 17,75, niedriges  $\epsilon$ , 279739-B2**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
1	0,486	-13,00%	0,427	0,059			0,457	0,06	0,029
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

**[0091] Einzelbreite - 0,300 x 12,7, hohes  $\epsilon$ , 275631C1 vergütete Zwischenplatte**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0092] Einzelbreite - 0,300 x 12,7, niedriges  $\epsilon$ , 275631A1 vergütete Zwischenplatte**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0093] Einzelbreite - 0,250 x 12, hohes  $\epsilon$ , 275631F1 vergütete Zwischenplatte**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0094] Einzelbreite - 0,250 x 12, niedriges  $\epsilon$ , 275631B1 vergütete Zwischenplatte**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0095] Einzelbreite - 0,300 x 17,7, hohes  $\epsilon$ , 275631G1 vergütete Zwischenplatte**

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0096]** Einzelbreite - 0,300 x 17,7, niedriges  $\epsilon$ , 275631D1 vergütete Zwischenplatte

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0097]** Einzelbreite - 0,300 x 17,7, hohes  $\epsilon$ , 275631C1 vergütete Zwischenplatte

Durchgang	Anfangs-abmessung	wahre Dehnung	erwartete Endabmessung	Reduktion	berechn. Walzwerkspalt	tatsächliche Walzwerk Dehnung	gemessene Dicke nach Durchgang	tatsächliche wahre Dehnung	Materialreduktion
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

**[0098]** Die in einem der obigen Beispiele geformte Tantalplatte, nämlich aus Tabelle 4, Probe 275631D2 wurde dann einer Elektronenrückstreu-Beugungsanalyse unterzogen, um räumlich-spezifische Messungen der kristallografischen Orientierung zu liefern und Texturheterogenitäten für eine durch die vorliegende Erfindung hergestellte Tantalplatte zu messen. Die Figuren 4 bis 10 liefern die erhaltenen Daten für diese Tantalplatte. Insbesondere liefert Fig. 4 eine farbkodierte Orientierungskarte und eine inverse Polfigur für die Tantalplatte aus Tabelle 4. Das Scannen wurde alle 10  $\mu\text{m}$  durchgeführt und die farbkodierte Karte wurde zusammengesetzt, um die durchgehende Dicke der Tantalplatte zu zeigen. Wie man sehen kann, ist die (111)-Orientierung mit blau angezeigt, während die (001)- oder (100)- in rot angezeigt ist und die (101)- in einem grünlichen Farbton angezeigt ist. Beim Betrachten der farbkodierten Karte ist klar, dass die Primärtextur eine (111)-Textur über die Dicke der Tantalplatte ist und dass diese (111)-Textur die dominante Textur ist und über die Dicke der Platte ziemlich gleichförmig ist. Es gibt einige Anzeichen von (100)-Texturen, die in der Minderheit in Bezug auf die Gesamttextur sind. Fig. 5 liefert eine Kristallrichtungskarte mit einer 5 Grad-Toleranz zum Zwecke der Bestimmung der verschiedenen Texturen. Wie man mit einer 5 Grad-Toleranz sehen kann, ist die Primärtextur mit einer 5 Grad-Toleranz (111) mit sehr wenig Mengen von (100). Mit Bezug auf die Kristallrichtungskarte mit einer 10 Grad-Toleranz, nämlich Fig. 6, und eine Kristallrichtungskarte mit einer 15 Grad-Toleranz, nämlich Fig. 7, kann wiederum ersehen werden, dass die Primärtextur klar (111) mit geringen Mengen an (100) und im wesentlichen keinem (101) ist. Die Figuren 8 und 9 liefern jeweils Polfigurenplots und inverse Polfigurenplots für die Tantalplatte aus Tabelle 4 (Probe 275631 D2). Wie man aus diesen Plots sehen kann, gibt es einen hohen Grad an (111) und viel geringere Mengen an (100) und extrem niedrige Mengen von (101). Schließlich liefert die Fig. 10 ein Korngrößenhistogramm, welches zeigt, dass die durchschnittliche Korngröße etwa 50  $\mu\text{m}$  mit einer Standardabweichung von 26  $\mu\text{m}$  ist. Wiederum beziehen sich all diese Daten auf die in Tabelle 4 erhaltene Tantalplatte. Schließlich wurde mit Bezug auf die in Tabelle 4 erhaltene Tantalplatte die Texturheterogenität gemessen unter Verwendung des Gleichförmigkeitsfaktors (H) und des Bandbildungsfaktors (B), wie in "Scalar Measures of Texture Heterogeneity" von Wright et al. beschrieben und berechnet, wie zuvor abgehandelt und wie ferner beschrieben in Proceedings of ICOTOM 14 (2005). Basierend auf diesem Testverfahren und Standard hatte die Tantalplatte aus Tabelle 4 einen Gleichförmigkeitsfaktor (H) von 0,16 und einen Bandbildungsfaktor (B) von 0,04. Der Texturgradient ist eine Maßeinheit, die beschreibt, wie homogen/heterogen die lokale Textur in einem Scanbereich verteilt ist. Eine zweite Maßeinheit ist ebenfalls angezeigt, die eine Idee gibt, ob die Textur aus abwechselnden Bändern besteht. Es wird angenommen, dass die Texturvariationen horizontal oder vertikal variieren. Es kann nur eine Phase gleichzeitig untersucht werden. Die tatsächliche Mathematik hinter den Berechnungen wird in Wright, S. I. and D. P. Field (2005) "Scalar Measures of Texture Heterogeneity" veröffentlicht in Proceedings of ICOTOM 14 und vorgetragen in Leuven, Belgien, Juli 2005, berichtet. H ist das Maß, das die Heterogenität beschreibt und hat einen Wert im Bereich von 0 für eine perfekt homogene Verteilung der Textur bis 1 für eine heterogene Struktur. Ähnlich beschreibt B die Bandbildung und ein Wert von 0 zeigt keine Bänder an, wohingegen ein Wert von 0,5 einen stark mit Bändern versehenen Fall beschreiben würde, wie

