

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年10月11日(11.10.2018)



(10) 国際公開番号

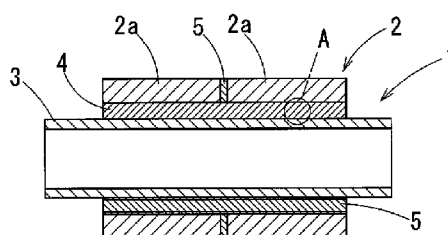
WO 2018/186385 A1

- (51) 国際特許分類:
C23C 14/34 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2018/014240
- (22) 国際出願日: 2018年4月3日(03.04.2018)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2017-076471 2017年4月7日(07.04.2017) JP
特願 2018-056467 2018年3月23日(23.03.2018) JP
- (71) 出願人: 三菱マテリアル株式会社 (MITSUBISHI MATERIALS CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008117 東京都千代田区大手町一丁目3番2号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 三島 昭史 (MISHIMA Akifumi); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2 -
- 6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP). 加藤 慎司 (KATO Shinji); 〒6691339 兵庫県三田市テクノパーク 1 2 - 6 三菱マテリアル株式会社 三田工場内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 松沼 泰史, 外 (MATSUNUMA Yasushi et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,

(54) Title: CYLINDRICAL SPUTTERING TARGET, AND PRODUCTION METHOD THEREFOR

(54) 発明の名称: 円筒型スパッタリングターゲット及びその製造方法

【図1】



(57) Abstract: The present invention includes: a surface treatment step in which a surface treating bonding material is applied to an inner circumferential surface, i.e. a bonding surface, of a cylindrical target (2), and/or an outer circumferential surface, i.e. a bonding surface, of a cylindrical backing tube (3), to form a surface treatment layer (11); and a bonding step which is performed after the surface treatment step, and in which a gap between the cylindrical target (2) and the backing tube (3) inserted into the cylindrical target is filled with a filling bonding material, and said filling bonding material is hardened. The melting point and the solidus temperature of the surface treating bonding material exceed the melting point and the solidus temperature of the filling bonding material.

(57) 要約: 円筒型ターゲット (2) の接合面である内周面と円筒型バックリングチューブ (3) の接合面である外周面との少なくとも一方に下地処理接合材を塗布して下地処理層 (11) を形成する下地処理工程と、下地処理工程の後、円筒型ターゲット (2) と該円筒型ターゲット内に挿入したバックリングチューブ (3) との間の隙間に充填用接合材を充填して固化する接合工程とを含み、下地処理接合材の融点または固相線温度が充填用接合材の融点または固相線温度を超えている。

【続葉有】

SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

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

添付公開書類:

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称：円筒型スパッタリングターゲット及びその製造方法 技術分野

[0001] 本発明は、スパッタリング装置に用いられる円筒型スパッタリングターゲット及びその製造方法に関する。

本願は、２０１７年４月７日に日本に出願された特願２０１７－０７６４７１号及び２０１８年３月２３日に日本に出願された特願２０１８－５６４６７号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 円筒型スパッタリングターゲットを回転させながらスパッタを行うスパッタリング装置が知られている。このスパッタリング装置に用いられる円筒型スパッタリングターゲットは、特許文献１又は特許文献２に示されるように、円筒型バックリングチューブの外周面に円筒型ターゲットの内周面を接合している。

この接合においては、接合面となる円筒型バックリングチューブの外周面及び円筒型ターゲットの内周面に下地処理として接合材と同じまたは類似の被膜を超音波ウェルダ（超音波はんだコテ）によるウェルダ処理にて形成し、その後、円筒型ターゲットに円筒型バックリングチューブを挿入して、両者の間に接合部のための隙間を設け、その隙間に接合材を供給して隙間を充填する接合方法が知られている。また、接合材としてインジウム（In）を用いることも知られている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献１：日本国特開２０１６－７４９７７号公報（Ａ）

特許文献２：日本国特開２０１４－３７６１９号公報（Ａ）

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] ところで、円筒型バックリングチューブと円筒側ターゲットとの接合は、これらバックリングチューブ及びターゲットの加熱、下地処理接合材による下地処理、その冷却、ターゲットへのバックリングチューブの挿入、両者の間に接合材用隙間形成、組み立て、ターゲット及びバックリングチューブの再加熱、接合材の隙間への充填、冷却という一連のプロセスが必要である。

ここでターゲットとバックリングチューブの下地処理について説明すると、下地処理はターゲット及びバックリングチューブを下地処理接合材の融点以上に加熱し、超音波はんだコテを用い、バックリングチューブの外周面及びターゲットの内周面へ下地処理接合材を塗布する工程である。

[0005] ターゲット及びバックリングチューブの下地処理接合材の表面は、下地処理後の冷却及び両者の隙間へ接合材を充填するための接合前の再加熱により、表面酸化が進行する。

この下地処理接合材の表面の酸化膜の形成により、充填する接合材と下地処理接合材との接触が阻害され、接合不良が生じやすく、接合後の超音波探傷検査において所定の接合面積率が確保できず、製品の品質が不合格となることがある。

このような品質が不合格となったスパッタリングターゲットは、全体を加熱して接合材を融解させた後、ターゲットをバックリングチューブから取り外し、再度、接合をやり直す作業が必要となる。一方、スパッタされる基板の大型化に伴い、円筒型ターゲットは長尺化しており、接合強度の向上も望まれている。

[0006] 本発明は、このような事情に鑑み、下地処理した接合材表面の酸化膜による接合不良の発生を防止、接合のやり直し作業を低減して歩留まりを向上させ、かつターゲットとバックリングチューブとの接合強度を高めることを目的としている。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の一態様である円筒型スパッタリングターゲットの製造方法（以下、「本発明の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法」と称する）は、

円筒型バックリングチューブの外周面と円筒型ターゲットの内周面とを接合面とし、接合面間に設けた隙間を接合材で充填し接合する円筒型スパッタリングターゲットの製造方法であって、前記円筒型ターゲットの接合面である内周面と前記円筒型バックリングチューブの接合面である外周面との少なくとも一方に下地処理接合材を塗布して下地処理層を形成する下地処理工程と、下地処理工程の後、前記円筒型ターゲットと該円筒型ターゲット内に挿入した前記バックリングチューブとの間の隙間に充填用接合材を充填して固化する接合工程とを含み、前記下地処理接合材の融点または固相線温度が前記充填用接合材の融点または固相線温度を超えている。

[0008] この製造方法において、下地処理工程で形成される下地処理層は、下地処理接合材塗布後の冷却中及び接合工程に際しての加熱中に表面が酸化され、酸化膜を形成する。この下地処理接合材の融点又は固相線温度が、充填用接合材の融点又は液相線温度より高い場合、接合時の温度を両者の中間温度に設定することができる。この温度設定により下地処理接合材は、充填用接合材を充填するための加熱工程において、固相状態で加熱されているため酸化が抑制され、接合不良が低減する。

