

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2019年10月24日(24.10.2019)



(10) 国際公開番号

WO 2019/203258 A1

(51) 国際特許分類:

C23C 14/34 (2006.01) *C22F 1/10* (2006.01)
C22C 9/06 (2006.01) *C22C 1/04* (2006.01)
C22C 19/03 (2006.01) *C22F 1/00* (2006.01)
C22F 1/08 (2006.01)

尾 謙介 (IO Kensuke); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2 - 6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2019/016435

(22) 国際出願日: 2019年4月17日(17.04.2019)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2018-079126 2018年4月17日(17.04.2018) JP

(71) 出願人: 三菱マテリアル株式会社 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区丸の内三丁目2番3号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 加藤 慎司 (KATO Shinji); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2 - 6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 井

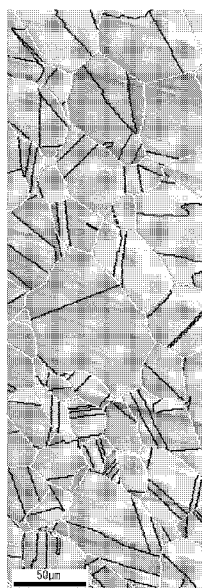
(74) 代理人: 松沼 泰史, 外 (MATSUNUMA Yasushi et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(54) Title: CU-NI ALLOY SPUTTERING TARGET

(54) 発明の名称: Cu-Ni 合金スパッタリングターゲット

【図28】



(57) Abstract: A Cu-Ni alloy sputtering target including Ni, the remainder comprising Cu and unavoidable impurities, wherein the twinning ratio defined by the expression $L_T/L \times 100$ is in the range of 35% to 65%, where L is the total grain boundary length as the length of the boundary formed between crystals for which the orientation difference between adjacent crystal grains is in the range of 5° to 180°, and L_T is the twin crystal boundary length as the length of a grain boundary which is an orientation difference for which each of three lattice points is confirmed when the (111) plane and the (110) plane of a face-centered cubic crystal are rotated about a rotational axis.

(57) 要約: Ni を含み、残部が Cu と不可避不純物からなる Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットであって、隣接する結晶粒間の方位差が 5° 以上 180° 以下の範囲である結晶粒間で形成される粒界の長さを全粒界長さ L とし、面心立方晶の (111) 面及び (110) 面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が 3 つ確認される方位差である粒界の長さを双晶粒界長さ L_T とした場合に、 $L_T/L \times 100$ で定義される双晶比率が 35% 以上 65% 以下の範囲内とされている。

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称 : C u - N i 合金スパッタリングターゲット

技術分野

[0001] 本発明は、N i を含み、残部がC u と不可避不純物からなるC u - N i 合金の薄膜を成膜する際に用いられるC u - N i 合金スパッタリングターゲットに関するものである。

本願は、2018年4月17日に日本に出願された特願2018-079126号について優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 上述のC u - N i 合金は、例えば特許文献1に示すように、低反射、耐熱性、電気特性に優れていることから、ディスプレイ等の配線膜として用いられている。また、例えば特許文献2-4に記載されているように、銅配線の下地膜としても使用されている。

さらに、40～50mass%のN i を含むC u - N i 合金においては、抵抗温度係数が小さいことから、例えば特許文献5に示すように、ひずみゲージ用薄膜抵抗体として使用されている。

また、このC u - N i 合金は、起電力が大きいことから、例えば特許文献6-8に示すように、薄膜熱電対及び補償導線として使用されている。

さらに、22mass%以下のN i を含むC u - N i 合金においても、一般電気抵抗体や低温発熱体等として利用されている。

[0003] 上述のようなC u - N i 合金からなる薄膜は、例えばスパッタ法によって成膜される。スパッタ法に使用されるC u - N i 合金スパッタリングターゲットは、従来、例えば特許文献9, 10に示すように、溶解鑄造法によって製造されている。

また、特許文献11には、C u - N i 合金の焼結体の製造方法が提案されている。

先行技術文献

特許文献

- [0004] 特許文献1：特開2017-005233号公報
特許文献2：特開平05-251844号公報
特許文献3：特開平06-097616号公報
特許文献4：特開2010-199283号公報
特許文献5：特開平04-346275号公報
特許文献6：特開平04-290245号公報
特許文献7：特開昭62-144074号公報
特許文献8：特開平06-104494号公報
特許文献9：特開2016-029216号公報
特許文献10：特開2012-193444号公報
特許文献11：特開平05-051662号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0005] ところで、上述のCu-Ni合金膜においては、膜厚や組成にばらつきが生じた際に、電気抵抗等の特性が膜内でばらついてしまう。このため、膜厚や組成が均一化されたCu-Ni合金膜を成膜することが求められている。

また、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいて、結晶粒径が粗大化した場合には、異常放電が発生しやすくなり、スパッタ成膜を安定して実施することができなくなるおそれがあった。

- [0006] この発明は、前述した事情に鑑みてなされたものであって、膜厚や組成が均一化されたCu-Ni合金膜を安定して成膜することが可能なCu-Ni合金スパッタリングターゲットを提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0007] 上記の課題を解決するために、本発明のCu-Ni合金スパッタリングターゲットは、Niを含み、残部がCuと不可避不純物からなるCu-Ni合金スパッタリングターゲットであって、隣接する結晶粒間の方位差が5°以

上 180° 以下の範囲である結晶粒間で形成される粒界の長さを全粒界長さ L とし、面心立方晶の (111) 面及び (110) 面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界の長さを双晶粒界長さ L_T とした場合に、 $L_T/L \times 100$ で定義される双晶比率が35%以上65%以下の範囲内とされていることを特徴としている。

[0008] この構成のCu-Ni合金スパッタリングターゲットによれば、上述のように規定された双晶比率が35%以上とされているので、スパッタ面におけるスパッタレートのばらつきが小さくなり、均一な膜厚及び組成のCu-Ni合金膜を成膜することができる。

また、双晶比率が65%以下とされているので、スパッタ時における異常放電の発生を抑制することができ、スプラッシュ等が減り、均一な膜厚でCu-Ni合金膜を安定して成膜することができる。

[0009] 本発明のCu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいては、Niの含有量が16mass%以上55mass%以下の範囲内とされ、残部がCuと不可避不純物からなる組成とされていることが好ましい。

この場合、Niの含有量が16mass%以上とされているので、耐食性に優れたCu-Ni合金膜を成膜することができる。また、Niの含有量が55mass%以下とされているので、電気抵抗が低いCu-Ni合金膜を成膜することができる。よって、耐食性及び導電性が求められる用途に特に適したCu-Ni合金膜を成膜することができる。

[0010] また、本発明のCu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいては、平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下の範囲内とされていることが好ましい。

この場合、平均結晶粒径が $100\mu\text{m}$ 以下とされているので、スパッタ成膜時における異常放電の発生を十分に抑制することができる。また、平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以上とされているので、製造コストを低く抑えることができる。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、膜厚や組成が均一化されたCu-Ni合金膜を安定して成膜することが可能なCu-Ni合金スパッタリングターゲットを提供することができる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1] CuとNiの2元状態図である。

[図2A]本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットの双晶比率の測定結果の一例を示す模式図である。

