

(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  
2016年10月13日(13.10.2016)



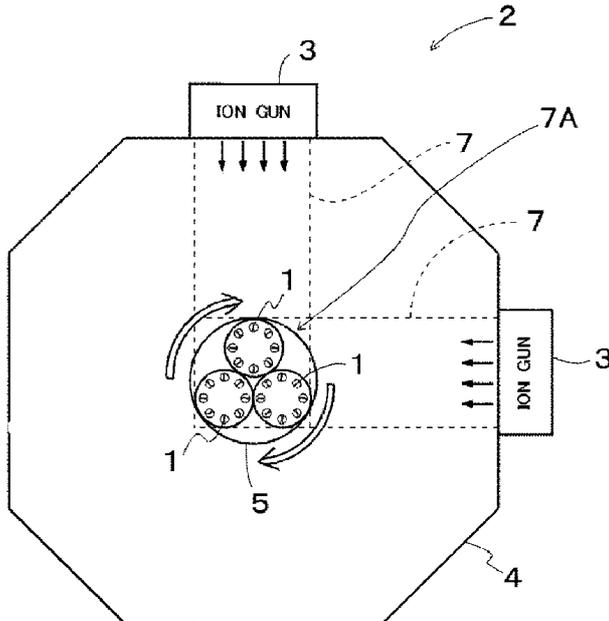
(10) 国際公開番号  
WO 2016/163278 A1

- (51) 国際特許分類:  
H01J 37/30 (2006.01)
  - (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/060257
  - (22) 国際出願日: 2016年3月29日(29.03.2016)
  - (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 2015-078851 2015年4月8日(08.04.2015) JP
  - (71) 出願人: 新明和工業株式会社 (SHINMAYWA INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒6658550 兵庫県宝塚市新明和町1番1号 Hyogo (JP).
  - (72) 発明者: レミニュフ アレクセイ (REMNEV G. Alexey); 〒6658550 兵庫県宝塚市新明和町1番1号 新明和工業株式会社内 Hyogo (JP). 植村 賢介 (UEMURA, Kensuke); 〒6658550 兵庫県宝塚市新明和町1番1号 新明和工業株式会社内 Hyogo (JP).
  - (74) 代理人: 右田 俊介, 外 (MIGITA, Shunsuke et al.); 〒1020076 東京都千代田区五番町5-6ビルカーサ五番町509号 ソナーレ特許事務所 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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, 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.
  - (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:  
— 国際調査報告 (条約第21条(3))

(54) Title: COVERING MATERIAL STRIPPING METHOD AND STRIPPING DEVICE USING ION IRRADIATION

(54) 発明の名称: イオン照射による被覆材の脱膜方法および脱膜装置

[図1]



(57) Abstract: The present invention addresses the problem of providing a stripping method allowing a tool, a mechanical component, or the like, which has been coated with an inorganic material such as PCD (polycrystalline diamond), to be stripped in a manner that enables regeneration and use thereof. This stripping method allows stripping to be executed at an economical speed with no dead angle occurring readily with respect to the base material to be stripped (covering material) during ion irradiation, and with no brittle phase occurring readily in the base material (metal member) due to the temperature. The problem can be solved by the stripping method of peeling off a coating from a metal member by irradiating an ion flow (7) onto a covering material (1) resulting from the attachment of the coat comprising an inorganic material on the surface of the metal member. The stripping method is characterized by: setting the covering material (1) in an ion flow concentrated portion (7A) where two or more ion flows (7) overlap; and irradiating the ion flows (7) onto the covering material (1) without applying a positive/negative bias onto the covering material (1).