[0009] 本発明の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法において、前記下地処理接合材は錫含有量が90質量%以上の純錫又は錫合金であり、前記充填用接合材はインジウム含有量が85質量%以上の純インジウム又はインジウム合金であるとよい。

[0010] この製造方法では、接合工程における接合温度をインジウムの融点（約157℃）以上、下地処理接合材の融点以下とすることで、接合工程時の加熱中において、下地処理層の表面が溶融することが無いので、接合前の加熱による下地処理層表面の酸化を抑制することができる。また、充填用接合材と下地処理接合材とが接合界面において接すると、錫とインジウムとの共晶反応の効果で濡れ性が向上し、接合不良を低減することができる。また接合不良が低減するさらなる理由としては、下地処理層表面の酸化膜は錫の酸化物であることから、充填用接合材に比べ密度が小さく、このため、円筒型ターゲ

ットと円筒型バックリングチューブとの隙間に溶融状態の充填用接合材を充填中に、下地処理層表面から剥がれた酸化膜が溶融部の上に浮上することが挙げられる。この効果により、接合完了後も充填接合材中に酸化物が残留しにくくなる。

この場合、前記充填用接合材は、錫を15質量%以下含むインジウム合金であるとよい。

[0011] 本発明の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法において、前記下地処理工程又は前記接合工程の少なくともいずれかを不活性雰囲気にて実施するとよい。

不活性雰囲気により酸化を極力防止することができ、接合強度のさらなる向上を図ることができる。この場合、下地処理工程では、少なくとも下地処理接合材の塗布開始から冷却完了までの間、また、接合工程では、少なくとも加熱開始から充填用接合材の充填完了までの間で、不活性雰囲気に維持されればよい。

本発明の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法において、前記接合工程は、前記円筒型ターゲットと、該円筒型ターゲット内に挿入した前記バックリングチューブと、を前記充填用接合材の融点または固相線温度以上、前記下地処理接合材の融点または固相線温度未満の温度で再加熱する再加熱工程を備えても良い。

[0012] 本発明の他態様の円筒型スパッタリングターゲット（以下、「本発明の円筒型スパッタリングターゲット」と称する）は、円筒型ターゲット内に円筒型バックリングチューブが挿入され、円筒型バックリングチューブの外周面と円筒型ターゲットの内周面との間にインジウムと錫を含む接合部が形成されており、前記円筒型バックリングチューブの中心軸に対し垂直な前記接合部の断面において、円筒型ターゲットと前記接合部との接合界面及び円筒型バックリングチューブと前記接合部との接合界面のうちの少なくとも一方の接合界面から接合部内部へ10 μ mの厚さの範囲内の錫濃度をS1質量%とし、前記接合部の厚さ方向の中央部の錫濃度をS2質量%としたとき、（S1／S2

) ≥ 1.5 である。

[0013] 円筒型ターゲットと円筒型バックリングチューブとを接合する場合、両者の間に接合材を充填する前に、円筒型ターゲットの内周面と円筒型バックリングチューブの外周面との少なくとも一方に予め錫を主成分とする下地処理材を塗布しておくことが行われるが、接合後の接合部に、厚さ方向に錫の濃度勾配が上述のように生じていると、下地処理層が接合部になじんだ状態となっており、接合強度が向上する。この場合、 $(S1/S2)$ が 1.5 未満であると、接合部の接合力が低下し、スパッタリング中に円筒型バックリングチューブ上で円筒型ターゲットがずれる可能性がある。

発明の効果

[0014] 本発明によれば、下地処理した接合材表面の酸化膜による接合不良の発生を防止、接合のやり直し作業を低減して歩留まりを向上させ、かつターゲットとバックリングチューブとの接合強度を高めることができる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本発明の実施形態の円筒型スパッタリングターゲットの縦断面図である。

[図2]図1の横断面図である。

[図3]図1のAで示す部分の拡大断面図及び接合部の断面における成分プロファイルの模式図である。

[図4]円筒型スパッタリングターゲットの製造方法の第1実施形態を説明するフローチャートである。

[図5]第1実施形態の製造方法における製造途中の状態を示す縦断面図である。

[図6]円筒型スパッタリングターゲットの製造方法の第2実施形態を説明するフローチャートである。

[図7A]第2実施形態の製造方法における製造途中の状態を示す縦断面図である。

[図7B]第2実施形態の製造方法における製造途中の状態を示す縦断面図であ

る。

発明を実施するための形態

[0016] 以下、本発明に係る円筒型スパッタリングターゲット及びその製造方法の実施形態を、図面を参照しながら説明する。

円筒型スパッタリングターゲット1は、図1及び図2に示すように、円筒型ターゲット2内に円筒型バックリングチューブ3が挿入され、これら円筒型ターゲット2の内周面と円筒型バックリングチューブ3の外周面との間が接合部4を介して接合されている。この場合、円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3とは中心軸が一致した状態で配置される。

[0017] 円筒型ターゲット2及び円筒型バックリングチューブ3の材料や寸法は特に限定されない。例えば、円筒型ターゲット2は、銅(Cu)、銀(Ag)、チタン(Ti)等の金属、シリコン(Si)、アルミニウムをドーブした酸化亜鉛(AZO)等のセラミックスなどからなる内径134mm～137mmの筒状部材を用いることができる。例えば、円筒型バックリングチューブ3は、チタン(Ti)、ステンレス鋼(SUS)、または銅あるいは銅合金からなる外径133mm～136mm、長さ1m～3mの筒状部材を用いることができる。この場合、円筒型ターゲット2は、長さ30cm程度の短尺のターゲット材2aを、パッキン5を介して複数連結した状態で円筒型バックリングチューブ3の外周に配置される。パッキン5は、接合材冷却工程中、接合材が凝固固化後、100℃以上となった時点で除去される。円筒型ターゲット2内に円筒型バックリングチューブ3を挿入した状態で、両者の間に半径方向に0.5mm～2mmの隙間が形成される。なお、この隙間には、後述するように隙間保持のためのスペーサ6が挿入され、このスペーサ6とともに円筒型ターゲット2及び円筒型バックリングチューブ3とが接合部4により一体化している。

[0018] 接合部4は、例えば、インジウム含有量が85質量%以上の純インジウム又はインジウム合金であり、錫が15質量%以下含まれる。この場合、円筒型スパッタリングターゲット1は後述するように下地処理工程後に接合工程

を経て製造されるため、接合部4において、図3に示すようにインジウム（I n）と錫（S n）との濃度勾配が厚さ方向に生じており、円筒型ターゲット2と接合部4との接合界面及び円筒型バックリングチューブ3と接合部4との接合界面から接合部4内部へ10 μmの厚さの範囲内（図3の位置P 1）の錫濃度（平均値）をS 1質量%とし、接合部4の厚さ方向の中央部（接合部4の厚さをTとしたときに接合界面からT／2の位置（図3の位置P 2））の錫濃度をS 2質量%としたとき、 $(S 1 / S 2) \geq 1.5$ とされる。

