

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003年5月15日 (15.05.2003)

PCT

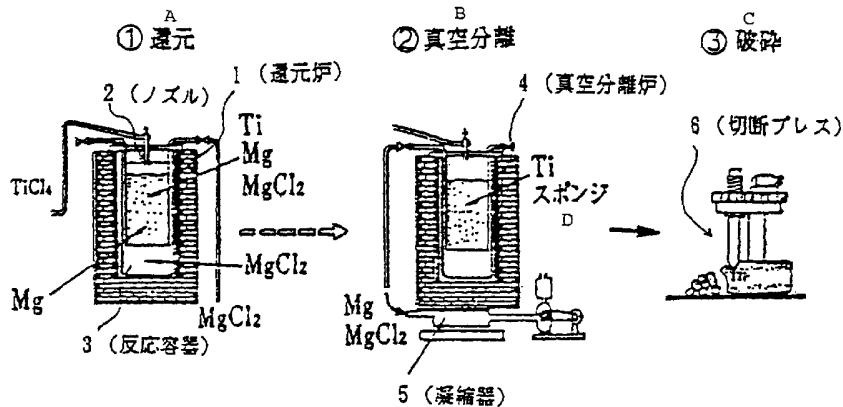
(10) 国際公開番号
WO 03/040418 A1

- (51) 国際特許分類: C22B 34/12 (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 和田 久幸 (WADA, Hisayuki) [JP/JP]; 〒660-8533 兵庫県 尼崎市 東浜町 1 番地 住友チタニウム株式会社内 Hyogo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP02/01824
- (22) 国際出願日: 2002年2月27日 (27.02.2002) (74) 代理人: 森道雄, 外(MORI, Michio et al.); 〒660-0892 兵庫県 尼崎市 東難波町五丁目 1 7 番 2 3 号 住友生命 尼崎ビル 森道雄特許事務所 Hyogo (JP).
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語 (81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.
- (30) 優先権データ: 特願2001-344212 2001年11月9日 (09.11.2001) JP (84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友チタニウム株式会社 (SUMITOMO TITANIUM CORPORATION) [JP/JP]; 〒660-8533 兵庫県 尼崎市 東浜町 1 番地 Hyogo (JP).

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING TITANIUM MATERIAL OF LOW OXYGEN CONTENT

(54) 発明の名称: 低酸素チタン材の製造方法



- A...REDUCTION
B...SEPARATION UNDER VACUUM
C...CRUSHING
D...SPONGE TITANIUM
1...REDUCTION FURNACE
2...NOZZLE
3...REACTION VESSEL
4...FURNACE FOR SEPARATION UNDER VACUUM
5...CONDENSER
6...CUTTING PRESS

(57) Abstract: A method for producing a titanium material of a low oxygen content from a sponge titanium prepared by the kroll method, characterized in that a sponge titanium after separation under vacuum is cooled in a reaction vessel, a nitride film is then formed on the surface of the sponge titanium in the reaction vessel, and thereafter the sponge titanium is taken out of the reaction vessel and is cut or/and crushed. It is desirable that the formation of the nitride film is carried out through the introduction of a low oxygen content nitrogen gas having a ratio of partial pressure of nitrogen/partial pressure of oxygen of 20 or more to the reaction vessel, and that the nitrogen gas is introduced after the sponge titanium is so cooled as for the central portion thereof to have a temperature of 200°C or lower. The method allows the production of a titanium material of a low oxygen content usable for a semiconductor target according to the Kroll method with a high production efficiency.

