

(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
2025年4月17日(17.04.2025)



(10) 国際公開番号

WO 2025/079493 A1

(51) 国際特許分類:

B22F 1/00 (2022.01) *C22C 27/04* (2006.01)
B22F 1/05 (2022.01) *C23C 14/14* (2006.01)
C22C 1/04 (2023.01) *C23C 14/34* (2006.01)

LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/035427

(22) 国際出願日: 2024年10月3日(03.10.2024)

(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 2023-176717 2023年10月12日(12.10.2023) JP

(71) 出願人:株式会社アライドマテリアル(A.L.M.T.
CORP.) [JP/JP]; 〒1040061 東京都中央区銀
座八丁目2 1 番 1 号 (JP).

(72) 発明者: 渡 辺 祐 里 (WATANABE, Yuri);
〒9318543 富山県富山市岩瀬古志町 2 番地
株式会社アライドマテリアル内 (JP). 渡
辺 慎(WATANABE, Makoto); 〒9318543 富山
県富山市岩瀬古志町 2 番地 株式会社ア
ライドマテリアル内 (JP). 太田 悠介(OOTA,
Yusuke); 〒9318543 富山県富山市岩瀬古志
町 2 番地 株式会社アライドマテリアル内
(JP). 芳野 祐丞(YOSHINO, Yusuke); 〒9318543
富山県富山市岩瀬古志町 2 番地 株式会
社アライドマテリアル内 (JP).

(74) 代理人:弁理士法人深見特許事務所(FUKAMI
PATENT OFFICE, P.C.); 〒5300005 大阪府大阪
市北区中之島三丁目 2 番 4 号 中之島フェス
ティバルタワー・ウエスト (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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC,
EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR,
HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG,
KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU,

(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, CV, GH, GM, KE, LR, LS,
MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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))

(54) Title: MOLYBDENUM-CONTAINING POWDER AND TARGET

(54) 発明の名称: モリブデンを含む粉末およびターゲット

(57) Abstract: This molybdenum-containing powder has an average grain diameter as determined by Fisher sub-sieve
sizer (FSSS) of 0.1 μm to 10 μm , a molybdenum content of at least 99.99 mass%, and a compressive deformation strength
that exceeds 0 MPa but does not exceed 200 MPa.

(57) 要約: F s s s 法による平均粒径が0. 1 μm 以上1 0 μm 以下であり、モリブデンの含有率が9 9. 9
9 質量%以上であり、圧縮変形強度が0 M P aを超え2 0 0 M P a以下である、モリブデンを含む粉末。



WO 2025/079493 A1

明 細 書

発明の名称： モリブデンを含む粉末およびターゲット

技術分野

[0001] 本開示は、モリブデンを含む粉末およびターゲットに関するものである。
本出願は、2023年10月12日に提出した日本特許出願である特願2023-176717号に基づく優先権を主張する。当該日本特許出願に記載された全ての記載内容は、参照によって本明細書に援用される。

背景技術

[0002] 従来、モリブデンを含む粉末は、たとえば、特開2005-133197号公報（特許文献1）、特開2005-133198号公報（特許文献2）、国際公開第2011-004887号（特許文献3）、国際公開第2019-176962号（特許文献4）、特開2005-314714号公報（特許文献5）、特開2005-314715号公報（特許文献6）に開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2005-133197号公報
特許文献2：特開2005-133198号公報
特許文献3：国際公開第2011-004887号
特許文献4：国際公開第2019-176962号
特許文献5：特開2005-314714号公報
特許文献6：特開2005-314715号公報

発明の概要

[0004] 本開示のモリブデンを含む粉末は、F s s s法による平均粒径が0.1 μ m以上10 μ m以下であり、モリブデンの含有率が99.99質量%以上であり、圧縮変形強度が0MPaを超え200MPa以下である。

発明を実施するための形態

[0005] [本開示が解決しようとする課題]

従来のモリブデンを含む粉末から焼結体を製造される。その焼結体の密度が低いという問題があった。

[0006] [本開示の実施形態の説明]

最初に本開示の実施態様を列記して説明する。

[0007] (従来の課題)

従来、ADM（モリブデン酸アンモニウム）もしくは MoO_3 （三酸化モリブデン）の粉末を用いて還元用ボートに充填し、水素雰囲気中の還元炉に挿入し一定温度下で還元し、中間生成物を製造する。その中間生成物をさらに高温で加熱しモリブデンを含む粉末を製造する。