[図2B]本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットの双晶比率の測定結果の一例を示す模式図である。

[図3]本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットの製造方法の一例を示すフロー図である。

[図4]本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットの製造方法の一例を示すフロー図である。

[図5]実施例におけるCu-Ni合金スパッタリングターゲットのスパッタ面における双晶比率の測定位置を示す説明図である。

[図6]実施例におけるCu-Ni合金膜の膜厚の測定位置を示す説明図である。

発明を実施するための形態

[0013] 以下に、本発明の一実施形態に係るCu-Ni合金スパッタリングターゲットについて説明する。

本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットは、配線膜、銅配線の下地膜、ひずみゲージ用薄膜抵抗体、薄膜熱電対及び補償導線、一般電気抵抗体や低温発熱体等として使用されるCu-Ni合金薄膜を成膜する際に用いられるものである。

[0014] 本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットは、スパッタ面が矩形状をなす矩形平板型スパッタリングターゲットであってもよいし、スパッタ面が円形状をなす円板型スパッタリングターゲットであってもよい。あるいは、スパッタ面が円筒面とされた円筒型スパッタリングターゲット

であってもよい。

[0015] 本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットは、Niを含み、残部がCuと不可避不純物からなる組成とされている。NiとCuは図1の2元状態図に示すように全率固溶体を形成することから、Niの含有量は、要求される耐食性、電気抵抗等の特性に応じて、適宜、設定することが好ましい。

本実施形態のCu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいては、Niの含有量が16mass%以上55mass%以下の範囲内とされ、残部がCuと不可避不純物からなる組成としている。

[0016] そして、本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいては、隣接する結晶粒間の方位差が 5° 以上 180° 以下の範囲である結晶粒間で形成される粒界の長さを全粒界長さ L とし、面心立方晶の(111)面及び(110)面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界の長さを双晶粒界長さ L_T とした場合に、 $L_T/L \times 100$ で定義される双晶比率が35%以上65%以下の範囲内とされている。「面心立方晶の(111)面及び(110)面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界の長さ」は、「 $\Sigma 3$ (111)の対応粒界の長さ」と同義である。

[0017] 上述の双晶比率は、以下のようにして算出されるものである。EBSD装置によって組織観察を行い、解析ソフトを用いて、隣接する結晶粒間の方位差を測定し、その方位差が 5° 以上 180° 以下の範囲である粒界を抽出する。図2Aが粒界の抽出結果を示す図であり、黒線が粒界を示している。このように抽出された粒界(図2Aにおいて黒線)の長さを測定し、全粒界長さ L を算出する。

次に、面心立方晶の(111)面及び(110)面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界を双晶粒界として抽出する。面心立方晶の(111)面及び(110)面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界と

は、すなわち、 $\Sigma 3$ (1 1 1) の対応粒界のことを示す。図 2 B が双晶粒界の抽出結果を示す図であり、黒線が双晶粒界を示している。このように抽出された双晶粒界（図 2 B において黒線）の長さを測定し、双晶粒界長さ L_T を算出する。

そして、上述のようにして算出された全粒界長さ L 及び双晶粒界長さ L_T から、 $L_T/L \times 100$ で定義される双晶比率が算出される。

[0018] また、本実施形態である Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットにおいては、平均結晶粒径が $5\ \mu\text{m}$ 以上 $100\ \mu\text{m}$ 以下の範囲内とされている。

[0019] 以下に、本実施形態である Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットにおいて、上述のように、双晶比率、平均結晶粒径、成分組成を規定した理由について説明する。

[0020] (双晶比率)

Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットにおいては、結晶粒径を微細化することにより、スパッタレートの差が平準化され、スパッタ面全体でスパッタレートが安定し、均一な成膜が可能となる。しかしながら、結晶粒径を必要以上に微細化することは、製造コストの増大につながり、工業的に実現が困難である。

Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットにおいて双晶比率が高い場合には、同一の結晶粒径であっても、スパッタ面全体でスパッタレートが安定することになる。このため、結晶粒径を必要以上に微細化することなく、均一な成膜が可能となる。

[0021] Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットにおいて、上述の双晶比率が 35% 未満の場合には、スパッタ面全体でスパッタレートを安定させることができないおそれがある。一方、上述の双晶比率が 65% を超える場合には、スパッタ時に異常放電が発生するおそれがある。

このため、本実施形態である Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットの双晶比率を 35% 以上 65% 以下の範囲内に設定している。

スパッタ面全体でスパッタレートをさらに安定させるためには、上述の双

晶比率の下限を40%以上とすることが好ましく、45%以上とすることがさらに好ましい一方、スパッタ時の異常放電をさらに抑制するためには、上述の双晶比率の上限を60%以下とすることが好ましく、55%以下とすることがさらに好ましい。

[0022] (平均結晶粒径)

上述のように、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいては、結晶粒径を微細化することにより、スパッタ面全体でスパッタレートを安定させることが可能となる。また、結晶粒径が粗大化すると、スパッタ成膜時に異常放電が発生するおそれがある。

このため、本実施形態において、さらにスパッタ面全体でスパッタレートを安定させるとともにスパッタ成膜時の異常放電の発生を抑制するためには、平均結晶粒径を100 μ m以下とすることが好ましい。一方、製造コストの増加をさらに抑制するためには、平均結晶粒径を5 μ m以上とすることが好ましい。

平均結晶粒径の下限は10 μ m以上とすることが好ましく、20 μ m以上とすることがさらに好ましい。また、平均結晶粒径の上限は80 μ m以下とすることが好ましく、50 μ m以下とすることがさらに好ましい。

[0023] (成分組成)

上述のように、NiとCuは全率固溶体を形成することから、Ni含有量を調整することで、Cu-Ni合金膜の電気抵抗、耐食性等の特性を制御することが可能となる。このため、成膜したCu-Ni合金膜への要求特性に応じて、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおけるNi含有量を設定することになる。

耐食性に十分に優れたCu-Ni合金膜を成膜する場合には、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおけるNiの含有量を16mass%以上とすることが好ましい。一方、Cu-Ni合金膜の電気抵抗を低く抑えて導電性を確保する場合には、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおけるNiの含有量を55mass%以下とすることが好ましく、このようにし

て作製されたCu-Ni合金スパッタリングターゲットの比抵抗値は $5 \times 10^{-4} \Omega \text{ cm}$ 以下となる。

さらに耐食性に優れたCu-Ni合金膜を成膜する場合には、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおけるNiの含有量の下限を20 mass %以上とすることが好ましく、25 mass %以上とすることが好ましい。一方、Cu-Ni合金膜の電気抵抗をさらに低く抑える場合には、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットにおけるNiの含有量の上限を50 mass %以下とすることが好ましく、45 mass %以下とすることが好ましい。

[0024] 次に、本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットの製造方法について説明する。

本実施形態においては、溶解鑄造法、あるいは、粉末焼結法によって、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットを製造する。このため、以下に、溶解鑄造法、及び、粉末焼結法による製造方法について、それぞれ説明する。

[0025] まず、溶解鑄造法によるCu-Ni合金スパッタリングターゲットの製造方法について、図3のフロー図を用いて説明する。

[0026] (溶解鑄造工程S01)