[続葉有]



WO 03/040418 A1



(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(57) 要約:

クロール法による真空分離後のスポンジチタンを反応容器内で冷却し、次いで反応容器内のスポンジチタン表面に窒化膜を形成させた後、スポンジチタンを反応容器から取り出して切断または破碎する低酸素チタン材の製造方法である。この窒化膜の形成を窒素分圧/酸素分圧の比が 20 以上である低酸素含有窒素ガスを反応容器内に導入して行い、さらに、反応容器内でスポンジチタン中心部の温度が 200 °C以下になった後、窒素ガスを導入するのが望ましい。これにより、半導体用ターゲットに用いられる低酸素チタン材を、クロール法に基づいて高い生産効率で製造することができる。

明 細 書

低酸素チタン材の製造方法

技術分野

05 本発明は、低酸素チタンの製造方法に関し、詳しくは、半導体素子の
表面に配線網を形成する際に用いられる材料として有用な薄膜形成用高
純度チタン材の製造方法に関し、さらに詳しくは、前記薄膜形成用高純
度チタン材から作製されるスパッタリング用ターゲットの材料として適
10 する、酸素濃度が200ppm以下と低酸素であるチタン材を製造する方法に
関するものである。

背景技術

従来から、半導体用配線材料として、高純度の高融点金属材料が使用
されている。具体的に配線材料として用いられる金属材料としては、モ
15 リブデン、タングステン、ニオブ、チタンまたはそれらのシリサイドが
あげられるが、中でもチタンは優れた比強度、加工性および耐食性を有
することから、広く使用されている。

現在、工業的に採用されるチタン材の製造方法としては、チタン酸化
物を塩素化処理によってチタン塩素化合物を作製し、これを中間原料と
20 して還元し、純チタン金属を製造する方法がある。具体的には、中間原
料として四塩化チタン (TiCl_4) を作製し、還元剤としてマグネシウム
(Mg) を用いるクロール (Kroll) 法と、還元剤としてナトリウム (Na)
を用いるハンター (Hunter) 法とに大別できる。これらのチタン材の製
造方法を比較すると、生産性および省エネルギーの観点からは、クロール
25 法が優れた製造方法とされている。

図1は、クロール法によってチタン材として得られるスポンジチタン
の製造工程を還元～真空分離～破碎に沿って説明する図である。

還元工程 (①) では、還元炉 1 内のノズル 2 から $TiCl_4$ を噴霧させて、溶融 Mg と反応させる。このとき還元炉 1 内の反応雰囲気中に酸素等の混入があると、スポンジチタンを汚染することになるので、反応は密閉した鋼製の反応容器 3 内で行われる。

05 反応に必要な Mg を反応容器 3 に装入して、容器内を不活性ガスで置換したのち、加熱昇温して Mg を溶融させる。溶融 Mg を収容した反応容器 3 内にノズル 2 から $TiCl_4$ が供給され、Ti と副生物である $MgCl_2$ が生成される。副生物である $MgCl_2$ は適宜反応容器 3 の外へ抜き取られ、最終的には未反応 Mg および残留 $MgCl_2$ を含むスポンジ状のチタンが反応容器 3 内で得
10 られる。

真空分離工程 (②) では、反応容器 3 を真空分離炉 4 内に収納して、反応容器 3 の内部を真空状態とするとともに、さらに反応容器 3 の外部からその内部を加熱して、反応容器 3 内のスポンジチタンに含まれる未反応 Mg および残留 $MgCl_2$ を蒸発させる。蒸発した未反応 Mg や残留 $MgCl_2$ は
15 真空分離炉 4 外の凝縮器 5 によって回収される。真空分離を終えたスポンジチタンは、反応容器 3 から円筒状の塊として押し出される。

破碎工程 (③) では、押し出されたスポンジチタンはその底部、頂部および円周部を除去されたのち、切断プレス 6 で切断される。その後、ジョークラッシャーで細粒 (1/2 インチ以下) に破碎される。このよう
20 に所定の粒径まで破碎されたスポンジチタンは、さらに品質を均一に維持するため混合したのち、アルゴンガスを充填した密閉ドラム缶に入れて保管される。その後、半導体用チタン材および展伸用チタン材の溶解原料として使用される。

一方、最近の L S I 素子の高密度化にともない、さらに半導体用として使用されるチタンは高純度であることが要求され、特に含有される酸素濃度に関し一層の低減が要請されている。例えば、DRAM の主流である 64M ビットの配線材料に使用されるチタン材では、酸素濃度は 250p
25

pm以下が要求される。さらに、近年、本格的な生産が検討され始めた128Mビット、あるいは256Mビットという高い集積度の配線材料に使用されるチタン材になると、含有される酸素濃度はさらに低減させて、200ppm以下が要求されるに至っている。

