

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum

Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
05. April 2018 (05.04.2018)

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2018/058158 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C23C 14/34 (2006.01) *B22F 3/15* (2006.01)
C23C 14/14 (2006.01) *C22C 1/04* (2006.01)

Gipsmühlstraße 14, 6600 Breitenwang (AT). **O'SULLIVAN, Michael**; Unterried 36b, 6600 Ehenbichl (AT).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/AT2017/000062

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): 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, JP, 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.

(22) Internationales Anmeldedatum:

08. September 2017 (08.09.2017)

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST,

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

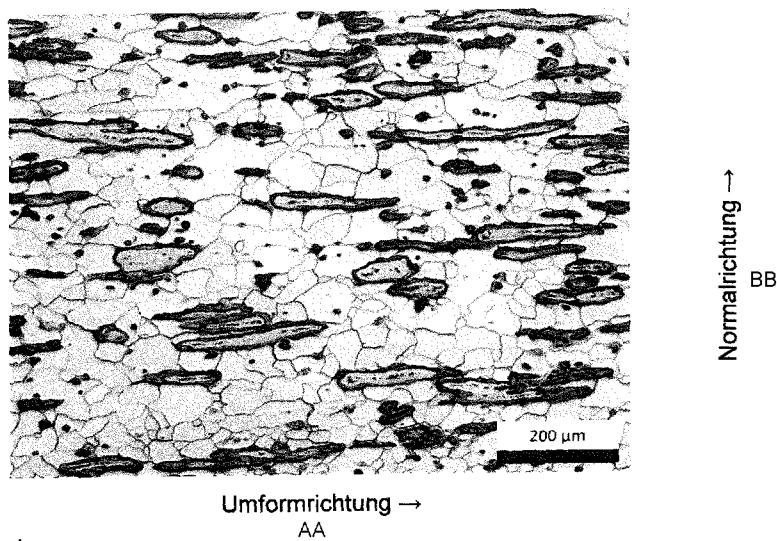
GM 229/2016 29. September 2016 (29.09.2016) AT

(71) Anmelder: PLANSEE SE [AT/AT]; Metallwerk-Plansee-Straße 71, 6600 Reutte (AT).

(72) Erfinder: EIDENBERGER-SCHOBER, Michael; Antoniusweg 9, 6600 Breitenwang (AT). WINKLER, Jörg;

(54) Title: SPUTTERING TARGET

(54) Bezeichnung: SPUTTERING TARGET



Figur 1

AA deformation direction
BB normal direction

(57) Abstract: The invention relates to a sputtering target which contains molybdenum and at least one metal of the group (tantalum, niobium), wherein the average content of the metal of the group (tantalum, niobium) is 5 to 15 at.% and the molybdenum content is ≥ 80 at.%. The sputtering target has at least one matrix with an average molybdenum content which is more than or equal to 92 at.% and particles which are embedded into the matrix and which are made of a mixed crystal containing at least one metal of the group (tantalum, niobium) and molybdenum with an average molybdenum content which is more than or equal to 15 at.%. The invention additionally relates to a method for producing a sputtering target.

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Sputtering Target das Molybdän sowie zumindest ein Metall aus der Gruppe

SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), europäisches (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).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht (Artikel 21 Absatz 3)

(Tantal, Niob) enthält, wobei der mittlere Gehalt des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) 5 bis 15 at% und der Molybdängehalt \geq 80 at% betragen. Das Sputtering Target weist zumindest eine Matrix mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 92 at% und in der Matrix eingebettete Partikel aus einem Mischkristall enthaltend zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) und Molybdän, mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 15 at% auf. Weiter betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines Sputtering Targets.

SPUTTERING TARGET

Die Erfindung betrifft ein Sputtering Target, das Molybdän (Mo) und zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) enthält, wobei der mittlere Gehalt des
5 zumindest einen Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) 5 bis 15 at% und der Mo-Gehalt \geq 80 at% betragen, sowie ein Verfahren zur Herstellung eines Sputtering Targets.

Das Sputtern, auch Kathodenerstreuung genannt, ist ein physikalischer
10 Vorgang, bei dem Atome aus einem Sputtering Target durch Beschuss mit energiereichen Ionen herausgelöst werden und in die Gasphase übergehen. Sputtering Targets aus die Molybdän und die Metalle Tantal (Ta) und/oder Niob (Nb) enthalten, sind beispielsweise aus der EP0285130A1, der JP2002327264A, der JP2005307226A oder der WO2015061816A1 bekannt.

15 Molybdänbasis Sputtering Targets die die Metalle Tantal und/oder Niob enthalten, werden beispielsweise für die Herstellung von Elektrodenschichten für Dünnschichttransistoren oder von Kontaktsschichten für Touch-Panels eingesetzt. Den steigenden Anforderungen in Hinblick auf Schichtqualität und -homogenität und dies in immer größer werdenden Abmessungen gerecht zu werden, ist Ziel zahlreicher Entwicklungsaktivitäten.

Bei einer Herstellung über heißisostatisches Pressen (hot isostatic pressing - HIP), wie beispielsweise in der JP2002327264A oder der JP2005307226A beschrieben, erfolgt das Verdichten einer Pulvermischung in einer Kanne.
25 Dabei können Gase wie beispielsweise in der Pulvermischung enthaltener Sauerstoff nicht oder nur unvollständig entweichen und es kann zur Bildung von unerwünschten Oxiden im Gefüge (der Mikrostruktur) des Sputtering Targets kommen. Zudem ist die Größe der mittels heißisostatischem Pressen (HIP)
30 fertigbaren Sputtering Targets durch die Größe der verfügbaren HIP Anlagen beschränkt. Diese Limitierung ist noch ausgeprägter, wenn direkt aus der Pulvermischung geHIppt wird, da dabei der Volumensschrumpf etwa 50 bis 70% betragen kann. Eine Herstellung über HIP hat weiter den Nachteil, dass dabei

beinahe keine Homogenisierung der Legierungselemente auftritt. Auch kann die Diffusion beispielsweise durch Oxide behindert sein.

- Eine Herstellung über Verdichten durch kaltisostatisches Pressen (cold isostatic pressing, CIP) und nachfolgendes Sintern (weitere Verdichtung bei hoher Temperatur aber ohne Druckbeaufschlagung) hat den Nachteil, dass sich dabei ein Mischkristall (in Fall der vorliegenden Erfindung eine Lösung von Molybdän und zumindest einem Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob)) bildet und die Umformbarkeit des Sputtering Targets durch die dabei auftretende
- 5 Mischkristallverfestigung stark reduziert wird. Dies wiederum schränkt die Herstellung von großformatigen Flachtargets sowie Rohrtargets mit größerer Länge drastisch ein.
- 10

- Beide Herstellverfahren bergen außerdem den Nachteil, dass es zu einer unerwünschten Kornvergrößerung kommen kann und damit die Homogenität des Sputterverhaltens am Sputtering Target nicht mehr in ausreichendem Maße gegeben ist. Dieser Effekt ist bei der Herstellung über CIP, Sintern und Umformen noch stärker ausgeprägt, da die dabei verwendeten Temperaturen höher sind und durch einen Umformschritt eine hohe Anzahl an Fehlstellen im
- 15
- 20 Gefüge induziert wird, wodurch Rekristallisation und unstetiges Kornwachstum begünstigt wird.

