

(12)

Gebrauchsmusterschrift

(21) Anmeldenummer: GM 50073/2024
 (22) Anmeldetag: 19.06.2024
 (24) Beginn der Schutzdauer: 15.05.2025
 (45) Veröffentlicht am: 15.05.2025

(51) Int. Cl.: **B22F 3/02** (2006.01)
C22C 29/12 (2006.01)
C22C 27/04 (2006.01)
C22C 32/00 (2006.01)
C08K 3/105 (2018.01)
C23C 14/34 (2006.01)
B33Y 30/00 (2015.01)
B33Y 70/10 (2020.01)
C08K 3/22 (2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
 US 2018187291 A1
 DE 102010054148 A1
 US 2007172378 A1
 EP 1746173 A2

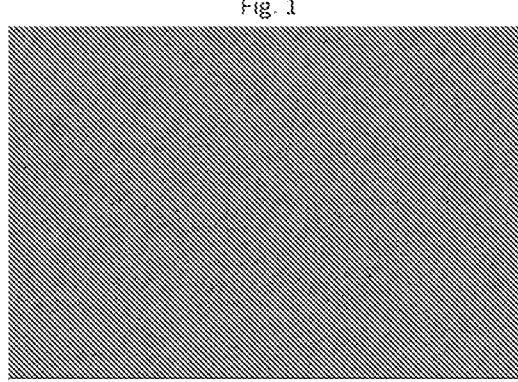
(73) Gebrauchsmusterinhaber:
 PLANSEE SE
 6600 Reutte (AT)

(72) Erfinder:
 Schmidt Hennrik
 6600 Reutte (AT)
 Linke Christian
 6600 Reutte (AT)
 Franzke Enrico
 6600 Reutte (AT)
 Wagner Hannes
 6600 Reutte (AT)

(74) Vertreter:
 Ciesla Dirk
 6600 Reutte (AT)

(54) MoLa-Sputtertarget

(57) Die Erfindung offenbart ein pulvermetallurgisch hergestelltes Sputtertarget, wobei das Sputtertarget 0,3 bis 10 Gew.% einer Sauerstoffenthaltenden Lanthan-Verbindung (La), Rest Molybdän (Mo) sowie unvermeidliche Verunreinigungen umfasst, dadurch gekennzeichnet dass das Sputtertarget eine Mo-Phase und eine La-Phase aufweist, wobei eine durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase 1 bis 200 µm beträgt und das Sputtertarget eine isotrope Mikrostruktur aufweist.



Beschreibung

MOLA-SPUTTERTARGET

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein pulvermetallurgisch hergestelltes Mo (Molybdän) La (Lanthan)-Sputtertarget (im folgenden MoLa genannt), welches Mo und eine Sauerstoff-enthaltende Lanthan-Verbindung umfasst, sowie seine Verwendung für die Herstellung von hochtemperaturstabilen Dünnschichten. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein Verfahren zur Herstellung eines MoLa-Sputtertargets über eine pulvermetallurgische Route.

[0002] Das Sputtern, auch Kathodenzerstäubung genannt, ist ein physikalischer Vorgang, bei dem Atome aus einem Sputtertarget durch Beschuss mit energiereichen Ionen herausgelöst werden und in die Gasphase übergehen. Beim DC-Sputtern (direct current sputtering, dt. Gleichstrom- bzw. DC-Sputtern) wird zwischen Target und einem zu beschichtenden Substrat in einer Vakuumkammer eine Gleichspannung von einigen hundert Volt angelegt, es wird daher auch Gleichspannungssputtern genannt. Das Target bildet die negative und das Substrat die positiv geladene Elektrode. Durch Stoßionisation der Atome eines eingesetzten Inertgases (z. B. Argon) bildet sich im Gasraum der Vakuumkammer ein Plasma, dessen Bestandteile negativ geladene Elektronen und positiv geladene Gasionen, wie Ar⁺, durch die angelegte Gleichspannung in Richtung des Substrats bzw. des Targets beschleunigt werden. Es trifft nun ein dauerhafter Strom aus positiven Ionen und Ar-Atomen auf das Target. Beim Aufprall auf das Target werden durch Impulsübertrag Teilchen aus dem Target herausgeschlagen, die sich vom Target weg in Richtung des Substrates bewegen und sich dort als dünne Schicht niederschlagen (Deposition). Dieses Verfahren ist jedoch nur für elektrisch leitfähige Targetmaterialien anwendbar.

[0003] Leitfähige Schichten mit hoher Temperaturstabilität und verbesserten Eigenschaften im Hochtemperaturbereich sind z.B. bei der Entwicklung drahtloser SAW-Temperatursensoren (Surface Acoustic Wave) wichtig geworden. Obwohl Schichten aus reinem Molybdän im Gegensatz zu Metallen mit niedrigem Schmelzpunkt eine hohe Temperaturstabilität aufweisen, kommt es ab einer bestimmten Temperatur (ca. 600°C) in der Anwendung zu Rekristallisation und somit zu einer Veränderung der Schicht.

[0004] Es ist bekannt, dass Oxid- oder Karbidpartikel (als lokale Barrieren für die Diffusion und die Bewegung von Versetzungen) zur Dispersionsverfestigung in reinen Mo-Werkstoffen eingesetzt werden können, wodurch die thermomechanischen Eigenschaften solcher Werkstoffe verbessert werden. Bei Verwendung von Lanthanoxid als Dispersoid, werden Schichten aus Molybdän und Lanthanoxid entweder über Co-Sputtern von Molybdäntargets und Lanthanoxidtargets oder aber über das abwechselnde (reaktive) Sputtern von Molybdäntargets und Lanthantargets hergestellt. Nachteil des Co-Sputterns ist, dass Lanthanoxid-Targets sehr schnell abgebaut werden. Nachteil des abwechselnden Sputterns von Molybdän- und Lanthantargets ist, dass die Lanthanschicht anschließend zu einer Lanthanoxidschicht oxidiert werden muss, bevor die nächste Molybdänschicht gesputtert werden kann. Sollte in der Sputterkammer jedoch noch Wasser bzw. Wasserdampf bzw. Luftfeuchtigkeit vorhanden sein, wird das Lanthanoxid sofort in Lanthanhydroxid umgewandelt.

[0005] Aus dem Stand der Technik sind auch Sputtertargets bekannt, welche sowohl Molybdän als auch Lanthanoxid enthalten.

[0006] Die Patentanmeldung CN114351095 A offenbart ein Mo-Legierungstarget welches Mo und mindestens einen der Dotierungsstoffe ausgewählt aus Al₂O₃, ZrO₂ und/oder La₂O₃ umfasst. Es ist jedoch nicht genau offenbart, wie hoch der Anteil dieser Dotierungsstoffe ist. Die Anmeldung beschreibt zwar, dass der Anteil dieser Elemente nicht mehr als 10% beträgt, es wird allerdings nicht ausgeführt ob es sich hierbei um Gew.%, Vol.% oder Mol.% handelt.

Generell wird von einer „geringen Menge“ gesprochen. Durch die Dotierungsstoffe Al₂O₃, ZrO₂ und/oder La₂O₃ wird das Wachstum der Mo-Partikel gehemmt, so dass ein Pulver im Nanomaßstab bereitgestellt werden kann. Dadurch lässt sich ein nanokristallines Molybdän-Legierungstarget mit einer ultrafeinen Kornstruktur (Korngröße von ≤ 300 nm) herstellen. Laut dieser Patent-

anmeldung sind diese nanokristallinen Werkstoffe den herkömmlichen (grobkörnigeren) Werkstoffen hinsichtlich der Oberflächeneigenschaften überlegen. Die Beispiele dieser Patentanmeldung zeigen die Dotierungsstoffe Al_2O_3 , ZrO_2 oder eine Kombination aus Al_2O_3 mit ZrO_2 . Die Herstellung solcher nanokristallinen Pulver ist allerdings sehr aufwendig und die nanokristallinen Pulver lassen sich aufgrund der staubförmigen Produktform schlecht verarbeiten.