特に限定されないが、接合部4に含まれるインジウムの位置P 2での含有量の上限値は、（99.99）質量%である。同様に特に限定されないが、接合部4の位置P 2での好ましいインジウム含有量は、90.00質量%～（99.97質量%であり、より好ましくは95.00質量%～99.95質量%である。

特に限定されないが、接合部4に含まれる錫の位置P 2での含有量の下限値は0.01質量%である。同様に特に限定されないが、好ましい接合部4に含まれる錫の含有量は0.1質量%～5.0質量%であり、より好ましくは0.2質量%～1.0質量%である。

特に限定されないが、 $S 1 / S 2$ の上限値は1500である。同様に特に限定されないが、好ましい $S 1 / S 2$ の範囲は $5 \leq (S 1 / S 2) < 1000$ であり、さらに好ましくは $20 \leq (S 1 / S 2) < 1000$ である。

[0019] <円筒型スパッタリングターゲットの製造方法>

次に、円筒型スパッタリングターゲット1の製造方法について、その第1実施形態を説明する。この第1実施形態では、図4のフローチャートに示すように、円筒型バックリングチューブ3及び円筒型ターゲット2の加熱工程、下地処理接合材による下地処理工程、下地処理接合材冷却工程、円筒型ターゲット2への円筒型バックリングチューブ3の挿入および両者の間に接合材用隙間を形成した状態に組み立てる組立工程、円筒型ターゲット2及び円筒型バックリングチューブ3の再加熱工程、充填用接合材を隙間に充填する接合材充填工程、そして接合材冷却工程の順に施される。以下、工程順に説明する

。

[0020] (加熱工程)

円筒型ターゲット2及び円筒型バックグチューブ3を加熱し、これらの接合面となる円筒型ターゲット2の内周面及び円筒型バックグチューブ3の外周面を下地処理接合材の融点（又は液相線温度）以上の温度に加熱する。例えば下地処理接合材として純錫（純度：99.8質量%以上）を用いる場合には232℃以上に加熱する。

[0021] (下地処理工程)

加熱工程において加熱状態とした円筒型ターゲット2の内周面及び円筒型バックグチューブ3の外周面に、それぞれ溶融状態の下地処理接合材を塗り込む。この場合、ヒータを搭載した超音波はんだコテ（図示略）で超音波振動を加えながら下地処理接合材を塗り込むことにより、円筒型ターゲット2の内周面及び円筒型バックグチューブ3の外周面における汚れや酸化膜の除去などが促進され、これらの表面に下地処理接合材をなじませることができる。下地処理接合材としては、純錫、又は錫含有量が90質量%以上の錫合金が用いられる。

錫合金としては、15質量%以下のインジウムを含有するインジウム錫合金が好適である。インジウム添加量が15質量%を越える錫合金は、融点（液相線温度）が180℃以下となり、接合の際の加熱により接合表面での酸化が進行し、接合部に酸化膜が巻込まれ接合強度が低下するおそれがある。

特に限定されないが、下地処理接合材の錫含有量の上限値は100質量%である。同様に特に限定されないが、好ましい下地処理接合材の錫含有量は90質量%～100質量%であり、より好ましくは95質量%～100質量%である。

下地処理接合材として、その他に、0.7質量%以下の銅（例えばSn-0.7Cuの合金）を含有する銅錫合金、9質量%以下の亜鉛を含有する錫亜鉛合金、3.5質量%以下の銀を含有する銀錫合金なども用いることができる。

この下地処理工程はアルゴン、窒素等の不活性雰囲気にて実施すると、下地処理接合材によって形成される下地処理層の表面の酸化を抑制することができる。この不活性雰囲気は、少なくとも、下地処理材の塗布開始から、次の下地処理接合材冷却工程において下地処理接合材の冷却が完了するまでの間、維持するとよい。

[0022] (下地処理接合材冷却工程)

下地処理接合材を塗布した円筒型ターゲット2及び円筒型バックグチューブ3を常温(20℃)まで冷却して、下地処理接合材を固化する。これにより、円筒型ターゲット2の内周面及び円筒型バックグチューブの外周面に下地処理層11が形成された状態となる。この下地処理層11の厚さとしては特に限定されるものではないが、10μm以上200μm以下が適切である。下地処理層11の厚さが10μm未満の場合は、円筒型ターゲット2及び円筒型バックグチューブ3に下地処理接合材を十分になじませることが難しく、また、円筒型ターゲット2および円筒型バックグチューブ3の素材表面が露出しやすくなり、その後に充填用接合材を充填した際に接合不良を生じやすくなる。下地処理層11の厚さが200μmを越えると、下地処理後に重力により接合材が下方に集積し、組立時において円筒型ターゲット2に円筒型バックグチューブ3を通すことができなくなり、製造が困難となることがある。

特に限定されないが、より好ましい下地処理層11の厚さは30μm~150μmであり、さらにより好ましくは50μm~100μmである。

なお、この下地処理接合材冷却工程において、固化した後の下地処理層11の表面の酸化物を室温において機械的に除去することとしてもよい。あるいは、下地処理層11表面の酸化物に、酸化物の下に接合材までに達する傷を付けることとしてもよい。このように下地処理層11の表面の酸化物を室温において、全部あるいは一部除去することにより、接合材充填工程において下地処理接合材と充填用接合材とのなじみがさらに良好となる。

[0023] (組立工程)

図5に示すように、まず、円筒型バックリングチューブ3の端部を配置可能な凹部13aを有する固定台13に、その凹部13aを囲むように円筒型ターゲット2を載置する。次に、円筒型ターゲット2内に円筒型バックリングチューブ3を挿入し、これらの間に周方向に一定の隙間をあけた状態で同軸上に配置する。周方向に一定の隙間とするために、円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3との間にスペーサ6を配置する。このスペーサ6としては、銅又はステンレス鋼等の金属からなるワイヤが好適であり、円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3との間の隙間に応じた外径のものを用いる。このスペーサ6を隙間の周方向に等間隔で複数本、例えば3本挿入することにより、円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3とを周方向に一定の隙間で同軸上に配置する。

[0024] (再加熱工程)

前述のように組み立てられた円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3とをヒータ(図示略)により加熱し、充填用接合材の融点(又は液相線温度)以上で、下地処理接合材の融点(又は固相線温度)以下の温度に設定する。このように、円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3とを充填用接合材の融点(又は液相線温度)以上で、下地処理接合材の融点(又は固相線温度)以下の温度に加熱することにより、下地処理層11は溶融することがなく、加熱による酸化を抑制することができる。

特に限定されないが、好ましい再加熱過程の温度は145℃以上200℃未満であり、より好ましくは160℃以上180℃未満である。

同様に、好ましい再加熱過程の加熱時間は10分間～3時間であり、より好ましくは30分間～2時間である。

[0025] (接合材充填工程)

加熱状態の円筒型ターゲット2と円筒型バックリングチューブ3とを上下方向に沿って配置し、その隙間の下端部をパッキン5によって閉塞した状態で、隙間の上方から図5の矢印Bで示すように溶融状態の充填用接合材を充填する。充填用接合材は、スペーサ6により保持された隙間の下部に溜まり、