in den idealisierten Mikrostrukturen gezeigt. Entsprechend hatte die Tantalplatte der vorliegenden Erfindung eine ausgezeichnete niedrige Bandbildung und ausgezeichnete Texturgleichförmigkeit über die Dicke der Metallplatte, sowie eine sehr annehmbare Korngröße.

**[0099]** In einer der in der vorliegenden Anmeldung hergestellten Metallplatten unter Verwendung von Probenstellen, die in Fig. 12 dargelegt sind, wurden 10 Proben im Bezug auf den Gleichförmigkeitsfaktor (H), den Bandbildungsfaktor (B) und den Grad- oder Mal-Zufall in Bezug auf (111)-Textur analysiert. Wie aus diesen 10 Proben, die aus derselben Metallplatte genommen wurden, gesehen werden kann, war die Gleichförmigkeit in Bezug auf die Textur und die Gleichförmigkeit in Bezug auf das Fehlen von Bändern bemerkenswert. Der Gleichförmigkeitsfaktor (H) war 0,3 oder geringer und in vielen Fällen  $0,2 \pm 0,05$  und der Bandfaktor (B) war einheitlich niedrig und war 0,05 oder geringer und vielfach  $0,03 \pm 0,02$ . Ferner war der Grad- oder Mal-Zufall in Bezug auf die Textur ziemlich einheitlich und 7,3 oder höher und 8,9 nicht übersteigend. Somit war der Grad- oder Mal-Zufall in einem ziemlich engen Bereich und zeigte daher ebenfalls Gleichförmigkeit.

**[00100]** CSB Zusammenfassung

**[00101]** ESB-Daten

Probe ID	Gradzufall	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

**[00102]** Die Anmelder bringen insbesondere den gesamten Inhalt aller zitierten Referenzen in diese Offenbarung ein. Ferner soll, wenn eine Menge, Konzentration oder ein anderer Wert oder Parameter angegeben ist, entweder als Bereich, bevorzugter Bereich oder eine Liste oberer bevorzugter Werte und unterer bevorzugter Werte, verstanden werden, als insbesondere alle Bereiche, die aus irgendeinem Paar von jeder oberen Bereichsgrenze oder bevorzugten Wert und jeder unteren Bereichsgrenze oder bevorzugten Wert, gebildet werden, zu offenbaren, unabhängig davon, ob diese Bereiche gesondert offenbart sind. Wenn ein Bereich numerischer Werte hier angegeben ist, soll der Bereich, wenn nicht anders angegeben, die Endpunkte und alle ganzen Zahlen und alle Bruchteile in dem Bereich enthalten. Es ist nicht beabsichtigt, dass der Umfang der Erfindung auf die speziell hier beim Definieren eines Bereiches angegebenen Werte beschränkt ist.

**[00103]** Die Ansprüche zeigen zusätzliche Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung. Andere Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung werden für den Fachmann bei Betrachtung der vorliegenden Druckschrift und der Durchführung der hier offenbarten Erfindung offensichtlich. Die vorliegende Druckschrift und die vorliegenden Beispiele sollen als nur beispielhaft betrachtet werden, wobei der wahre Umfang und Geist der Erfindung durch die folgenden Ansprüche und Äquivalente davon angegeben ist.