- Deshalb erfüllen bekannte Sputtering Targets nicht die weiter steigenden Anforderungen in Hinblick auf Schichthomogenität, Homogenität des Sputterverhaltens und Vermeidung unerwünschter lokaler Anschmelzungen.
- 25 Lokale Anschmelzungen werden beispielsweise durch Arc-Prozesse (lokale Ausbildung eines Lichtbogens) verursacht. Weiters ist es mit bekannten Methoden nicht möglich ausreichend großformatige Flachtargets sowie Rohrtargets mit größerer Länge, die jedoch zusätzlich ein feinkörniges und
- 30 homogenes Gefüge aufweisen, herzustellen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es also, ein Sputtering Target bereit zu stellen, das die zuvor beschriebenen Anforderungen erfüllt und/oder die zuvor beschriebenen Mängel nicht aufweist. Insbesondere ist es Aufgabe der

Erfindung ein Sputtering Target bereit zu stellen, mit dem eine sehr homogene Schicht, sowohl in Hinblick auf chemische Zusammensetzung, als auch Schichtdickenverteilung hergestellt werden kann und das nicht zu lokalen Anschmelzungen durch Arc-Prozesse neigt. Zudem soll das Sputtering Target
5 ein gleichmäßiges Sputterverhalten aufweisen. Unter gleichmäßigem Sputterverhalten wird dabei verstanden, dass sich die einzelnen Körner bzw. die einzelnen Bereiche des Sputtering Targets mit gleicher Geschwindigkeit abtragen lassen, so dass während des Sputtering-Prozesses keine Reliefstruktur im Bereich der abgesputterten Oberfläche entsteht. Zusätzlich soll
10 das Sputtering Target möglichst großformatig sein, das heißt es soll möglich sein, große Flächen beziehungsweise lange Rohre bereitzustellen.

Eine weitere Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines Herstellweges, der in einfacher und prozesskonstanter sowie kostengünstiger
15 Art und Weise die Fertigung eines Sputtering Targets erlaubt, das die zuvor genannten Eigenschaften aufweist.

Die Aufgabe wird durch die unabhängigen Ansprüche gelöst. Besondere Ausgestaltungsformen sind in den Unteransprüchen beschrieben.

20 Ein erfindungsgemäßes Sputtering Target enthält Molybdän sowie zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob), wobei der mittlere Gehalt des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) 5 bis 15 at% und der Molybdängehalt \geq 80 at% betragen. Das Sputtering Target weist zumindest die folgenden
25 Gefügebestandteile auf:

- eine Matrix mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 92 at%,
- in der Matrix eingebettete Partikel aus einem Mischkristall enthaltend Molybdän und zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 15 at%.

30 Ein mittlerer Gehalt des zumindest einen Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) unter 5 at% stellt eine geringere Herausforderung an die Mikrostruktur des Targets dar, da Sputtering Targets mit solch geringen Gehalten einfacher homogenisiert und auch einfacher umgeformt werden können (geringere

Mischkristallverfestigung). Jedoch ist das Korrosions- und Ätzverhalten einer von einem Sputtering Target mit einem Tantal- und/oder Niob-Gehalt von unter 5 at% noch nicht ausreichend günstig. Ebenso ist aber ein Tantal- und/oder Niobgehalt von mehr als 15 at% nicht angestrebt, da dieser nicht mehr zu einer weiteren Optimierung des Korrosions- bzw. Ätzverhaltens einer von einem entsprechenden Sputtering Target abgeschiedenen Schicht führt. Im Bereich des mittleren Gehaltes des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) von 5 bis 15 at% kann eine günstige Kombination aus gutem Korrosions- und Ätzverhalten und einer ausreichend geringen Mischkristallverfestigung erreicht werden.

Unter Gefüge ist im Rahmen der vorliegenden Erfindung die Mikrostruktur des Sputtering Targets zu verstehen, die auf einfache und für einen Fachmann übliche Weise anhand eines metallographischen Schliffes und der Begutachtung unter einem Licht- oder Rasterelektronenmikroskop analysiert werden kann.

Unter der Matrix wird im vorliegenden Fall eine sehr Molybdän-reiche Phase bezeichnet, in welcher Partikel einer Tantal- und/oder Niob-reichen Phase eingebettet sind. Die Matrix umgibt diese Partikel und bildet eine zusammenhängende Struktur, wohingegen die Partikel räumlich voneinander getrennt sind. Die Matrix weist einen mittleren Molybdängehalt von größer gleich 92 at% auf, welcher mittels EDX (Energiedispersive Röntgenspektroskopie (energy dispersive X-ray spectroscopy)) als Mittelwert aus 5 Punktanalysen gemessen wird. Bevorzugt ist der Molybdängehalt größer gleich 95 at%. Ein höherer Molybdängehalt bedeutet in den meisten Fällen auch einen geringeren Gehalt an Tantal und/oder Niob in der Matrix, was wiederum mit einer geringeren Mischkristallverfestigung und damit besserer Umformbarkeit einhergeht. Damit können einfacher großflächigere Sputtering Targets bzw. Rohrtargets mit größerer Länge hergestellt werden.

Die in der Matrix eingebetteten Partikel haben eine Mischkristall-Zusammensetzung aus zumindest einem Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) und Molybdän, wobei der mittlere Molybdängehalt größer gleich 15 at% ist.

In einem Partikel können mehrere kristallographische Körner – getrennt durch Korngrenzen – vorliegen. Unter Mischkristall wird eine feste Lösung mindestens zweier Elemente verstanden, die eine gemeinsame Kristallstruktur ausbilden.

Auch der mittlere Molybdängehalt der Partikel wird mittels EDX als Mittelwert

5 aus 5 Punktanalysen bestimmt. Ein mittlerer Molybdängehalt der Partikel von größer oder gleich 15 at% hat sich als besonders positiv für das

Sputterverhalten herausgestellt, und zwar in Bezug auf dessen Homogenität.

So kann festgestellt werden, dass der Abtrag von einem erfindungsgemäßen Sputtering Target, das Mischkristallpartikel mit einem Molybdängehalt von

10 größer oder gleich 15 at% aufweist, homogener erfolgt als von einem Sputtering Target mit reiner Mo-Phase und reiner Tantal-/Niobphase.

Das Gefüge des Sputtering Targets ist also zumindest zweiphasig, es können jedoch auch noch weitere zusätzliche Phasen, wie beispielsweise Oxide oder

15 Poren darin enthalten sein. Der Anteil solcher weiterer Phasen soll jedoch so gering wie möglich sein, da diese einen negativen Effekt auf das Sputterverhalten, insbesondere dessen Homogenität, haben können. So können Oxide beispielsweise das Auftreten von lokalen Anschmelzungen (Arcen) begünstigen.