Cu原料とNi原料を所定の配合比となるように秤量する。Cu原料は純度99.99 mass %以上のものを用いることが好ましい。また、Ni原料は純度99.9 mass %以上のものを用いることが好ましい。具体的には、Cu原料として無酸素銅を用いることが好ましく、Ni原料として電解Niを用いることが好ましい。

[0027] 上述のように秤量したCu原料及びNi原料を、溶解炉に装入して溶解する。Cu原料及びNi原料の溶解は、真空中あるいは不活性ガス雰囲気(Ar、N₂等)にて行う。真空中で行う場合には、真空度を10 Pa以下とすることが好ましい。不活性ガス雰囲気で行う場合には、10 Pa以下までの真空置換を行い、その後、不活性ガスを導入することが好ましい。

大気雰囲気で溶解する場合には、カーボンるつぼの使用、あるいは、カー

ボン粉末等で湯面を覆うことにより、湯面を還元性雰囲気とすることが好ましい。

[0028] そして、得られた溶湯を鋳型に注湯して、Cu-Ni合金インゴットを得る。鋳造法は、特に制限はない。製造コストの低減を図る場合には、連続鋳造法、半連続鋳造法等を適用することが好ましい。

[0029] (熱間圧延工程S02)

次に、得られたCu-Ni合金インゴットに対して熱間圧延を実施して、熱間圧延材を得る。

熱間圧延工程S02における熱間圧延温度及び総加工率によって、上述の双晶比率が変化することになる。

[0030] 熱間圧延温度が600℃未満の場合には、双晶比率が必要以上に高くなるおそれがある。一方、熱間圧延温度が1050℃を超える場合には、双晶比率を向上させることができないおそれがある。

このため、本実施形態においては、熱間圧延温度を600℃以上1050℃以下の範囲内に設定している。

熱間圧延温度の下限は650℃以上とすることが好ましく、700℃以上とすることがさらに好ましい。一方、熱間圧延温度の上限は1000℃以下とすることが好ましく、950℃以下とすることがさらに好ましい。

[0031] また、熱間圧延工程S02における総加工率が70%未満であると、双晶比率を向上させることができないおそれがある。

このため、本実施形態においては、熱間圧延工程S02における総加工率を70%以上に設定している。

熱間圧延工程S02における総加工率は75%以上とすることが好ましく、80%以上とすることがさらに好ましい。

[0032] さらに、熱間圧延工程S02において、1パス当たりの加工率を低く抑えることにより、双晶比率のばらつきを抑えることが可能となる。

このため、本実施形態においては、熱間圧延工程S02における1パス当たりの加工率を15%以下に設定している。

熱間圧延工程 S 0 2 における 1 パス当たりの加工率は 1 4 % 以下とすることが好ましく、1 2 % 以下とすることがさらに好ましい。

[0033] (塑性加工工程 S 0 3)

次に、必要に応じて、熱間圧延材に対して、冷間加工やレベラー加工等の塑性加工を実施して塑性加工材を得る。この塑性加工工程 S 0 3 においても、1 パス当たりの加工率を 1 5 % 以下に制限することが好ましい。

[0034] (熱処理工程 S 0 4)

次に、熱間圧延材又は塑性加工材に対して、熱処理を実施する。必要に応じて、塑性加工工程 S 0 3 と熱処理工程 S 0 4 を繰り返し実施してもよい。

最終の熱処理工程 S 0 4 においては、熱処理温度を 8 0 0 °C 以上 1 0 0 0 °C 以下の範囲とし、熱処理温度での保持時間を 0. 5 時間以上 2 時間以下の範囲内とすることが好ましい。このような条件で最終の熱処理を実施することにより、結晶粒径を微細化することが可能となる。

最終の熱処理工程 S 0 4 の熱処理温度の下限は 8 2 0 °C 以上とすることが好ましく、8 5 0 °C 以上とすることがさらに好ましい。また、最終の熱処理工程 S 0 4 の熱処理温度の上限は 9 8 0 °C 以下とすることが好ましく、9 5 0 °C 以下とすることがさらに好ましい。

さらに、最終の熱処理工程 S 0 4 の保持時間の下限は 0. 7 時間以上とすることが好ましく、0. 8 時間以上とすることがさらに好ましい。また、最終の熱処理工程 S 0 4 の保持時間の上限は 1. 8 時間以下とすることが好ましく、1. 5 時間以下とすることがさらに好ましい。

[0035] (機械加工工程 S 0 5)

最終の熱処理を行った後、機械加工を行うことにより、所定の形状及び寸法の C u - N i 合金スパッタリングターゲットを得る。

[0036] 次に、粉末焼結法による C u - N i 合金スパッタリングターゲットの製造方法について、図 4 のフロー図を用いて説明する。

[0037] (C u - N i 合金粉形成工程 S 1 1)

C u 原料と N i 原料を所定の配合比となるように秤量する。C u 原料は純

度 99.99 mass % 以上のものを用いることが好ましい。また、Ni 原料は純度 99.99 mass % 以上のものを用いることが好ましい。具体的には、Cu 原料として無酸素銅を用いることが好ましく、Ni 原料として電解 Ni を用いることが好ましい。

[0038] 上述のように秤量した Cu 原料及び Ni 原料を、るつぼに充填し、加熱して溶解する。るつぼの材料としては、アルミナ、ムライト、マグネシア、ジルコニアなどのセラミック耐火物、あるいは、カーボンを用いることができる。例えば、アルミナ製のるつぼに入れてガスアトマイズ装置にセットする。真空雰囲気中で Cu 原料及び Ni 原料を溶解した後、ノズルから溶湯を落下させながら、Ar ガスを噴射させ、ガスアトマイズ粉を作製する。冷却後、得られたガスアトマイズ粉をふるいで分級することにより、所定の粒径の Cu-Ni 合金粉を得る。本実施形態では、Cu-Ni 合金粉の粒径を 5 μm 以上 300 μm 以下の範囲内としている。

ノズルの孔径は 0.5 mm 以上 5.0 mm 以下の範囲内とすることが好ましく、Ar ガスの噴射ガス圧を 1 MPa 以上 10 MPa 以下の範囲内とすることが好ましい。

[0039] (焼結工程 S12)

次に、得られた Cu-Ni 合金粉を、加圧及び加熱して、所定形状の焼結体を得る。焼結工程 S12 における焼結方法については、例えば熱間等方圧加圧法 (HIP)、ホットプレス法 (HP) 等を適用することができる。本実施形態では、熱間等方圧加圧法 (HIP) を適用している。

焼結工程 S12 における加圧圧力及び焼結温度によって、上述の双晶比率が変化することになる。

[0040] 焼結工程 S12 における加圧圧力が 50 MPa 未満の場合には、双晶比率を向上させることができないおそれがある。一方、焼結工程 S12 における加圧圧力が 150 MPa を超える場合には、双晶比率が必要以上に高くなるおそれがある。

このため、本実施形態では、焼結工程 S12 における加圧圧力を 50 MP

a 以上 1 5 0 M P a 以下の範囲内に設定している。

焼結工程 S 1 2 における加圧圧力の下限は 6 5 M P a 以上とすることが好ましく、8 0 M P a 以上とすることがさらに好ましい。一方、焼結工程 S 1 2 における加圧圧力の上限は 1 3 5 M P a 以下とすることが好ましく、1 2 0 M P a 以下とすることがさらに好ましい。

