



G(45) Patentti myönnetty
Patent nollautui 09.09.1988

(51) Kv.Ik.⁴/Int.Cl.⁴ C 23 C 14/34

SUOMI-FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus – Patentansökning	840072
(22) Hakemispäivä – Ansökningsdag	09.01.84
(23) Alkupäivä – Giltighetsdag	09.01.84
(41) Tullut julkiseksi – Blivit offentlig	11.07.84
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. – Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	31.05.88
(86) Kv. hakemus – Int. ansökan	
(32) (33) (31) Pyydetty etuoikeus – Begärd prioritet	10.01.83
Saksan liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE) P 3300525.7 Toteennäytetty-Styrkt	

(71) Merck Patent Gesellschaft mit beschränkter Haftung, Frankfurter Strasse 250, Darmstadt, Saksan liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE)

(72) Hans Dietrich Klein, Darmstadt, Saksan liittotasavalta-Föbundsrepubliken Tyskland(DE)

(74) Oy Kolster Ab

(54) Oksidikeraaminen kohde-elektrodi sputterointia varten -
Oxidkeramisk fångelektrod för katodförstoftning

(57) Tiivistelmä

Keksintö kohdistuu oksidikeraamisiin kohtioihin magneettikentän avulla vahvistettua katodista sputterointia varten, jotka perustuvat kuumina puristettuihin indium-oksidi/tinaoksidi-seoksiin ja joiden tiheys on vähintään 75 % teoreettisesta tiheydestä ja joiden happipitoisuus stökiometriseen koostumukseen verrattuna on vähennetty niin paljon, että niiden sähköjohtokyky vastaa ominaissähkövastusta 0,6-0,1 Ω .cm ja voidaan niitä valmistaa siten, että metallioksidiseosta puristetaan pelkistävässä atmosfäärissä 50-600 kp/cm² paineessa ja 850-1000°C lämpötilassa. Apukatodeja voidaan käyttää tasajännitesputterointimenetelmässä.

(57) Sammandrag

Uppfinningen hänför sig till oxidkeramiska targets för magnetfältsförstärkt katodförstoftning på basis av varmpressade indiumoxid/tennoxid-blandningar med en täthet av åtminstone 75% av den teoretiska tätheten, varvid de med avseende på syrehalten i förhållande till den stökiometriska sammansättningen utarmats så, att de har en elektrisk ledningsförmåga som motsvarar ett specifikt elektriskt motstånd av 0,6-0,1 Ω .cm, och de kan framställas så, att metalloxidblandningen pressas i en reducerande atmosfär vid ett tryck av 50-600 kg/cm² och en temperatur av 850-1000°C. Dessa targets kan användas i ett likspänningsförstoftningsförfarande.

Oksidikeraaminen kohde-elektrodi sputterointia varten

Keksintö koskee oksidikeraamisia kohde-elektrodeja,
5 jotka ovat käyttökelpoisia magneettikentän vahvistamassa
katodisessa sputteroinnissa ja jotka perustuvat kuumapuris-
tettuihin indiumoksidi/tinaoksidi-seoksiin.

Tällaiset kohde-elektrodit ovat sinänsä tunnettuja ja
tunnetaan myös näiden kohde-elektrodien käyttö läpinäky-
10 vien, sähköä johtavien kerrosten muodostamiseen.

Koska kohde-elektrodit, joita painetta ja korkeaa läm-
pötilaa käyttäen puristetaan kohdealustoiksi, ovat sähköä
johtamattomia, on tavallista näitä kohde-elektrodeja sput-
teroitaessa käyttää suurta taajuutta, jolloin myös ei-joh-
15 teet voidaan sputteroida vaikeuksitta. Suurimittakaavaises-
sa toteutuksessa on suurtaajuussputterointi kuitenkin vähem-
män sovelias. Sinänsä edullista tasajännitesputterointia
varten soveltuvat ensi sijassa metalliset kohde-elektrodit
mutta eivät oksidikeraamiset kohde-elektrodit.

20 Metallisia apukatodeja käytettäessä täytyy kuitenkin
läpinäkyviä oksidikerroksia valmistettaessa suorittaa hape-
tus kohde-elektrodimateriaalia levitettäessä päällystettä-
välle pinnalle tai sen jälkeen. Tämä menettelytapa ei yleen-
sä anna tyydyttäviä kerroksia eikä sitä voida käyttää pääl-
25 lystettäville materiaaleille.