徐々に上部に向かって充填される。隙間の上端には、隙間からあふれる充填用接合材を受けるための受皿 12 を設けておき、この受皿 12 に充填用接合材があふれるまで充填する。

[0026] この充填用接合材としては、錫を 15 質量%以下含有するインジウム合金が好適である。充填用接合材としての錫濃度が 15 質量%を越えるインジウム合金は、錫濃度が 15 質量%を越え 79 質量%以下では融点が 140℃未満に下がり、スパッタ中において円筒型ターゲット 2 からの伝導熱により軟化し円筒型ターゲット 2 が円筒型バックリングチューブ 3 上で動いてずれる可能性がある。また、79 質量%以上では固相線と液相線との温度差から、充填用接合材が凝固する際に引巣に伴う接合不良が生じやすい。

この充填用接合材を円筒型ターゲット 2 と円筒型バックリングチューブ 3 との間の隙間に充填すると、前述したように下地処理層 11 の主成分は錫であり、充填用接合材の主成分はインジウムであることから、これら錫とインジウムとが共晶反応の効果で濡れ性が向上する。また、下地処理層表面の酸化物は錫の酸化物であるから、充填用接合材に比べて密度が小さく、隙間の最上端で接合材を溢れさせることにより、酸化物を浮上させて隙間から除去することができる。このため、接合部に酸化物が残留しにくい。

充填用接合材としては、前述したインジウム合金だけでなく、下地処理接合材との組み合わせとして、表 1 のものを適用できる。

[0027] [表1]

	下地処理接合材	充填用接合材
1	純 Sn (純度 99.99 質量%以上)	純 In (純度 99.9 質量%以上)
2	In : 0 ~ 15 質量%、残部 : Sn	Sn : 0 ~ 15 質量%、残部 : In
3	Cu : 0.7 質量%以下、残部 : Sn	純 In (純度 99.9 質量%以上)
4	Zn : 0 ~ 9 質量%、残部 : Sn	純 In (純度 99.9 質量%以上)
5	Ag : 0 ~ 3.5 質量%、残部 : Sn	純 In (純度 99.9 質量%以上)

[0028] 表 1 に示す組み合わせとすることにより、下地処理接合材の融点が充填用接合材の融点より高く設定され、接合温度を両者の中間領域に設定可能となり、接合不良に伴うやり直し作業が低減し、さらに接合強度の向上を発揮す

ることができる。

また、接合材及び酸化物の密度については表 2 に示す通りである。

[0029] [表2]

接合材	密度 (g / c m ³)
I n (ただし、融点での液体密度)	7.02
S n (ただし、融点での液体密度)	6.99
酸化インジウム (I n ₂ O ₃)	7.18
酸化錫 (S n O ₂)	6.85

[0030] 表 2 に示すように、下地処理接合材として錫 (S n) を用い、充填用接合材としてインジウム (I n) を用いることにより、下地処理層の表面に形成される酸化膜 (酸化錫) の密度は、インジウムの密度より小さいものとなる。したがって、円筒型ターゲット 2 と円筒型バックグチューブ 3 との隙間にインジウムからなる充填用接合材を充填することにより、下地処理層の表面の酸化錫を浮上させて除去することが可能である

[0031] なお、再加熱工程、接合材充填工程 (少なくとも充填完了までの間) は不活性雰囲気にて実施することにより、接合材の酸化を抑制し、さらなる接合強度の向上が可能となる。

[0032] (接合材冷却工程)

円筒型ターゲット 2 と円筒型バックグチューブ 3 との隙間に充填用接合材を充填した後、これを冷却して固化させ、不要な付着物等を除去して清掃することにより、円筒型ターゲット 2 と円筒型バックグチューブ 3 とが接合部 4 により一体化した円筒型スパッタリングターゲット 1 が完成する。

この円筒型スパッタリングターゲット 1 は、錫を主成分とする下地処理層 11 を形成した後に、インジウムを主成分とする充填用接合材で一体化したものであるため、接合部 4 には、前述したように、その厚さ方向に錫とインジウムとの濃度勾配が生じている。また、下地処理層 11 表面の酸化物の残留が抑制されているので、下地処理層 11 が接合部 4 になじんで一体化しており、接合不良が低減し、接合強度を向上させることができる。

[0033] この場合、円筒型ターゲット 2 と接合部 4 との接合界面及び円筒型バック

ングチューブ3と接合部4との接合界面から接合部4内部へ $10\mu\text{m}$ の厚さの範囲内の錫濃度をS1質量%とし、接合部の厚さ方向の中央部の錫濃度をS2質量%としたとき、 $(S1/S2) \geq 1.5$ とされる。 $(S1/S2) < 1.5$ であると、接合部4の接合力が低下し、スパッタリング中に円筒型バックングチューブ3上で円筒型ターゲット2がずれる可能性がある。

[0034] なお、前述の実施形態では、円筒型ターゲット2と円筒型バックングチューブ3とを同軸上に組み立てた後に、その隙間の上方から溶融した充填用接合材を供給したが、特許文献2記載の方法と同様の方法で充填してもよい。

その場合のフローチャートを図6に示す。(加熱工程)から(下地処理接合材冷却工程)までは、前述した第1実施形態の製造方法の場合と同様である。その後、円筒型ターゲット2を載置する固定台13に代えて、溶融状態の充填用接合材を溜める凹部を有する治具を用いて、この治具14の上に、凹部15の真上に配置されるように円筒型ターゲット2を、パッキン5を介して垂直に支持する。また、治具14の凹部15にて接合材を加熱し、予め溶融状態で溜めておく(接合材溶融工程)。そして、図7Aに示すように、下端部をダミー栓16によって閉塞状態とした円筒型バックングチューブ3を円筒型ターゲット2内に挿入し、円筒型ターゲット2と円筒型バックングチューブ3とをヒータ(図示略)により加熱し、充填用接合材の融点(又は液相線温度)以上で、下地処理接合材の融点(又は固相線温度)以下の温度に設定する(再加熱工程)。次に、この円筒型バックングチューブ3と円筒型ターゲット2との間の隙間に、溶融状態の充填用接合材Fを下方から徐々に充填する。図7Bに示すように、円筒型ターゲット2の上端の受皿12に充填用接合材Fがあふれ出したら充填完了である(接合材充填工程)。この実施形態では、接合材充填工程が、円筒型ターゲット2と円筒型バックングチューブ3とを組み立てる工程でもある。

[0035] なお、前述の実施形態では、円筒型ターゲット2の内周面と円筒型バックングチューブ3の外周面との両方に下地処理接合材を塗布したが、いずれかの表面が充填用接合材と濡れやすい状態であれば、その表面については下地