[0041] また、焼結工程 S 1 2 における焼結温度が 8 0 0 °C 未満の場合には、双晶比率を向上させることができないおそれがある。一方、焼結工程 S 1 2 における焼結温度が 1 2 0 0 °C を超える場合には、双晶比率が必要以上に高くなるおそれがある。

このため、本実施形態では、焼結工程 S 1 2 における焼結温度を 8 0 0 °C 以上 1 2 0 0 °C 以下の範囲内に設定している。

焼結工程 S 1 2 における焼結温度の下限は 8 5 0 °C 以上とすることが好ましく、9 0 0 °C 以上とすることがさらに好ましい。一方、焼結工程 S 1 2 における焼結温度の上限は 1 1 5 0 °C 以下とすることが好ましく、1 1 0 0 °C 以下とすることがさらに好ましい。

[0042] また、焼結工程 S 1 2 における焼結温度での保持時間は、1 時間以上 6 時間以下の範囲内とすることが好ましい。

[0043] (機械加工工程 S 1 3)

焼結工程 S 1 2 で得られた焼結体に対して、機械加工を行うことにより、所定の形状及び寸法の C u - N i 合金スパッタリングターゲットを得る。

[0044] 以上のような構成とされた本実施形態である C u - N i 合金スパッタリングターゲットによれば、双晶比率が 3 5 % 以上とされているので、スパッタ面におけるスパッタレートのばらつきが小さくなり、均一な膜厚及び組成の C u - N i 合金膜を成膜することができる。一方、双晶比率が 6 5 % 以下とされているので、スパッタ時における異常放電の発生を抑制することができ、C u - N i 合金膜を安定して成膜することができる。

[0045] さらに、本実施形態である C u - N i 合金スパッタリングターゲットにおいて、N i の含有量を 1 6 m a s s % 以上とした場合には、耐食性に優れた

Cu-Ni合金膜を成膜することができる。また、Niの含有量を55mass%以下とした場合には、電気抵抗が低いCu-Ni合金膜を成膜することができる。よって、耐食性及び導電性が求められる用途に特に適したCu-Ni合金膜を成膜することができる。

[0046] また、本実施形態であるCu-Ni合金スパッタリングターゲットにおいて、平均結晶粒径を100 μ m以下とした場合には、スパッタ面全体でスパッタレートをさらに安定させることができるとともに、スパッタ成膜時における異常放電の発生をさらに抑制することが可能となる。一方、平均結晶粒径を5 μ m以上とした場合には、製造コストの増加を抑制することができる。

[0047] さらに、本実施形態においては、溶解鑄造法によってCu-Ni合金スパッタリングターゲットを製造する場合に、熱間圧延工程S02における熱間圧延温度を600℃以上1050℃以下の範囲内、総加工率を70%以上としているので、上述の双晶比率を35%以上65%以下とすることができる。

また、最終の熱処理工程S04において、熱処理温度を800℃以上1000℃以下の範囲とし、熱処理温度での保持時間を0.5時間以上2時間以下の範囲内としているので、平均結晶粒径を100 μ m以下とすることができる。

さらに、熱間圧延工程S02及び塑性加工工程S03において、1パス当たりの加工率を15%以下に制限しているので、双晶比率のばらつきを抑えることができる。

[0048] また、本実施形態においては、粉末焼結法によってCu-Ni合金スパッタリングターゲットを製造する場合に、焼結工程S12における加圧圧力を50MPa以上150MPa以下の範囲内とし、焼結工程S12における焼結温度を800℃以上1200℃以下の範囲内としているので、上述の双晶比率を35%以上65%以下とすることができる。

[0049] 以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明はこれに限定される

ことはなく、その発明の技術的思想を逸脱しない範囲で適宜変更可能である。

例えば、本実施形態では、Cu-Ni合金スパッタリングターゲットの製造方法として、図3に示す溶解鑄造法、及び、図4に示す粉末焼結法を例に挙げて説明したが、これに限定されることはなく、双晶比率が35%以上65%以下の範囲内とされていれば、製造法に特に限定はない。

実施例

[0050] 以下に、前述した本発明のCu-Ni合金スパッタリングターゲットについて評価した評価試験の結果について説明する。

[0051] まず、本発明例1～10、及び、比較例1，2のCu-Ni合金スパッタリングターゲットは、以下のようにして溶解鑄造法によって製造した。

Cu原料として純度99.99mass%の無酸素銅を、Ni原料として純度99.9%以上の電解Niを準備した。これを、表1に示す配合組成となるように秤量した。

秤量したCu原料及びNi原料を真空溶解炉に装入して、真空度10Paの条件で溶解した。得られた溶湯を鑄型に鑄込み、Cu-Ni合金インゴットを作製した。

次に、このCu-Ni合金インゴットを表1に示す条件で熱間圧延を実施するとともに、最終熱処理を実施した。熱処理時間は、1.5時間とした。

得られた板材を機械加工し、幅150mm×長さ500mm×厚さ15mmのCu-Ni合金スパッタリングターゲットを得た。

[0052] また、本発明例11～17、及び、比較例11，12のCu-Ni合金スパッタリングターゲットは、以下のようにして粉末焼結法によって製造した。

Cu原料として純度99.99mass%の無酸素銅を、Ni原料として純度99.9%以上の電解Niを準備し、これをアルミナ製のるつぽに入れてガスアトマイズ装置にセットし、噴射温度1550℃、噴射ガス圧5MPa、ノズル径1.5mmの条件でアトマイズすることで、表2に示す組成及

び粒径のCu-Ni合金粉末を得た。

得られたCu-Ni合金粉末を、HIP法にて、表2に示す条件で加圧及び加熱して焼結体を得た。

得られた焼結体を機械加工し、幅150mm×長さ500mm×厚さ15mmのCu-Ni合金スパッタリングターゲットを得た。

[0053] 上述のようにして得られたCu-Ni合金スパッタリングターゲットについて、成分組成、双晶比率、平均結晶粒径、異常放電、膜の均一性（膜厚、組成）を以下のようにして評価した。評価結果を表3、表4に示す。

[0054] （成分組成）

得られたCu-Ni合金スパッタリングターゲットから測定試料を採取し、XRF装置（株式会社リガク製ZSX Primus II）を用いて、Ni含有量を測定した。Cu及びその他の成分については、残部として記載した。

[0055] （双晶比率）

得られたCu-Ni合金スパッタリングターゲットのスパッタ面を観察面とし、EBSD装置（TSLソリューションズ OIM Data Collection 5）を用いて組織観察を行い、解析ソフトを用いて、隣接する結晶粒間の方位差を測定し、その方位差が 5° 以上 180° 以下の範囲である粒界を抽出し、全粒界長さ L を算出した。

また、面心立方晶の（111）面及び（110）面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界、すなわち、 $\Sigma 3$ （111）の対応粒界を双晶粒界として抽出し、双晶粒界長さ L_T を算出した。