Täten esiintyy tarvetta oksidikeraamisten kohde-
elektrodien saamiseksi, jotka soveltuvat myös tasajännite-
sputterointiin ja joita samalla voidaan käyttää suurella
tehotiheydellä niinsanotussa magneettikentällä vahvistetus-
30 sa katodisputteroinnissa.

Nyt on havaittu, että kohde-elektrodeja, joiden ti-
heys toisaalta on erittäin suuri ja joiden happipitoisuus
toisaalta on siten vähennetty, että niiden sähköjohtokyky
on verrattain suuri, voidaan käyttää erittäin hyvällä menes-
35 tyksellä suurtehosputterointilaitteessa tasajännitesputte-
rointia käyttäen. Yllättävästi voidaan näillä kohde-elektro-

deilla, joiden happipitoisuutta voidaan pienentää niin paljon, että ne sisältävät jopa metallisia osuuksia, siitä huolimatta valmistaa erittäin homogeenisia metallioksidikerroksia, joissa ei ole minkäänlaisia metallisulkeumia, jotka voisivat heikentää kerroksen läpinäkyvyyttä.

Keksintö koskee oksidikeraamista kohde-elektrodia magneettikentän avulla vahvistettua katodisputterointia varten, joka kohde-elektrodi perustuu kuumapuristettuihin indiumoksidi/tinaoksidi-seoksiin, joiden on vähintään 75 % teoreettisesta tiheydestä. Kohde-elektrodille on tunnusomaista, että sen happipitoisuus stökiometriseen koostumukseen verrattuna on siten alennettu, että sen sähköjohtokyky vastaa 0,6-0,1 Ω .cm:n ominaisvastusta.

Keksinnön mukaisen kohde-elektrodin oleellinen etu on sen hyvä soveltuvuus suurtehosputterointiin tasajännitteen avulla. Ratkaisevaa tällöin on se, että suuren tiheyden lisäksi kohde-elektrodien sähköjohtokyky on verrattain suuri.

Menetelmä oksidikeraamisten kohde-elektrodien kuumapuristamiseksi on sinänsä tunnettu. Tällöin kohdistetaan metallioksidijauheeseen kuumennettavissa puristimissa sintrauslämpötilassa, joka yleensä on noin 2/3 absoluuttisesta sulamislämpötilasta, suuri, jopa useiden satojen ilmakehien paine. Käytetyn lämpötilan, paineen ja kunkin metallioksidin materiaaliominaisuuksien mukaan saadaan tällöin tiheydeltään erilaisia keramiikkakappaleita.

Kaupallisesti on saatavissa indium- ja tinaoksidiin perustuvia kohde-elektrodeja, joiden tiheys on noin 50-70 % teoreettisesta tiheydestä. Kohde-elektrodeja, joiden tiheys on vähintään 75 % kiinteän aineen tiheydestä, on tosin esitetty DE-hakemusjulkaisussa 31 12 104, mutta siinä ei ole esitetty mitään menetelmää kohde-elektrodien aikaansaamiseksi. Nyt on havaittu, että tällaisia kohde-elektrodeja voidaan valmistaa kuumapuristamalla indiumoksidi/tinaoksidi-seoksia määrättyissä lämpötiloissa pelkistävässä atmosfäärissä.

Keksintö koskee myös menetelmää edellä kuvatun kohde-elektrodin valmistamiseksi. Menetelmälle on tunnusomaista, että metallioksidiseosta puristetaan pelkistävässä ilmakehässä 50-600 kg/cm²:n paineessa ja 850-1000°C:n lämpötilassa niin paljon kokoon, että saadaan kohde-elektrodi, jonka sähköjohtokyky vastaa 0,6-0,1 Ω.cm:n ominaisvastusta.