処理接合材の塗布を省略してもよい。

実施例

[0036] <実施例 1>

ボロン（B）をドーピングしたシリコン（Si）の円筒型ターゲット（比抵抗 $0.05 \Omega \cdot \text{cm}$ 、内径：137 mm、外径：157 mm、長さ：200 mm、以下Si-TGと称す）を10ピース、純チタン（Ti）製の円筒型バックリングチューブ（内径：125 mm、外径：135 mm、長さ：600 mm、以下Ti-BTと称す）を5本準備した。

Si-TGは外周面を、マントルヒーターを用いて、Si-TGの内周面温度が240～260℃に達するまで加熱した。250℃前後に温度を保持し、純錫（Sn）を下地処理接合材として、大気雰囲気中にてSi-TGの内周面に超音波はんだコテで下地処理した後、常温まで冷却した。

Ti-BTは、内周面に熱風を循環させTi-BTの外周面温度が240～260℃に達するまで加熱する。250℃前後に温度を保持し、純錫（Sn）を下地処理接合材として、大気雰囲気中にてTi-BTの外周面に超音波はんだコテにて下地処理し、常温まで冷却した。

下地処理後、Si-TGを2ピースずつTi-BTの所定の位置に配置した。円筒型ターゲット間は接合材充填中に接合材が漏れないように、耐熱性のフッ素樹脂製のパッキン（厚さが約0.6 mm）を挟んだ。尚、Ti-BTとSi-TGとの組立は、直径：0.6 mm銅製ワイヤ（スペーサ）を約120°の間隔で3か所挿入し、Si-TGとTi-BTとの間に接合材充填用の隙間を形成した。

隙間形成後の接合材の充填は、大気中にてSi-TGの外周面をマントルヒーターにて加熱しTi-BTの内周面温度を180℃前後に保持した後、特開2014-37619号に示す方法（図6、図7A及び図7Bに示す方法）で純インジウム（In）を接合材として下部から上部に向かって充填した。最上部では接合材を溢れさせ、酸化物を浮上させた。同様の工程を用い、No. 1～5の計5本の円筒型スパッタリングターゲットを製造した。

冷却後、超音波探傷検査装置により接合面積率を計測した。接合面積率は、 $S_i - TG$ と $T_i - BT$ との接合面の総面積に対して、接合不良個所を除いた接合済面積の比率である。接合面積率が95%以上であった場合、合格と評価した。この場合、1回の接合で合格とならなかった場合は、接合材を融解して除去した後、再度接合し直し、接合面積率を計測した。

[0037] また、No. 1の試料より、直径：20mmの接合部を含む接合強度測定用試料を任意の位置から半径方向に20個採取し引張試験に供した。20個の強度の平均値をもって接合部の引張強度とした。

また、No. 1の試料から断面組織観察用試料を作成し、倍率2000倍にて接合界面を観察した。 $T_i - BT$ の接合界面および $S_i - TG$ の接合界面のそれぞれから約 $10\mu m$ の範囲内（図3のP1点）で、ビーム径：約 $1\mu m$ にて錫（Sn）濃度をEPMAで定量分析を実施した。この場合、 $T_i - BT$ の接合界面側をBT側界面、 $S_i - TG$ の接合界面側をTG界面とし、BT側界面付近のP1点の錫濃度をSB、TG側界面付近のP1点の錫濃度をSTとし、これらの平均値 $(ST + SB) / 2$ をS1とした。さらに、同じ試料の中で充填用接合材の中心部（各接合界面から約0.5mmの位置：図3のP2点）の錫（Sn）濃度（S2）をEPMAにて定量分析し、 $S1 / S2$ を求めた。

[0038] <実施例2>

下地処理接合材として、Sn-1重量%In（No. 6、融点224℃）、Sn-5重量%In（No. 7、融点215℃）、Sn-10重量%In（No. 8、融点200℃）を用い、下地処理温度をそれぞれ240℃、230℃、および215℃とする以外は実施例1と同様な方法で円筒型スパッタリングターゲットを製造し、冷却後超音波探傷検査装置により接合面積率を計測した。また超音波探傷検査終了後、実施例1と同様に接合強度測定用試料および断面観察用試料を作成し、引っ張り試験およびEPMAによる錫（Sn）濃度の定量分析を実施した。

[0039] <実施例3>

下地処理接合材として、 $\text{Sn}-3.5$ 重量% Ag (No. 9、融点 221°C)、 $\text{Sn}-9$ 重量% Zn (No. 10、融点 198°C)、 $\text{Sn}-0.7$ 重量% Cu (No. 11、融点 227°C)を用い、下地処理温度をそれぞれ 240°C 、 215°C 、および 240°C とする以外は実施例1と同様な方法で円筒型スパッタリングターゲットを製造し、冷却後超音波探傷検査装置により接合面積率を計測した。また超音波探傷検査終了後、実施例1と同様に接合強度測定用試料および断面観察用試料を作成し、引っ張り試験およびEPMAによる錫(Sn)濃度の定量分析を実施した。

[0040] <実施例4>

充填用接合材として、 $\text{In}-5$ 重量% Sn (No. 12、融点 150°C)、 $\text{In}-10$ 重量% Sn (No. 13、融点 144°C)、 $\text{In}-15$ 重量% Sn (No. 14、融点 140°C)を用い、接合温度をそれぞれ 165°C 、 160°C 、および 155°C とする以外は実施例1と同様な方法で円筒型ターゲットを製造し、冷却後超音波探傷検査装置により接合面積率を計測する。また超音波探傷検査終了後、実施例1と同様に接合強度測定用試料および断面観察用試料を作成し、引っ張り試験およびEPMAによる錫(Sn)濃度の定量分析を実施した。

[0041] <実施例5>

下地処理工程および／または接合工程を窒素雰囲気とする以外は、実施例1と同様な方法で円筒型スパッタリングターゲット3本 (No. 15～17) を製造した。

冷却後、超音波探傷検査装置により接合面積率を計測した。

また、No. 15の試料より、実施例1と同様に接合強度測定用試料および断面観察用試料を作成し、引っ張り試験およびEPMAによる錫(Sn)濃度の定量分析を実施した。

[0042] <従来例>

Si-TGの外周面を、マントルヒーターを用いて加熱し、Si-TGの外周面温度を 180°C 前後に温度を保持し、純インジウム(In)を下地処

理接合材として、大気中にてS i - T Gの内周面に超音波はんだコテにて下地処理した。

T i - B Tは、内周面に熱風を循環させT i - B Tの外周面温度も180℃前後に温度を保持し、純インジウム（I n）を下地処理接合材として、T i - B Tの外周面に超音波はんだコテにて下地処理した。

下地処理後、S i - T Gを1個ずつT i - B Tの所定の位置に挿入した。円筒型ターゲット間は接合中に接合材が漏れないように、耐熱性のフッ素樹脂製のパッキン（約0.6mm）を挟んだ。尚、T i - B TとS i - T Gとの組立は、直径：0.6mm銅製ワイヤ（スペーサ）を約120°の間隔で3か所挿入し、S i - T GとT i - B Tとの間に接合材充填用の隙間を形成した。