05 このような要請に対応して、各種の低酸素チタン材の製造方法が提案されている。例えば、特開平10-259432号公報では、破碎工程における湿度条件、または温度条件を規定することによって、酸素含有量が250ppm以下、さらには200ppm以下の高品位を有し、スパッタリング用ターゲットに適用することができる低酸素チタン材の製造方法が提案されている。

10 ここで提案された方法では、スポンジケーキに残留するMgCl₂が大気中の水分を吸収することによって、スポンジケーキに含有される酸素量が増加することに着目している。

 具体的には、スポンジチタンの切断工程、特に破碎工程での雰囲気中の湿度が高いと、スポンジチタン中の酸素含有量が増加し、逆に、破碎工程での雰囲気中の湿度が低くなると、スポンジチタンに含有される酸素が抑制されるとしている。このため、クロール法で製造したスポンジチタンケーキを切断、選別したスポンジチタンを破碎する際に、絶対湿度が「10g-H₂O/m³以下」の雰囲気下で、さらに望ましくは雰囲気温度も25°C以下に保持して行うようにしている。

20 しかしながら、上記特開平10-259432号公報で提案の方法を実施しようとする、破碎工程における雰囲気湿度、さらに雰囲気温度を調整するための装置が必要となり、それにとまなう費用が高純度チタンの製造コストを高騰させることになる。また、反応容器から取り出されたスポンジチタンの吸湿による含有酸素を抑制することができるが、スポンジチタンは大気雰囲気中の酸素に対して活性であることから、酸化による酸素濃度の上昇に対しては有効な手段とはならない。

25

 また、特開2000-309833号公報では、クロール法によって製造された

05 スポンジチタンを、真空分離後に中心部分の温度が実質的に100°C以下になるまで冷却した後、スポンジチタンの中心部を切断して、酸素含有量が200ppm以下である低酸素高純度チタン材の製造方法が開示されている。この方法では、真空分離後のスポンジチタンの表面は活性であるため大気雰囲気

10 ところが、上記の中心温度を規定する方法では、真空分離後、反応容器内で比較的長時間の冷却を要することになる。したがって、低酸素チタン材の効率生産の観点からは、冷却時間の短縮に改善の余地がある。

発明の開示

15 本発明は、低酸素チタン材、例えば、酸素濃度が200ppm以下のチタンを製造する際の問題を解決するためになされたものであり、スポンジチタンを冷却する反応容器内でスポンジチタン表面に窒化膜を形成させた後、スポンジチタンを取り出すことによって、スパッタリング用ターゲットの作製に適する、低酸素チタン材を製造する方法を提供することを目的としている。

20 本発明者は、上述の課題を達成するため、前記特開2000-309833号公報で開示された方法を用いて、種々の検討を行った。反応容器内でスポンジチタンを実質的に100°C以下になるまで冷却すると、反応容器から取り出したスポンジチタンの中心部分の切断、採取の際に、その表面に膜厚の薄い酸化皮膜が形成されるようになる。そして、採取されたスポンジチタンの表面に酸化皮膜が形成されると、その内部への酸素供給が困難になるため、その後の酸素含有量の上昇を抑制することができる。

25 次に、反応容器内の冷却時間を短縮して、中心温度が150°C程度でスポン

05 ンジチタンを取り出すと、大気中の酸素と反応して、その表面に酸化皮
膜が形成される。酸化皮膜の形成にともなう反応熱の影響から、局所的
に表面温度が上昇しさらに酸化が進行することになり、スポンジチタン
の表面には比較的厚い皮膜が形成される。さらに、切断、破碎を行う際
には、加工にともなって新たな切断面、破碎面が現れることから、加工
10 にともなう加工熱と、切断面または破碎面の反応熱とが相まって、さら
にスポンジチタン表面の皮膜形成が促進されて、酸素含有量が上昇する
ことになる。