[0008] 特許文献1および2は、スパッタリング用高純度金属モリブデン焼結ターゲットの製造に原料粉末として用いるのに適した高純度金属モリブデン粗粒粉末を開示している。

[0009] 特許文献3は、高純度モリブデン粉末および製造方法を開示している。モリブデンの純度99.99%以上かつ1次粒子の割合が50%以上である。製造方法において、モリブデン酸アンモニウム塩粉末の水素還元を行う。モリブデン酸アンモニウム水溶液を陽イオン交換樹脂と接触させて、モリブデン化合物を含む水溶液調整し、スプレードライヤーで乾燥させる。得られた酸化モリブデン粉末を還元し高純度のモリブデンを含む粉末を得ることが出来る。

[0010] 特許文献4は、純度99.999%以上、相対密度98%以上、平均粒径 $45\mu\text{m}$ 以下、放射線量 $0.03\text{cph}/\text{cm}^2$ 以下とすることによりパーティクルを低減できる。ホットプレス（HP）にてモリブデン粉末を製造する。

[0011] 従来の技術においては、スパッタリング用モリブデンターゲット内に空孔があると、均一にスパッタリングされず、成膜中に微小ボイドが発生するため、空孔率が低く、高密度のターゲットの提供が必要である。欠陥率の少ないモリブデン膜を形成することが可能なモリブデンスパッタリングターゲット

トを提供することが求められていた。

[0012] 一般的にはモリブデンの焼結温度は1800℃～2000℃程度であり緻密な焼結体を得るためには高温での熱処理が必須である。

[0013] W含有量90ppm以上のモリブデンを含む粉末では粉末の圧縮変形強度が高いため、粉末の表面張力が大きく、焼結緻密化の駆動力が低い。そのため、モリブデンを含む粉末は焼結性が悪いため、焼結コストが掛かる。

[0014] モリブデンを含む粉末の体積拡散係数が大きくなることで、焼結緻密化の駆動力が向上する。モリブデンの含有率が99.99%未満またはW含有量が多い場合、不純物やWに阻害されて体積拡散係数が低くなる。つまり、低純度のモリブデンを含む粉末では結晶粒粗大化が起こりにくい。

[0015] これらを考慮すると、焼結体緻密化が可能な高純度のモリブデンを含む粉末が必要とされていた。

[0016] 高純度で圧縮変形強度が低く、焼結緻密化しやすいモリブデンを含む粉末を用いることで以下の効果が見込める。

[0017] まず、空孔率が低く、高密度のモリブデンターゲットの提供が可能となり、成膜中の微小ボイド発生を抑えることが可能である。

[0018] 低温焼結が可能となり、焼結コスト低下、また使用するエネルギーも減るのでエネルギー問題の解決になる。

[0019] EUVマスクブランクスはMo/Siの多層膜がコーティングされており、膜中に1nmの凹凸が存在していることで波長13.5nmにとっては50°以上の位相ずれとなり欠陥になりうる。本開示の高純度のモリブデンを含む粉末から出来る高密度モリブデンターゲットを使用することでモリブデン成膜時の欠陥低減に寄与できる。

[0020] (本開示の説明)

本開示のモリブデンを含む粉末は、Fss法による平均粒径が0.1μm以上10μm以下であり、モリブデンの含有率が99.99質量%以上であり、圧縮変形強度が0MPaを超え200MPa以下である。

[0021] このように構成されたモリブデンを含む粉末においては、モリブデンの含

有率が99.99質量%以上であるため、圧縮変形強度を低下させやすい。
圧縮変形強度が200MPaを超えるとモリブデンを含む粉末が変形しにくくなり、焼結時に空孔が発生しやすくなる。

[0022] タングステンは不純物として扱われ、モリブデンの含有率99.99質量%以上においては、タングステンは含まれない。

[0023] F s s s法による平均粒径が0.1 μm 未満であれば着火しやすくなり取扱いが困難となる。F s s s法による平均粒径が10 μm を超えるとモリブデンを含む粉末から製造した焼結体の密度が低下しやすくなる。より好ましくは、F s s s法による平均粒径は1 μm 以上9 μm 以下である。この範囲であれば最も安全に取扱いができ、かつ、焼結体の密度を向上させることができる。