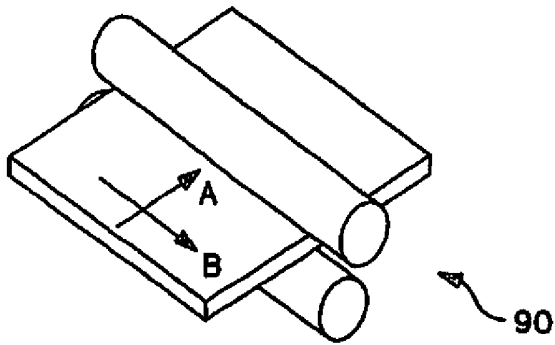
## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Metallartikels mit einer entgültigen Dicke, umfassend:  
Verformen eines Metallbarrens, um eine quaderförmige Bramme mit einer Länge, Breite und Dicke zu bilden, wobei eine erste dieser drei Abmessungen gleich einer zweiten dieser drei Abmessungen  $\pm 25\%$  ist;  
ein erstes Walzen der quaderförmigen Bramme, um eine Zwischenplatte zu bilden, wobei dieses erste Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält;  
und ein zweites Walzen der Zwischenplatte, um eine Metallplatte zu bilden, wobei dieses zweite Walzen eine Vielzahl von Walzdurchgängen enthält und wobei jeder dieser Walzdurchgänge des zweiten Walzens eine wahre Dehnung für die Dicke von etwa 0,06 bis 0,18 pro Durchgang verleiht.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste Abmessung gleich der zweiten Abmessung  $\pm 15\%$  ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste Abmessung gleich der zweiten Abmessung  $\pm 10\%$  ist.
4. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste Abmessung gleich der zweiten Abmessung  $\pm 1\%$  ist.
5. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die erste und die zweite Abmessung die Breite und die Dicke sind.
6. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Metallbarren einen Durchmesser von mindestens  $9\frac{1}{2}$  Zoll hat.
7. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Metallbarren einen Durchmesser von mindestens 11 Zoll hat.
8. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Metallbarren einen Durchmesser von 10 Zoll bis etwa 20 Zoll hat.
9. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die quaderförmige Bramme eine Dicke vor dem ersten Walzen hat, die mindestens 5 Mal dicker als die Enddicke des Metallartikels ist.
10. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die quaderförmige Bramme eine Dicke vor dem ersten Walzen hat, die mindestens 10 Mal dicker als die Enddicke des Metallartikels ist.
11. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die quaderförmige Bramme eine Dicke vor dem ersten Walzen hat, die mindestens 15 Mal dicker als die Enddicke des Metallartikels ist.
12. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die quaderförmige Bramme eine Dicke vor dem ersten Walzen hat, die mindestens 20 Mal dicker als die Enddicke des Metallartikels ist.
13. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die gesamte wahre Dehnung, die durch alle Walzdurchgänge des zweiten Walzens verliehen wird, 0,10 bis 1,0 ist.
14. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die gesamte wahre Dehnung, die durch alle Walzdurchgänge des zweiten Walzens verliehen wird, 0,20 bis 0,5 ist.
15. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das erste Walzen ein Walzschema umfasst, das durch Änderungen in den Walzwerkspalteinstellungen definiert ist.
16. Verfahren nach Anspruch 1, wobei ein abschließender Walzdurchgang des zweiten Walzens eine wahre Dehnung verleiht, die gleich oder größer der wahren Dehnung ist, die durch irgendeinen vorangegangenen Walzdurchgang verliehen wird.
17. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Metallbarren Niob, Tantal oder eine Legierung davon ist.

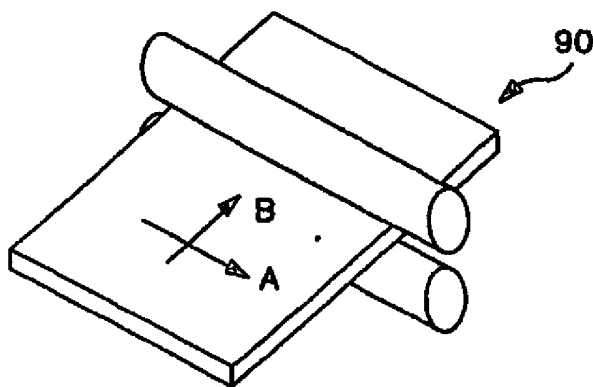


18. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Metallbarren Kupfer oder Titan oder eine Legierung davon ist.
19. Verfahren nach Anspruch 1, ferner umfassend das Vergüten der Bramme vor dem ersten Walzen.
20. Verfahren nach Anspruch 19, wobei das Vergüten unter Vakuum oder inerten Bedingungen bei einer Temperatur von etwa 700° bis etwa 1500° Celsius für eine Zeit von etwa 30 Minuten bis etwa 24 Stunden vorgenommen wird.
21. Verfahren nach Anspruch 1, ferner umfassend das Schaffen einer quaderförmigen Bramme mit zwei gegenüberliegenden Walzoberflächen, deren Ebenheit innerhalb von 0,02 Zoll liegt.
22. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die quaderförmige Bramme eine Dicke von etwa 3 bis etwa 8 Zoll, eine Breite von etwa 3 bis etwa 8 Zoll und eine Länge von etwa 10 bis etwa 48 Zoll hat.
23. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Zwischenplatte eine Dicke von etwa 0,40 bis etwa 1,5 Zoll hat.
24. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Zwischenplatte eine Länge hat, die 10% oder weniger größer ist als die Länge der rechteckigen Bramme.
25. Verfahren nach Anspruch 1, ferner umfassend das Vergüten der Zwischenplatte.
26. Verfahren nach Anspruch 25, wobei das Vergüten unter Vakuum oder inerten Bedingungen bei einer Temperatur von etwa 700° Celsius bis etwa 1500° Celsius für eine Zeit von etwa 30 Minuten bis etwa 24 Stunden vorgenommen wird.
27. Verfahren nach Anspruch 1, wobei zumindest einer der Walzdurchgänge des zweiten Walzens in eine transversale Richtung relativ zu zumindest einem Walzdurchgang des ersten Walzens vorgenommen wird.
28. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Walzdurchgänge des zweiten Walzens multidirektional sind.
29. Verfahren nach Anspruch 1, wobei beim Formen der quaderförmigen Bramme die Querschnittsfläche des Metallbarrens eine wahre Dehnung von mindestens 95% in Bezug auf die Querschnittsfläche der quaderförmigen Bramme erfährt.
30. Verfahren nach Anspruch 29, wobei die wahre Dehnung in der Querschnittsfläche mindestens 100% ist.
31. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die wahre Dehnung zwischen 0,06 und 0,15 pro Durchgang ist.
32. Verfahren nach Anspruch 1, wobei jeder Walzdurchgang beim zweiten Walzen eine wahre Dehnung verleiht, die der wahren Dehnung des vorangegangenen Walzdurchganges  $\pm 25\%$  entspricht.
33. Verfahren nach Anspruch 1, wobei jeder Walzdurchgang beim zweiten Walzen eine wahre Dehnung verleiht, die der wahren Dehnung des vorangegangenen Walzdurchganges  $\pm 5\%$  entspricht.
34. Metallplatte hergestellt nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei sie als Ventilmetalplatte eine durchschnittliche Korngröße von 20  $\mu\text{m}$  oder weniger hat.