20

Der mittlere Molybdängehalt der Partikel ist bevorzugt größer gleich 20 at%, noch weiter bevorzugt größer gleich 25 at%, da damit eine weitere Verbesserung des Sputterverhaltens (Homogenität) einhergeht.

25 Noch weiter bevorzugt ist es, wenn der Molybdängehalt der Partikel jedoch einen Wert von 50 at% nicht überschreitet. Mit einem Molybdängehalt der Partikel von kleiner gleich 50 at% ist die Kombination aus nur geringer Mischkristallverfestigung und damit guter Umformbarkeit und sehr homogenem Sputterverhalten am besten ausgeprägt.

30

Ein erfindungsgemäßes Sputtering Target weist weiter bevorzugt kein oder im Wesentlichen kein elementares Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) auf. Darunter ist zu verstehen, dass im Gefüge des Sputtering Targets keine, oder im Wesentlichen keine, Partikel vorliegen, die nur aus Tantal und/oder Niob

bestehen. Die Abwesenheit solcher elementarer Partikel kann einfach über Röntgendiffraktometrie (XRD, X-ray diffraction) über die Aufnahme eines XRD Spektrums an einem metallographischen Schliff bestätigt bzw.

- 5 nachgewiesen werden. Damit ist ein besonders homogener Sputterabtrag von einem erfindungsgemäßen Sputtering Target gewährleistet.

Weiters weist ein erfindungsgemäßes Sputtering Target bevorzugt eine Umformtextur auf. Eine Umformtextur entsteht bei einem Umformprozess, wie beispielsweise einem Walz-, Schmiede- oder Strangpressprozess. Durch einen
10 Umformprozess werden die kristallographischen Körner die im Sputtering Target vorliegen, bevorzugt in gleicher oder ähnlicher Orientierung zur Oberfläche des Sputtering Targets ausgerichtet. Eine Umformtextur bleibt auch bei einer Glühbehandlung nach dem Umformprozess, beispielsweise einer Erholungs- oder Rekristallisationsglühung, erhalten. Ein Sputtering Target das
15 eine Umformtextur aufweist zeigt ein weiter verbessertes, homogeneres Sputterverhalten, da die Abtragsrate auch von der kristallographischen Orientierung der einzelnen Körner abhängt. Besonders vorteilhaft ist es, wenn sowohl die Matrix als auch die Partikel die in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target vorliegen, folgende dominierende Orientierungen aufweisen:

- 20
- a. In Umformrichtung: (110)
 - b. In Normalrichtung: zumindest eine Orientierung der Gruppe (100) und (111).
- 25 Dabei ist unter der Umformrichtung (auf Englisch oft „rolling direction“) bei einem Walzprozess die Walzrichtung oder bei einem Radialschmiedeprozess die Richtung des Vorschubs zu verstehen. Unter Normalrichtung („normal direction“) ist die Stauchrichtung zu verstehen, also bei einem Walzprozess die Richtung der Flächennormale bzw. bei einem Radialschmiedeprozess die
30 Radialrichtung. Unter dominierend wird die Orientierung mit höchster Intensität verstanden. Typischerweise ist die Intensität dabei größer als das 1,5-fache, bevorzugt 2-fache der Untergrundintensität. Die Umformtextur wird mittels SEM (Scanning electron microscope / Rasterelektronenmikroskop) und EBSD (Electron backscatter diffraction / RückstreuElektronenbeugung) ermittelt. Die
35 Probe wird dazu in einem Winkel von 70° eingebaut. Der einfallende

Primärelektronenstrahl wird inelastisch an den Atomen der Probe gestreut. Wenn nun manche Elektronen so auf Gitterflächen treffen, dass die Bragg-Bedingung erfüllt ist, so kommt es zu konstruktiver Interferenz. Diese Verstärkung geschieht nun für alle Gitterflächen im Kristall, sodass das 5 entstehende Beugungsbild (engl.: electron backscatter pattern, auch Kikuchi-Pattern) alle Winkelbeziehungen im Kristall und somit auch die Kristallsymmetrie beinhaltet. Die Messung wird dabei unter den folgenden Bedingungen durchgeführt:

- Beschleunigungsspannung: 20 kV,
- 10 - Blende 120 µm,
- Arbeitsabstand 15 mm
- Hochstrommodus – aktiviert
- Gescannte Fläche: 800 x 800 µm².
- Indexschrittweite: 0,5 µm.

15 Weiter bevorzugt weisen die Partikel in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target ein mittleres Aspektverhältnis von größer oder gleich 2, noch weiter bevorzugt größer oder gleich 3, ganz besonders bevorzugt größer oder gleich 5 auf.

20 Das mittlere Aspektverhältnis kann in einfacher Weise an einer lichtmikroskopischen Aufnahme eines metallographischen Schliffs ausgemessen werden. Derartige mittlere Aspektverhältnisse sind vorteilhaft, da von solcherart ausgebildeten Partikeln ein übermäßiges bzw. unstetiges Kornwachstum der Matrix reduziert bzw. eingedämmt werden kann.

25 Es ist weiter besonders vorteilhaft, wenn im Gefüge des Sputtering Targets der mittlere Abstand zwischen den Partikeln senkrecht zur Umformrichtung (in Normalrichtung) kleiner gleich 250 µm, bevorzugt kleiner gleich 150 µm, weiter bevorzugt kleiner gleich 100 µm, noch weiter bevorzugt kleiner gleich 50 µm ist.

30 Dabei wird der Abstand jeweils zwischen den Partikelmittnen (senkrecht zur Umformrichtung) an einer lichtmikroskopischen Aufnahme eines metallographischen Schliffs ausgemessen. Dabei werden senkrecht zur Umformrichtung fünf Linien mit einer Länge von 780 µm in äquidistanten Abständen über eine lichtmikroskopische Aufnahme (1040 x 780 µm) gelegt.

Der mittlere Abstand zwischen den Partikeln, der in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target eingestellt werden kann, hängt natürlich auch vom Gehalt des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) ab. So ist der erreichbare mittlere Abstand bei einem Gehalt von 5 at% größer als bei 15 at% Metall aus der 5 Gruppe (Tantal, Niob). Der mittlere Abstand zwischen den Partikeln korreliert auch im Wesentlichen mit der maximalen mittleren Korngröße der Matrix.