15 反応容器内での冷却時間を短縮しても、スポンジチタン表面に形成さ
れる酸化皮膜を抑制するため、窒素ガスを反応容器に導入してスポンジ
チタン表面に窒化膜を形成させた後、スポンジチタンを大気中に取り出
すこととした。スポンジチタンの塊性状はポーラスであるため、窒素ガ
スが反応容器内のスポンジチタンの中心部まで浸透するため、窒化膜の
形成はほぼ全面で行われる。

20 窒化膜が形成されたスポンジチタンを大気中に曝しても、その後の酸
化反応による酸化皮膜の形成は著しく抑制される。例えば、本発明者の
調査によれば、上記特開2000-309833号公報で開示された方法によるス
ポンジチタン表面の酸化皮膜の厚さは100~150 Åであるのに対し、窒化
膜が形成されたスポンジチタン表面の酸化皮膜の厚さは100 Å以下に留ま
っている。

 さらに、切断、破碎を行う際には、加工にともなって新たな切断面、
破碎面が現れ、温度上昇が生じたとしても、窒化膜が形成されたスポン
ジチタン表面における酸化皮膜の形成は抑制されることになる。

25 本発明は、上記知見に基づいて完成されたものであり、下記(1)および
(2)の低酸素チタン材の製造方法を要旨としている。

(1)クロール法によって得られたスポンジチタンから低酸素チタン材を製
造する方法であって、真空分離後のスポンジチタンを反応容器内で冷却

し、次いで反応容器内のスポンジチタン表面に窒化膜を形成させた後、スポンジチタンを反応容器から取り出して切断または／および破碎する低酸素チタン材の製造方法である。

05 (2)上記(1)の製造方法においては、窒化膜の形成を窒素分圧／酸素分圧の比が20以上である低酸素含有窒素ガスを反応容器内に導入して行い、さらに、反応容器内でスポンジチタン中心部の温度が200℃以下になった後、窒素ガスを導入するのが望ましい。

10 上記(1)および(2)の製造方法を採用すれば、酸素濃度が200ppm以下の低酸素であり、かつ高純度のチタン材を製造することができる。本発明では、高純度チタン材とは不純物としてFe、Ni、Cr、AlおよびSiの含有量が10ppm以下であり、NaおよびKの含有量が0.1ppm以下であることを意図している。

15 現状のクロール法の製造技術においては、スポンジチタンの塊重量は、使用される反応容器の容量の応じて6～10tonが多用されている。本発明者の検討によれば、本発明の製造方法は6～10ton重量のスポンジチタンに限定されるものではなく、それ以外、例えば、1Ton～5Tonのスポンジチタン塊であっても、適用することができる。

図面の簡単な説明

20 図1は、クロール法によるスポンジチタンの製造工程を還元～真空分離～破碎に沿って説明する図である。

発明を実施するための最良の形態

25 本発明の製造方法では、真空分離後のスポンジチタンを反応容器内で冷却し、次いで反応容器内のスポンジチタン表面に窒化膜を形成させた後、スポンジチタンを反応容器から取り出して切断または破碎することを特徴としている。以下、本発明にかかる低酸素チタン製造における窒

化膜の形成条件、冷却時間および切断、破碎の内容について説明する。

通常、前記特開2000-309833号公報で開示された方法を用いて、反応容器内でスポンジチタンを実質的に100℃以下になるまで冷却する場合には、冷却時間は70～80時間となる。これに対し、本発明の冷却時間は50
05 ～70時間（後述する実施例参照）であれば良いから、冷却時間の大幅な削減が可能になる。

窒化膜の形成は、窒素ガスを反応容器に導入して行われるが、その導入タイミングは、反応容器からスポンジチタンを取り出す直前であればよい。例えば、冷却完了時間、すなわち、反応容器の蓋を解放する15～
10 20分前に、反応容器内を真空引きした後窒素ガスを封入する。このとき、真空引きにより容器内のアルゴンガスが排出されるが、これはスポンジチタンの冷却速度を速めるため、および反応容器内への大気のリークを防止するため、冷却開始時から注入されているものである。

窒素ガス導入時にアルゴンガスが反応容器内に残留していても、反応容器内の窒素が質量比率（mass%）で10%以上であれば、窒素ガスによる窒化膜の形成が適正に行われる。
15