**Hierzu 12 Blatt Zeichnungen**



**FIG. 1a**



**FIG. 1b**

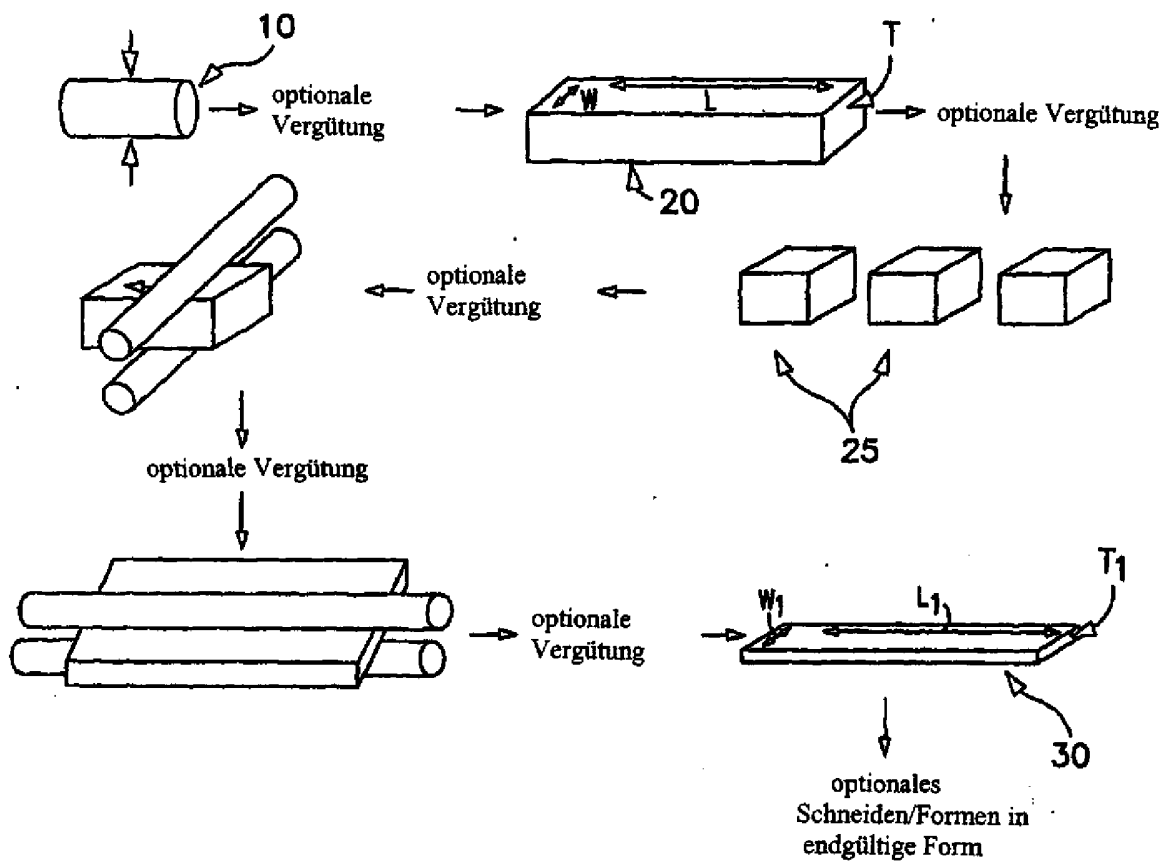
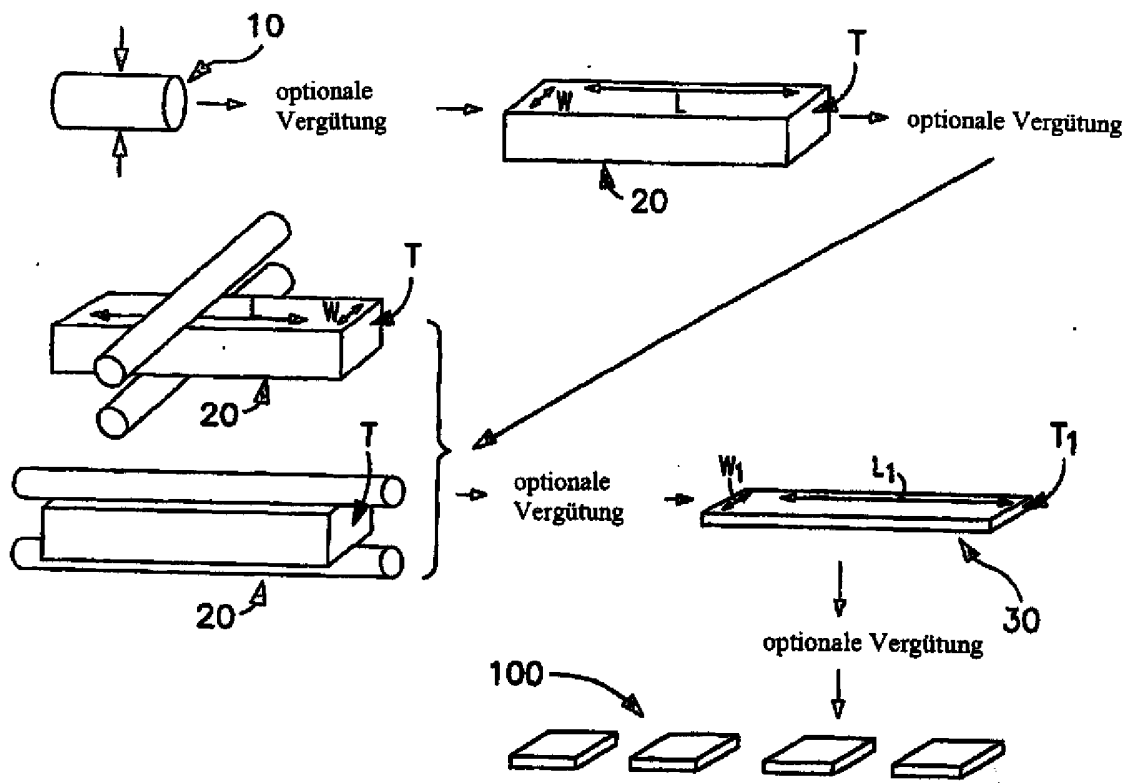
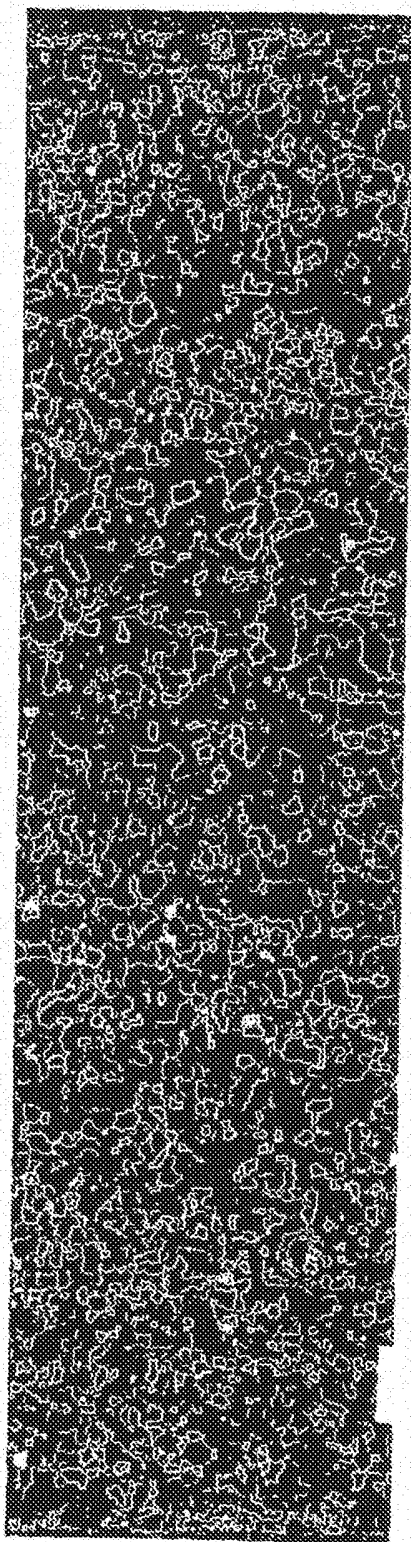