Weiter vorteilhaft ist es auch wenn die Matrix in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target zumindest teilweise ein rekristallisiertes Gefüge aufweist. Ein 10 rekristallisiertes Gefüge entsteht durch den Abbau von Gitterfehlern (z.B. Versetzungen) sowie Keimbildung und Wachstum. Bei der der Rekristallisation bilden sich neue Körner. Zumindest teilweise rekristallisiert kann also bedeuten, dass die Matrix teilweise noch im umgeformten Zustand vorliegt, teilweise erholt (Umordnung von Gitterfehlern), teilweise rekristallisiert 15 bzw auch vollständig rekristallisiert vorliegt. Ein rekristallisiertes Gefüge zeigt nach wie vor die zuvor eingebrachte Umformtextur, weist aber feine globulitische Körner auf. Durch ein so ausgebildetes Gefüge können die Vorteile einer Vorzugsorientierung (gleichartige und bevorzugt sputternde Orientierungen parallel zur Sputteroberfläche des Sputtering Targets) mit 20 feinen, globulitischen Körnern (homogener Sputterabtrag) in optimaler Weise kombiniert werden. Durch eine zumindest teilweise rekristallisierte Matrix können auch in besonders vorteilhafter Weise Eigenspannungen im Material abgebaut werden. Dadurch kann während des Einsatzes eines erfindungsgemäßen Sputtering Targets der durch Absputtern von Material 25 insbesondere in Flachtargets entstehende Verzug reduziert oder sogar ganz vermieden werden. Es wird vermutet, dass ein derartiger Verzug durch Freiwerden von Spannungen entsteht.

Üblicherweise birgt ein rekristallisiertes Gefüge das Risiko unerwünschter 30 Kornvergrößerung, die in besonders unerwünschter Weise auch inhomogen sein kann (unstetiges Kornwachstum). In einem erfindungsgemäßen Sputtering Target, in dem zusätzlich zur Matrix auch noch Mischkristall-Partikel mit einem mittleren Molybdängehalt größer gleich 15 at% vorliegen, wird diese Kornvergrößerung weitestgehend unterdrückt. Die Partikel wirken dabei als

- Hindernisse für die bei einem Rekristallisationsvorgang wandernden Korngrenzen der Matrix. Besonders ausgeprägt ist dieser Effekt, wenn die Partikel eine wie oben beschriebene längliche Form mit entsprechendem mittlerem Aspektverhältnis aufweisen. Diese länglichen Partikel wirken wie „Zäune“ und behindern ein übermäßiges unerwünschtes Kornwachstum/Kornvergrößerung in besonders effizienter Weise. Damit kann ein optimiertes feinkörniges Gefüge erreicht werden, das zu einem besonders homogenen Sputterabtrag führt.
- 10 Weiters ist es vorteilhaft, wenn in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target die mittlere Korngröße der Matrix kleiner gleich 100 µm, bevorzugt kleiner gleich 60 µm ist. Die mittlere Korngröße kann einfach über ein Linienschnittverfahren an einer lichtmikroskopischen Aufnahme an einem metallographischen Längsschliff (Umformrichtung und Normalrichtung spannen die Bildebene auf) ausgewertet werden. Dafür wird der Längsschliff mittels Murakami-Ätzung präpariert um die Korngrenzen sichtbar zu machen. Bei 100facher Vergrößerung (Bildausschnitt 1040 x 780 µm) werden jeweils fünf Linien in äquidistanten Abständen von Bildrand zu Bildrand in das Bild gelegt und die Korngröße in beide Richtungen (Umform- und Normalrichtung) ausgemessen
- 15 und der Mittelwert genommen.
- Eine mittlere Korngröße von kleiner gleich 100 µm, bevorzugt 60 µm ist deswegen von Vorteil, weil damit ein im Vergleich zu grobkörnigeren Gefügen homogeneres Sputterverhalten erreicht werden kann.
- 20 Ebenso ist es besonders vorteilhaft, wenn in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target die Partikel zumindest teilweise ein rekristallisiertes Gefüge aufweisen. Die Umformtextur der Partikel bleibt hierbei ebenfalls erhalten, ebenso deren längliche Form, jedoch ist die Kornstruktur im Inneren der Partikel in diesem Fall zumindest teilweise fein und globulitisch. Damit kann die
- 25 Homogenität des Sputterabtrags noch weiter verbessert werden. Ganz besonders vorteilhaft ist es wenn in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target sowohl die Matrix als auch die Partikel ein zumindest teilweise rekristallisiertes Gefüge aufweisen.

In einem erfindungsgemäßen Sputtering Target beträgt bevorzugt der Sauerstoffgehalt $\leq 0,5$ at%, dies entspricht einem Wert von 800 wt ppm. Ein zu hoher Sauerstoffgehalt kann zur Bildung unerwünschter Oxide führen, die wiederum das Sputterverhalten negativ beeinflussen können. So können Oxide 5 beispielsweise das Auftreten von lokalen Anschmelzungen (Arcen) begünstigen.

Es ist also vorteilhaft wenn der Sauerstoffgehalt im erfindungsgemäßen Sputtering Target niedrig gehalten wird und somit einer Bildung unerwünschter 10 Oxide weitgehend vorgebeugt wird. Jedoch kann, insbesondere bei einer Herstellung über HIP, der Sauerstoff während der Konsolidierung nicht weiter abgebaut werden und ein gewisser Anteil an Oxiden bleibt im Gefüge des Sputtering Targets vorhanden. Da Oxide auch die Grenzflächen zwischen den im Gefüge vorhandenen Partikeln und der Matrix schwächen und damit die 15 Umformbarkeit reduzieren können, ist es weiter besonders vorteilhaft wenn diese Grenzflächen zwischen Matrix und Partikeln im Wesentlichen frei von Oxiden sind. In einem solchen Gefüge können jedoch Oxide im Inneren der Partikel vorliegen. Im Inneren der Partikel vorliegende Oxide führen zu keiner Verringerung der Umformbarkeit, sind also kein Hindernis für die Herstellung 20 großflächiger Targets oder langer Rohrtargets.

Die relative Dichte eines erfindungsgemäßen Sputtering Targets ist bevorzugt größer oder gleich 98,5 % der theoretischen Dichte. Es können also auch Poren im Gefüge des Sputtering Targets vorliegen, die Porosität ist aber bevorzugt 25 kleiner 1,5 %. Eine hohe relative Dichte in Verbindung mit einem niedrigen Sauerstoffgehalt gewährleistet ein besonders Arc-freies Sputtern. Die Bestimmung der Dichte folgt dem Prinzip des Archimedes, das die Beziehung zwischen Masse, Volumen und Dichte eines in Flüssigkeit eingetauchten Festkörpers beschreibt. Mit Hilfe der sogenannten Auftriebsmethode wird das 30 Gewicht, vermindert um die Auftriebskraft, bestimmt und daraus sowie aus dem Gewicht an Luft die relative Dichte berechnet. Unter relativer Dichte ist dabei die gemessene Dichte, bezogen auf die theoretische Dichte des jeweiligen Werkstoffs zu verstehen. Die theoretische Dichte eines Werkstoffs entspricht der Dichte von porenfreiem, 100 % dichtem Material.