[0024] 好ましくは、タングステンの含有率が90ppm以下である。タングステンの含有率がこの範囲であれば、モリブデンを含む粉末の圧縮変形強度を確実に低下させることができる。より好ましくはタングステンの含有量は0ppm以上10ppm以下である。

[0025] 好ましくは、モリブデンの含有率が99.999質量%以上である。モリブデンの含有率がこの範囲であれば、モリブデンを含む粉末の圧縮変形強度を確実に低下させることができる。

[0026] 好ましくは、前記圧縮変形強度が0MPaを超え135MPa以下である。この場合には変形強度が小さいため確実に焼結時の空孔を低減できる。

[0027] 好ましくは、上記のモリブデンを含む粉末であって、前記モリブデンを含む粉末の焼結体からターゲットを製造し、前記ターゲットからスパッタリングにより製造したマスクブランクス表面の凹凸が1nm未満である。

[0028] 好ましくは、上記のモリブデンを含む粉末からなるターゲットであり、スパッタしたモリブデン薄膜のパーティクル数が1mm²以内に50個以下である。

[0029] 従来のモリブデンを含む粉末に、ホットプレスで50MPaの荷重を加えると、温度1800℃、200分での焼結時、焼結密度93%となるが、本

開示品では焼結密度は98%以上となる。これにより空孔率が低い、高密度ターゲットを提供できる。

[0030] 通常1800℃での焼結時、焼結時間60分で相対密度90%以上となるが、本開示品では1800℃での焼結時、焼結時間60分で相対密度97.5%以上となる。これにより、焼結コストを低減できる。

[0031] (製造方法の説明)

(1) 精錬

工程1

M₂O₃粉末を焙焼炉内で500℃から6500℃の温度でモリブデンを昇華させる。昇華物をモリブデンの蓋に付着させ、粉末を回収することでW濃度の低いM₂O₃粉末を得る。適切な温度で昇華・急冷を繰り返すほどW含有量が低くなる。

[0032] (2) 還元

工程2：原料篩分

精錬後のM₂O₃粉末を所定の目開きの篩網を設置し、原料を通して、粗粒および微粒粉を除き回収する。篩網の目開きは、原料および目標とするモリブデン粉末粒度により適宜変更する。

[0033] 工程3：一段還元 (M₂O₃→M₂O)

工程1で製造したM₂O₃粉末を篩分する。その後、モリブデン製ボート（モリブデン含有率99.99質量%以上）に篩分後の粉末を充填する。目標とする粉末の粒度となるように最適な還元条件（温度、水素流量、原料投入量、使用設備など）を適宜選択する。これにより一段還元を行う。

[0034] 工程4：中間篩分

M₂O粉末の篩分を行う。篩網の目開きは、原料および目標とするモリブデン粉末粒度により適宜変更する。

[0035] 工程5：二段還元 (M₂O→M)

中間篩分後のM₂O粉末をモリブデン製ボート（モリブデン含有率99.99質量%以上）に充填する。狙いのF₅₀粒径に合わせて還元条件を調

整する。金属のモリブデンを含む粉末となるまで還元してボードから取り出す。

[0036] 工程 6：最終篩分

得られたモリブデンを含む粉末の篩分を行う。篩網の目開きは、原料および目標とするモリブデンを含む粉末の粒度により適宜変更する。

[0037] [本開示の実施形態の詳細]

<実施例>

以下の試料番号 1 の実施例 1 では、工程 1：精錬、工程 2：原料篩分、工程 3：一段還元、工程 4：中間篩分、工程 5：二段還元、工程 6：最終篩分、工程 7：焼結、工程 8：スパッタ、および薄膜評価を実施する。

[0038] <工程の詳細>

工程 1：精錬

MoO_3 粉末を加熱・昇華させて急冷することで W 濃度の低い MoO_3 粉末を得る。

[0039] 昇華温度は 500°C 以上 800°C 未満が好ましい。

500°C 未満では MoO_3 粉末の昇華が進みにくい。 650°C 以上では WO_3 粉末昇華が多くなり、W 含有量の低い MoO_3 粉末を得にくい。

[0040] 昇華・急冷工程が複数回繰り返すことで W 含有量の低い MoO_3 粉末を得ることが出来る。

[0041] 工程 2：原料篩分

工程 1 で精錬した MoO_3 粉末を篩分する。

[0042] 工程 3：一段還元 ($\text{MoO}_3 \rightarrow \text{MoO}_2$)