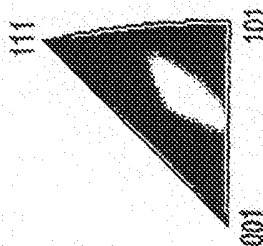
FIG. 2



**FIG. 3**

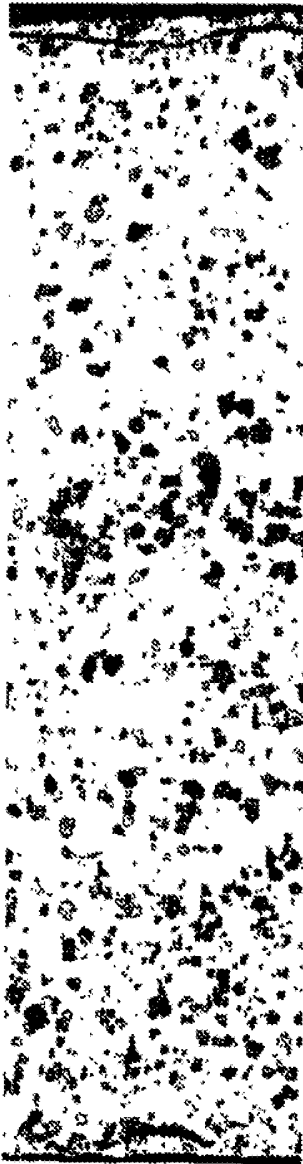


Scandimensionen  
X = 8180  $\mu\text{m}$   
Y = 2050  $\mu\text{m}$   
Schrittgröße = 10  $\mu\text{m}$