In weiter vorteilhafter Weise besteht die Zusammensetzung des Sputtering Targets aus 5 bis 15 at% zumindest eines Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob), Rest Mo und typischen Verunreinigungen. Unter typischen Verunreinigungen versteht man sowohl Verunreinigungen, die üblicherweise bereits in den Rohstoffen zu finden sind oder auf den Herstellprozess zurückzuführen sind. Das Sputtering Target besteht in diesem Fall also aus einer binären Legierung Mo-Nb oder Mo-Ta. Gegenüber Legierungen mit zusätzlichen Bestandteilen oder Elementen haben solche Legierungen einen Kostenvorteil. Weiters ist die auftretende Mischkristallverfestigung meist geringer und damit die Umformbarkeit besser.

Besonders bevorzugt ist es, wenn das Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) in einem erfindungsgemäßen Sputtering Target Niob ist. Mo-Nb Legierungen weisen ein besonders günstiges Korrosions- und Ätzverhalten auf und sind zusätzlich kostengünstiger als Mo-Ta Legierungen.

Besonders bevorzugt ist es, wenn ein Sputtering Target gemäß der Erfindung als Rohrtargets ausgeführt ist. Mit einem Rohrtarget können größere Flächen beschichtet werden und die Materialausnutzung des Sputtering Targets im Sputterprozess ist höher.

Ein erfindungsgemäße Sputtering Target kann in besonders einfacher und prozesskonstanter Art und Weise hergestellt werden, wenn das Verfahren die folgenden Schritte umfasst:

- 25 i. Herstellen einer Pulvermischung enthaltend größer gleich 80 at% Mo sowie Pulver zumindest eines Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob), wobei der mittlere Gehalt des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) in der Pulvermischung 5 bis 15 at% beträgt;
- ii. Konsolidierung der Pulvermischung über HIP
- 30 iii. Zumindest ein Wärmebehandlungsschritt

Zur Vorbereitung des Konsolidierens über HIP wird die Pulvermischung in eine Kanne (typischerweise aus Stahl) gefüllt und diese verschlossen. Eine Konsolidierung über HIP (heißisostatisches Pressen) erfolgt typischerweise bei

Temperaturen von zwischen 1000 und 1600 °C und Drücken von zwischen 80 MPa und 200 MPa.

- Der zumindest eine Wärmebehandlungsschritt als Teil des erfinderischen
- 5 Verfahrens wird bei einer geeigneten Kombination aus Druck und Temperatur durchgeführt, sodass dabei das erfinderische Gefüge ausgebildet wird, also zumindest enthaltend eine Matrix mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 92 at% und in der Matrix eingebettete Partikel aus einem Mischkristall enthaltend zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) und
- 10 Molybdän, mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 15 at%. Dies wird durch gezielt hervorgerufene Interdiffusion von Molybdän und des mindestens einen Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) gewährleistet.

- Zusätzlich zu den genannten Verfahrensschritten können zusätzlich einer oder
- 15 mehrere Umformschritte erfolgen. Ein derartiger Umformschritt kann entweder zwischen (ii) Konsolidierung und (iii) Wärmebehandlung, nach (iii) der Wärmebehandlung oder auch sowohl vor und nach dieser stattfinden. Mit einem Umformschritt kann die Größe des Sputtering Targets beträchtlich erhöht werden und eine weitere Verdichtung erfolgen. Das Umformen kann
- 20 beispielsweise bei Flachtargets durch Walzen, bei Rohrtargets durch Strangpressen oder Schmieden erfolgen.

Der bevorzugte Umformgrad beträgt 45 bis 90%. Der Umformgrad ist dabei folgendermaßen definiert:

- 25 $(A_a - A_u) / A_a \times 100$ (in %)
- A_a ... Querschnittsfläche vor Umformung
- A_u ... Querschnittsfläche nach Umformung
- Bei Umformgraden < 45 % kann die Dichte des Sputtering Targets und Gleichmäßigkeit des Sputterverhaltens bereits ungünstig beeinflusst werden.
- 30 Umformgrade > 90 % können sich bereits ungünstig auf die Fertigungskosten auswirken. Die Umformtemperatur beträgt bevorzugt zumindest zeitweise 900°C bis 1.500°C. Unter zeitweise wird dabei verstanden, dass beispielsweise die ersten Umformschritte bei dieser Temperatur durchgeführt werden. Danach kann die Umformtemperatur auch unter 900°C betragen. Die Umformung kann

dabei sowohl in einem Schritt als auch in mehreren Schritten durchgeführt werden.

Bevorzugt findet der zumindest eine Wärmebehandlungsschritt in einem

- 5 Temperaturbereich von zwischen 1300°C und 1900°C statt. Bei Temperaturen unterhalb 1300°C sind die für die Ausbildung des erfindungsgemäßen Gefüges erforderlichen Prozesszeiten bereits relativ lang und daher weniger wirtschaftlich. Bei Temperaturen über 1900°C kann durch die sehr schnelle Interdiffusion bereits die Prozessstabilität reduziert sein. Beispielsweise ist es
10 möglich, dass dabei der Molybdängehalt in den Partikeln zu schnell ansteigt und damit eine zu starke Mischkristallverfestigung einhergeht. Weiter bevorzugt ist ein Temperaturbereich von zwischen 1450°C und 1750°C, in welchem eine besonders hohe Wirtschaftlichkeit und besonders vorteilhafte Gefügeausbildung erreicht werden kann.

15

Bevorzugt ist es auch wenn der zumindest eine Wärmebehandlungsschritt zwischen 1 und 10 h dauert. In diesem Zeitfenster ist eine besonders optimale Kombination aus Wirtschaftlichkeit und Prozessstabilität gegeben.

- 20 Durch die Anwendung der genannten Temperaturbereiche und Zeiträume wird in optimaler Weise gewährleistet, dass zumindest einer der folgenden Effekte erzielt wird:

- Sauerstoffabbau.
- Abtransport des Sauerstoffs und/oder von Oxiden von den Grenzflächen zwischen Matrix und Partikeln.
- "Einformen" von Oxiden, sprich eine Veränderung der Morphologie von scharfkantig zu rund.
- Ausbildung einer Matrix mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 92 at% und in der Matrix eingebettete Partikel aus einem Mischkristall enthaltend zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) und Molybdän, mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 15 at%.
- Rekristallisation der Matrix, der Partikel oder Matrix und Partikeln.

30

Weiter bevorzugt findet der zumindest eine Wärmebehandlungsschritt in reduzierender Atmosphäre, beispielsweise in Wasserstoff oder Formiergas, statt. Durch den Einsatz einer reduzierenden Atmosphäre kann der Sauerstoffgehalt weiter gesenkt werden. Alternativ möglich ist es, den 5 zumindest einen Wärmebehandlungsschritt in Vakuum oder inerter Atmosphäre (beispielsweise Ar) oder auch in Stickstoffatmosphäre durchzuführen.

Im Folgenden wird die Erfindung an Hand von zwei Herstellbeispielen exemplarisch erklärt:

10

Figur 1 zeigt einen geätzten (Murakami) Längsschliff eines erfindungsgemäßen Sputtering Targets. Umform- und Normalrichtung spannen die Bildebene auf und sind mit Pfeilen markiert.