850-1000°C oleva puristuslämpötila on huomattavasti indiumoksidille, jonka sulamislämpötila on 1910°C ja tinaoksidille, jonka sulamislämpötila on 1620°C, edellä mainitun nyrkkisäännön mukaan odotettavaa sintrauslämpötilaa alempi. Itse asiassa pursitetuille materiaaleille suoritettujen mikroskooppiset tutkimukset osoittavat, että mitään tavanomaista sintraustapahtumaa ei tapahdu. Normaalisti sintrauksessa voidaan nimittäin havaita säännöllisesti erittäin pienten aineosien liukenemisen ja suurehkojen osien vastaavan kasvun vuoksi osarakenteen muuttuminen karkeammaksi. Tätä ei indiumoksidi/tinaoksidi-kohde-elektrodien tapauksessa voida havaita. Useimmiten säilyy osasko ko suurimmaksi osaksi vakiona.

Oleellista on, että keksinnön mukainen menetelmä suoritetaan pelkistävässä atmosfäärissä. Tätä varten puristetaan lähtömateriaali edullisesti grafiittimuotissa. Voimakkaammin pelkistävän atmosfäärin muodostamiseksi voidaan metallioksidijauheeseen lisätä myös hiiltä tai hiiltä luovuttavaa ainetta. Edullisia ovat esim. orgaanista materiaalia, esim. selluloosaan perustuvaa materiaalia kuten paperia olevat peitekerrokset metallioksidijauheen ja puristusmännän välissä. Voidaan olettaa, että korkeassa lämpötilassa tapahtuvassa hiiltymisessä muodostuvat kaasut vaikuttavat osittain indiumoksidin pelkistymiseen. Voidaan olettaa, että tällöin muodostuva metallinen indium, joka on läsnä sulassa muodossa, toimii liukumista parantavana aineena oksidijauhetta varten ja siten sallii jauheen merkittävän tiivistymisen.

Sitoutumatta kuitenkaan tähän teoriaan, voidaan todeta, että keksinnön mukaan valmistetuissa kohde-elektrodeis-

sa esiintyy huomattava happivajaus, mikä ilmenee jo alioksideista metalliseen tilaan olevan osuuden vaikutuksesta harmaaksi väritymisessä.

Käytetyn lämpötilan ja puristusajan mukaan voidaan
5 täten saada kohde-elektrodeja, joiden tiheys on 90-95 prosenttiin saakka teoreettisesta tiheydestä.

Käytettäessä liian korkeita lämpötiloja tai liian pitkiä puristusaikoja voi tapahtua metallioksidien täydellinen pelkistyminen, mistä aiheutuu nestemäisen metallinen valuminen pois puristusmuotista. Nämä epäsuotavat olosuhteet
10 voidaan kuitenkin välttää muutamien esikokeiden avulla. On osoittautunut, että erityisesti 880-920°C lämpötiloissa saadaan erittäin hyviä tuloksia. Tällöin on kokonaispuristus-
aika mukaanluettuna esikuumennusvaihe noin 1-2 tuntia, jolloin korkeintaan puristetaan noin puoli tuntia, edullisesti
15 10 minuuttia korkeimmassa lämpötilassa.

Puristusaste, joka tarkoittaa puristuksessa saadun tiheyden suhdetta kiinteän aineen teoreettiseen tiheyteen, voidaan määrätä etukäteen määrittämällä puristumännän puristusmatka, jolloin luonnollisesti puristusmatkaa määrättäessä on otettava huomioon myös puristusmuotin ja puristumännän lämpölaajeneminen. Puristusasteen riippuvuus puristusmatkasta voidaan määrätä jokaista puristusmuottia ja
20 jokaista puristuslämpötilaa varten helposti kokeellisesti.

Puristusaine ei sinänsä ole erityisen kriittinen ja se voi korkeintaan grafiittimuotin kestäjän paineen vuoksi olla noin 600 kg/cm². On kuitenkin osoittautunut, että näin suuret paineet eivät ole välttämättömiä hyvien tulosten saamiseksi. Itse asiassa saadaan jo epätavallisen pienillä
30 paineilla, kuten noin 50 kp/cm², erittäin hyviä tuloksia. Edullisesti työskennellään täten alueella noin 50-100 kp/cm², erityisesti noin 70 kp/cm²:n paineessa. Tämä pieni puristus-
paine mahdollistaa pitkän käyttöiän tällöin vähän rasitetulle puristimelle.