[0007] Die Patentanmeldung CN106591786 A beschreibt ein Herstellungsverfahren für ein diertes Mo-Targetmaterial, welches 1 bis 6 Massen% Lanthanoxid bezogen auf die Menge des eingesetzten Molybdäntrioxids enthält - die Anmeldung offenbart ein Verfahren, bei welchem doppelt so viel Molybdäntrioxid wie Molybdänpulver eingesetzt wird. Wird Molybdäntrioxid eingesetzt, bildet sich anschließend Molybdändioxid, was in einem weiteren Verfahrensschritt dann zu Molybdän reduziert werden muss. Ob diese Reduktion vollständig gelingt, wird in der Patentanmeldung nicht weiter ausgeführt (d.h. im Target könnte noch Molybdäntrioxid oder -dioxid vorhanden sein). Ein Schritt dieses Verfahrens offenbart, dass Lanthanoxid zu Lanthanpulver reduziert wird (Schritt 3). Der Gesamtanteil an Lanthanoxid im endgültigen Target ist daher nicht offenbart. Nach dem Sintern wird das Material gewalzt, so dass das Sputtertarget eine Umformstruktur aufweist. Im Gegensatz dazu weist das erfindungsgemäße Sputtertarget eine isotrope (globulitische) Mikrostruktur auf.

[0008] Zwei Nachteile ergeben sich bei der Verwendung von Targets aus Lanthanoxid und Molybdän, welche in den oben genannten Patentanmeldungen nicht erwähnt werden. Erstens ist das DC-Sputtern nur für elektrisch leitfähige Targetmaterialien anwendbar (die Zugabe von La_2O_3 erniedrigt die Leitfähigkeit des Targetmaterials) und zweitens reagiert Lanthanoxid bei Luftfeuchtigkeit bzw. Wasserdampf sofort zu Lanthanhydroxid weiter. Lanthanhydroxid ist jedoch als (Sputter)-Endprodukt unerwünscht, da dadurch das gleichmäßige Abscheidungsverhalten von Lanthanoxid und Molybdän beeinträchtigt wird und die Wirkung als Dispersoid gemindert ist.

[0009] Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, ein MoLa-Sputtertarget bereitzustellen, welches eine ausreichend elektrische Leitfähigkeit sowie eine hohe Dichte aufweist, und welches eine gleichmäßige bzw. homogene Verteilung einer Mo-Phase und einer La-Phase im gesamten Volumen des Targets aufweist. Dadurch ist ein gleichmäßiges Sputtern möglich, indem sowohl die Mo-Phase als auch die La-Phase gleichzeitig in der gleichen Menge vom Sputtertarget abgetragen werden. Unter gleichmäßigem Sputtern bzw. gleichmäßigem Sputterverhalten wird dabei verstanden, dass sich die einzelnen Körner bzw. die einzelnen Bereiche des Sputtertargets mit gleicher Geschwindigkeit abtragen lassen, so dass während des Sputter-Prozesses keine Reliefstruktur im Bereich der abgesputterten Oberfläche entsteht.

Darüber hinaus weist das erfindungsgemäße Target eine äußerst geringe Menge an Lanthanhydroxid auf, welches ein anderes Verhalten beim Abspinnen zeigt und somit ein gleichmäßiges Abspinnen verhindert.

[0010] Insbesondere ist es Aufgabe der Erfindung ein Sputtertarget bereit zu stellen, mit dem eine sehr homogene Schicht, sowohl in Hinblick auf chemische Zusammensetzung als auch im Hinblick auf die Schichtdickenverteilung hergestellt werden kann.

[0011] Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Verfahrens, dass in einfacher und prozesskonstanter Art und Weise die Fertigung eines Sputtertargets erlaubt, dass die zuvor genannten Eigenschaften aufweist.

[0012] Die technische Aufgabe der vorliegenden Erfindung wird gelöst durch den Gegenstand von Anspruch 1 und das Verfahren in Anspruch 11 gelöst. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung sind den abhängigen Ansprüchen zu entnehmen, die untereinander frei kombinierbar sind.

[0013] Gemäß der vorliegenden Erfindung umfasst das pulvermetallurgisch hergestellte Sputtertarget 0,3 bis 10 Gew.% einer Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung (La), Rest Molybdän (Mo) sowie unvermeidliche Verunreinigungen, und ist dadurch gekennzeichnet dass das Sputtertarget eine Mo-Phase und eine La-Phase aufweist, wobei eine durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase 1 bis 200 μm beträgt und das Sputtertarget eine isotrope Mikrostruktur aufweist.

[0014] Bevorzugt besteht das Sputtertarget aus 0,3 bis 10 Gew.% einer Sauerstoff-haltigen Lanthan-Verbindung (La), Rest Molybdän (Mo) sowie max. 0,1 Gew.% unvermeidlichen Verunreinigungen. Sauerstoff wird nicht zu den unvermeidlichen Verunreinigungen gezählt, da Lanthan in einer sauerstoffhaltigen Verbindung zugegeben wird. Je höher die Menge der Sauerstoff-enthaltenden La-Verbindung im Target, desto höher ist auch der Sauerstoffanteil im Target. Bevorzugt beträgt der Anteil an Sauerstoff-enthaltender Lanthan-Verbindung mehr als 0,7 bis 10 Gew.%, noch bevorzugter 0,8 bis 10 Gew.%. Bei diesem Anteil an Sauerstoff- enthaltender Lanthan-Verbindung ist die Eigenschaft bezüglich der elektrischen Leitfähigkeit des Sputtertargets hinreichend für ein gleichmäßiges Abspinnen im DC-Modus, sowie der Anteil an entstehendem unerwünschtem Lanthanhydroxid genügend gering.

[0015] Unter einem pulvermetallurgisch hergestellten Sputtertarget wird dabei ein Bauteil verstanden, dessen Herstellung die Schritte des Pressens entsprechender Ausgangspulver zu einem Pressling und des Sinterns des Presslings umfasst. Darüber hinaus kann das Herstellungsverfahren auch noch weitere Schritte aufweisen, wie z.B. das Mischen und Homogenisieren (z.B. in einem Pflugscharmischer) der zu pressenden Pulver, etc.. Dadurch ergibt sich eine Mikrostruktur, welche für dieses Herstellungsverfahren typisch ist und als isotrope Mikrostruktur bezeichnet wird. Die isotrope Mikrostruktur ist dadurch definiert, dass die Körner gleichmäßig (globulitisch) ausgeprägt sind, d.h. es gibt keine Vorzugsrichtung in der Kornstruktur des Sputtertargets. Dies bedeutet, dass die mechanischen und thermischen Eigenschaften des Materials in allen Richtungen identisch sind. Dies ist ein Unterschied zum Stand der Technik (siehe CN106591786) in welchem sich eine Vorzugsrichtung/Umformstruktur der Körner über einen Walzschritt ergibt.

[0016] Für ein Sputtertarget ist eine homogene Verteilung der Elemente sowie eine hohe Dichte ausschlaggebend. Die Struktur eines Sputtertargets unterscheidet sich erheblich von der Struktur anderer Mo-Lanthanoxid Produkte (wie Drähte, Bleche oder Stäbe). Bei diesen Produkten entstehen durch die Verarbeitung und die Zugabe von Lanthanoxid vergrößerte, längliche Partikel (d.h. eine Faserstruktur), welche für die Eigenschaften wie Kriechbeständigkeit und höhere Rekristallisationstemperatur entscheidend sind.

[0017] Vorteil der isotropen Struktur ist eine hohe Gleichmäßigkeit der Eigenschaften nach Abscheidung des Materials auf ein zu beschichtendes Substrat.

[0018] Die Mikrostruktur des Sputtertargets im Sinne dieser Erfindung ist die Mikrostruktur, welche mit Hilfe eines metallographischen Schliffs und der Beurteilung unter einem Lichtmikroskop oder Rasterelektronenmikroskop auf einfache, dem Fachmann bekannte Weise analysiert werden kann.

[0019] Im Falle des erfindungsgemäßen Sputtertargets weist die Mikrostruktur nur eine Mo-Phase und eine La-Phase auf, welche homogen bzw. gleichmäßig im gesamten Volumen des Sputtertargets verteilt sind. Aus der vorliegenden Anmeldung ergibt sich, dass die La-Phase streng genommen eigentlich als La_2O_3 -Phase bzw. als $\text{La}_2\text{O}_3/\text{La}(\text{OH})_3$ -Phase bezeichnet werden müsste. Zur Vereinfachung wird aber von einer La-Phase gesprochen. Es treten keine Mischphasen (welche sowohl Mo als auch La enthalten) bzw. intermetallische Phasen aus Mo und La_2O_3 und/oder $\text{La}(\text{OH})_3$ auf. Bei der Mo-Phase handelt es sich um die reine/elementare Komponente Mo (d.h. Mo-Körner), wie sie auch als Ausgangsstoff eingesetzt wird. Bei der La-Phase handelt es sich entweder um La_2O_3 (wie es auch als Ausgangsstoff eingesetzt wird) oder um ein Gemisch aus La_2O_3 und $\text{La}(\text{OH})_3$. Lanthanoxid ist äußerst hygroskopisch und kann sehr leicht und schnell Wasser aus der Umgebung aufnehmen. Lanthanoxid reagiert an feuchter Luft schnell zu Lanthanhydroxid. Darüber hinaus können weitere Phasen wie beispielsweise Poren im Targetmaterial vorhanden sein. Das Vorkommen einer reinen Mo-Phase sowie einer La-Phase in einem erfindungsgemäßen Sputtertarget kann sehr einfach mittels Röntgenbeugung (XRD) (unter Berücksichtigung der jeweiligen Röntgendetektionsgrenze) mit JCPDS-Karten bestätigt oder ausgeschlossen werden.