隙間形成後の接合材の充填は、S i - T Gの外周面をマントルヒーターにて加熱しT i - B Tの内周面温度を180℃前後に保持した後、特開2014-37619号に示す方法（図6、図7A及び図7Bに示す方法）で純インジウム（I n）を接合材として下部から上部に向かって充填した。最上部では接合材を溢れさせ、酸化物を浮上させた。同様の工程を用い、5本の円筒型ターゲットを製造した（No. 18～No. 22）。

冷却後、超音波探傷検査装置により接合面積率を計測した。

また、No. 18の試料から直径：20mmの接合部を含む接合強度測定用サンプルを任意の位置から20個作成し引っ張り試験に供した。

[0043] <比較例>

S i - T G、T i - B Tとも、下地処理接合材として、S n - 20重量% I n（No. 23、融点136℃）、S n - 30重量% I n（No. 24、融点125℃）を用い、下地処理温度をそれぞれ160℃、および135℃とする以外は実施例1と同様な方法で円筒型ターゲットを製造し、冷却後超音波探傷検査装置により接合面積率を計測した。また超音波探傷検査終了後、実施例1と同様に接合強度測定用試料および断面観察用試料を作成し、引っ張り試験およびE P M Aによる錫（S n）濃度の定量分析を実施した。

[0044] 各試料の製造条件及び接合率については表 3 に、引張強度及び錫濃度分析の結果については表 4 に示す。表 3 において、接合率は 95 %以上を合格とした。

なお、表 3 において、下地処理接合材が合金の場合の融点は、固相線温度または共晶点を示し、充填用接合材が合金の場合の融点は液相線温度を示している。表 3 に記載される製造条件のうち、下地処理工程の雰囲気及び充填工程の雰囲気については、採用された雰囲気を「チェックマーク」で示し、非採用の雰囲気を、適用不可を意味する「N/A」(Not Applicable)で示している。

[0045]

[表3]

	No.	下地処理接合材		下地処理工程の雰囲気		充填用接合材		充填工程の雰囲気		接合率と検査可否		1回の製造での合格率
		組成(質量%)	融点(°C)	大気	窒素	組成(質量%)	融点(°C)	大気	窒素	%	可否	
実施例1	1	純Sn	232	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	98	合	100
	2	純Sn	232	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	99	合	
	3	純Sn	232	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	99	合	
	4	純Sn	232	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	97	合	
	5	純Sn	232	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	98	合	
実施例2	6	In-99%Sn	224	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	98	合	100
	7	In-95%Sn	215	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	97	合	
	8	In-90%Sn	200	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	99	合	
	9	Sn-3.5%Ag	221	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	98	合	
実施例3	10	Sn-9%Zn	198	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	98	合	100
	11	Sn-0.7%Cu	227	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	99	合	
実施例4	12	純Sn	232	✓	N/A	In-5%Sn	152	✓	N/A	98	合	100
	13	純Sn	232	✓	N/A	In-10%Sn	147	✓	N/A	99	合	
	14	純Sn	232	✓	N/A	In-15%Sn	145	✓	N/A	98	合	
	15	純Sn	232	N/A	✓	純In	157	N/A	✓	100	合	
実施例5	16	純Sn	232	✓	N/A	純In	157	✓	✓	100	合	100
	17	純Sn	232	N/A	✓	純In	157	✓	N/A	100	合	
従来例	18	純In	157	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	99	合	80
	19	純In	157	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	94	否	
	20	純In	157	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	97	合	
	21	純In	157	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	95	合	
	22	純In	157	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	98	合	
	23	In-20%Sn	136	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	93	否	
比較例	24	In-30%Sn	125	✓	N/A	純In	157	✓	N/A	92	否	0

[表4]

	No.	接合強度	接合断面Sn濃度(質量%)				
		MPa	TG側界面(ST)	BT側界面(SB)	平均S1% ((ST+SB)/2)	接合中央部 S2%	S1/S2
実施例1	1	8.1	53.2	51.6	52.4	<0.5	≥1.5
実施例2	6	8.2	50.3	50.5	50.4	<0.5	≥1.5
	7	8.2	47.6	48.2	47.9	<0.5	≥1.5
	8	8.1	45.5	46.1	45.8	<0.5	≥1.5
実施例3	9	8.3	32.7	30.3	31.5	<0.5	≥1.5
	10	8.3	35.4	34.9	35.2	<0.5	≥1.5
	11	8.2	51.1	50.8	51.0	<0.5	≥1.5
実施例4	12	8.2	42.4	43.3	42.9	5.1	8.4
	13	8.3	41.8	42.2	42.0	10.3	4.1
	14	8.2	24.7	24.3	24.5	15.3	1.6
実施例5	15	8.8	49.0	51.0	50.0	<0.5	≥1.5
従来例	18	5.3					
比較例	23	4.1	0.2	0.3	0.25	0.2	1.3
	24	3.6	0.2	0.2	0.20	0.2	1.0

[0046] 表3の結果からわかるように、下地処理接合材よりも融点の低い充填用接合材を用いることにより、接合率（面積率）が95%以上と高いものであった。従来例においても、95%以上の接合率を得られたものがあるが、2回以上接合をやり直した結果であり、1回の接合で95%以上の合格となったものは80%であった。これに対して実施例のものは1回の接合で95%以上の接合率がすべての試料で得られており、従来例に比べて歩留まりが優れていることがわかる。その中でも、下地処理工程又は接合材充填工程を不活性雰囲気で行ったものは、特に接合率が高かった。

また、表4に示されるように、下地処理接合材の錫含有量が90質量%以上で、充填用接合材のインジウム含有量が85質量%以上であると、接合部の錫濃度分布（S1/S2）が1.5以上となり、高い接合強度を得られている。

産業上の利用可能性

[0047] 高品質の円筒型スパッタリングターゲットを効率良く生産することができるようになる。

符号の説明

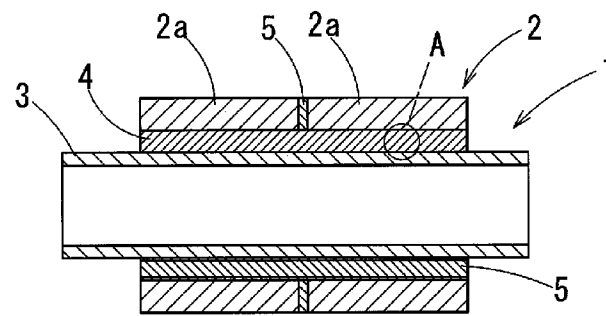
- [0048]
- 1 円筒型スパッタリングターゲット
 - 2 円筒型ターゲット
 - 2 a ターゲット材
 - 3 円筒型バックリングチューブ
 - 4 接合部
 - 5 パッキン
 - 6 スペーサ
 - 1 1 下地処理層
 - 1 2 受皿
 - 1 3 固定台
 - 1 4 治具
 - 1 5 凹部
 - 1 6 ダミー栓