$\Sigma 3$ （111）の対応粒界は、（111）面上で60度の方位差を持つ対称境界のことをいう。

そして、上述のようにして算出された全粒界長さ L 及び双晶粒界長さ L_T から、 $L_T/L \times 100$ で定義される双晶比率を算出した。

[0056] 双晶比率については、図5に示すように、Cu-Ni合金スパッタリング

ターゲットのスパッタ面において、対角線が交差する交点（１）と、各対角線上の角部（２）、（３）、（４）、（５）の５点で双晶比率の測定を行い、５点で測定した双晶比率の平均値、並びに、最大値と最小値の差をばらつきとして、表３，４に表記した。角部（２）、（３）、（４）、（５）は、角部から内側に向かって対角線全長の１０％以内の範囲内とした。

[0057] （平均結晶粒径）

得られたCu-Ni合金スパッタリングターゲットから測定試料を採取し、スパッタ面を研磨して光学顕微鏡にてミクロ組織観察を行い、JIS H 0501：1986（切断法）によって結晶粒径を測定し、平均結晶粒径を算出した。

[0058] （異常放電）

Cu-Ni合金スパッタリングターゲットを無酸素銅製のバックングプレートにはんだ付けし、これをマグネトロンのDCスパッタ装置に装着した。

次いで、以下のスパッタ条件にて、６０分間連続して、スパッタ法による成膜を実施した。このスパッタ成膜の間、DCスパッタ装置の電源に付属されたアークカウンターを用いて、異常放電の発生回数をカウントした。

到達真空度： 5×10^{-5} Pa

Arガス圧：0.3 Pa

スパッタ出力：直流1000W

[0059] （膜の均一性）

本発明例および比較例のCu-Ni合金スパッタリングターゲットを用いて成膜されたCu-Ni合金膜の均一性を、膜厚と組成とで評価した。

[0060] 膜厚については、以下のように評価した。

Cu-Ni合金スパッタリングターゲットを無酸素銅製のバックングプレートにはんだ付けし、これをマグネトロンのDCスパッタ装置に装着した。100mm角のガラス基板を準備し、このガラス基板の表面に目標膜厚100nmで、以下の条件でスパッタ成膜を実施した。

ターゲットと基板との距離：60 mm

到達真空度： 5×10^{-5} Pa

Arガス圧：0.3 Pa

スパッタ出力：直流1000 W

[0061] 成膜されたCu-Ni合金膜について、図6に示すように、対角線が交差する交点(1)と、各対角線上の角部(2)、(3)、(4)、(5)の5点で、それぞれの膜厚を、段差測定器を用いて測定した。測定した膜厚の最大値と最小値との差を、「膜厚差」として表3、4に示す。角部(2)、(3)、(4)、(5)は、角部から内側に向かって対角線全長の10%以内の範囲内とした。

[0062] 組成については、以下のように評価した。

Cu-Ni合金スパッタリングターゲットを無酸素銅製のバックングプレートにはんだ付けし、これをマグネトロン式のDCスパッタ装置に装着した。100 mm角のガラス基板を準備し、このガラス基板の表面に目標膜厚300 nmで、以下の条件でスパッタ成膜を3回実施した。

到達真空度： 5×10^{-5} Pa

Arガス圧：0.3 Pa

スパッタ出力：直流1000 W

[0063] 成膜されたCu-Ni合金膜を、XRF装置（株式会社リガク製ZSX Primus II）によって、CuならびにNi濃度を測定し、下記の式にて、Ni濃度を規格化した。CuならびにNi濃度については、検量線を用いて、Cu、Niの検出強度から算出している。

$$\text{Ni規格化濃度} = \text{Ni濃度} / (\text{Ni濃度} + \text{Cu濃度}) \times 100$$

これを、3回の成膜毎に実施し、Ni規格化濃度の最大値と最小値の差を、「組成差」として表3、4に示す。

[0064]

[表1]

		配合組成 (mass%)		製造工程			
		Ni	Cu	熱間圧延温度 (°C)	総加工率 (%)	1パスの加工率 (%)	最終熱処理温度 (°C)
本発明例	1	30	残	900	80	15	900
	2	30	残	900	70	15	900
	3	30	残	1000	80	15	900
	4	30	残	650	80	15	900
	5	30	残	900	80	20	900
	6	30	残	900	80	15	1000
	7	30	残	900	80	15	1100
	8	30	残	900	80	15	800
	9	18	残	900	80	15	900
	10	50	残	900	80	15	900
比較例	1	30	残	1000	60	15	900
	2	30	残	400	80	15	900

[0065] [表2]

		粉末組成 (mass%)		合金粉末 の粒径 (μ m)	焼結工程		
		Ni	Cu		温度 (℃)	圧力 (MPa)	時間 (h)
本発明例	11	30	残	40	1000	100	2
	12	30	残	40	1100	100	2
	13	30	残	40	900	100	2
	14	30	残	40	1000	150	2
	15	30	残	40	1000	50	2
	16	18	残	40	1000	100	2
	17	50	残	40	1000	100	2
比較例	11	30	残	40	900	10	2
	12	30	残	40	1100	200	2

[0066]

[表3]

	ターゲット組成 (mass%)				双晶比率		平均結晶 粒径 (μm)	異常放電 発生回数 (回/h)	膜の均一性	
	Ni		Cu	ばらつき	平均値 (%)	ばらつき (%)			膜厚差 (nm)	組成差 (mass%)
本発明例	1	30	残	0.39	51	3	27	2	30	0.66
	2	30	残	0.44	40	5	46	3	45	0.86
	3	30	残	0.36	43	5	35	3	28	0.89
	4	30	残	0.34	57	6	22	2	27	0.66
	5	30	残	0.35	43	10	29	2	44	0.81
	6	30	残	0.40	52	5	72	4	31	0.69
	7	30	残	0.35	54	6	115	5	33	0.68
	8	30	残	0.35	60	9	50	3	43	0.82
	9	18	残	0.15	50	4	29	2	33	0.65
	10	50	残	0.51	49	3	30	3	35	0.71
比較例	1	30	残	0.45	30	2	65	4	75	1.31
	2	30	残	0.33	70	7	120	18	85	0.20

[0067]

[表4]

	ターゲット組成 (mass%)			双晶比率		平均結晶 粒径 (μm)	異常放電 発生回数 (回/h)	膜の均一性	
	Ni	Cu	ばらつき	平均値 (%)	ばらつき (%)			膜厚差 (nm)	組成差 (mass%)
11	30	残	0.17	49	2	23	4	30	0.62
12	30	残	0.29	54	9	33	1	27	0.69
13	30	残	0.27	44	5	19	5	38	0.77
14	30	残	0.49	58	2	43	3	24	0.80
15	30	残	0.24	41	9	14	1	52	0.80
16	18	残	0.29	52	2	37	1	29	0.72
17	50	残	0.31	43	1	18	4	48	0.85
11	30	残	0.34	31	3	11	2	70	1.04
12	30	残	0.26	69	6	58	20	75	0.46
			本発明例						
			比較例						

[0068] 溶解鋳造法において、熱間圧延工程における総加工率が60%とされた比較例1においては、双晶比率が30%と低くなった。このため、膜厚差及び組成差が大きく、均一な膜を成膜することができなかった。