(57) 要約:

[続葉有]

WO 2016/163278 A1



---

PCD（多結晶ダイヤモンド）のような無機物で被覆された工具や機械部品等を再生使用が可能となるように脱膜する方法であって、イオン照射の際に被脱膜基材（被覆材）に死角を生じ難く、温度的に基材（金属製部材）に脆性相を生じ難く、かつ、経済的な速度で脱膜が実行できる脱膜方法を提供することを課題とする。金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材（1）へイオン流（7）を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜方法であって、被覆材（1）を2以上のイオン流（7）が重なるイオン流集中部（7A）に設置し、被覆材（1）へ正負バイアスを付加せず、被覆材（1）へイオン流（7）を照射することを特徴とする脱膜方法によって上記課題を解決できる。

## 明 細 書

発明の名称：イオン照射による被覆材の脱膜方法および脱膜装置  
技術分野

[0001] 本発明はイオン照射による被覆材の脱膜方法および脱膜装置に関する。

### 背景技術

[0002] 多結晶ダイヤモンド (Poly-Crystalline Diamond, 以下では「PCD」と略記する場合がある) のような無機物で被覆された工具や機械部品等を脱膜して再生使用可能とする技術の確立が喫緊の課題である。

これについて工具鋼、超鋼合金で形成されたドリル、エンドミル工具を例として挙げて説明する。これらの工具類は、工具鋼、超鋼合金を使用し、TiN、TiAlN、DLC、PCDで被覆されている。

工具の使用に伴い、これらの被覆は摩耗・剥離し工具の寿命を迎える。従来、これらの使用済み工具は廃棄されているが、脱膜を行い、さらに成膜を繰り返すことによる再生使用が望まれている。効率よく、均一に脱膜を行い、かつ基材に障害を与えないことが要求されている。

[0003] このような脱膜方法に関する提案として、すでに、真空中でプラズマあるいはイオンを照射する方法が実用化されている (例えば非特許文献1、2参照)。

しかしながら、ここで前者のプラズマで照射する方法は、基材の前面でプラズマがシース (Sheath) と呼ばれる、イオン衝突が無くなる空間電気層を形成し脱膜作用を妨げる障壁を形成することから脱膜の効率が悪い (非特許文献3参照)。

また、後者のイオンを照射する方法では、十分に脱膜がなされない、あるいは、基材をスパッタし、残存被膜のうえに再蒸着し、薄膜の残渣が生じる場合があった。

[0004] その他にも、TiAlN等の薄膜を有する工具を高温に加熱した薬品を用いて脱膜する場合もあるが、環境に負荷がかかる薬品を用いるという点で問

題があった。

## 先行技術文献

### 非特許文献

[0005] 非特許文献1：新明和工業株式会社 産機システム事業部 PBプロジェクト、2014年10月、カタログ「'14. 10 K-0501」

非特許文献2：KENSUKE UEMURA、「DEVELOPMENT AND INVESTIGATION OF BEAM AND PLASMA METHODS FOR IMPROVING THE PERFORMANCE PROPERTIES OF THE PRODUCTS MADE OF METAL MATERIALS」、Tomsk Polytechnic University、2011年、p. 77-83

非特許文献3：水野博之監修、「イオン工学ハンドブック」、株式会社イオン工学研究所、2004年10月30日、p. 55

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0006] 本願発明者は鋭意検討を重ね、上記の後者のイオンを照射する方法において、イオン照射の不均一が発生してイオン照射が十分になされない箇所（以下「死角」ともいう）が生じると、薄膜の残渣が生じることを見出した。

また、超鋼合金からなる工具等についての脱膜を高温雰囲気内において行う場合、例えば、加熱することで基材とPCD膜の熱膨張差を利用して脱膜したり、マイクロ波プラズマを利用して高温で焼くことで脱膜したりする場合、超鋼合金の場合は典型的な $\eta$ 相（例えば $W_3C \cdot O_3C$ 、 $W_2C \cdot O_4C$ など）の脆性相を生じる場合があること見出した。

[0007] このように、PCDのような無機物で被覆された工具や機械部品等を再生使用が可能となるように脱膜するためには、イオン照射の際に被脱膜基材に死角が生じないようにすること、基材（金属製部材）に脆性相を生じない雰囲気温度にて処理を行うこと、かつ、経済的な速度で脱膜が実行されることが課題である。