本発明で窒化層の形成に用いられる窒素ガスは、窒素分圧/酸素分圧の比が20以上である低酸素含有窒素ガスを用いるのが望ましい。これは窒素ガス中に酸素ガスを含有する場合であっても、酸素を低分圧、すな
20 わち、低濃度に制御することによって、酸化膜の形成より窒化膜の形成を優先させるためである。

したがって、窒素分圧/酸素分圧の比が20未満の窒素ガスを用いる場合には、酸化膜の形成が主となり、本来必要な窒素膜の形成が充分にな
25 されないおそれが生じる。一方、使用する窒化用ガスは純窒素ガスでもよいことから、窒素分圧/酸素分圧の比の上限は特に定める必要はない。

本発明では、反応容器内で冷却されたスポンジチタン中心部の温度が200℃以下になった後、上記低酸素含有窒素ガスを導入するのが望ましい。

さらに望ましくは、その中心部の温度が150°C以下になった後に導入することである。中心部の温度が200°C以上の状態で窒素ガスを導入すると、形成される窒化皮膜の厚さが急速に厚くなり、含有される窒素濃度が上昇し、高純度チタンに影響を及ぼすことが懸念される。

05 通常、中心部分の温度コントロールは、真空分離終了後の冷却時間によって管理される。そのため、反応を終了したスポンジチタンを冷却し、上部からドリルで穿孔して中心部分に熱電対を挿入したのち、真空分離を行う温度まで昇温する。そして、真空分離を行った後冷却し、冷却開始からの時間と中心部分の温度との関係が実測される。この実測結果に基づいて、真空分離後の冷却時間が管理される。

10 さらに、本発明の製造方法では、反応容器から取り出してのち、上記スポンジチタンを切断し、測定された酸素濃度が要求濃度を満たす切断塊を選んで切断、破碎するのが望ましい。製造されるチタンの濃度管理、品質管理を厳密に行うためである。

15 現状において、高純度チタン材の用途であるスパッタリングターゲットで要求される不純物の含有量は、窒素濃度については30ppm以下であり、酸素濃度については250ppm以下である。最近において、要求される窒素濃度は問題とならないが、酸素濃度が厳しい条件に移行しつつあり、酸素濃度が高純度チタン材の歩留まりに影響を及ぼしている。したがって、
20 ここで基準とする酸素濃度は180ppmである。

実際の操業においては、スポンジチタンの全ての切断塊を測定対象とするのではなく、周辺部の除いた中心部の切断塊を測定対象としている。例えば、中心部としては、スポンジチタン塊の底部から厚さが塊高さの15%以上の部分と頂部から厚さが塊高さの5%以上の部分とを切断除去し、かつ円筒状塊の円周部から厚さが塊直径の10%以上の円周部分を切断除去した部分が該当する。

25 本発明方法は、低酸素チタン材の製造において、真空分離後のスポン

05 ジチタンの表面に薄い窒化皮膜を形成して、その後、大気中に暴露させた場合にも、酸化皮膜の形成を抑制することができる。これにより、新たな設備、装置を特に必要とすることもなく、低酸素化が図れることから、本発明方法は有効な製造方法である。また、この方法は、高純度チタン材用として有効であるばかりでなく、展伸材用、粉末製造用および精密鑄造用のチタン材の製造用としても適用することができる。

(実施例)

10 本発明の製造方法による効果を、具体的な実施例に基づいて詳細に説明する。クロール法によって真空分離後の重量が約 6 T である円筒状スポンジチタンを製造した。

15 発明例では、真空分離終了後からの冷却時間を 50～76 時間で管理し、反応容器を開放する 15 分前から 5 分前の 10 分間にわたって、反応容器内を概ね真空引きした。その後、反応容器を開放する 5 分前から開放までの 5 分間に、容器蓋部から窒素分圧／酸素分圧の比が 100 以上の窒素ガスを導入し、蓋部を開放して反応容器内のスポンジチタン塊を大気中に取り出した。取り出されたスポンジチタンは、切断および破碎により粒径 10～30mm に整粒して均一に混合した後、塊中心部の酸素濃度および窒素濃度を測定した。