[0020] Das pulvermetallurgisch hergestellte Sputtertarget weist eine für die pulvermetallurgische Herstellung typische Mikrostruktur auf. Diese feinkörnige Mikrostruktur ermöglicht ein gleichmäßiges Abspinnen des Targets. Eine durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase

beträgt zwischen 1 bis 200 µm, bevorzugt zwischen 1 und 50 µm, besonders bevorzugt zwischen 1 und 30 µm. Diese Korngrößen führen zu einem gleichmäßigen Sputterverhalten und damit zur Abscheidung sehr homogener Schichten mit einer gleichmäßigen Schichtdicke. Die durchschnittliche Korngröße der Mo-Phase kann auf einfache Weise durch ein Linienschnittverfahren, z.B. nach ASTM E112-12, an einem metallographischen Schliff bestimmt werden.

[0021] Durch die Zugabe von 0,3 bis 10 Gew.% Lanthanoxid wird die Mikrostruktur des MoLa Targets stabilisiert, so dass das Rekristallisation-Verhalten des Mo-La Targets gegenüber dem Grundstoff Molybdän verändert ist und zwar hinsichtlich seines thermomechanischen Verhaltens bei extrem hohen Temperaturen. Obwohl Schichten aus reinem Molybdän eine hohe Temperaturstabilität aufweisen, kann es bei hohen Temperaturen (z.B. mehr als 800°C) in der Anwendung oder bei folgenden Prozessschritten zu Rekristallisationsprozessen und somit zu Veränderungen der abgeschiedenen Schichten kommen. Durch die Zugabe von Lanthanoxid weisen die Targets eine höhere Rekristallisationstemperatur als reines Molybdän auf. Dies macht die erfindungsgemäßen Targets besonders für Hochtemperaturanwendungen geeignet. Liegt die Menge an Lanthanoxid unterhalb von 0,3 Gew.% ist dieser Effekt nicht nachzuweisen. Liegt die Menge an Lanthanoxid über 10 Gew.% nimmt die Leitfähigkeit des Sputtertargets stark ab, so dass das Absputtern im DC-Modus stark beeinträchtigt ist. Bevorzugt wird eine Menge von mehr als 0,7 bis 10 Gew.% eingesetzt.

[0022] Unter dem Begriff „unvermeidliche Verunreinigungen“ versteht man Verunreinigungen, die produktionsbedingt im Target vorkommen können, z.B. Begleitelemente oder Gase, welche in den eingesetzten Rohstoffen zu finden sind oder durch die eingesetzten Werkzeuge oder Gefäße in das Target gelangen. Dabei kann zwischen metallischen und nicht-metallischen Verunreinigungen unterscheiden werden. Nicht-metallische Verunreinigungen können Gase sein, wie C, N, H, S etc. Im erfindungsgemäßen Sputtertarget liegt durch die Zugabe von La₂O₃ (je nach eingesetzter Menge von La₂O₃) ein etwas höherer Sauerstoffgehalt vor, der bis zu 18000 µg/g (18000 Gew.-ppm) betragen kann, bevorzugt liegt er jedoch bei unter 10000 µg/g, besonders bevorzugt werden unter 5000 µg/g angestrebt. Für die anderen Gase liegt der Wert unter 1000 µg/g, bevorzugt unter 500 µg/g. Metallische Verunreinigungen sind zum Beispiel Al, Cr, Cu, Fe, K, Mg, Ni, Si, V, Ti, W, Zr etc. Der Anteil solcher Verunreinigungen liegt bei unter 300 µg/g. Insbesondere liegt der W-Anteil bei den Verunreinigungen bei weniger als 160 ppm.

[0023] Geeignete Verfahren zur chemischen Elementaranalyse sind bekanntlich abhängig von den zu analysierenden chemischen Elementen. Für die chemische Analyse von Elementen wie Al, Fe, Cu etc. wurde ICP-MS (induktiv gekoppelte Plasmamassenspektroskopie) oder ICP-OES (Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma) verwendet. Für die Elemente O oder N wurde eine Heißgasextraktionsanalyse (siehe ASTM E1409-13) angewendet. Für die Elemente C (siehe ASTM E 1941-10) und S (siehe ASTM E 1019:2018) wurde die Verbrennungsanalyse verwendet. Die chemische Analyse der Hauptbestandteile Mo und La₂O₃ im erfindungsgemäßen Sputtertarget wurden mittels Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA oder engl. X-ray fluorescence spectroscopy) durchgeführt.

[0024] Wie bereits oben beschrieben kann die La-Phase auch ein Gemisch aus Lanthanoxid und Lanthanhydroxid aufweisen. Der Anteil an Lanthanhydroxid im Sputtertarget sollte jedoch so gering wie möglich gehalten werden, da sich dieser Anteil negativ auf das Sputterverhalten, insbesondere die Homogenität der Abscheidung negativ auswirkt. Deshalb ist es sehr wichtig die Bildung von Lanthanhydroxid so weit als möglich zu unterbinden und den Anteil von La(OH)₃ in der La-Phase möglichst gering zu halten. Der Flächenanteil an Lanthanhydroxid (La(OH)₃) in der La-Phase sollte maximal 10%, gemessen am Querschnitt der Targetmaterials, betragen. Der Anteil an La(OH)₃ kann zwischen 0,1 und 10% Flächenanteil betragen. Besonders bevorzugt sollte der Flächenanteil an Lanthanhydroxid, gemessen am Querschnitt des Targetmaterial, bei maximal 5% liegen. Das erfindungsgemäße Sputtertarget zeigt keine intermetallischen Phasen aus La und Mo.

[0025] In einer weiteren Ausführungsform weist die La-Phase, gemessen am Querschnitt des Targetmaterials einen Flächenanteil zwischen 5 und 18% auf. Dabei zeigt der Querschnitt des

Materials den Anteil der Flächen in Bezug auf die Mo-Phase sowie in Bezug auf die La-Phase.

[0026] Gemäß einer Weiterbildung weist das erfindungsgemäße Sputtertarget eine Dichte von mindestens 95% der theoretischen Dichte auf. Besonders vorteilhaft ist eine Dichte von mehr als 97%, bevorzugt mehr als 98% der theoretischen Dichte. Die theoretische Dichte ist die maximal erreichbare Dichte des MoLa-Targets, vorausgesetzt dass sich keine inneren Hohlräume und Verunreinigungen (oder intermetallische Phasen) bilden. Je höher die Dichte des Targets ist, desto vorteilhafter sind seine Eigenschaften. Targets mit einer niedrigen relativen Dichte haben einen relativ hohen Anteil an Poren, die ein virtuelles Leck und/oder eine Quelle für Verunreinigungen und Partikel während des Sputterprozesses sein können. Darüber hinaus neigen Targets mit geringer Dichte dazu, Wasser oder andere Verunreinigungen zu absorbieren, was zu schwer kontrollierbaren Prozessparametern führen kann. Darüber hinaus ist die Abtragungsrate von Material, das nur in geringem Maße verdichtet ist, während des Sputterprozesses geringer als die von Material mit einer höheren relativen Dichte.

[0027] Die theoretische Dichte von Verbundwerkstoffen kann bekanntlich aus den Dichten der einzelnen reinen Metalle bzw. Verbindungen und deren Gewichtsanteilen berechnet werden. Die Dichte kann z.B. im Archimedes Verfahren durch Bestimmung des Gewichtes des Targets an Luft und Wasser (hier kann die Probe vorzugsweise in Paraffin eingebettet sein; siehe DIN EN ISO 2738:2000-02) bestimmt werden.

[0028] Der Einbau eines erfindungsgemäßen Sputtertargets in verschiedene Beschichtungsanlagen und auch zur Beschichtung von Substraten mit unterschiedlichen Geometrien stellt verschiedene geometrische Anforderungen an ein erfindungsgemäßes Sputtertarget. Das Target ist bevorzugt in Form eines planaren Sputtertargets, beispielsweise als Quader, Scheibe oder Teller, ausgeführt. Es kann jedoch auch in Form eines rohrförmigen Targets vorliegen.