[0008] 本発明は上記のような課題を解決することを目的とする。すなわち、本発

明は、PCDのような無機物で被覆された工具や機械部品等を再生使用が可能となるように脱膜する方法および脱膜する装置であって、イオン照射の際に被脱膜基材（被覆材）に死角を生じ難く、基材（金属製部材）に脆性相を生じない雰囲気温度にて処理を行うことができ、かつ、経済的な速度で脱膜が実行できる脱膜方法および脱膜装置を提供することである。

### 課題を解決するための手段

[0009] 本願発明者は鋭意検討を重ね、上記のイオンを照射する方法において、基材にバイアス電圧を付加するとイオン流れが変更され、イオン照射の不均一が発生し、イオン照射が十分になされない箇所（以下「死角」ともいう）が生じるために薄膜の残渣が生じることを見出した。

そして、被脱膜部材（被覆材）を、例えばイオン照射装置の真空チャンバー内の中心部に載置し、周辺部から2以上のイオン噴出ガンを用いてイオン流をその中心部において重ねると、イオン流の断面直径はイオン噴出ガンの直径以下となるため小さくなるが、被脱膜部材（被覆材）が載置された真空チャンバーの中心部においてイオン照射集中が可能となり、また、被脱膜部材（被覆材）を大地へ接地し、例えば強制バイアス付加を行わない場合（バイアス電圧 $U_{bias} = \pm 0V$ ）、イオン流が偏向されず死角が生じにくいことを見出した。さらに、イオン照射は比較的低温で行うことができるため、超鋼合金の場合は典型的な $\eta$ 相の脆性相を生じることが無いことを見出した。

[0010] 具体的には、本願発明者は、被脱膜部材（被覆材）を大地へ設置し（好ましくはさらに強制バイアスを付加せずにイオン照射を行い）、イオン流れがバイアスの影響で偏向を受けないようにし、死角発生の低減化を行った。また、イオン照射温度を低温（例えば約200℃以下）で行い、脆性相の発生が無いようにした。さらに好ましい条件であれば、基材の表面粗さの増大を抑制し、再生膜の形成をより容易に行うことができる範囲内に留めることができた。そして、成膜層厚さ10 $\mu$ m程度の脱膜は短時間（例えば6時間程度）で可能となり、経済速度も維持できた。

[0011] 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討し、以下の本発明を完

成させた。

本発明は以下の（１）～（７）である。

（１）金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜方法であって、前記被覆材を２以上のイオン流が重なるイオン流集中部に設置し、前記被覆材を大地へ接地して、前記被覆材へ前記イオン流を照射することを特徴とする脱膜方法。

（２）酸素を６～７体積％以上含むガス〔１〕をプラズマ化して、そのガスイオンを生成し、得られた前記イオン流を前記被覆材へ照射して脱膜する第１工程と、

アルゴンを８～１０体積％以上含むガス〔２〕をプラズマ化して、そのガスイオンを生成し、得られた前記イオン流を前記被覆材へ照射して脱膜する第２工程と、を含み、

前記第１工程の後に前記第２工程を行うことを特徴とする、上記（１）に記載の脱膜方法。

（３）前記第１工程および前記第２工程のみからなり、最終工程としての前記第２工程を行うことで前記被覆材の脱膜を完了することができる、上記（２）に記載の脱膜方法。

（４）前記ガス〔１〕が、アルゴン、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ 、 $\text{CCl}_4$ および $\text{CCl}_2\text{F}_2$ からなる群から選ばれる少なくとも１つを含む、上記（２）または（３）に記載の脱膜方法。

（５）前記ガス〔１〕が $\text{CF}_4$ を含み、 $\text{CF}_4$ 含有率（体積％）と酸素含有率（体積％）との合計に対する $\text{CF}_4$ 含有率（体積％）の比（ $(\text{CF}_4\text{含有率} / (\text{CF}_4\text{含有率} + \text{酸素含有率})) \times 100$ ）が５％以下である、上記（２）～（４）のいずれかに記載の脱膜方法。