35 Keksinnön mukaisen menetelmän avulla valmistetaan indiumoksidi/tinaoksidi-kohde-elektrodeja, jotka pääaineosa-

naan sisältävät indiumoksidia. Tinaoksidipitoisuus voi vaihdella välillä noin 1-20 paino-%. Edullisesti sisältyy sitä noin 9-11 paino-%.

Muutamien tavanomaisten esikokeiden avulla voidaan
5 määrittää määrättyä tulosta varten halutun kohde-elektrodin ja koostumuksen suhteen optimaaliset olosuhteet. Tällöin voidaan säännöllisesti lähteä siitä, että pidentämällä puristusaikaa ja kohottamalla puristuslämpötilaa saadaan sekä tiheämpiä kohde-elektrodeja että myös kohde-elektrodeja,
10 ja, joiden happivajaus on suurempi. Mitä suurempi happivajaus on, sitä suurempi on myös kohde-elektrodien sähkönsiirtokyky. Säännöllisesti valitaan olosuhteet siten, että saadaan kohde-elektrodeja, joiden sähkönsiirtokyky vastaa noin 0,6-0,1 Ω .cm:n ominaisvastusta.

15 Kohde-elektrodin sähkönsiirtokykyä voidaan haluttaessa säätää myös sekoittamalla metallijauhetta metallioksidijauheeseen ennen puristusta. Tällöin voidaan lisätä sekoittamalla 2 paino-%:iin asti indiumia ja/tai tinaa.

Keksinnön mukaisen kohde-elektrodin edellä jo mainitun hyvän soveltuvuuden lisäksi suurteho-tasajännitesputterointiin on se suuren tiheyden vuoksi myös mekaanisesti erittäin stabiili. Tämä yhdessä myös erittäin suuren lämmönsiirtokyvyn kanssa, mikä takaa sputteroinnissa esiintyvän lämmön nopean poisjohtumisen, on keksinnön mukaisen kohde-
25 elektrodin seuraava oleellinen etu.

Näitä kohde-elektrodeja voidaan käyttää edullisesti tasopintaisten alustojen päällystämiseen, kuten esim. valmistettaessa sähköä johtavia läpinäkyviä kerroksia paperille, läpinäkyviä lämmönsuojakerroksia lasille tai valmistettaessa sähköä johtavia kerroksia nestekidenäyttöjä varten.
30 Kaikissa näissä sinänsä tunnetuissa menetelmissä voidaan käyttää keksinnön mukaisia kohde-elektrodeja tasajännitesputteroinnissa. Kaikissa näissä menetelmissä saadaan erittäin hyviä läpinäkyviä kerroksia. Oleellista tällöin on
35 pelkästään se, että sputterointiatmosfääri sisältää määrätyn osuuden happea. Kulloinkin tarvittava happipitoisuus

voidaan määrätä helposti joidenkin suuntaa antavien esiko-
keiden avulla. Yleensä on se noin 1-20 tilavuus-% ja loppu-
osa on esim. vetyä ja argonia.

Keksinnön avulla saavutetaan täten oleellinen edis-
5 tysaskel suurtaajuusputteroinnin alalla.

Esimerkki 1

Sylinterimäiseen grafiittimuottiin, jonka sisäläpimit-
ta on 210 mm, pannaan 1700 g seosta, joka sisältää 1516 g
indiumoksidia ja 184 g tina(IV)-oksidijauhetta, mikä vas-
10 taa 9:1 olevaa indiumin moolisuhdetta tinaan ja suojataan
sekä alapuolista että myös yläpuolista grafiittipuristus-
mäntää vastaan kerroksella suodatinpaperia. Paineen säättä-
misen jälkeen arvoon 70 kp/cm² muodostetaan laitteeseen
tyhjiö ja kuumennetaan se vakiopaineessa 35 minuutin aikana
15 880°C lämpötilaan. Noin 700°C lämpötilassa alkava tiivis-
tyminen todetaan puristumännän liikkeen perusteella. Kun
massa on puristettu kokoon 9,2 mm paksuuteen, poistetaan
kuumennus, jälkipuristetaan vielä 10 minuuttia ja tyhjiö
poistetaan sitten. Saadaan harmaalta näyttävä keramiikka-
20 levy, jonka paksuus on 9,2 mm, tiheys 5,3 g/cm³, mikä vas-
taa 75 % teoreettisesta tiheydestä ja ominaissähkövastus
0,42 Ω.cm.