請求の範囲

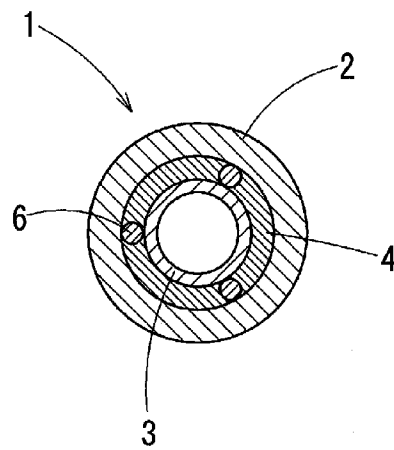
- [請求項1] 円筒型バックリングチューブの外周面と円筒型ターゲットの内周面とを接合面とし、接合面間に設けた隙間を接合材で充填し接合する円筒型スパッタリングターゲットの製造方法であって、前記円筒型ターゲットの接合面である内周面と前記円筒型バックリングチューブの接合面である外周面との少なくとも一方に下地処理接合材を塗布して下地処理層を形成する下地処理工程と、下地処理工程の後、前記円筒型ターゲットと該円筒型ターゲット内に挿入した前記バックリングチューブとの間の隙間に充填用接合材を充填して固化する接合工程とを含み、前記下地処理接合材の融点または固相線温度が前記充填用接合材の融点または固相線温度を超えていることを特徴とする円筒型スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項2] 前記下地処理接合材は錫含有量が90質量%以上の純錫又は錫合金であり、前記充填用接合材はインジウム含有量が85質量%以上の純インジウム又はインジウム合金であることを特徴とする請求項1記載の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項3] 前記下地処理工程又は前記接合工程の少なくともいずれかを不活性雰囲気にて実施することを特徴とする請求項1又は2記載の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項4] 前記接合工程は、
前記円筒型ターゲットと、該円筒型ターゲット内に挿入した前記バックリングチューブと、を前記充填用接合材の融点または固相線温度以上、前記下地処理接合材の融点または固相線温度未満の温度で再加熱する再加熱工程を備えることを特徴とする請求項1から3のいずれか一項に記載の円筒型スパッタリングターゲットの製造方法。
- [請求項5] 円筒型ターゲット内に円筒型バックリングチューブが挿入され、円筒型バックリングチューブの外周面と円筒型ターゲットの内周面との間にインジウムと錫を含む接合部が形成されており、前記円筒型バックリン

グチューブの中心軸に対し垂直な前記接合部の断面において、円筒型ターゲットと前記接合部との接合界面及び円筒型バックリングチューブと前記接合部との接合界面のうちの少なくとも一方の接合界面から接合部内部へ $10\ \mu\text{m}$ の厚さの範囲内の錫濃度を $S1$ 質量%とし、前記接合部の厚さ方向の中央部の錫濃度を $S2$ 質量%としたとき、 $(S1/S2) \geq 1.5$ であることを特徴とする円筒型スパッタリングターゲット。

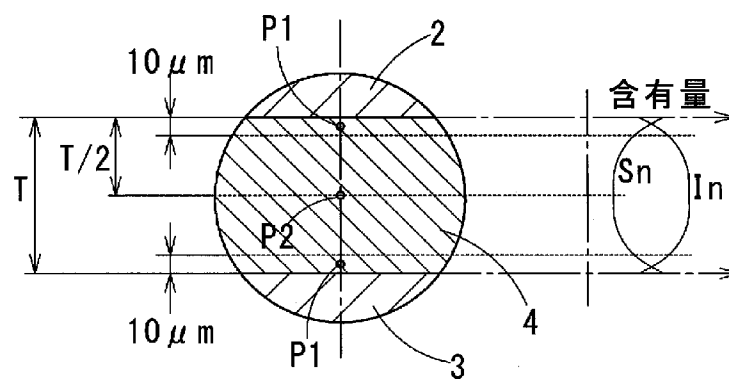
[図1]



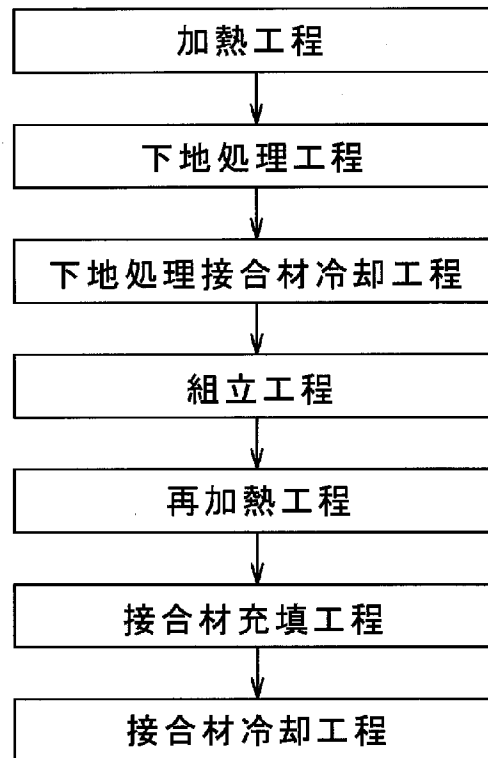
[図2]



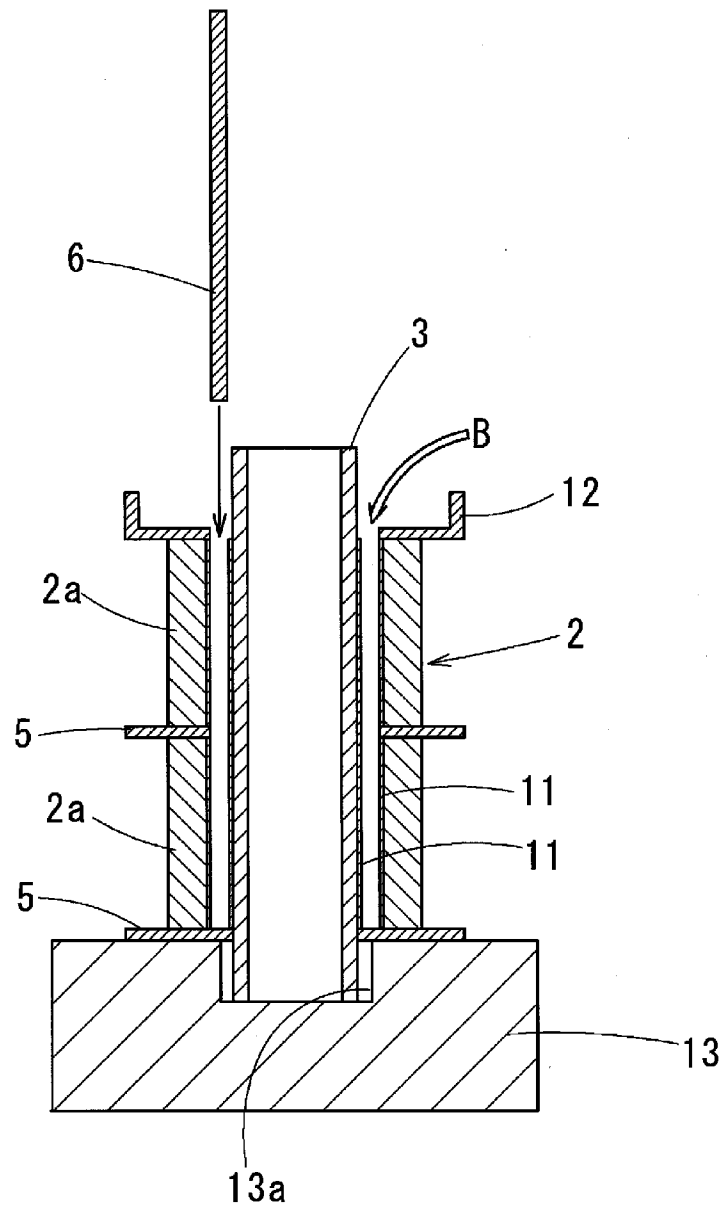
[図3]