工程 2 で篩分した MoO_3 をモリブデン製ボートに厚み 35 mm で充填する。プッシャー式還元炉を用い水素流量 $5\text{ m}^3/\text{h}$ 、還元温度 500°C の条件で還元処理を行い MoO_2 を得る。

[0043] ボードに充填する際の MoO_3 の厚みは 20 mm 以上 50 mm 以下が好ましい。これを超えると、ボート内の原料の還元が進まないおそれがある。これ未満であると、工業的（コスト、効率）に成立しない。

[0044] 水素流量は $3\text{ m}^3/\text{h}$ 以上が好ましい。 $3\text{ m}^3/\text{h}$ 未満であると、ボート内の原料の還元が進まないおそれがある。

[0045] 還元温度は 450°C 以上 650°C 以下が好ましい。 650°C を超えると、融点近くになるため原料が融解するおそれがある。 450°C 未満であると、ボート内の原料の還元が進まないおそれがある。

[0046] 工程4：中間篩分

工程3で得られた MoO_2 を目開き 1 mm で篩分する。粗粒側を除去し篩下を回収する。目開きは、 1 mm 以下が好ましい。 1 mm を超えると、凝集粉を除去できず、残存した凝集粉の還元が進まないおそれがある。

[0047] 工程5：二段還元（ MoO_2 の還元）

中間篩分後の MoO_2 をモリブデン製ボートに厚み 20 mm で充填する。プッシャー式還元炉を用い水素流量 $10\text{ m}^3/\text{h}$ 、狙いの Fss 粒径に合わせて還元温度 $600\sim 1260^\circ\text{C}$ 程度の範囲の条件で還元処理を行う。金属のモリブデンを含む粉末替えられるまで還元して取り出す。

[0048] 厚みは 20 mm 以上 50 mm 以下が好ましい。 50 mm を超えると、ボート内の原料の還元が進まないおそれがある。 20 mm 未満であると工業的（コスト、効率）に成立しない。

[0049] 水素流量は $5\text{ m}^3/\text{h}$ 以上が好ましい。 $5\text{ m}^3/\text{h}$ 未満であると、ボート内の原料の還元が進まないおそれがある。

[0050] 還元温度は 600°C 以上が好ましい。 600°C 未満であると、ボート内の原料の還元が進まないおそれがある。

[0051] 工程6：最終篩分

得られたモリブデンを含む粉を目開き $500\text{ }\mu\text{m}$ 以下の篩網を設置した篩を使用して目詰まりになりやすい粗大凝集粒を除く。これにより、篩下の粉末を回収する。

[0052] 工程7：焼結

工程1～6で得られた粉末を用いて、圧力 50 MPa 加熱温度 1800°C で $60\text{ 分}\sim 200\text{ 分}$ にわたってモリブデン焼結体を製造した。さらに表面酸

化物を機械加工による除去することで高純度金属モリブデン焼結ターゲットを製造した。

[0053] 工程 8 : スパッタ

工程 7 で製造したターゲットのうち、W含有量の低い、かつ相対密度が 99%以上ターゲット（試料番号 4, 7, 11, 15）を純銅製バックングプレートにロウ付けする。これを直流マグネトロンスパッタリング装置に取付けた。

[0054] スパッタガスが Ar、スパッタ電力が 300W の条件でスパッタを行った。直径 D が 100mm の Siウエハー全面に厚さ 0.3 μ m の高純度金属モリブデン薄膜を形成した。

[0055] 試料番号 1 から 29 および試料番号 101 から 104

試料番号 1 を基に昇華・冷却の回数を変更した。これにより試料番号 2 から 29 を製造した。その結果を表 1 および表 2 に示す。

[0056]

[表1]