15

Beispiel 1:

Für die Herstellung eines erfindungsgemäßen Sputtering Targets wurden folgende Pulver eingesetzt:

20

- Mo-Pulver mit einer Fisher-Partikelgröße von 4,7 µm, einem Sauerstoffgehalt von 0,035 wt% und einem Kohlenstoffgehalt von 0,0018 wt%
- Nb-Pulver mit einer Fisher-Partikelgröße von 7,8 µm, einem Sauerstoffgehalt von 0,19 wt% und einem Kohlenstoffgehalt von 0,05 wt%

25

Um vier Platten aus einer Molybdänlegierung mit 10 at% Niob (entspricht 9,71 wt% Niob) mit je 450 kg herzustellen, wurden 185 kg Niob-Pulver und 1615 kg Molybdän-Pulver in einem Zwangsmischer für 20 min vermengt. Die Pulvermischung wurde in Stahlkannen eingekannt und heißisostatisch gepresst 30 (HIP). Bei einer HIP Temperatur von 1200°C für 5h bei einem Druck von 100 MPa wurde eine vollständige Verdichtung des Pulvers erreicht.

Die gehärteten Platten wurden bei 1250°C auf einem Warmwalzgerüst mit einem Gesamtumformgrad von 84 % auf eine Länge von 2,5 m und eine Breite von

etwa 1m gewalzt. Die gewalzten Platten wurden danach in einem Ofen bei 1550°C für 3 h in Wasserstoffatmosphäre geglüht.

Aus den so hergestellten Sputtering Targets wurden Proben entnommen und mittels üblicher metallographischer Verfahren geschliffen, poliert und geätzt.

5

Für alle folgenden Analyseverfahren wurde aus jedem Sputtering Target eine Längsprobe (Umformrichtung und Normalrichtung spannen die Bildebene auf) entnommen, davon ein Bild mit einer Vergrößerung von 100-fach und einem Bildausschnitt 1040 µm x 780 µm gemacht und daraus jeweils die Mittelwerte bestimmt (in Figur 1 ist beispielhaft eine solcher Bildausschnitt gezeigt).

10

Für die Bestimmung des mittleren Molybdängehalts in den Partikeln bzw. in der Matrix wurde die Probe mittels EDX im Rasterelektronenmikroskop gemessen. In Tabelle 1 sind die mittleren Molybdängehalte der Partikel und der Matrix (bestimmt als Mittelwert aus jeweils fünf Messungen) dargestellt.

15

Tabelle 1

	Mo-Gehalt in Partikel	Mo-Gehalt in Matrix
Messpunkt 1	32,1 at%	95,5 at%
Messpunkt 2	21,4 at%	93,7 at%
Messpunkt 3	16,3 at%	92,3 at%
Messpunkt 4	29,2 at%	92,9 at%
Messpunkt 5	24,4 at%	94,1 at%
Mittelwert	24,7 at%	93,7 at%

Für die Bestimmung der Korngröße der Matrix wurde das Linienschnittverfahren mit je fünf Linien zu je 780 µm in äquidistanten Abständen in Umform- und Normalrichtung angewandt. Die Korngröße wurde aus dem Mittelwert der

20

beiden Richtungen und aus dem Mittelwert der vier Bilder (je eines pro Sputtering Target (Platte) berechnet und betrug 52 µm.

25

Als weiterer Parameter für das vorliegende Gefüge wurde das mittlere Aspektverhältnis der Mischkristall Partikel (in diesem Beispiel Nb-reiche Partikel) bestimmt. Dazu wurden alle Partikel die in Umformrichtung eine Ausdehnung von größer oder gleich 10 µm aufweisen in Umform- und

Normalrichtung vermessen und das Verhältnis aus den beiden Längen gebildet. Die Partikel waren im Mittel in Umformrichtung 144 µm und in Normalrichtung 22 µm was ein mittleres Aspektverhältnis von 6,4 ergibt.

- 5 Der Abstand zwischen den Nb-reichen Partikeln in Normalrichtung (senkrecht zur Umformrichtung) wurde ebenfalls mittels Linienschnittverfahren bestimmt. Dazu wurden fünf Linien je 780 µm Länge mit äquidistanten Abständen über das Bild gelegt und der mittlere Abstand zwischen den Partikeln (Partikelrand bis Partikelrand in Normalrichtung) mit 81 µm bestimmt.

10

Das Sputterverhalten der wie oben beschrieben hergestellten Sputtering Targets wurde durch Sputtersversuche bei Ar (Argon) - Drücken im Bereich von $2,5 \times 10^3$ bis 1×10^2 mbar und einer Leistung von 400 bzw. 800 Watt ermittelt. Als Substratmaterial wurde Kalknatronglas verwendet. Die Sputtering Targets 15 ließen sich ohne das Auftreten von Arc-Prozessen sputtern.

Beispiel 2:

Für die Herstellung eines rohrförmigen MoNb .Sputtering Targets wurden folgende Pulver eingesetzt:

- 20 – Mo-Pulver mit einer Fisher-Partikelgröße von 4,9 µm, einem Sauerstoffgehalt von 0,039 wt% und einem Kohlenstoffgehalt von 0,0022 wt%
- Nb-Pulver mit einer Fisher-Partikelgröße von 7,8 µm, einem Sauerstoffgehalt von 0,19 wt% und einem Kohlenstoffgehalt von 25 0,05 wt%

Um zwei Rohre aus einer Molybdänlegierung mit 10 at% Niob (entspricht 9,71 wt% Niob) mit 420 kg herzustellen, wurden 87 kg Niob-Pulver und 753 kg Molybdän-Pulver in einem Zwangsmischer für 20 min vermengt. Die

- 30 Pulvermischung wurde in rohrförmige Stahlkannen eingekannt, und heißisostatisch gepresst (HIP). Bei einer HIP Temperatur von 1250°C für 4 h bei einem Druck von 105 MPa wurde eine vollständige Verdichtung des Pulvers erreicht.

Die gehipten Rohre wurden entkannt und bei 1250°C auf einer Radialschmiedeanlage mit einem Umformgrad von 30% geschmiedet. Die geschmiedeten Rohre wurden anschließend bei 1500°C für 5 h gegläht und anschließend in einem zweiten Schmiedeschritt ein weiteres Mal mit 30%

- 5 Umformgrad bei 1200°C zu rohrförmigen Sputtering Targets mit einer Länge von 3 m geschmiedet.

Aus den beiden rohrförmigen Sputtering Targets wurde je eine Längsprobe (Umformrichtung/Richtung des Vorschubs und Normalrichtung/Radialrichtung spannen die Bildebene auf) entnommen und mittels üblicher metallographischer

- 10 Verfahren geschliffen, poliert und geätzt.

Für die Bestimmung des mittleren Molybdängehalts in den Partikeln bzw. in der Matrix wurde die Probe mittels EDX im Rasterelektronenmikroskop gemessen.