[0029] Dünnschichtmaterialien (mit einer Dicke von normalerweise geringer als 1000 nm), welche Mo-La₂O₃-Systeme enthalten zeigen eine überlegende Duktilität, Zähigkeit und Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen. Bevorzugt wird das erfindungsgemäße Sputtertarget daher zur Abscheidung von metallischen Dünnschichten und besonders bevorzugt zur Abscheidung von hochtemperatur-resistenten Dünnschichten, wie bspw. SAW-Temperatursensoren, SAW-Sensorchips und Sensorantennen verwendet.

[0030] MoLa-Schichten aus dem erfindungsgemäßen Sputtertarget können auch als Wasserstoff- Sperrsicht(en) (engl. „Hydrogen Trap Layer“) fungieren, was beispielsweise bei wasserstoffempfindlichen Oxidhalbleiterschichten von Vorteil ist.

[0031] Das erfindungsgemäße Verfahren zur Herstellung des pulvermetallurgisch hergestellten MoLa Sputtertargets, welches 0,3 bis 10 Gew.% einer Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung (La), Rest Molybdän (Mo) sowie unvermeidliche Verunreinigungen umfasst, ist dadurch gekennzeichnet durch die nachfolgenden Schritte:

Mischen von Mo-Pulver und einer Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung in Pulverform zu einem Pulvergemisch;

Verdichten des Pulvergemisches durch Anwendung von Druck, Wärme oder Druck und Wärme zu einem Rohling,

wobei das Sputtertarget eine Mo-Phase und eine La-Phase aufweist und wobei eine durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase 1 bis 200 µm beträgt und das Sputtertarget eine isotrope Mikrostruktur aufweist.

[0032] Bevor ein Pulvergemisch hergestellt wird, wird die Sauerstoff-enthaltende Lanthanverbindung kalziniert, d.h. die Verbindung wird so stark erhitzt, dass sie vollständig entwässert wird. Folglich liegt nach diesem Schritt La₂O₃-Pulver vor. In einer bevorzugten Ausführungsform wird das Lanthanoxid-Pulver über eine Kalzinierung von Lanthanhydroxid erhalten. Dabei wird das Lanthanhydroxid auf eine Temperatur von mehr als 1000°C erhitzt. Dadurch wird das pulverförmige Lanthanhydroxid entwässert.

[0033] Danach erfolgt die Herstellung eines Pulvergemisches durch das Mischen von 0,3 bis 10 Gew.% La₂O₃-Pulver mit Mo-Pulver und zwar so lange bis eine homogene Verteilung der Kom-

ponenten im Pulvergemisch gewährleitet ist.

[0034] Anschließend wird das so hergestellte Pulvergemenge verdichtet. Die Verdichtung im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens wird durch Anwendung von Druck, Wärme, oder Druck und Wärme durchgeführt. Dies kann durch verschiedene Verfahrensschritte erfolgen, beispielsweise durch Pressen und Sintern, kalt-isostatisches Pressen (CIP), heiß-isostatisches Pressen (HIP), Heißpressen (HP) oder Spark-Plasma-Sintern (SPS) oder eine Kombination dieser Verfahren oder weiterer Verfahren zur Verdichtung von Pulvermischungen.

[0035] Es hat sich als besonders vorteilhaft erwiesen, dass in einem erfindungsgemäßen Verfahren zur Herstellung der MoLa Targets der Verdichtungsschritt durch Heißpressen, Spark-Plasma-Sintern oder heiß-isostatische Pressen erfolgt. Hierbei werden Temperaturen von 1000°C bis 1800°C eingesetzt. Bevorzugt wird bei einem Druck von 15 MPa oder größer gearbeitet. Erfolgt der Schritt des Verdichtens über HIP können Drücke bis zu 200 MPa zum Einsatz kommen.

[0036] Das Sintern erfolgt bevorzugt unter Vakuum, in einer inerten Atmosphäre und/oder in einer reduzierten Atmosphäre. Unter einer inerten Atmosphäre versteht man im vorliegenden Fall ein gasförmiges Medium, das nicht mit den Legierungsbestandteilen reagiert, z.B. ein Edelgas. Eine geeignete reduzierte Atmosphäre ist insbesondere Wasserstoff.

[0037] Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht es, ein Mo-La-Sputtertarget herzustellen, welches eine isotrope Mikrostruktur aufweist und in welchem die Mo-Phase und La-Phase gleichmäßig verteilt sind. Die durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase liegt zwischen 1 und 200 µm und vorzugsweise weist das Sputtertarget eine Dichte von mindestens 95% der theoretischen Dichte auf.

[0038] Weitere Vorteile und Zweckmäßigkeit der Erfindung ergeben sich anhand der nachfolgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen unter Bezugnahme auf die beigefügten Figuren.

[0039] Von den Figuren zeigen

[0040] Fig. 1: Mikrostruktur eines erfindungsgemäßen Sputtertargets gemäß Beispiel 1 im Rasterelektronenmikroskop (REM) in einer 200-fachen Vergrößerung;

[0041] Fig. 2: Beispiel 1: Verteilung der Elemente Mo und La durch EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie)-Mapping am REM in einer 500-fachen Vergrößerung;

[0042] Fig. 3: Röntgendiffraktogramm eines erfindungsgemäßen Sputtertargets gemäß Beispiel 1; reines Mo und La₂O₃ (kubisch und hexagonal) nachweisbar, kein La(OH)₃ nachweisbar;

[0043] Fig. 4: Beispiel 2: Verteilung der Elemente Mo und La durch EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie)-Mapping am REM in einer 500-fachen Vergrößerung;

[0044] Fig. 5: Röntgendiffraktogramm eines erfindungsgemäßen Sputtertargets gemäß Beispiel 2; reine Mo-Phase und La₂O₃ (kubisch und hexagonal) nachweisbar, kein La(OH)₃ nachweisbar;

[0045] Fig. 6: Beispiel 3: Verteilung der Elemente Mo und La durch EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie)-Mapping am REM in einer 500-fachen Vergrößerung;

[0046] Fig. 7: Röntgendiffraktogramm eines erfindungsgemäßen Sputtertargets gemäß Beispiel 3; reine Mo-Phase, La₂O₃ (hexagonal) sowie La(OH)₃ nachweisbar;

HERSTELLUNGSBEISPIELE

BEISPIEL 1

[0047] In einem ersten Schritt wird ein Lanthanhydroxid kalziniert, d.h. La(OH)₃ wird auf über 1000°C für eine ausreichende Zeitdauer erhitzt um ein La₂O₃-Pulver zu erhalten. Dieses La₂O₃-Pulver hat eine durchschnittlichen Partikelgröße von etwa 0,8 µm (D50 Messung nach Malvern).

Anschließend werden als Ausgangsstoffe das La_2O_3 -Pulver sowie ein Molybdänpulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von weniger als 20 μm (D90 Messung nach Malvern) eingesetzt. Unmittelbar nach der Kalzinierung werden 98,6 Gew.% Molybdänpulver und 1,4 Gew.% La_2O_3 -Pulver in einen geschlossenen Behälter gegeben (kein Vakuum) und in einem Schüttler gemischt. Anschließend wird das Pulvergemisch in einen Behälter eingefüllt und bei einem Druck von ca. 15 MPa bei 1800°C in einer SPS („Spark Plasma Sintering“)-Anlage gesintert, so dass ein konsolidiertes Target erhalten wird.

[0048] Lanthanoxid ist äußerst hygroskopisch und kann daher schnell Feuchtigkeit aus der Luft aufnehmen, wodurch es sich wieder in Lanthanhydroxid umwandelt. Daher sollte der Schritt des Mischens und das anschließende Sintern unmittelbar nacheinander stattfinden.

[0049] Das so hergestellte scheibenförmige, planare Sputtertarget weist eine relative Dichte von 98,6% auf. Der Sauerstoffgehalt liegt bei etwa 2000 $\mu\text{g/g}$, der μ bei 150 $\mu\text{g/g}$, und der W-Gehalt bei etwa 160 $\mu\text{g/g}$. Alle anderen Verunreinigungen liegen insgesamt bei unter 100 $\mu\text{g/g}$.

[0050] Das so hergestellte Target wurde in einer Sputteranlage eingesetzt und als metallische Dünnschicht (ca. 100 nm) auf thermisch oxidiertem Si (SiO_x) aufgebracht. Das Sputtertarget konnte gleichmäßig abgesputtert werden, so dass sich eine Dünnschicht ergab, in der Mo und La_2O_3 homogen verteilt sind. Es konnte kein $\text{La}(\text{OH})_3$ nachgewiesen werden. Die Dünnschicht zeigt eine höhere Temperaturstabilität im Vergleich zu einer reinen Molybdänbeschichtung.