20 比較例では、真空分離終了後からの冷却時間を 50～76 時間として、窒素ガスを導入することなく、反応容器から取り出されたスポンジチタンは切断および破碎により粒径 10～30mm に整粒して均一に混合した後、塊中心部の酸素濃度および窒素濃度を測定した。

25 次頁に示す表 1 の結果から明らかなように、発明例 1 では大幅な冷却時間の短縮を図ったことになるが、結果は酸素濃度は 200ppm 以下を満足するものであり、高純度チタン用として採用できる低酸素チタンが得られた。一方、発明例 3 では、従来と同様の冷却時間を確保すれば、従来得られなかった低酸素チタン材の製造が可能になる。

表 1

区 分	窒素ガス 導入	取り出し条件		濃 度 測 定 結 果	
		冷却時間	中心温度	酸素濃度	窒素濃度
発明例 1	あり	50Hr	150	190ppm	27ppm
発明例 2		66Hr	100	183ppm	22ppm
発明例 3		76Hr	80	175ppm	21ppm
比較例 1	なし	50Hr	150	290ppm	22ppm
比較例 2		66Hr	100	207ppm	20ppm
比較例 3		76Hr	80	184ppm	20ppm

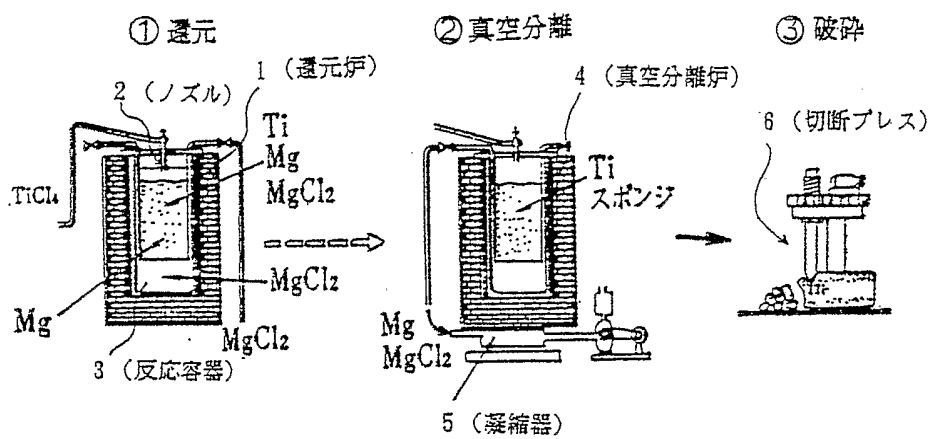
産業上の利用の可能性

本発明の低酸素チタン材の製造方法によれば、クロール法の反応容器内に窒素ガスを導入して、円筒状のスポンジチタンの中心部分まで窒化膜を形成することによって、スパッタリング用ターゲットの作製に適する、酸素濃度が 200ppm 以下の低酸素チタン材を製造することができる。しかも、大幅に冷却時間を短縮することも可能であり、生産効率にも優れ、工業的な低酸素チタン材の製造法として広範囲に利用することができる。

請 求 の 範 囲

- 15 1. クロール法によって得られたスポンジチタンから低酸素チタン材を製造する方法であって、真空分離後のスポンジチタンを反応容器内で冷却し、次いで反応容器内のスポンジチタン表面に窒化膜を形成させた後、スポンジチタンを反応容器から取り出して切断または／および破碎する低酸素チタン材の製造方法。
2. 上記窒化膜の形成を窒素分圧／酸素分圧の比が 20 以上である低酸素含有窒素ガスを反応容器内に導入することにより行う請求項 1 記載の低酸素チタン材の製造方法。
- 10 3. 反応容器内でスポンジチタン中心部の温度が 200 °C 以下になった後、上記低酸素含有窒素ガスを導入する請求項 1 または 2 に記載の低酸素チタン材の製造方法。
4. 製造されたチタン材の酸素濃度が 200ppm 以下である請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の低酸素チタン材の製造方法。
- 15 5. 製造されたチタン材の窒素濃度が 30ppm 以下である請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載の低酸素チタン材の製造方法。