In Tabelle 2 sind die mittleren Molybdängehalte der Partikel und der Matrix

- 15 (bestimmt als Mittelwert aus jeweils fünf Messungen) dargestellt.

Tabelle 2

	Mo-Gehalt in Partikel	Mo-Gehalt in Matrix
Messpunkt 1	22,1 at%	98,6 at%
Messpunkt 2	14,3 at%	97,3 at%
Messpunkt 3	17,8 at%	95,5 at%
Messpunkt 4	19,2 at%	98,2 at%
Messpunkt 5	21,0 at%	99,1 at%
Mittelwert	18,9 at%	97,7 at%

Bei 100-facher Vergrößerung und einem Bildausschnitt von 1040 µm x 780 µm wurde die Korngröße der Matrix mittels Linienschnittverfahren bestimmt. Dabei

- 20 wurden je fünf Linien zu je 780µm in äquidistanten Abständen in Umform- und Normalrichtung verwendet. Die Korngröße wurde aus dem Mittelwert der beiden Richtungen und der beiden Proben gebildet und betrug 59 µm.

Als weiterer Parameter für das vorliegende Gefüge wurde das mittlere

- 25 Aspektverhältnis der Mischkristall Partikel (in diesem Beispiel Nb-reiche Partikel) bestimmt. Dazu wurden alle Partikel die in Umformrichtung eine

Ausdehnung von größer oder gleich 10 µm aufweisen in Umform- und Normalrichtung vermessen und das Verhältnis aus den beiden Längen gebildet. Die Partikel waren im Mittel in Umformrichtung 101 µm und in Normalrichtung 20 µm was ein mittleres Aspektverhältnis von 5 ergibt.

5

Der Abstand zwischen den Nb-reichen Partikeln in Normalrichtung (senkrecht zur Umformrichtung) wurde ebenfalls mittels Linienschnittverfahren bestimmt. Dazu wurden fünf Linien je 780 µm Länge mit äquidistanten Abständen über das Bild gelegt und der mittlere Abstand zwischen den Partikeln (Partikelrand bis Partikelrand) mit 97 µm bestimmt.

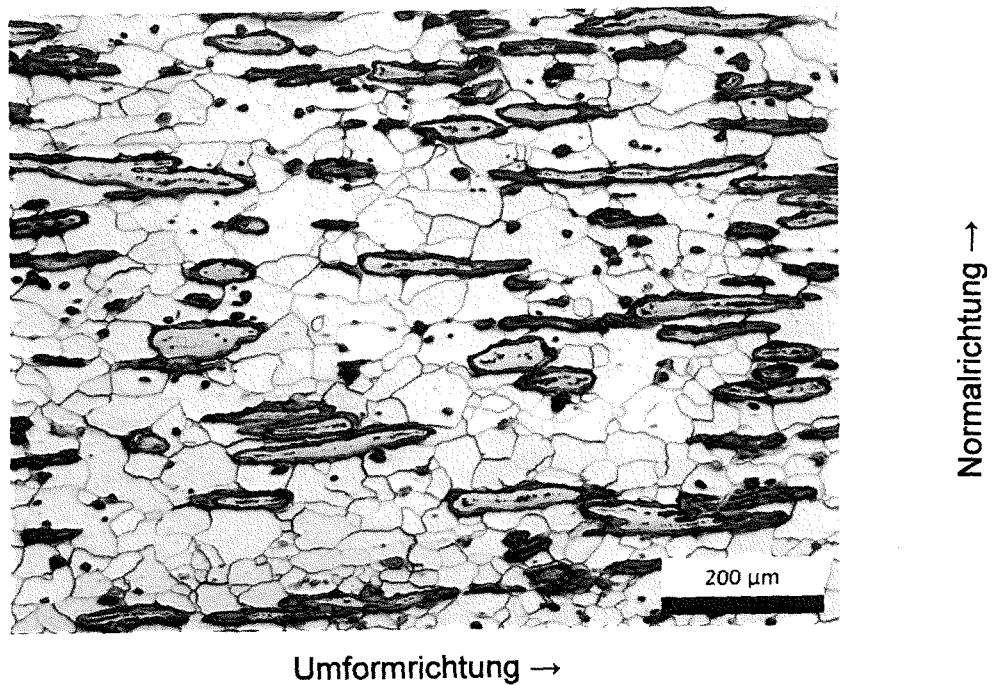
10

Patentansprüche

1. Sputtering Target, enthaltend Molybdän sowie zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob), wobei der mittlere Gehalt des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) 5 bis 15 at% und der Molybdängehalt \geq 80 at% betragen, dadurch gekennzeichnet, dass das Sputtering Target zumindest folgende Gefügebestandteile aufweist:
 - eine Matrix mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 92 at%,
 - in der Matrix eingebettete Partikel aus einem Mischkristall enthaltend zumindest ein Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) und Molybdän, mit einem mittleren Molybdängehalt von größer gleich 15 at%.
2. Sputtering Target nach Anspruch 1, wobei der mittlere Molybdängehalt der Partikel größer gleich 20 at%, weiter bevorzugt größer gleich 25 at% ist.
3. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei dieses eine Umformtextur aufweist in welcher die Matrix oder die Partikel oder sowohl die Matrix als auch die Partikel folgende dominierende Orientierungen aufweisen:
 - a. In Umformrichtung: (110)
 - b. In Normalrichtung: zumindest eine Orientierung der Gruppe (100) und (111).
4. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei die Partikel ein mittleres Aspektverhältnis von größer oder gleich 2, bevorzugt größer oder gleich 3, weiter bevorzugt größer oder gleich 5 aufweisen.
5. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei der mittlere Abstand zwischen den Partikeln senkrecht zur Umformrichtung kleiner gleich 250 µm, bevorzugt kleiner gleich 150 µm, weiter bevorzugt kleiner gleich 100 µm, noch weiter bevorzugt kleiner gleich 50 µm beträgt.
6. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei die Matrix zumindest teilweise ein rekristallisiertes Gefüge aufweist.

7. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei die mittlere Korngröße der Matrix kleiner gleich 100 µm, bevorzugt kleiner gleich 60 µm ist.
- 5 8. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei die Partikel zumindest teilweise ein rekristallisiertes Gefüge aufweisen.
9. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei dieses Grenzflächen zwischen Matrix und Partikeln aufweist, die im Wesentlichen frei von Oxiden sind.
- 10 10. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei dieses aus 5 bis 15 at% zumindest eines Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob), Rest Mo und typischen Verunreinigungen besteht.
- 15 11. Sputtering Target nach einem der vorangehenden Ansprüche, wobei das Metall aus der Gruppe (Tantal, Niob) Niob ist.
12. Verfahren zur Herstellung eines Sputtering Targets, dadurch gekennzeichnet, dass dieses die folgenden Schritte umfasst:
 - i. Herstellen einer Pulvermischung enthaltend größer gleich 80 at% Mo sowie Pulver zumindest eines Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob), wobei der mittlere Gehalt des Metalls aus der Gruppe (Tantal, Niob) in der Pulvermischung 5 bis 15 at% beträgt;
 - 25 ii. Konsolidierung der Pulvermischung über HIP
 - iii. Zumindest ein Wärmebehandlungsschritt
13. Verfahren nach Anspruch 12 wobei dieses zusätzlich zumindest einen Umformschritt enthält, der entweder zwischen (ii) Konsolidierung und (iii) Wärmebehandlung, nach (iii) der Wärmebehandlung oder auch sowohl vor und nach dieser stattfinden kann.
- 30 14. Verfahren nach Anspruch 12 oder 13, wobei der zumindest eine Wärmebehandlungsschritt in einem Temperaturbereich von zwischen 1300°C und 1900°C, bevorzugt zwischen 1450°C und 1750°C, stattfindet.
- 35 15. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 14, wobei der Wärmebehandlungsschritt zwischen 1 und 10 h dauert.