[0051] Fig. 1 zeigt die isotrope Struktur des nach diesem Beispiel hergestellten Sputtertargets. Die Mikrostruktur zeigt Mo-Körner (grau) sowie La_2O_3 -Körner (dunkelgrau). Die schwarze Farbe zeigt Poren, die durch die pulvemetallurgische Herstellung entstanden sind, oder Artefakte, die bei der Herstellung des Schliffbilds entstanden sind.

[0052] In Fig. 2 ist die Verteilung von Mo und La von Beispiel 1 mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie an einem REM-Schnitt gezeigt. Da der Anteil an Sauerstoff eng an das La gebunden ist, kann der Sauerstoffanteil in einer schwarz/weiß Darstellung nicht separat dargestellt werden. La (und das daran gebundene Oxid) sind dunkel dargestellt. Die Mo-Körner erscheinen hellgrau. Deutlich ist die gleichmäßige Verteilung der La-Phase und der Mo-Phase zu erkennen.

[0053] Fig. 3 zeigt das Röntgenbeugungsmuster dieses Beispiels, sowie seine Auswertung durch Zerlegung des Diffraktogramms. Die Probe wurden mit einem Bruker D8 Advance θ - θ -Diffraktometer unter Verwendung von Cu-Strahlung ($\lambda\text{K}\alpha = 0,15406 \text{ nm}$) untersucht. Die Beugungsgeometrie ist durch die folgenden Details gekennzeichnet

- Primäroptik: fokussierende Polykapillare und UBC-Kollimator (lange Ausführung, Breite 1 mm),
- Sekundäroptik: axialer 2,5°-Soller-Spalt, Lynx Eye XET-Detektor im 1D-Modus.
- Messmodus: locked coupled, Schrittweite: 0,02°, Zeit/Schritt: 1 sec, Probendrehung: 3 Umdrehungen/min.

[0054] Um den Peaks/Phasen einzelne Bestandteile deutlich zuordnen zu können wurde ein "search-match"-Algorithmus in der PDF (Powder Diffraction File)2-Datenbank (Version 2020) verwendet. PDF2 ist eine Datenbank für anorganische und organische Beugungsdaten zur Phasenidentifizierung und Materialcharakterisierung. Das Vorhandensein der einzelnen Phasen wurde durch eine Rietveld-Verfeinerung unter Verwendung der entsprechenden Strukturdaten (von Mo, La_2O_3 (hexagonal (P321)) und La_2O_3 (kubisch (Ia-3))) bestätigt.

[0055] Die dunkelgraue Kurve zeigt 2Theta Winkel für reines Molybdän bei 40,5°; 58° und 74°.

[0056] Die gestrichelte Kurve zeigt 2Theta Winkel für kubisches Lanthanoxid bei 27,4°; 31,9°; 45° und 54°.

[0057] Die hellgraue Kurve zeigt 2Theta Winkel für hexagonales Lanthanoxid bei 30°; 39,5°; 46°; 52° und 55,6°.

[0058] Die Punkte ○ entsprechen den gemessenen Werten (Strahlungsintensitäten) im Diffrakto-

meter.

[0059] Die Kurve Y calc (leichtes hellgrau) entspricht allen gemessenen Werten (Molybdän, La₂O₃ (hexagonal) und La₂O₃ (kubisch)) und zeigt die Gesamtübereinstimmung an.

[0060] Die Differenz (Diff) (unterste Linie) zeigt kaum Abweichungen an, so dass die Einzelphasen gut beschrieben sind.

[0061] Aus dieser Abbildung ist ersichtlich, dass das Sputtertarget aus einer reinen Mo-Phase und einer reinen Lanthanoxid-Phase besteht, wobei sich bei der Herstellung weder Lanthanhydioxid noch intermetallische Phasen gebildet haben.

[0062] Dieses Target wurde mittels Sputtern auf thermisch oxidiertem Si mit einer Schichtdicke von ca. 100 nm abgeschieden. Die Schicht weist im Vergleich zu einer reinen Mo-Schicht eine verbesserte Schichtstabilität, thermomechanisches Verhalten sowie Kriechverhalten auf (insbesondere bei Temperaturen über 800°C).

BEISPIEL 2

[0063] Die Herstellung erfolgt wie in Beispiel 1, nur wird 97,2 Gew.% Molybdänpulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von weniger als 20 µm (D90 Messung nach Malvern) und 2,1 Gew.% Lanthanoxid mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von etwa 0,8 µm (D50 Messung nach Malvern) in einem Mischer gemischt.

[0064] Anschließend wird das gemischte Pulver bei einem Druck von ca. 15 MPa bei 1800°C in einer SPS(„Spark Plasma Sintering“)-Anlage gesintert. Danach hat das Sputtertarget eine relative Dichte von 98,9%. Der Sauerstoffgehalt liegt bei etwa 3000 µg/g, der W-Gehalt bei unter 160 µg/g. Alle anderen Verunreinigungen liegen bei unter 100 µg/g. Das planare Rundtarget hat einen Durchmesser von ca. 110 mm

[0065] Fig. 4 zeigt die Verteilung von Mo und La mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) an einem REM-Schnitt. Da der Anteil an Sauerstoff eng an das La gebunden ist, kann dieser in einer schwarz/weiß Darstellung nicht separat dargestellt werden. La (und das daran gebundene Oxid) sind dunkel dargestellt. Die Mo-Körner erscheinen hellgrau. Man erkennt die gleichmäßige Verteilung der La-Phase und der Mo-Phase.

[0066] Fig. 5 zeigt das Röntgenbeugungsmuster dieses Beispiels, sowie dessen Auswertung. Diese erfolgte analog zu Fig. 3 in Beispiel 1.

[0067] Die dunkelgraue Kurve zeigt 2Theta Winkel für reines Molybdän bei 40,5°; 58° und 74°.

[0068] Die gestrichelte Kurve zeigt 2Theta Winkel für kubisches Lanthanoxid bei 27,4°; 31,9°; 45° und 54°.

[0069] Die hellgraue Kurve zeigt 2Theta Winkel für hexagonales Lanthanoxid bei 30°; 39,5°; 46°; 52° und 55,6°.

[0070] Die Punkte ○ entsprechen den gemessenen Werten (Strahlungsintensitäten) im Diffraktometer.

[0071] Die Kurve Y calc (leichtes hellgrau) entspricht allen gemessenen Werten (Molybdän, La₂O₃ (hexagonal) und La₂O₃ (kubisch)) und zeigt die Gesamtübereinstimmung an.

[0072] Die Differenz (Diff) (unterste Linie) zeigt kaum Abweichungen an, so dass die Einzelphasen gut beschrieben sind.

[0073] Aus dieser Abbildung ist ersichtlich, dass das Sputtertarget aus einer reinen Mo-Phase und einer reinen Lanthanoxid-Phase besteht, wobei sich bei der Herstellung weder Lanthanhydioxid noch intermetallischen Phasen gebildet haben.

[0074] Auch dieses Target wurde mittels Sputtern auf thermisch oxidiertem Si mit einer Schichtdicke von ca. 100 nm abgeschieden. Die Schicht weist im Vergleich zu einer reinen Mo-Schicht eine verbesserte Schichtstabilität, thermomechanisches Verhalten sowie Kriechverhalten auf

(insbesondere bei Temperaturen über 800°C).

BEISPIEL 3

[0075] Die Herstellung erfolgt wie in Beispiel 1, nur wird 90 Gew.% Molybdänpulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von weniger als 20 µm (D90 Messung nach Malvern) und 10 Gew.% Lanthanoxid mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von etwa 0,8 µm (D50 Messung nach Malvern) in einem Mischer gemischt.

[0076] Anschließend wird das gemischte Pulver bei einem Druck von ca. 15 MPa bei 1800°C in einer SPS („Spark Plasma Sintering“)-Anlage gesintert. Danach hat das Sputtertarget eine relative Dichte von 97,5%. Der Sauerstoffgehalt liegt bei etwa 18000 µg/g, der W-Gehalt bei unter 160 µg/g. Alle anderen Verunreinigungen liegen bei unter 100 µg/g.

[0077] Fig. 6 zeigt die Verteilung von Mo und La mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) an einem REM-Schnitt. Da der Anteil an Sauerstoff bzw. Hydroxid eng an das La gebunden ist, kann dieser in einer schwarz/weiß Darstellung nicht separat dargestellt werden. La (und das daran gebundene Oxid) bzw. Lanthanhydroxid sind dunkel dargestellt. Die Mo-Körner erscheinen hellgrau. Man erkennt die gleichmäßige Verteilung der La-Phase und der Mo-Phase.