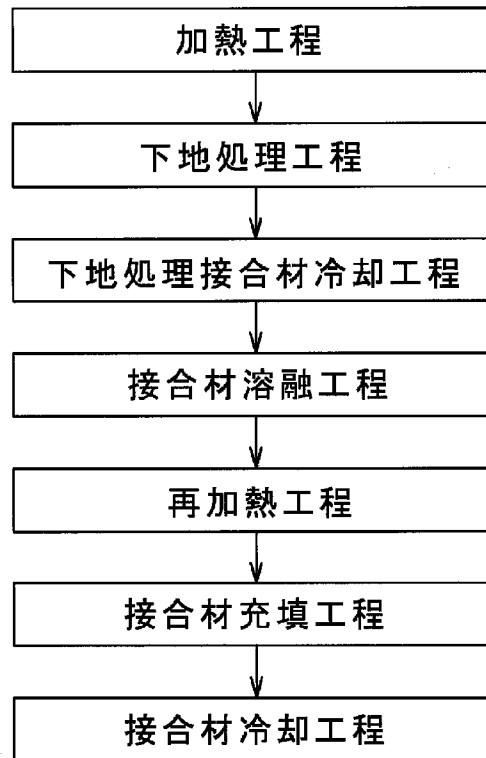
[図4]



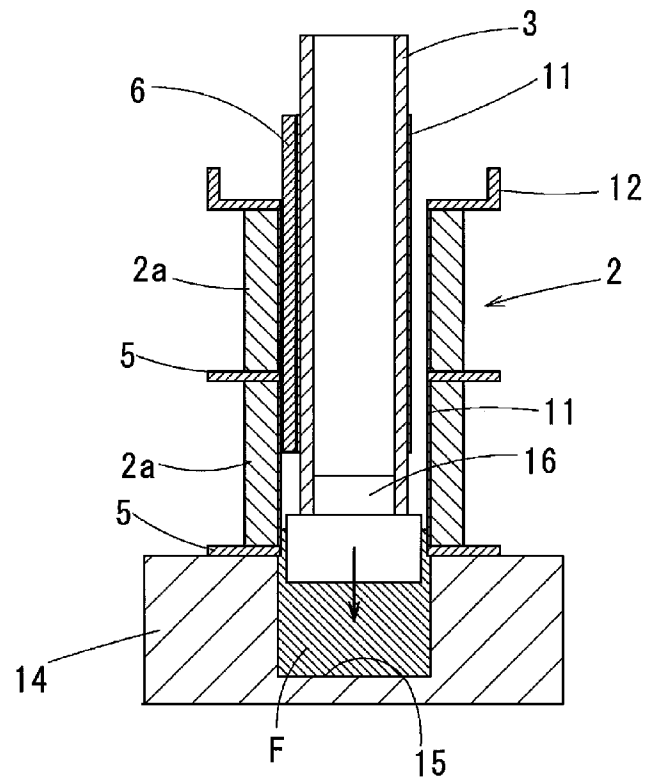
[図5]



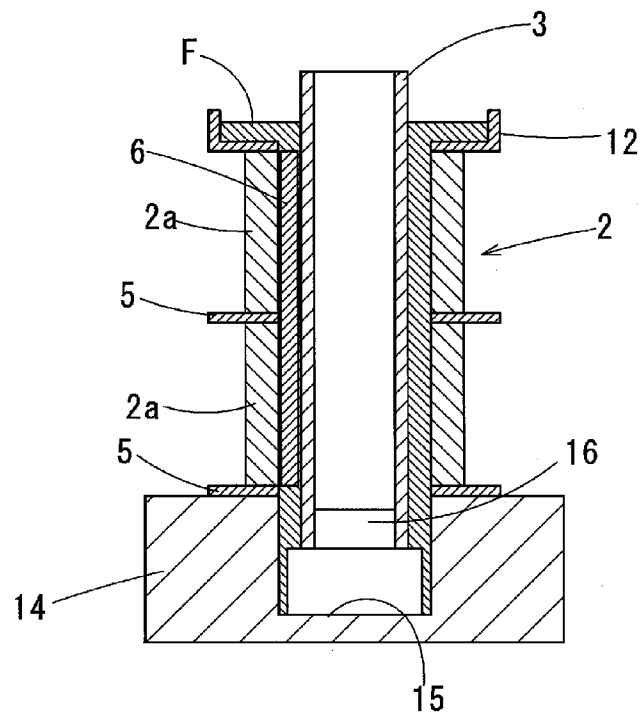
[図6]



[図7A]



[図7B]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/014240

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C23C14/34 (2006.01) i

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl. C23C14/34

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

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2012-132065 A (TOSOH CORP.) 12 July 2012, paragraph [0025] (Family: none)	1-5
X A	JP 2016-023325 A (SUMITOMO METAL MINING CO., LTD.) 08 February 2016, paragraphs [0031], [0042], [0082]-[0087] (Family: none)	1, 3, 4 2, 5
X A	JP 2015-145530 A (JX NIPPON MINING & METALS CORP.) 13 August 2015, paragraphs [0035], [0038] (comparative example 1) & CN 104818459 A	1, 3, 4 2, 5

☐ 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

"I" 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
29 June 2018 (29.06.2018)

Date of mailing of the international search report
10 July 2018 (10.07.2018)

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

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C23C14/34 (2006.01) i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C23C14/34

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 2012-132065 A（東ソー株式会社） 2012.07.12, 段落[0025]（ファミリーなし）	1-5
X A	JP 2016-023325 A（住友金属鉱山株式会社） 2016.02.08, 段落[0031], [0042], [0082]-[0087]（ファミリーなし）	1, 3, 4 2, 5
X A	JP 2015-145530 A（J X 日鉱日石金属株式会社） 2015.08.13, 段落[0035], [0038]（比較例 1） & CN 104818459 A	1, 3, 4 2, 5

C 欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

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

の日の後に公表された文献

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

国際調査を完了した日

29.06.2018

国際調査報告の発送日

10.07.2018

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A/J P）

郵便番号 100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官（権限のある職員）

原 和秀

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4 G

4039