16. Verfahren nach einem der Ansprüche 12 bis 15, wobei der Wärmebehandlungsschritt in reduzierender Atmosphäre stattfindet.



Figur 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/AT2017/000062

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER	INV. C23C14/34	C23C14/14	B22F3/15	C22C1/04
ADD.				

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)

C23C B22F C22C

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

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

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2008 280570 A (HITACHI METALS LTD) 20 November 2008 (2008-11-20) paragraph [0021] - paragraph [0026] -----	1-16
X	US 2012/003486 A1 (ROZAK GARY ALAN [US] ET AL) 5 January 2012 (2012-01-05) paragraph [0117] - paragraph [0118]; figure 6 -----	1,2
A	WO 2015/061816 A1 (PLANSEE SE [AT]) 7 May 2015 (2015-05-07) cited in the application page 12, line 10 - page 13, line 16 -----	1-16
A	US 2014/134037 A1 (CHEN YUZH [CN]) 15 May 2014 (2014-05-15) paragraph [0027] ----- -/-	1-16

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

Date of mailing of the international search report

15 December 2017

03/01/2018

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Schuhmacher, Jörg

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/AT2017/000062

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 2016/203960 A1 (SUN SHUWEI [US] ET AL) 14 July 2016 (2016-07-14) paragraph [0112] -----	1-16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/AT2017/000062

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)			Publication date
JP 2008280570	A 20-11-2008	JP 4894008 B2 JP 2008280570 A			07-03-2012 20-11-2008
US 2012003486	A1 05-01-2012	CN 103154307 A CN 105018889 A EP 2588636 A1 JP 5751545 B2 JP 5933887 B2 JP 2013535571 A JP 2015061952 A JP 2016194159 A KR 20140001194 A KR 20170066710 A US 2012003486 A1 US 2014102880 A1 US 2015197845 A1 WO 2012002970 A1		12-06-2013 04-11-2015 08-05-2013 22-07-2015 15-06-2016 12-09-2013 02-04-2015 17-11-2016 06-01-2014 14-06-2017 05-01-2012 17-04-2014 16-07-2015 05-01-2012	
WO 2015061816	A1 07-05-2015	AT 13602 U2 CN 105683407 A DE 112014004949 A5 JP 2017502166 A SG 11201602431S A TW 201516160 A US 2016254128 A1 WO 2015061816 A1			15-04-2014 15-06-2016 14-07-2016 19-01-2017 28-04-2016 01-05-2015 01-09-2016 07-05-2015
US 2014134037	A1 15-05-2014	CN 102560383 A JP 5807119 B2 JP 2014529006 A KR 20140041695 A US 2014134037 A1 WO 2013104280 A2 WO 2013104295 A1			11-07-2012 10-11-2015 30-10-2014 04-04-2014 15-05-2014 18-07-2013 18-07-2013
US 2016203960	A1 14-07-2016	TW 201641702 A US 2016203960 A1 WO 2016115026 A2			01-12-2016 14-07-2016 21-07-2016

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/AT2017/000062

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES	INV. C23C14/34	C23C14/14	B22F3/15	C22C1/04
ADD.				

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

C23C B22F C22C

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	JP 2008 280570 A (HITACHI METALS LTD) 20. November 2008 (2008-11-20) Absatz [0021] - Absatz [0026] -----	1-16
X	US 2012/003486 A1 (ROZAK GARY ALAN [US] ET AL) 5. Januar 2012 (2012-01-05) Absatz [0117] - Absatz [0118]; Abbildung 6 -----	1,2
A	WO 2015/061816 A1 (PLANSEE SE [AT]) 7. Mai 2015 (2015-05-07) in der Anmeldung erwähnt Seite 12, Zeile 10 - Seite 13, Zeile 16 -----	1-16
A	US 2014/134037 A1 (CHEN YUZH [CN]) 15. Mai 2014 (2014-05-15) Absatz [0027] ----- -/-	1-16



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" frühere Anmeldung oder Patent, die bzw. das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldeatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldeatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldeatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

15. Dezember 2017

03/01/2018

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Schuhmacher, Jörg

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/AT2017/000062

C. (Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
A	US 2016/203960 A1 (SUN SHUWEI [US] ET AL) 14. Juli 2016 (2016-07-14) Absatz [0112] -----	1-16
1		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/AT2017/000062

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
JP 2008280570 A	20-11-2008	JP	4894008 B2	07-03-2012
		JP	2008280570 A	20-11-2008

US 2012003486 A1	05-01-2012	CN	103154307 A	12-06-2013
		CN	105018889 A	04-11-2015
		EP	2588636 A1	08-05-2013
		JP	5751545 B2	22-07-2015
		JP	5933887 B2	15-06-2016
		JP	2013535571 A	12-09-2013
		JP	2015061952 A	02-04-2015
		JP	2016194159 A	17-11-2016
		KR	20140001194 A	06-01-2014
		KR	20170066710 A	14-06-2017
		US	2012003486 A1	05-01-2012
		US	2014102880 A1	17-04-2014
		US	2015197845 A1	16-07-2015
		WO	2012002970 A1	05-01-2012

WO 2015061816 A1	07-05-2015	AT	13602 U2	15-04-2014
		CN	105683407 A	15-06-2016
		DE	112014004949 A5	14-07-2016
		JP	2017502166 A	19-01-2017
		SG	11201602431S A	28-04-2016
		TW	201516160 A	01-05-2015
		US	2016254128 A1	01-09-2016
		WO	2015061816 A1	07-05-2015

US 2014134037 A1	15-05-2014	CN	102560383 A	11-07-2012
		JP	5807119 B2	10-11-2015
		JP	2014529006 A	30-10-2014
		KR	20140041695 A	04-04-2014
		US	2014134037 A1	15-05-2014
		WO	2013104280 A2	18-07-2013
		WO	2013104295 A1	18-07-2013

US 2016203960 A1	14-07-2016	TW	201641702 A	01-12-2016
		US	2016203960 A1	14-07-2016
		WO	2016115026 A2	21-07-2016