**FIG. 4**

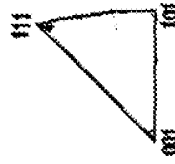
Farbkodierte Orientierungskarte



Farbkodierte Karte Typ: Kristallrichtung

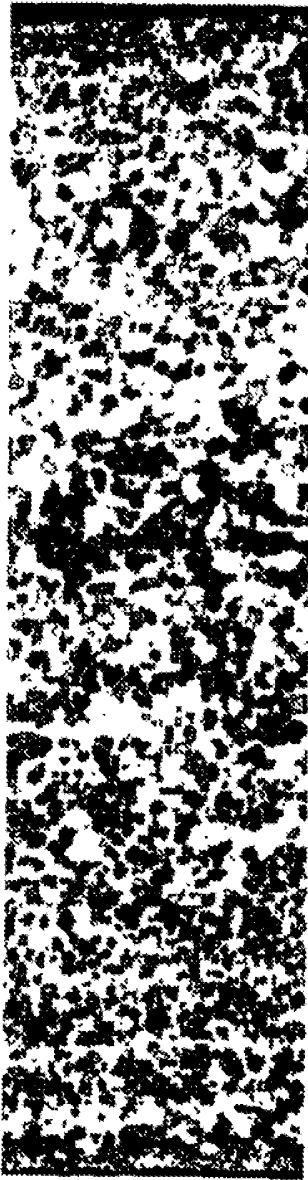
Richtung	Werte	Gesamt- fraktion	Teil- fraktion
$\langle 111 \rangle$	$0^\circ$	0.187	0.172
$\langle 101 \rangle$	$0^\circ$	0.009	0.000
$\langle 001 \rangle$	$0^\circ$	0.032	0.033

Textel  
 [001]



**FIG. 5**

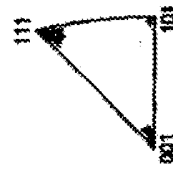
Kristallrichtungskarte 5 Grad Toleranz



Farbkodierte Karte (Typ: Kristallrichtung)

Richtung	Gesamt- Teil-	
	Max	fraktion
$\langle 111 \rangle$ -[001]	10°	0.423
$\langle 101 \rangle$ -[001]	10°	0.002
$\langle 001 \rangle$ -[001]	10°	0.093

Textur  
 [001]



**FIG. 6**

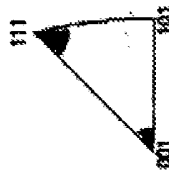
Kristallrichtungskarte 10 Grad Toleranz



Farbkodierte Karte Typ: Kristallrichtung

Richtung	Mittelwert	Gesamt-Teil-	
		fraktion	fraktion
$\langle 111 \rangle - \langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle$	0°	15°	0.561
$\langle 101 \rangle - \langle \bar{1}0\bar{1} \rangle$	0°	15°	0.009
$\langle 001 \rangle - \langle \bar{0}\bar{0}\bar{1} \rangle$	0°	15°	0.153