[0078] Fig. 7 zeigt das Röntgenbeugungsmuster dieses Beispiels, sowie dessen Auswertung. Diese erfolgt analog zu Fig.3 in Beispiel 1. Es ist kein kubisches Lanthanoxid mehr nachweisbar, dafür Lanthanhydroxid.

[0079] Die dunkelgraue Kurve zeigt 2Theta Winkel für reines Molybdän bei 40,5°; 58° und 74°.

[0080] Die hellgraue Kurve zeigt 2Theta Winkel für hexagonales Lanthanoxid bei 30°; 39,5°; 46°; 52° und 55,6°.

[0081] Die gestrichelte (hellgrau) Kurve zeigt keine Peaks für kubisches Lanthanoxid.

[0082] Die dunkelgrau gestrichelte Kurve zeigt 2Theta Winkel für Lanthanhydroxid bei 27,5°; 28°; 31,8°; 39,6°; 42,5°; 47,3°; 48,9° und 50°.

[0083] Die Punkte ○ entsprechen den gemessenen Werten (Strahlungsintensitäten) im Diffraktometer.

[0084] Die Kurve Y calc (leichtes hellgrau) entspricht allen gemessenen Werten (Molybdän, La_2O_3 (hexagonal) und La_2OH_3) und zeigt die Gesamtübereinstimmung an.

[0085] Die Differenz (Diff) (unterste Linie) zeigt kaum Abweichungen an, so dass die Einzelphasen gut beschrieben sind.

[0086] Aus dieser Abbildung ist ersichtlich, dass das Sputtertarget auch Lanthanhydroxid-Phasen ausbildet, wobei sich keine intermetallischen Phasen aus Mo und La gebildet haben.

[0087] Trotz der großen Menge an Lanthanoxid zeigt das Sputtertarget eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit, so dass es im DC-Modus gesputtert werden kann.

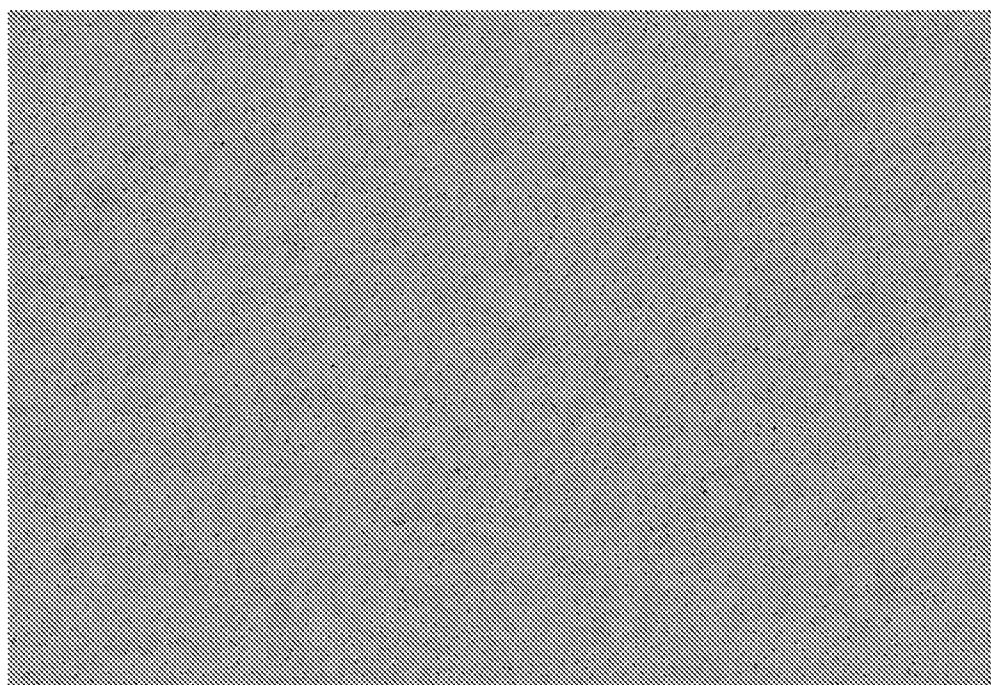
[0088] Auch dieses Target wurde mittels Sputtern auf thermisch oxidiertem Si mit einer Schichtdicke von ca. 100 nm abgeschieden. Die Schicht weist im Vergleich zu einer reinen Mo-Schicht (trotz der Lanthanhydroxid-Phasen) eine verbesserte Schichtstabilität, thermomechanisches Verhalten sowie Kriechverhalten auf (insbesondere bei Temperaturen über 800°C).

Ansprüche

1. Pulvermetallurgisch hergestelltes Sputtertarget, wobei das Sputtertarget 0,3 bis 10 Gew.% einer Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung (La), Rest Molybdän (Mo) sowie unvermeidliche Verunreinigungen umfasst, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Sputtertarget eine Mo-Phase und eine La-Phase aufweist, wobei eine durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase 1 bis 200 µm beträgt und das Sputtertarget eine isotrope Mikrostruktur aufweist.
2. Sputtertarget nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die La-Phase Lanthanoxid (La_2O_3) und Lanthanhydroxid ($\text{La}(\text{OH})_3$) aufweist.
3. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass die La-Phase einen Flächenanteil, gemessen an einem Querschnitt des Targetmaterials, zwischen 5 und 18% aufweist.
4. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Flächenanteil an $\text{La}(\text{OH})_3$ in der La-Phase, gemessen an einem Querschnitt des Targetmaterial, nicht mehr als 10% beträgt.
5. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Anteil an Sauerstoff-enthaltender Lanthan-Verbindung > 0,7 Gew.% bis 10 Gew.% beträgt.
6. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die Dichte des Sputtertargets mindestens 95% der theoretischen Dichte beträgt.
7. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei die durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase zwischen 1 und 50 µm liegt.
8. Sputtertarget nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass es ein planares Sputtertarget ist.
9. Verwendung des Sputtertargets nach einem der Ansprüche 1 bis 8 zur Abscheidung von metallischen Dünnschichten.
10. Verwendung des Sputtertargets nach einem der Ansprüche 1 bis 8 zur Abscheidung von hochtemperaturresistenteren Dünnschichten.
11. Verfahren zur Herstellung eines Sputtertargets, welches 0,3 bis 10 Gew.% einer Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung (La), Rest Molybdän (Mo) sowie unvermeidliche Verunreinigungen umfasst, auf pulvermetallurgischem Wege, **dadurch gekennzeichnet**, dass es mindestens die folgenden Schritte umfasst:
Mischen von Mo-Pulver und einer Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung in Pulverform zu einem Pulvergemisch;
Verdichten des Pulvergemisches durch Anwendung von Druck, Wärme oder Druck und Wärme zu einem Rohling,
dadurch gekennzeichnet, dass das Sputtertarget eine Mo-Phase und eine La-Phase aufweist, wobei eine durchschnittliche Korngröße der Mo-Körner in der Mo-Phase 1 bis 200 µm beträgt und das Sputtertarget eine isotrope Mikrostruktur aufweist.
12. Verfahren zur Herstellung eines Sputtertargets nach Anspruch 11, wobei die Sauerstoff-enthaltenden Lanthan-Verbindung über eine Kalzinierung erhalten wird.
13. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 11 und 12, wobei der Schritt des Verdichtens mittels Spark Plasma Sintern, Heißpressen oder heißisostatischen Pressen erfolgt.
14. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 11 bis 13, wobei der Schritt des Verdichtens bei Temperaturen zwischen 1000 bis 1800°C erfolgt.