Esimerkki 2

Sylinterimäiseen grafiittimuottiin, jonka sisäläpi-
25 mitta on 210 mm, pannaan 1700 g seosta, joka sisältää
1516 g indiumoksidijauhetta ja 184 g tina(IV)-oksidijauhet-
ta, jolloin jauheen ja grafiittimännän väliin sijoitetaan
kulloinkin 2 kerrosta suodatinpaperia. Paineen säättämisen
jälkeen arvoon 70 kp/cm² muodostetaan laitteeseen tyhjiö
30 ja kuumennetaan vakiopaineessa 40 minuutin aikana 900°C läm-
pötilaan. Kun massa on puristunut kokoon 8,3 mm paksuuteen,
poistetaan kuumennus, puristetaan vielä 10 minuuttia ja sit-
ten poistetaan tyhjiö. Saadaan ulkonäöltään harmaan keramiikk-
kalevy, jonka paksuus on 8,3 mm, tiheys 5,9 g/cm³, mikä
35 vastaa 82,7 % teoreettisesta tiheydestä, ja ominaissähkö-
vastus 0,38 Ω.cm.

Esimerkki 3

Sylinterimäiseen grafiittimuottiin, jonka sisäläpimitta on 210 mm, pannaan 1700 g seosta, joka sisältää 1516 g indiumoksidijauhetta ja 184 g tina(IV)-oksidijauhetta, jolloin jauheen ja grafiittimännän väliin sijoitetaan kulloinkin 3 kerrosta suodatinpaperia. Paineen säätämisen jälkeen arvoon 70 kp/cm^2 muodostetaan laitteeseen tyhjiö ja kuumennetaan vakioaineessa 45 minuutin aikana 920°C lämpötilaan. Kun massa on puristettu 7,8 mm paksuuteen, poistetaan kuumennus, puristetaan vielä 10 minuuttia ja tyhjiö poistetaan sitten. Saadaan ulkonäöltään harmaan keramiikkalevy, jonka paksuus on 7,8 mm ja tiheys $6,3 \text{ g/cm}^3$, mikä vastaa 88,5 % teoreettisesta tiheydestä ja ominaissähkövastus $0,17 \Omega \cdot \text{cm}$.

Esimerkki 4

Sylinterimäiseen grafiittimuottiin, jonka sisäläpimitta on 210 mm, pannaan 1700 g seosta, joka sisältää 1608 g indiumoksidia, 92 g tina(IV)-oksidia, mikä vastaa indiumin moolisuhdetta tinaan noin 95:5, ja 34 g grafiittijauhetta. Paineen säätämisen jälkeen arvoon 70 kp/cm^2 , muodostetaan laitteeseen tyhjiö ja kuumennetaan vakioaineessa 35 minuutin aikana 880°C lämpötilaan. Kun massa on puristunut 8,4 mm paksuuteen, poistetaan kuumennus, puristetaan vielä 10 minuuttiin ja tyhjiö poistetaan sitten. Saadaan ulkonäöltään harmaan keramiikkalevy, jonka paksuus on 8,5 mm, tiheys $5,8 \text{ g/cm}^3$, mikä vastaa 80 % teoreettisesta tiheydestä, ja ominaissähkövastus $0,38 \Omega \cdot \text{cm}$.

Esimerkki 5

Sylinterimäiseen grafiittimuottiin, jonka sisäläpimitta on 210 mm, pannaan 1700 g seosta, joka sisältää 1337 g indiumoksidia, 340 g tina(IV)-oksidia ja 17 g tinajauhetta, mikä vastaa indiumin moolisuhdetta tinaan 80:20. Paineen säätämisen jälkeen arvoon 90 kp/cm^3 muodostetaan laitteeseen tyhjiö ja kuumennetaan 40 minuutin aikana 900°C lämpötilaan. Kun massa on puristettu 8,5 mm paksuuteen, poistetaan lämmitys, puristetaan vielä 10 minuuttia ja sit-

ten poistetaan tyhjiö. Saadaan ulkonäöltään harmaan kera-
miikkalevy, jonka paksuus on 8,5 mm, tiheys $5,77 \text{ g/cm}^3$,
mikä vastaa 80 % teoreettisesta tiheydestä, ja ominaissäh-
kövastus $0,35 \Omega \cdot \text{cm}$.