溶解鋳造法において、熱間圧延工程における熱間圧延温度が400℃とされた比較例2においては、双晶比率が70%と高くなった。また、平均結晶粒径が120 μm となった。このため、膜厚差が大きく、均一な膜を成膜することができなかった。また、異常放電回数が比較的多くなった。

[0069] 粉末焼結法において、焼結工程における加圧圧力が10MPaとされた比

較例 11 においては、双晶比率が 31%と低くなった。このため、膜厚差及び組成差が大きく、均一な膜を成膜することができなかった。

粉末焼結法において、焼結工程における加圧圧力が 200 MPa とされた比較例 12 においては、双晶比率が 69%と高くなった。このため、膜厚差が大きく、均一な膜を成膜することができなかった。また、異常放電回数が比較的多かった。

[0070] これに対して、溶解鋳造法で製造された本発明例 1～10、および、粉末焼結法で製造された本発明例 11～17 によれば、いずれも双晶比率が 35%以上 65%以下の範囲内とされており、膜厚差及び組成差が比較的小さく、均一な膜を成膜することができた。

[0071] 溶解鋳造法で製造された本発明例 1～10 に関して、1パスの加工率を 15%とした本発明例 1～4、6～10 は、1パスの加工率を 20%とした本発明例 5 に比べて、双晶比率のばらつきが抑えられた。

また、最終熱処理温度を 1000℃以下とした本発明例 1～6、8～10 は、最終熱処理温度を 1100℃とした本発明例 7 に比べて、平均結晶粒径を小さくすることが可能となった。

[0072] 以上のことから、本発明例によれば、膜厚や組成が均一化された Cu-Ni 合金膜を安定して成膜することが可能な Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットを提供可能であることが確認された。

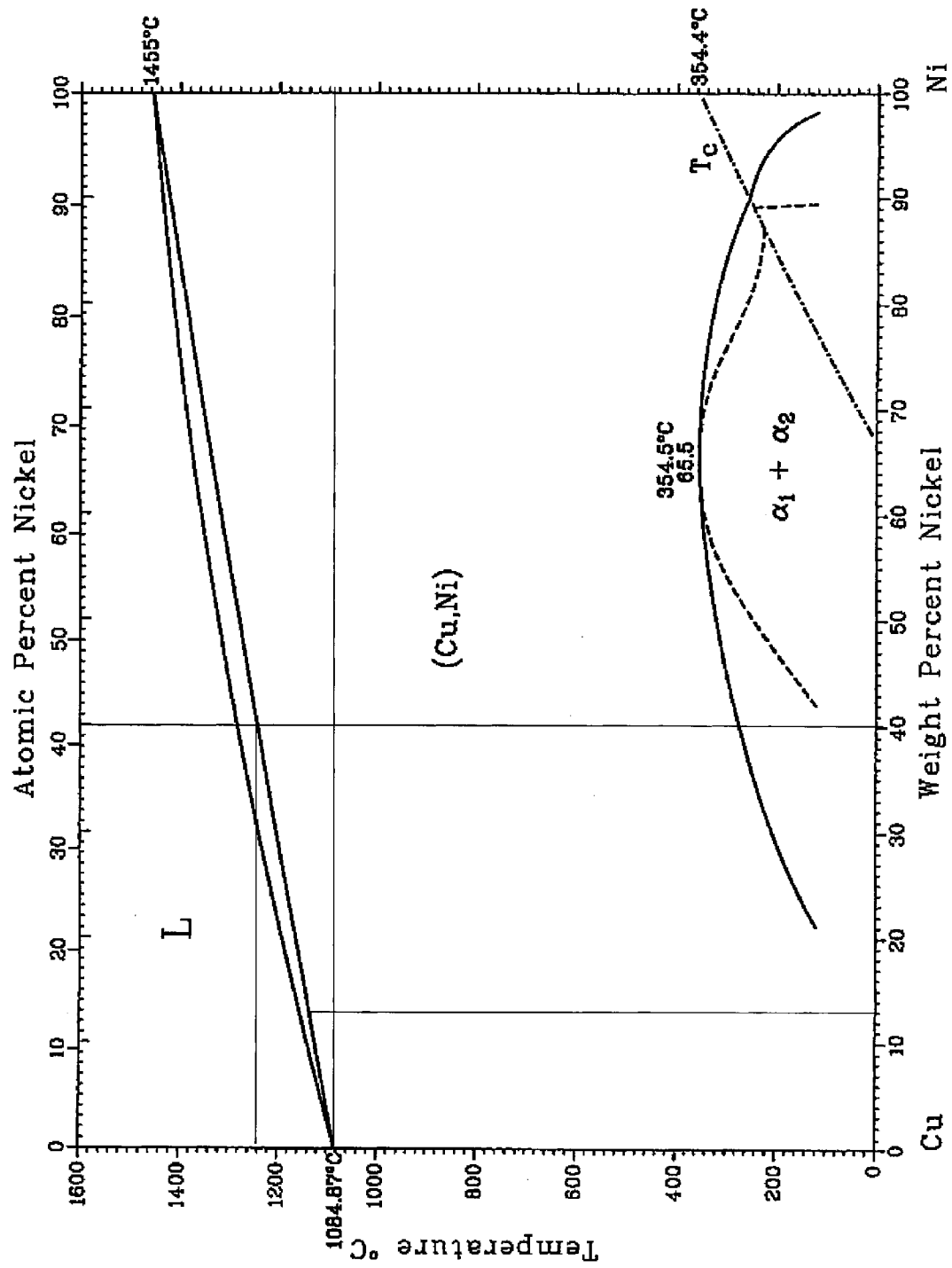
産業上の利用可能性

[0073] 本発明によれば、膜厚や組成が均一化された Cu-Ni 合金膜を安定して成膜することが可能な Cu-Ni 合金スパッタリングターゲットを提供することができる。