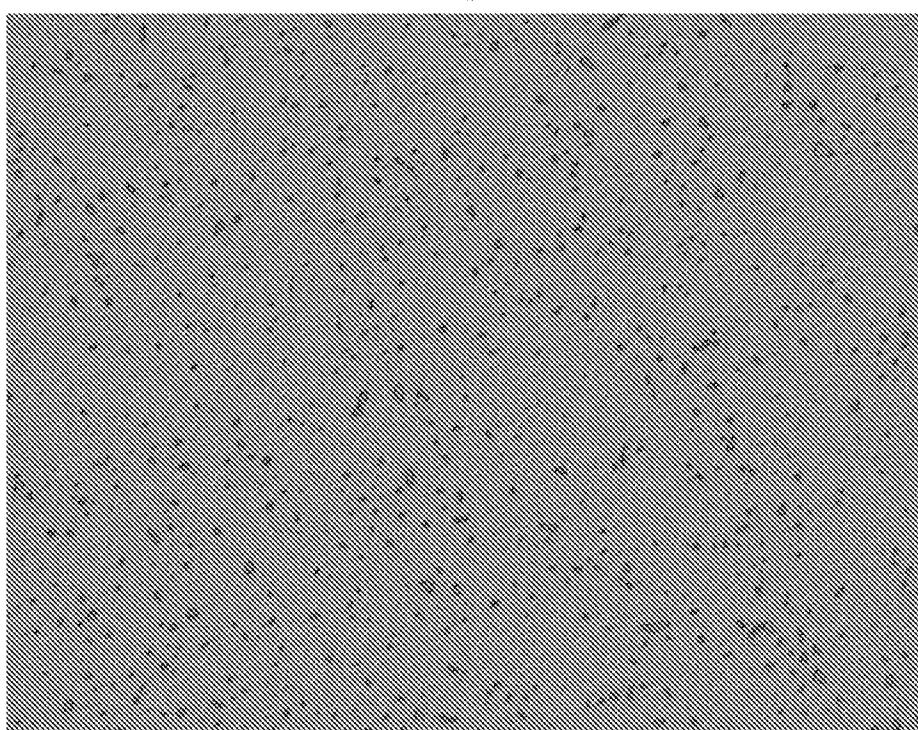
Hierzu 4 Blatt Zeichnungen

Fig. 1



20 µm

Fig. 2



50 µm

Fig. 3

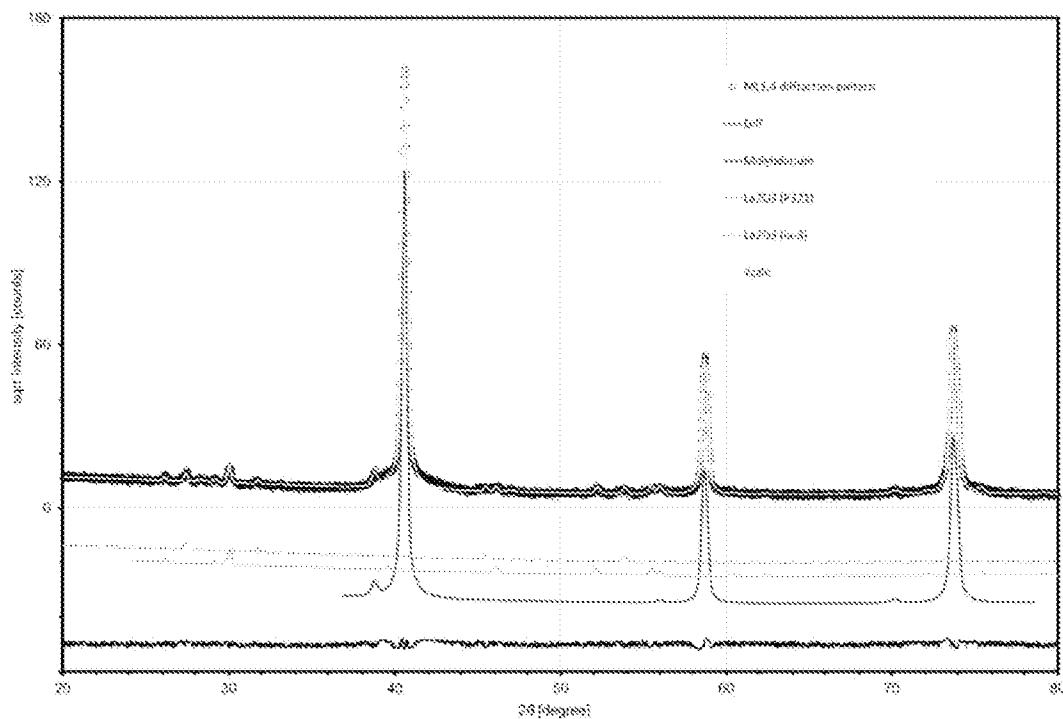


Fig. 4

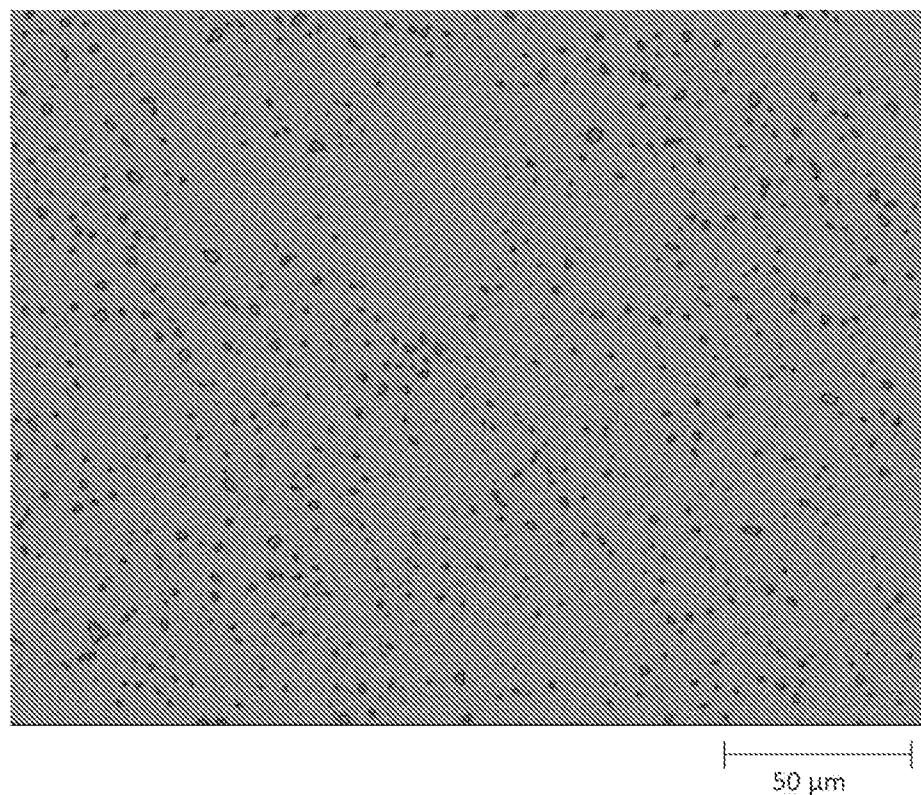


Fig. 5

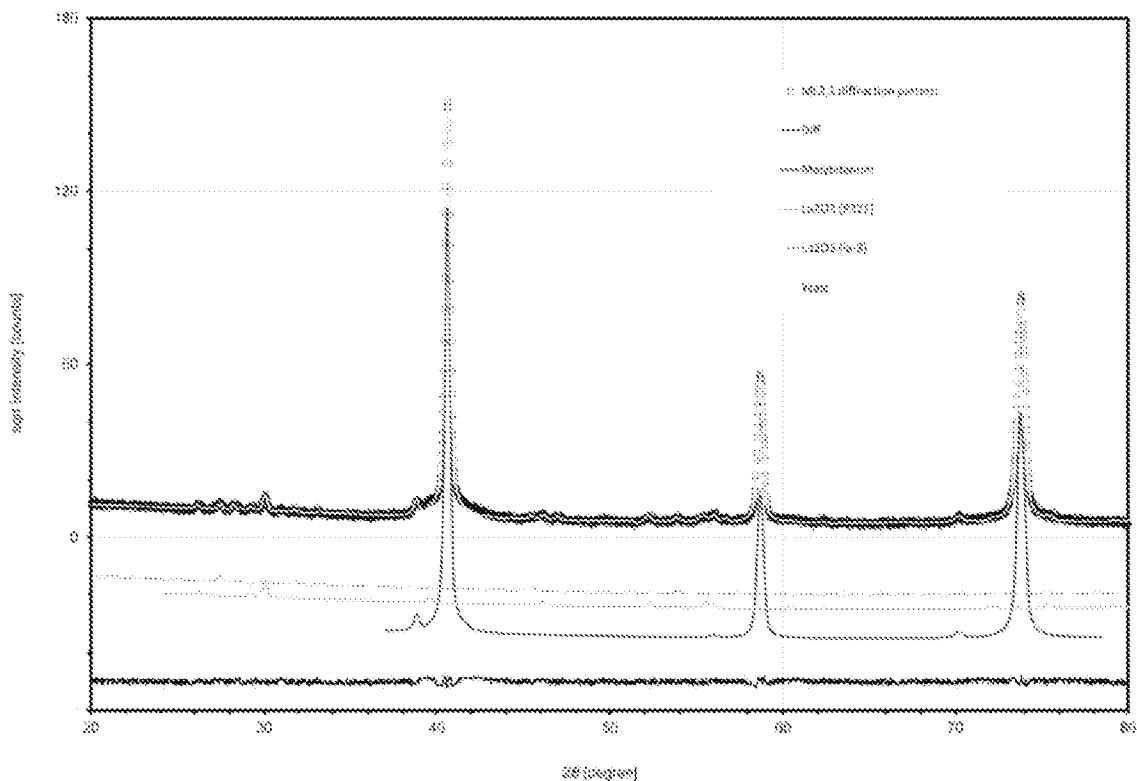


Fig. 6

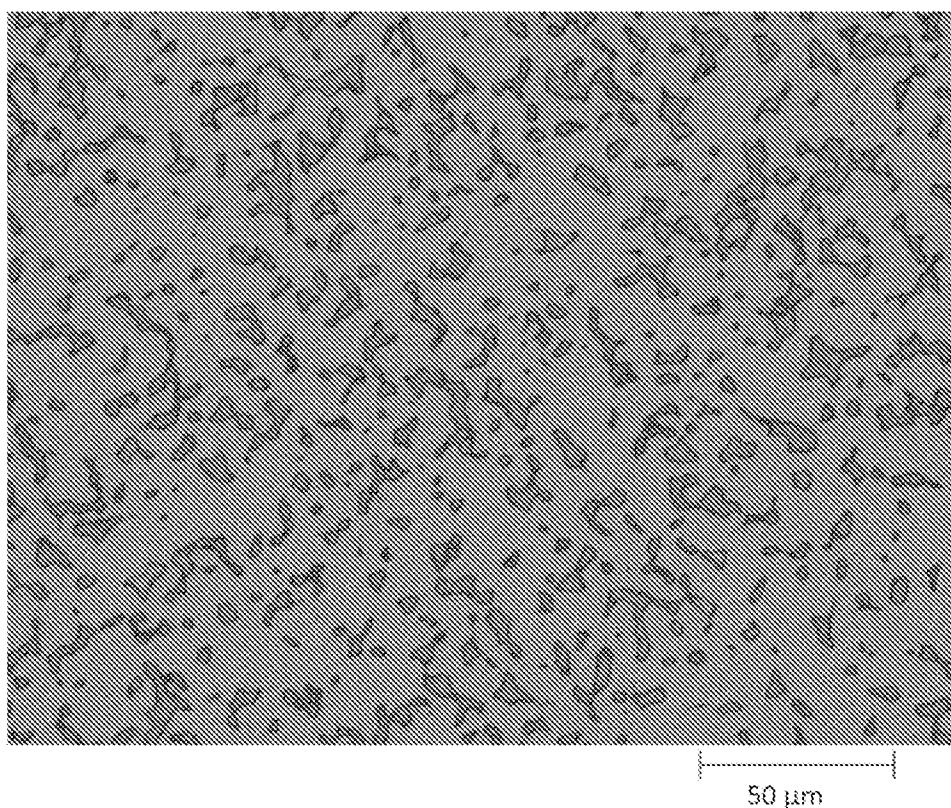
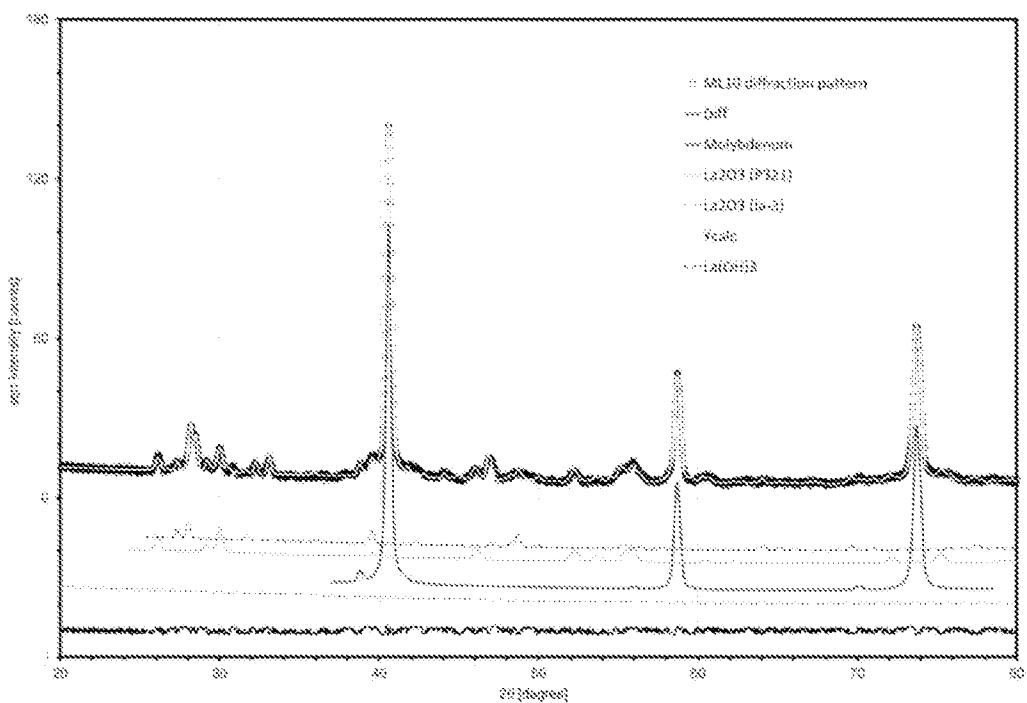


Fig. 7



<p>Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC: B22F 3/02 (2006.01); C22C 29/12 (2006.01); C22C 27/04 (2006.01); C22C 32/00 (2006.01); C08K 3/105 (2018.01); C23C 14/34 (2006.01); B33Y 30/00 (2015.01); B33Y 70/10 (2020.01); C08K 3/22 (2006.01)</p> <p>Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß CPC: B22F 3/02 (2013.01); C22C 29/12 (2013.01); C22C 27/04 (2013.01); C22C 32/0005 (2023.01); C08K 3/105 (2024.01); C23C 14/3414 (2013.01); B33Y 30/00 (2015.01); B33Y 70/10 (2023.05); B22F 2301/45 (2013.01); B22F 2302/25 (2013.01); C08K 2003/221 (2013.01); C08K 2003/2255</p> <p>Recherchierte Prüfstoff (Klassifikation): B22F, C22C, C08K, C23C, B33Y</p> <p>Konsultierte Online-Datenbank: EPODOC, WPI, Volltext-Patentdatenbanken EN und DE</p> <p>Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 19.06.2024 eingereichten Ansprüchen 1 - 14 erstellt.</p>		
Kategorie*)	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
A	US 2018187291 A1 (HASEGAWA HIROYUKI [JP], MATSUBARA NORIAKI [JP]) 05. Juli 2018 (05.07.2018) Beschreibung, [0009] - [0020], [0028]; Ansprüche 1, 8	1 - 14