（６）金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜装置であって、前記被覆材が大地へ接地されるように構成されており、

イオンガンを2個以上有し、これらのイオンガンはイオン流集中部が形成されるように配置されており、

前記被覆材を前記イオン流集中部に設置できるように構成されていて、上記(1)～(5)のいずれかに記載の脱膜方法を行うことができる、脱膜装置。

(7) 前記イオン流集中部に配置された前記被覆材を、イオン流に対して自転および／または公転させる機能を具備することを特徴とする、上記(6)に記載の脱膜装置。

### 発明の効果

[0012] 本発明によれば、PCDのような無機物で被覆された工具や機械部品等を再生使用が可能となるように脱膜する方法および脱膜する装置であって、イオン照射の際に被脱膜基材（被覆材）に死角を生じ難く、基材（金属製部材）に脆性相を生じない雰囲気温度にて処理を行うことができ、かつ、経済的な速度で脱膜が実行できる脱膜方法および脱膜装置を提供することができる。

[0013] 上記のように本発明では、強制バイアスを被脱膜部材（被覆材）へ付加しない。具体的には、例えばプラスやマイナスまたは矩形波やサインカーブをなすバイアスを強制的に被脱膜部材（被覆材）へ付加しない。

また、被脱膜部材（被覆材）を大地へ接地するが、通常、被覆材を設置するホルダーを直接に大地へ接地するか、または、そのホルダーをチャンバーと導通させ、チャンバーを大地へ接地する方法が挙げられる。したがって本発明は、ホルダーと他部材とを絶縁した状態で処理する、いわゆるフローティング法ではない。

### 図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明の装置の好適例を示す概略断面図である。

[図2]イオン流れ方向とすくい面に生じる死角に関するシミュレーション結果である。

[図3]実験例1～7で用いた2枚刃ドリルの拡大写真である。

[図4]誘導結合型プラズマ (Inductively Coupled Plasma、以下「ICP」と略記する場合もある) によるPCD被覆2枚刃ドリルの好適例の断面図 (概略図) である。

[図5] ICP装置上観断面図と工具の配置を示す概略図である。

[図6]PCD被膜の脱膜後の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

[図7]ホローカソード (Hollow Cathode) 型プラズマ装置 (以下「HC装置」ともいう) によるPCD被覆2枚刃ドリルの好適例の断面図 (概略図) である。

[図8]HC装置上観断面図と工具の配置を示す概略図である。

[図9]PCD被膜の脱膜後の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

[図10]バイアス電圧を強制付加してイオン照射した場合のPCD被覆2枚刃ドリルの断面図 (概略図) である。

[図11]バイアス電圧を強制付加してイオン照射する場合の装置上観断面図と工具 (2枚刃ドリル) の配置を示す概略図である。

[図12]バイアス電圧を強制付加してイオン照射し、PCD被膜を脱膜した場合の、工具 (2枚刃ドリル) の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

[図13]バイアス電圧を付加せず、大地へ接地してイオン照射した場合のPCD被覆2枚刃ドリルの断面図 (概略図) である。

[図14]バイアス電圧を付加せず、大地へ接地してイオン流集中箇所にてイオン照射する場合の装置上観断面図と工具の配置を示す概略図である。

[図15]バイアス電圧を付加せず、大地へ設置してイオン流集中箇所にてイオン照射した場合の、工具 (2枚刃ドリル) の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

[図16]バイアス電圧を付加せず、大地へ設置してイオン流集中箇所にてイオン照射した場合の、別の工具 (2枚刃ドリル) の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真である。