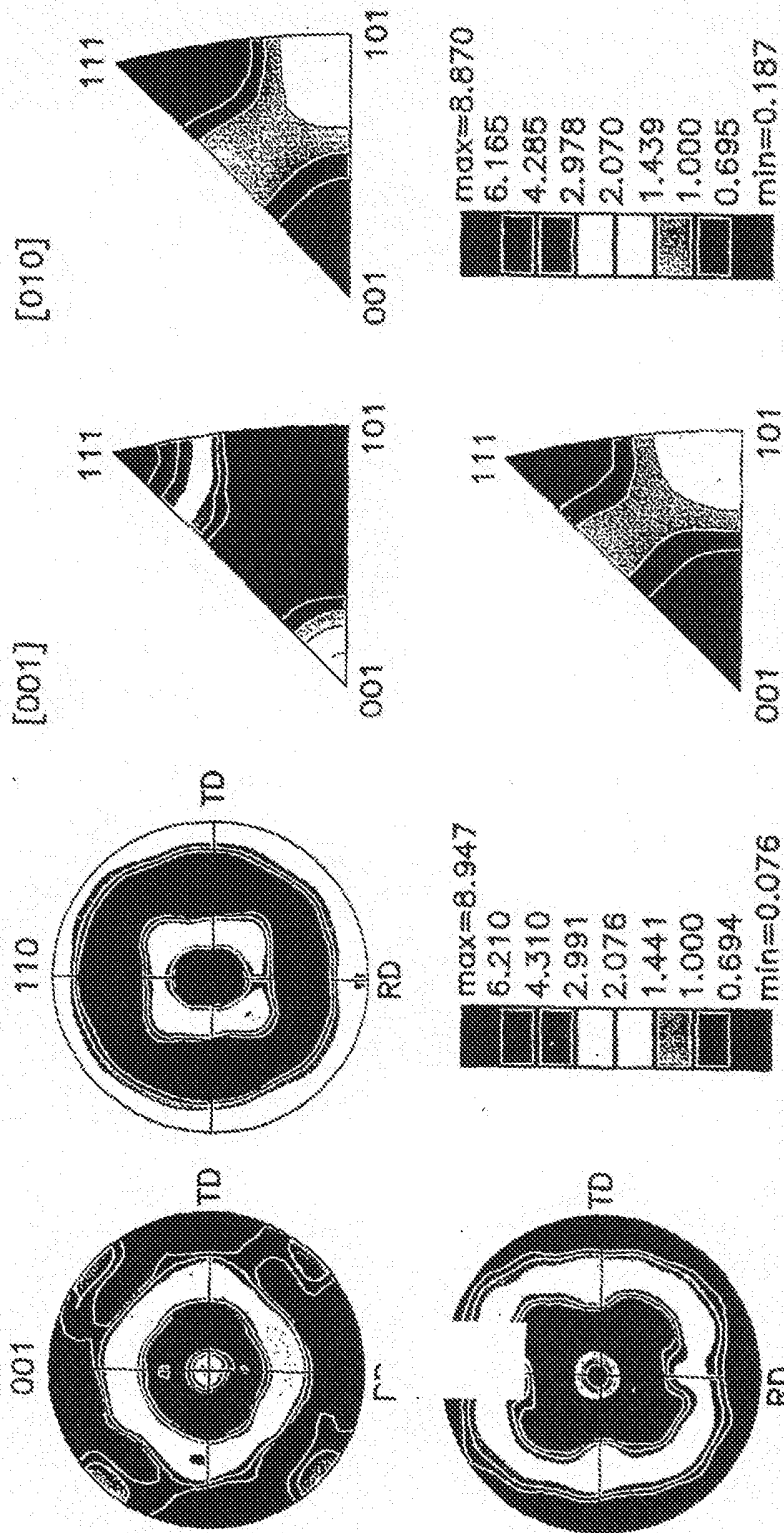
Ternär  
 {001}



**FIG. 7**

Kristallrichtungskarte 1.5 Grad Toleranz





**FIG. 8**

Polfigurenplots

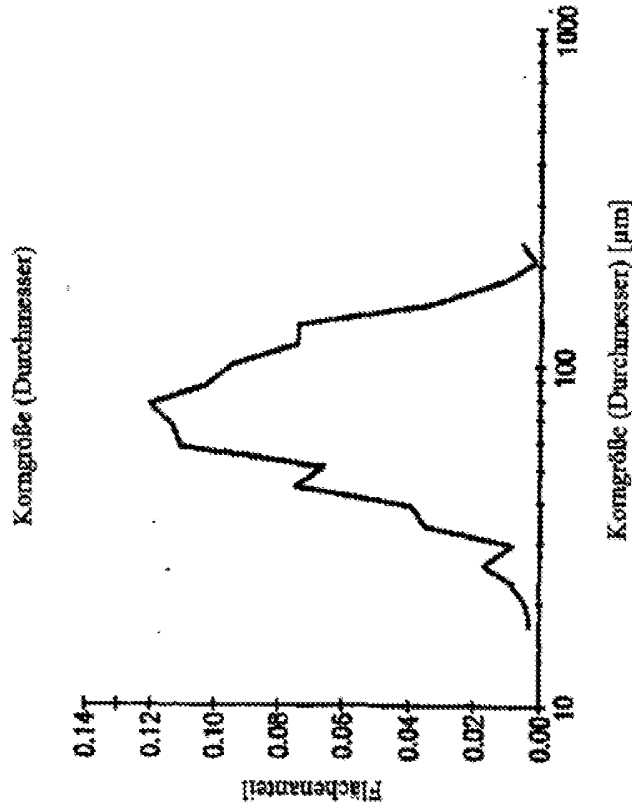
**FIG. 9**

Inverse Polfigurenplots

Liste Korngröße (Durchmesser)  
 6013 Kornschritte beprobt  
 Randkörner von Analyse ausgeschlossen

Durchmesser [µm]	Flächenanteil
17.0936	0.00375356
19.6139	0.00428062
22.5057	0.00789279
25.8239	0.0174888
29.6313	0.0084584
34.0001	0.0345727
39.013	0.0396927
44.785	0.0746023
51.3851	0.0659704
58.9362	0.110853
67.6279	0.113681
77.5969	0.120192
89.0399	0.102793
102.168	0.0954655
117.231	0.0747373
134.515	0.0744416
154.348	0.0330887
177.185	0.013028
203.217	0.00194749
233.179	0.00578677

Mittelwert 50.7186  
 Standardabweichung 26.8747  
 Fläche 80.6205



**FIG. 10**  
 Korngrößenhistogramm und -daten

0,300" x 17,7" Scherbe aus 5,5" quadratischer Branne

Variable  
 Abstände  
 Parameter



Grünklotz

Schmelz Durchm. 

12
----

Schmelz Durchm.

12
----

2X EB2

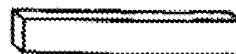
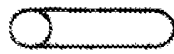
Reinigung zu Durchm. 

120
-----

Fläche 

113
-----

maschin. Reinigung Durchm.