A	DE 102010054148 A1 (HERAEUS GMBH W C [DE]) 06. Oktober 2011 (06.10.2011) Beschreibung, [0013], [0015], [0017] - [0019], [0022], [0029] - [0056]; Ansprüche 1 - 4, 9	1 - 14
A	US 2007172378 A1 (SHIBUYA TAKUJI [JP], TERAMOTO SHUICHI [JP], MATSUO SHIGERU [JP], SAKAGUCHI SHIGEYA [JP]) 26. Juli 2007 (26.07.2007) Beschreibung, [0013], [0019], [0041] - [0047], [0055] - [0072], [0093]; Ansprüche 1, 2, 8, 18	1 - 14
A	EP 1746173 A2 (HERAEUS INC [US]) 24. Januar 2007 (24.01.2007) Beschreibung, [0015], [0038], [0057] - [0059]; Fig. 4; Anspruch 1	1 - 14
Datum der Beendigung der Recherche: 09.10.2024		Seite 1 von 1
Prüfer(in): AIGNER Martin		
<p>*) Kategorien der angeführten Dokumente:</p> <p>X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfunderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.</p> <p>Y Veröffentlichung von Bedeutung: der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfunderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist.</p> <p>A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert.</p> <p>P Dokument, das von Bedeutung ist (Kategorien X oder Y), jedoch nach dem Prioritätstag der Anmeldung veröffentlicht wurde.</p> <p>E Dokument, das von besonderer Bedeutung ist (Kategorie X), aus dem ein „älteres Recht“ hervorgehen könnte (früheres Anmelde datum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen).</p> <p>& Veröffentlichung, die Mitglied der selben Patentfamilie ist.</p>		