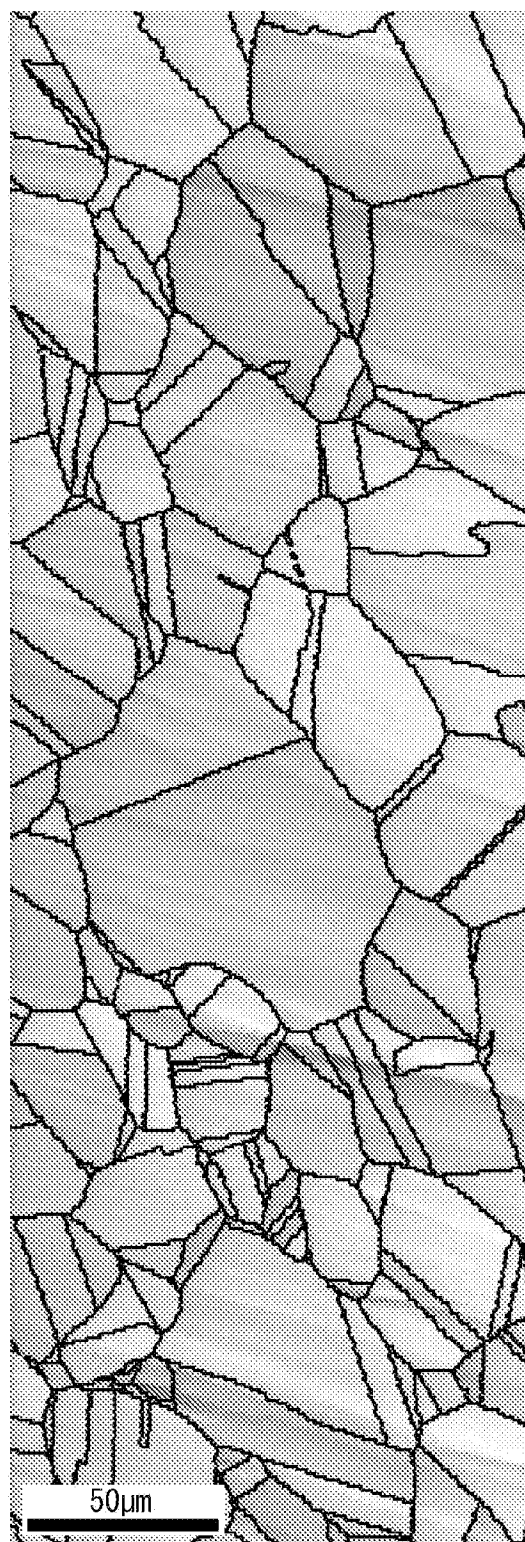
請求の範囲

- [請求項1] Niを含み、残部がCuと不可避不純物からなるCu-Ni合金スパッタリングターゲットであって、
- 隣接する結晶粒間の方位差が 5° 以上 180° 以下の範囲である結晶粒間で形成される粒界の長さを全粒界長さ L とし、面心立方晶の(111)面及び(110)面を回転軸として回転させた場合のそれぞれの格子点が3つ確認される方位差である粒界の長さを双晶粒界長さ L_T とした場合に、 $L_T/L \times 100$ で定義される双晶比率が35%以上65%以下の範囲内とされていることを特徴とするCu-Ni合金スパッタリングターゲット。
- [請求項2] Niの含有量が16mass%以上55mass%以下の範囲内とされ、残部がCuと不可避不純物からなる組成とされていることを特徴とする請求項1に記載のCu-Ni合金スパッタリングターゲット。
- [請求項3] 平均結晶粒径が $5\mu\text{m}$ 以上 $100\mu\text{m}$ 以下の範囲内とされていることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載のCu-Ni合金スパッタリングターゲット。

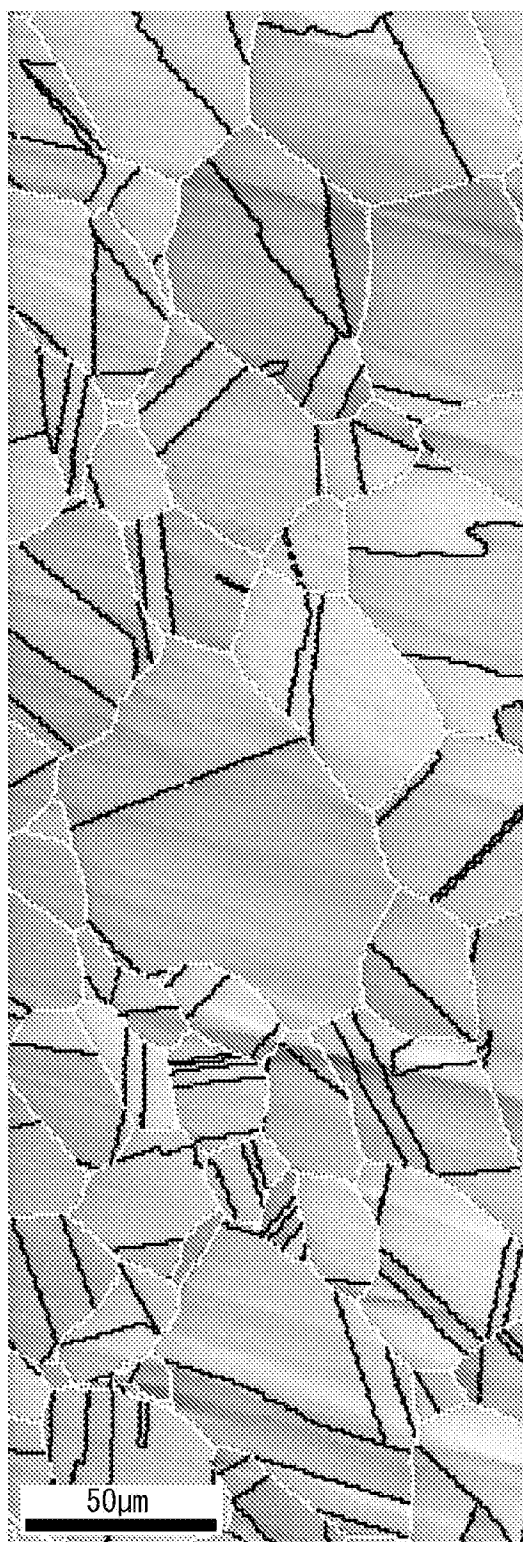
[図1]



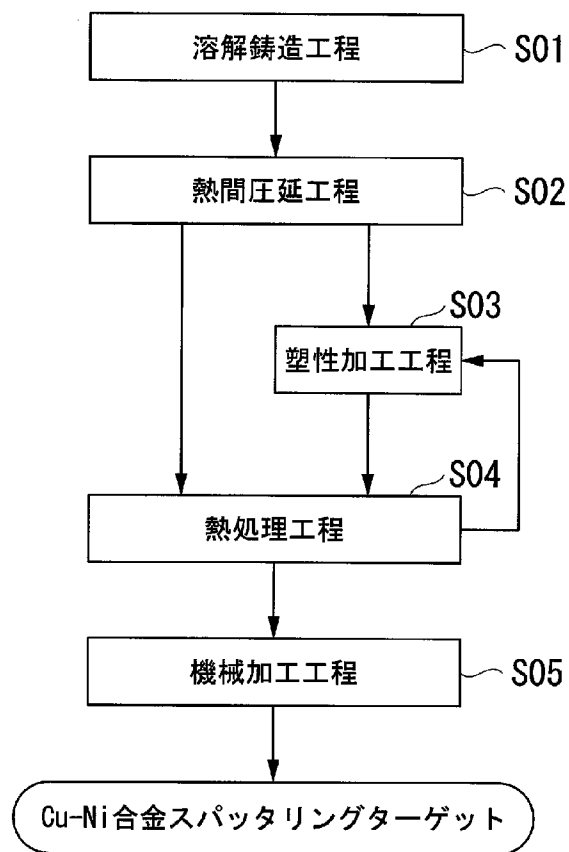
[図2A]



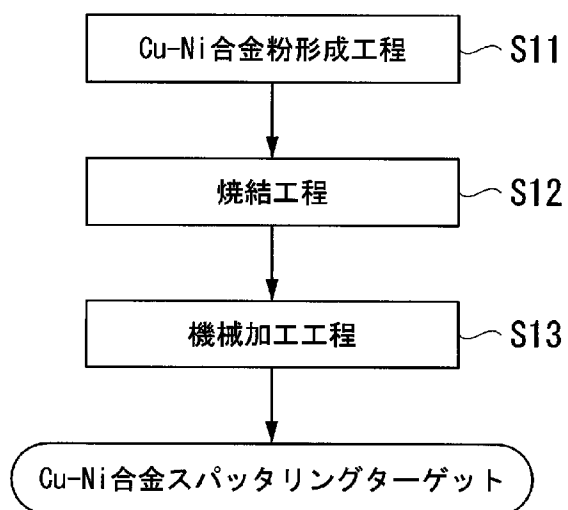
[図2B]