試料 番号	Mo	圧縮 強度	Fsss	W	昇華 温度	昇華冷 却回数	相对密度 200Min	相对密度 60Min
1	99.996	120	0.1	31	500	1	99.6	99.1
2	99.9978	118	0.2	13	500	2	99.7	99.2
3	99.9986	110	0.1	5	500	3	99.8	99.3
4	99.9991	102	0.2	0.1	500	5	99.92	99.42
5	99.9961	133	1	30	500	1	99.69	99.19
6	99.998	117	1	11	500	2	99.8	99.3
7	99.9991	100	1	0.1	500	5	99.93	99.43
8	99.9962	120	3.2	29	500	1	99.6	99.1
9	99.9978	118	3.3	13	500	2	99.7	99.2
10	99.9986	110	3	5	500	3	99.9	99.4
11	99.9991	101	3.1	0.1	500	5	99.94	99.44
12	99.996	120	4.8	31	500	1	99.7	99.2
13	99.9978	118	4.7	13	500	2	99.8	99.3
14	99.9986	110	4.9	5	500	3	99.85	99.35
15	99.9991	100	4.8	0.1	500	5	99.95	99.45
16	99.9964	124	9.3	27	500	1	98.5	98
17	99.9971	119	9.2	20	500	2	98.6	98.1
18	99.9984	113	9.2	7	500	3	98.7	98.2
19	99.9991	103	9.3	0.3	500	5	98.8	98.3
20	99.996	120	10	31	500	1	98.1	97.6

[0057]

[表2]

試料 番号	Mo	圧縮 強度	Fsss	W	昇華 温度	昇華冷 却回数	相対密度 200Min	相対密度 60Min
21	99.9979	118	9.9	12	500	2	98.2	97.7
22	99.9986	110	9.8	5	500	3	98.5	98
23	99.9991	100	10	0.1	500	4	98.7	98.2
24	99.9941	133	1	50	550	1	98.5	98
25	99.9942	125	9.4	49	550	1	98.4	97.9
26	99.9921	146	0.9	70	600	1	98.3	97.8
27	99.992	148	9.5	71	600	1	98.3	97.8
28	99.9901	160	1	90	650	1	98.1	97.6
29	99.9903	160	10	88	650	1	98.1	97.6
101	99.981	201	7.04	100			94	91.5
102	99.99	202	3	100			91	88.5
103	99.976	210	4.8	150			93.5	91
104	99.971	220	4	200			93	90.5

[0058] 試料番号101は特許文献1（特開2005-133197号公報）に従って製造された。試料番号102は特許文献3（国際公開第2011-004887号）に従って製造された。

[0059] 表1および表2における「Mo」はモリブデンを含む粉末におけるモリブデンの含有率（質量％）を示す。

[0060] モリブデンの含有率の分析はグロー放電質量（GD-MS）分析のフラットセル方式により行う。Ar雰囲気下で、試料をマイナス極としてグロー放電を行うと、Arガスが試料に衝突することにより試料構成元素がスパッタされる。スパッタにより放出された元素はArプラズマ中でイオン化される。イオン化された原子を二重収束型質量分析器で測定し、元素の定性及び濃度の算出を行う。

[0061] 含有率＝100％－14元素[Al, Ca, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni, Pb, Si, Sn, Na, K, W]の式に基づいてモリブデンの含有率を計算した。タングステン（W）は不純物として扱われる。

[0062] 「圧縮強度」は、微小圧縮試験（単一か粒圧壊強さ）で測定される強度を

いう。単位は「MPa」である。使用装置は島津製作所製の微小圧縮試験機 MCT-510 である。試料台上に粒子を少量散布する。上部平面圧子と下部試料台間に置かれた一粒子に、一定の増加割合で負荷を与える。このときの試料の変形挙動から、粒子の圧壊強さを圧縮変形強度として測定する。試料の変形過程での試験力及び圧縮変位を測定し、記録する。

[0063] 「F s s s」は F s s s 法による平均粒径をいう。単位は「 μm 」である。F s s s の測定はフィッシャー法により行う。測定に使用した装置は Fisher Scientific 社 Fisher Sub-Sieve Sizer Model95 を用いる。真密度の試料を試料管に充填して試料高さより空隙率を求めこれに 1 MPa 圧の空気を通させマノメーター水位をキャルキュレータチャート上の数値で読み取りその値を平均粒子径として μm で表す。F s s s は粉体の平均粒子径を表し数値が低いほど平均粒子径が小さいことを示す。

[0064] 「W」はモリブデンを含む粉末におけるタングステンの含有率（ppm 質量％）を示す。上記のモリブデンの含有率の測定と同様に、タングステンの含有率の分析はグロー放電質量（GD-MS）分析のフラットセル方式により行う。Ar 雰囲気下で、試料をマイナス極としてグロー放電を行うと、Ar ガスが試料に衝突することにより試料構成元素がスパッタされる。スパッタにより放出された元素は Ar プラズマ中でイオン化される。イオン化されたタングステンの原子を二重収束型質量分析器で測定し、タングステン含有率の算出を行う。