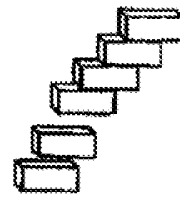
Schmieden 

Dicke	5,5	Breite	5,50	Länge	140
-------	-----	--------	------	-------	-----

Wahre Dehnung  
132%

X-Schnitt Fläche 

3023
------



Sägeschnneiden

Dicke	5,5	Breite	5,50	Länge	2333
-------	-----	--------	------	-------	------



Netto  

Dicke	5,50	Breite	5,50	Länge	2333
-------	------	--------	------	-------	------

  
 Maschin. Reinigung

FIG. 11a

0,300" x 17,7" Scheibe aus 5,5" quadratischer Braunne

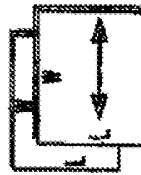


Netto			
Dicke	Breite	Länge	
0,588	17,700	23,381	Breitschneidwalzen

Wahre Dehnung  
222%

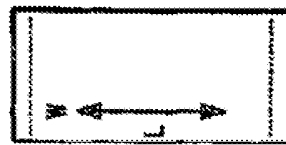


Dicke	Breite	Länge	
0,588	17,700	23,381	



Dicke	Breite	Länge	
0,588	17,700	23,381	

Drehen



Dicke	Breite	Länge	
0,300	17,700	47,400	

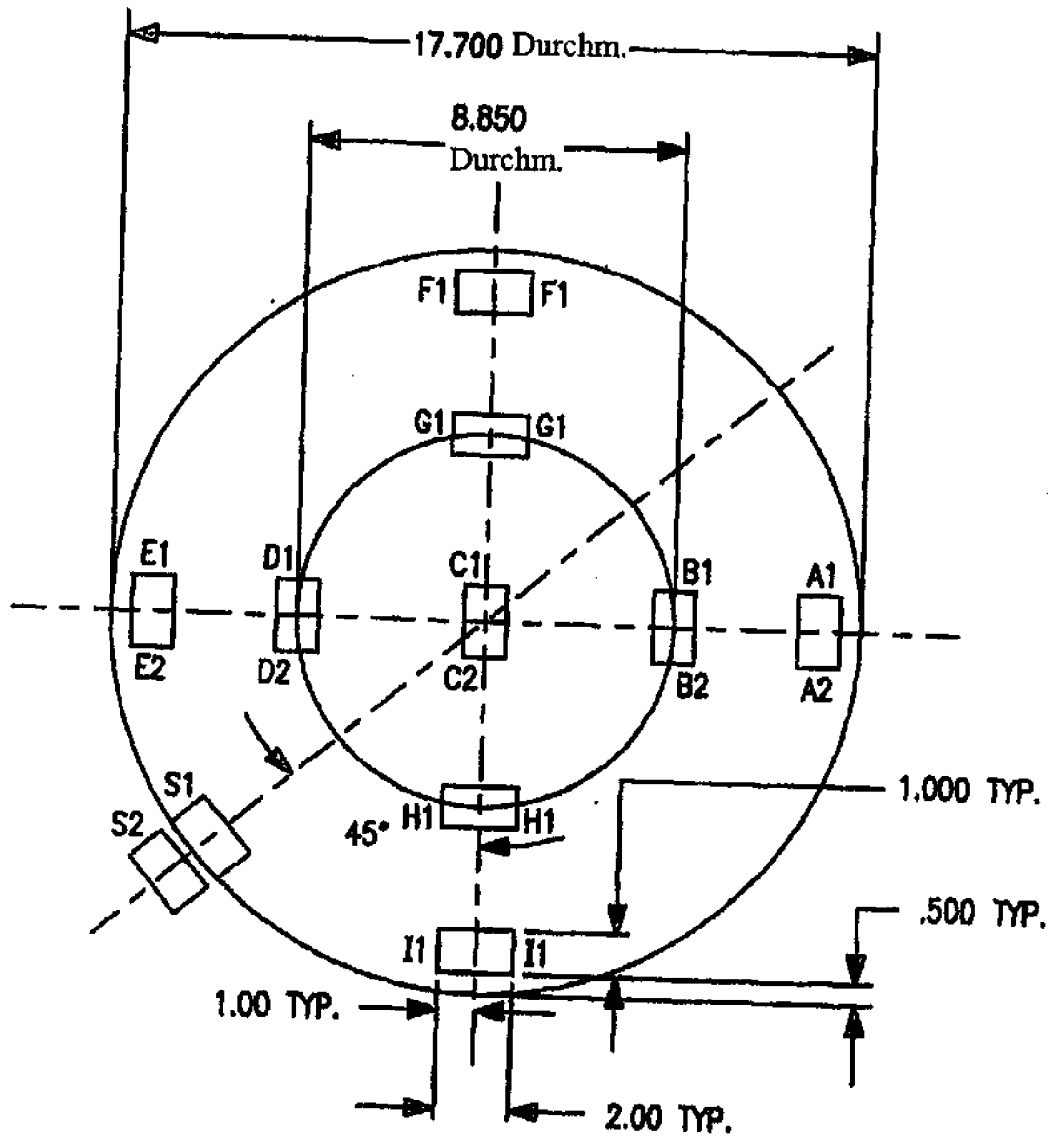
Wahre Dehnung  
64%  
Gesamte WD-Reduktion  
286%  
WD BSW zu Länge Verhältnis  
3,5

WD BSW zu Länge Verhältnis  
3,5



Scher- oder Strahlschneiden auf Größe

FIG. 11b



**FIG. 12**

Stellen für die Charakterisierung des Metallartikels oder der Scheibe