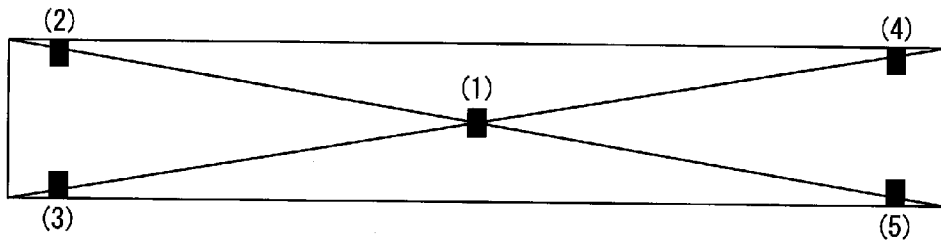
[図3]



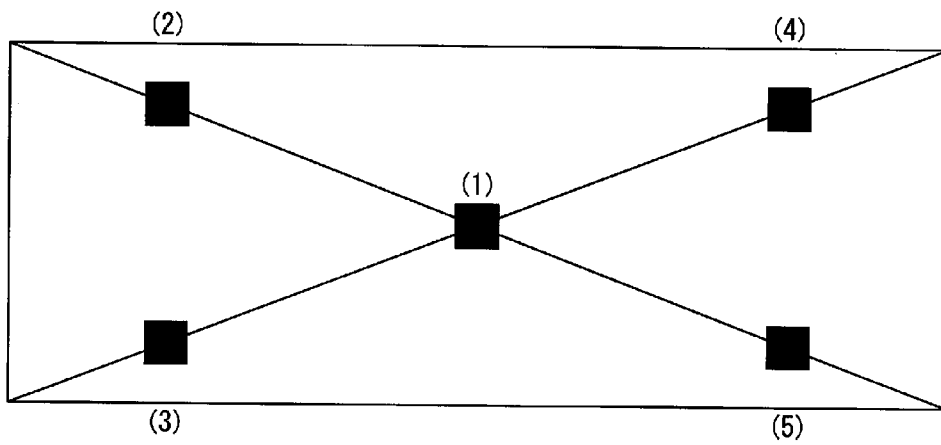
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/016435

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C23C14/34 (2006.01) i, C22C9/06 (2006.01) i, C22C19/03 (2006.01) i, C22F1/08 (2006.01) i, C22F1/10 (2006.01) i, C22C1/04 (2006.01) n, C22F1/00 (2006.01) n

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. C23C14/00-14/58, C22C9/06, C22C19/03, C22F1/08, C22F1/10, C22C1/04, C22F1/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JST7580/JSTChina (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2015-79941 A (HITACHI METALS LTD.) 23 April 2015, claim 7, paragraphs [0034]-[0036], [0043], [0044], [0051], [0052] & CN 104425416 A & KR 10-2015-0029561 A & TW 201513744 A	1-3
Y	JP 2013-120411 A (KOBE STEEL, LTD.) 17 June 2013, claim 6, paragraph [0053], table 1 & US 2013/0140066 A1, claim 7, paragraph [0066], table 1 & CN 103151090 A & KR 10-2013-0063472 A & TW 201335390 A	1-3



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
03.07.2019

Date of mailing of the international search report
16.07.2019

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/016435

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2012-46771 A (FURUKAWA ELECTRIC CO., LTD.) 08 March 2012, claims, paragraphs [0021], [0024]-[0031], [0039]-[0057] (Family: none)	1-3
A	JP 2011-162835 A (MITSUBISHI SHINDOH CO., LTD.) 25 August 2011, paragraphs [0012]-[0024], [0027] & WO 2011/099427 A1 & TW 201139707 A & CN 102712987 A & KR 10-2012-0125248 A & KR 10-2017-0036813 A	1-3
A	JP 2011-161479 A (MITSUBISHI SHINDOH CO., LTD.) 25 August 2011, paragraphs [0012]-[0024], [0027] & WO 2011/099426 A1 & TW 201139706 A & CN 102712986 A & KR 10-2012-0124405 A	1-3
A	WO 2015/162986 A1 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) 29 October 2015, claims 1, 2 & US 2016/0203959 A1, claims 1, 2 & JP 2015-206089 A & CN 105209658 A & KR 10-2015-0135548 A & KR 10-2016-0137906 A & TW 201542843 A	1-3
P, X	WO 2018/207770 A1 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) 15 November 2018, paragraphs [0051]-[0055], tables 3, 4 & JP 2018-188731 A	1-3

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C23C14/34(2006.01)i, C22C9/06(2006.01)i, C22C19/03(2006.01)i, C22F1/08(2006.01)i, C22F1/10(2006.01)i, C22C1/04(2006.01)n, C22F1/00(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C23C14/00-14/58, C22C9/06, C22C19/03, C22F1/08, C22F1/10, C22C1/04, C22F1/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus / JST7580/ JSTChina (JDreamIII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2015-79941 A (日立金属株式会社) 2015.04.23, 請求項7, [0034] - [0036], [0043] - [0044], [0051] - [0052] & CN 104425416 A & KR 10-2015-0029561 A & TW 201513744 A	1 - 3
Y	JP 2013-120411 A (株式会社神戸製鋼所) 2013.06.17, 請求項6, [0053], 表1 & US 2013/0140066 A1, Claim 7, [0066], TABLE 1 & CN 103151090 A & KR 10-2013-0063472 A & TW 201335390 A	1 - 3

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

03.07.2019

国際調査報告の発送日

16.07.2019

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

安齋 美佐子

4G

9439

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2012-46771 A (古河電気工業株式会社) 2012.03.08, 特許請求の範囲, [0021], [0024] - [0031], [0039] - [0057] (ファミリーなし)	1 - 3
A	JP 2011-162835 A (三菱伸銅株式会社) 2011.08.25, [0012] - [0024], [0027] & WO 2011/099427 A1 & TW 201139707 A & CN 102712987 A & KR 10-2012-0125248 A & KR 10-2017-0036813 A	1 - 3
A	JP 2011-161479 A (三菱伸銅株式会社) 2011.08.25, [0012] - [0024], [0027] & WO 2011/099426 A1 & TW 201139706 A & CN 102712986 A & KR 10-2012-0124405 A	1 - 3
A	WO 2015/162986 A1 (三菱マテリアル株式会社) 2015.10.29, 請求項1, 2 & US 2016/0203959 A1, Claims 1,2 & JP 2015-206089 A & CN 105209658 A & KR 10-2015-0135548 A & KR 10-2016-0137906 A & TW 201542843 A	1 - 3
P, X	WO 2018/207770 A1 (三菱マテリアル株式会社) 2018.11.15, [0051] - [0055], 表3, 4 & JP 2018-188731 A	1 - 3