[0065] 「昇華温度」は工程 1 における昇華温度をいう。単位は「 $^{\circ}\text{C}$ 」である。昇華冷却回数は工程 1 における昇華と冷却の回数である。この回数が 1 であれば 1 回昇華させて 1 回冷却したことを示す。

[0066] 「相対密度 200Min」は工程 7 において 200 分焼結した後の焼結体の相対密度である。「相対密度 60Min」は工程 7 において 60 分焼結した後の焼結体の相対密度である。アルキメデス法を用いて焼結体密度を測定する。

[0067] これらの結果から、試料番号 1 から 29 ではモリブデンを含む粉末の圧縮

強度が小さい。その結果、この粉末から製造した焼結体の相対密度が高くなっている。

[0068] これに対して比較例としての試料番号101から104ではモリブデンを含む粉末の圧縮強度が大きい。その結果、この粉末から製造した焼結体の相対密度が小さくなっている。

[0069] つぎに、工程7に従って、試料番号4, 7, 11, 15, 101, 103および104の焼結体からモリブデンターゲットを製造した。このターゲットを用いてスパッタを行い、ウエハーの上にモリブデン薄膜を形成した。このモリブデン薄膜の1mm四方(1mm×1mm)の面積内に存在する最大径0.1μm以上のパーティクル数を走査電子顕微鏡JSM-6460LA型(日本電子株式会社製)にて測定した。この測定をひとつのウエハーの5カ所でおこない、5カ所の平均値を求めた。その結果を表3に示す。

[0070] [表3]

試料 番号	Mo	圧縮強度	Fsss	W	パーティクル数(個)
4	99.9991	102	0.2	0.1	25
7	99.9991	100	1	0.1	28
11	99.9991	101	3.1	0.1	38
15	99.9991	100	4.8	0.1	49
101	99.981	201	7.04	100	100
103	99.976	210	4.8	150	120
104	99.971	220	4	200	180

[0071] 表3より試料番号4, 7, 11, 15から製造したターゲットをスパッタして製造したモリブデン薄膜では、パーティクル数が少なく、良好な結果が得られていることが分かる。これに対して比較例である試料番号101, 103および104においては、パーティクル数が多く、ターゲットの品質が低下していることがわかる。

[0072] さらに、試料番号4, 7, 11, 15から製造したターゲットをスパッタして、モリブデンとシリコンの積層膜によって構成される多層膜のマスクブ

ランクスを製造した。これらのマスクブランクスの表面の凹凸が1 nm未満であることが確認された。マスクブランクスの表面の凹凸は原子間力顕微鏡(AFM)によって測定した。ナノメートルサイズのプローブを試料に近づけ、針先と試料の間に働く原子間力を検出することで、マスクブランクスの表面の凹凸を検出した。

[0073] 付記 1

F s s s 法による平均粒径が0.1 μ m以上10 μ m以下であり、モリブデンの含有率が99.99質量%以上であり、圧縮変形強度が0 MPaを超え200 MPa以下である、モリブデンを含む粉末。

[0074] 付記 2

タングステンの含有率が90 ppm以下である、付記 1 に記載のモリブデンを含む粉末。

[0075] 付記 3

モリブデンの含有率が99.999質量%以上である、付記 1 または 2 に記載のモリブデンを含む粉末。

[0076] 付記 4

前記圧縮変形強度が0 MPaを超え135 MPa以下である、付記 1 から 3 のいずれか 1 項に記載のモリブデンを含む粉末。

[0077] 付記 5

付記 1 から 4 のいずれか 1 項に記載のモリブデンを含む粉末であって、前記モリブデンを含む粉末の焼結体からターゲットを製造し、前記ターゲットからスパッタリングにより製造したマスクブランクスの表面の凹凸が1 nm未満である、モリブデンを含む粉末。

[0078] 付記 6

付記 1 から 5 のいずれか 1 項に記載のモリブデンを含む粉末の焼結体からなるターゲットであり、前記ターゲットを用いてスパッタ成膜したモリブデン薄膜の1 mm²の面積上にて最大径0.1 μ m以上のパーティクル数が50個以下である、ターゲット。