Patenttivaatimukset

1. Oksidikeraaminen kohde-elektrodi magneettikentän avulla vahvistettua katodisputterointia varten, joka kohde-
5 elektrodi perustuu kuumapuristettuihin indiumoksidi/tina-
oksidiseoksiin, joiden tiheys on vähintään 75 % teoreettisesta tiheydestä, t u n n e t t u siitä, että sen happipitoisuus stökiometriseen koostumukseen verrattuna on siten alennettu, että sen sähkönjohtokyky vastaa 0,6-0,1 Ω .cm:n
10 ominaisvastusta.
2. Menetelmä patenttivaatimuksen 1 mukaisen oksidike-
raamisen kohde-elektrodin valmistamiseksi, jonka tiheys on vähintään 75 % teoreettisesta tiheydestä, t u n n e t t u siitä, että metallioksidiseosta puristetaan pelkistävässä
15 ilmakehässä 50-600 kg/cm²:n paineessa ja 850-1000°C:n lämpötilassa niin paljon kokoon, että saadaan kohde-elektrodi, jonka sähkönjohtokyky vastaa 0,6-0,1 Ω .cm:n ominaisvastusta.
3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että puristus suoritetaan 900-920°C:n lämpötilassa ja 50-100 kg/cm²:n paineessa.
20
4. Patenttivaatimuksen 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että puristus suoritetaan grafiittimuotissa.
- 25 5. Jonkin patenttivaatimuksen 2-4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että puristusmuotissa on läsnä hiiltä tai puristuslämpötilassa hiiltä luovuttavaa orgaanista materiaalia.
6. Jonkin patenttivaatimuksen 2-5 mukainen menetelmä,
30 t u n n e t t u siitä, että metallioksidijauheeseen lisätään ennen puristusta 2 paino-%:in saakka tina- ja/tai indiumjauhetta.
7. Patenttivaatimuksen 1 mukaisen kohde-elektrodin käyttö tasajännite-sputterointimenetelmässä.

Patentkrav

1. Oxidkeramisk fångelektrod för magnetfältförstärkt katodförstoftning, vilken fångelektrod baserar sig på vär-
5 mepressade indiumoxid/tennoxidblandningar med en täthet av
minst 75 % av den teoretiska tätheten, k ä n n e t e c k -
n a d därav, att dess syrehalt reducerats i förhållande
till den stökiometrisk sammansättningen så, att dess el-
ledningsförmåga motsvarar ett specifikt motstånd av 0,6-
10 0,1 Ω .cm.

2. Förfarande för framställning av en oxidkeramisk
fånglektrod, enligt patentkravet 1 och med en täthet av
minst 75 % av den teoretiska tätheten, k ä n n e t e c k -
n a t därav, att metalloxidblandningen pressas i en redu-
15 cerande atmosfär vid ett tryck av 50-600 kg/cm² och vid en
temperatur av 850-1000°C så mycket, att en fångelektrod med
en elledningsförmåga motsvarande ett specifikt motstånd av
0,6-0,1 Ω .cm erhålls.

3. Förfarande enligt patentkravet 2, k ä n n e -
20 t e c k n a t därav, att pressningen utförs vid en tempera-
tur av 900-920°C och vid ett tryck av 50-100 kg/cm².

4. Förfarande enligt patentkravet 2 eller 3, k ä n -
n e t e c k n a t därav, att pressningen utförs i en gra-
fitform.

25 5. Förfarande enligt något av patentkraven 2-4,
k ä n n e t e c k n a t därav, att det i pressformen är
närvarande kol eller ett organiskt material, som vid press-
temperaturen avger kol.

6. Förfarande enligt något av patentkraven 2-5,
30 k ä n n e t e c k n a t därav, att till metalloxidpulvret
före pressningen sätts upp till 2 vikt-% tenn- och/eller
indiumpulver.

7. Användning av en fångelektrod enligt patentkravet
1 vid ett likspännings-förstoftningsförfarande.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Hakemusjulkaisuja:-Ansökningspublikationer: Iso-Britannia-Storbritan-
nien(GB) 2 095 703 (C 23 c 15/00).

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 3 749 658 (C 23 c 15/00).