FIG. 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP02/01824

<p>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl⁷ C22B34/12</p> <p>According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC</p>																		
<p>B. FIELDS SEARCHED</p> <p>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int.Cl⁷ C22B1/00-61/00</p> <p>Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched</p> <table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:33%;">Jitsuyo Shinan Koho</td> <td style="width:16%;">1926-1996</td> <td style="width:33%;">Toroku Jitsuyo Shinan Koho</td> <td style="width:18%;">1994-2002</td> </tr> <tr> <td>Kokai Jitsuyo Shinan Koho</td> <td>1971-2002</td> <td>Jitsuyo Shinan Toroku Koho</td> <td>1996-2002</td> </tr> </table> <p>Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)</p>		Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2002	Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2002	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2002									
Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2002															
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2002	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2002															
<p>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width:10%;">Category*</th> <th style="width:70%;">Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th style="width:20%;">Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td align="center">A</td> <td>JP 62-196365 A (Ohara Inc.), 29 August, 1987 (29.08.87), Page 2, upper left column, lines 11 to 20; page 3, upper left column, line 20 to upper right column, line 8 & DE 3705710 A</td> <td align="center">1-5</td> </tr> <tr> <td align="center">A</td> <td>JP 46-12884 B1 (Kinzoku Giken Kabushiki Kaisha), 02 April, 1971 (02.04.71), Claims; column 2, lines 8 to 20 (Family: none)</td> <td align="center">1-5</td> </tr> </tbody> </table> <p><input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.</p> <table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:50%; border:none;"> * 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 document 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 </td> <td style="width:50%; border:none;"> "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 </td> </tr> </table> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width:50%;">Date of the actual completion of the international search 22 April, 2002 (22.04.02)</td> <td style="width:50%;">Date of mailing of the international search report 14 May, 2002 (14.05.02)</td> </tr> <tr> <td>Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office</td> <td>Authorized officer</td> </tr> <tr> <td>Facsimile No.</td> <td>Telephone No.</td> </tr> </table>		Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	A	JP 62-196365 A (Ohara Inc.), 29 August, 1987 (29.08.87), Page 2, upper left column, lines 11 to 20; page 3, upper left column, line 20 to upper right column, line 8 & DE 3705710 A	1-5	A	JP 46-12884 B1 (Kinzoku Giken Kabushiki Kaisha), 02 April, 1971 (02.04.71), Claims; column 2, lines 8 to 20 (Family: none)	1-5	* 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 document 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 22 April, 2002 (22.04.02)	Date of mailing of the international search report 14 May, 2002 (14.05.02)	Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer	Facsimile No.	Telephone No.
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.																
A	JP 62-196365 A (Ohara Inc.), 29 August, 1987 (29.08.87), Page 2, upper left column, lines 11 to 20; page 3, upper left column, line 20 to upper right column, line 8 & DE 3705710 A	1-5																
A	JP 46-12884 B1 (Kinzoku Giken Kabushiki Kaisha), 02 April, 1971 (02.04.71), Claims; column 2, lines 8 to 20 (Family: none)	1-5																
* 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 document 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 22 April, 2002 (22.04.02)	Date of mailing of the international search report 14 May, 2002 (14.05.02)																	
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer																	
Facsimile No.	Telephone No.																	

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C22B34/12

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl⁷ C22B1/00 - 61/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2002年
 日本国登録実用新案公報 1994-2002年
 日本国実用新案登録公報 1996-2002年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 62-196365 A (株式会社オハラ) 1987. 08. 29, 第2頁左上欄第11-20行, 第3頁左上欄第20行-同頁右上欄8行 &DE 3705710 A	1-5
A	JP 46-12884 B1 (金属技研株式会社) 1971. 04. 02, 特許請求の範囲, 第2欄第8-20行 (ファミリーなし)	1-5

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、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

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

国際調査を完了した日

22. 04. 02

国際調査報告の発送日

14.05.02

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)
 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)

河野 一夫

印

4K 9833

電話番号 03-3581-1101 内線 3435