[0079] 今回開示された実施の形態および実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

請求の範囲

- [請求項1] F s s s 法による平均粒径が0.1 μm 以上10 μm 以下であり、モリブデンの含有率が99.99質量%以上であり、圧縮変形強度が0MPaを超え200MPa以下である、モリブデンを含む粉末。
- [請求項2] タングステンの含有率が90ppm以下である、請求項1に記載のモリブデンを含む粉末。
- [請求項3] モリブデンの含有率が99.999質量%以上である、請求項1または2に記載のモリブデンを含む粉末。
- [請求項4] 前記圧縮変形強度が0MPaを超え135MPa以下である、請求項1または2に記載のモリブデンを含む粉末。
- [請求項5] 請求項1または2に記載のモリブデンを含む粉末であって、前記モリブデンを含む粉末の焼結体からターゲットを製造し、前記ターゲットからスパッタリングにより製造したマスクブランクス凹凸の高さ1nm未満である、請求項1または2に記載のモリブデンを含む粉末。
- [請求項6] 請求項1または2に記載のモリブデンを含む粉末の焼結体からなるターゲットであり、前記ターゲットを用いてスパッタ成膜したモリブデン薄膜の1mm²の面積上にて最大径0.1 μm 以上のパーティクル数が50個以下である、ターゲット。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/035427

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER <i>B22F 1/00</i> (2022.01)i; <i>B22F 1/05</i> (2022.01)i; <i>C22C 1/04</i> (2023.01)i; <i>C22C 27/04</i> (2006.01)i; <i>C23C 14/14</i> (2006.01)i; <i>C23C 14/34</i> (2006.01)i FI: B22F1/00 P; B22F1/05; C22C1/04 D; C22C27/04 102; C23C14/14 D; C23C14/34 A 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) B22F1/00; B22F1/05; C22C1/04; C22C27/04; C23C14/14; C23C14/34 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 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2005-314714 A (JAPAN NEW METALS CO., LTD.) 10 November 2005 (2005-11-10) claim 1, paragraph [0001], "Mo COARSE POWDER according to present invention" in table 1	1-4
X	WO 2019/176962 A1 (JX NIPPON MINING & METALS CORPORATION) 19 September 2019 (2019-09-19) paragraphs [0001], [0023], [0031]	1-4
A	WO 2023/063204 A1 (A.L.M.T. CORP.) 20 April 2023 (2023-04-20)	1-6
☐ 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 "D" document cited by the applicant in the international application "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 01 November 2024		Date of mailing of the international search report 19 November 2024
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2024/035427

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2005-314714	A	10 November 2005	(Family: none)	
WO	2019/176962	A1	19 September 2019	US 2021/0040601 A1 paragraphs [0001], [0031], [0043] CN 111836914 A KR 10-2020-0129143 A	
WO	2023/063204	A1	20 April 2023	CN 118103158 A	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））
B22F 1/00(2022.01)i; B22F 1/05(2022.01)i; C22C 1/04(2023.01)i; C22C 27/04(2006.01)i;
C23C 14/14(2006.01)i; C23C 14/34(2006.01)i
FI: B22F1/00 P; B22F1/05; C22C1/04 D; C22C27/04 102; C23C14/14 D; C23C14/34 A

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））
B22F1/00; B22F1/05; C22C1/04; C22C27/04; C23C14/14; C23C14/34

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 - 2024年
日本国実用新案登録公報 1996 - 2024年
日本国登録実用新案公報 1994 - 2024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）

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 2005-314714 A（日本新金属株式会社）10.11.2005（2005 - 11 - 10） 請求項1[0001]表1本発明Mo粗粒粉末5	1-4
X	WO 2019/176962 A1（J X金属株式会社）19.09.2019（2019 - 09 - 19） [0001][0023][0031]	1-4
A	WO 2023/063204 A1（株式会社アライドマテリアル）20.04.2023（2023 - 04 - 20）	1-6

☐ 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
“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献
“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抵触するものではなく、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 01.11.2024	国際調査報告の発送日 19.11.2024
--------------------------	--------------------------

名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	権限のある職員（特許庁審査官） 坂本 薫昭 4K 9265 電話番号 03-3581-1101 内線 3435
--	---

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2024/035427

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2005-314714	A	10.11.2005	(ファミリーなし)	
WO	2019/176962	A1	19.09.2019	US 2021/0040601 A1	
				[0001][0031][0043]	
				CN 111836914 A	
				KR 10-2020-0129143 A	
WO	2023/063204	A1	20.04.2023	CN 118103158 A	