[図17]バイアス電圧を付加せず、大地へ設置してイオン流集中箇所にてイオン照射した場合の、さらに別の工具 (2枚刃ドリル) の走査型電子顕微鏡 (

SEM) 写真である。

[図18]バイアス電圧を付加せず、大地へ設置してイオン流集中箇所にてイオン照射した場合であって、ガス中のCF<sub>4</sub>濃度を変更した場合におけるPCDおよび基材の浸食比率 (Etching rate) を示すグラフである。

### 発明を実施するための形態

[0015] 本発明について説明する。

本発明は、金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜方法であって、前記被覆材を2以上のイオン流が重なるイオン流集中部に設置し、前記被覆材を大地へ接地して、前記被覆材へ前記イオン流を照射することを特徴とする脱膜方法である。

このような脱膜方法を、以下では「本発明の方法」ともいう。

[0016] また、本発明は、金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜装置であって、前記被覆材が大地へ接地されるように構成されており、イオンガンを2個以上有し、これらのイオンガンはイオン流集中部が形成されるように配置されており、前記被覆材を前記イオン流集中部に設置できるように構成されていて、本発明の方法を行うことができる、脱膜装置である。

このような脱膜装置を、以下では「本発明の装置」ともいう。

[0017] 以下において、単に「本発明」と記す場合、本発明の方法および本発明の装置の両方を意味するものとする。

[0018] 本発明では、金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する。

[0019] 本発明において被覆材とは、金属製部材を母材とし、この表面に無機物からなる被膜を有するものである。

金属製部材の材質は特に限定されないが、例えば、鋼や超鋼合金が挙げられる。

被膜も無機物であれば特に限定されないが、例えば、TiN、TiAlN

、DLC、PCDが挙げられる。

[0020] 具体的に、被覆材には、PCDのような無機物で被覆された工具や機械部品等が該当する。より具体的には、工具鋼、超鋼合金で形成されたドリル、エンドミル工具などが被覆材に該当する。

[0021] 本発明では、このような被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する。従来、被膜が寿命に達した、あるいは被膜形成に失敗した工具は廃棄されているが、脱膜を行い、さらに成膜を行うことで再度利用することが可能となる。

[0022] 次に、本発明の装置について図1を用いて説明する。本発明の装置を用いて上記のような被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離することができる。

[0023] 図1は、本発明の装置の好適例を示す概略断面図である。

図1において本発明の装置2は、2つのイオンガン3および真空チャンバー4を有し、真空チャンバー4内には、その中央部にホルダー5が設置されている。

そして、2つのイオンガンから発せられた各々のイオン流7が、その中央部において重なって、イオン流集中部7Aが形成されるように配置されている。イオン流集中部7Aが形成された真空チャンバー4の中央部に設置されたホルダー5に、被覆材1をセットすることができる。

[0024] ここでホルダー5は大地へ接地され、これによってセットされた被覆材1が大地へ接地される。ホルダー5を直接に大地へ接地すれば被覆材1は大地へ接地されるが、ホルダー5をチャンバー4と導通させ、チャンバー4を大地へ接地すれば、同様に被覆材1は大地へ接地される。

接地の種類は第一種接地(10Ω以下)とする。

[0025] また、イオン流集中部7Aに配置された被覆材1は、ホルダー5にセットした状態で、イオン流7に対して自転させることができるように構成されている。ここで自転とは、例えば被覆材1がドリルの場合であれば、ドリルの長手方向の軸を中心としてその場で回転することを意味する。

また、ホルダー 5 が時計回り（図 1 の矢印の方向）に回転（公転）して、被覆材 1 を公転させる機能を具備している。

[0026] 図 1 に示すように真空チャンバー 4 に固定されたイオンガン 3 は、ガス入口から導入されるガスをプラズマ化し、そのガスイオンを生成させ、イオンビームとしてのイオン流 7 を照射する。

イオンビームの発生装置は各種様式のものがあり、本発明の装置では特に制限されずに用いることができるが、例えば CED 型イオンガン（Closed Electron Drift Ion Gun）を用いることができる。

[0027] ここで、ガス入口から導入されるガスは、被覆材 1 の表面の被膜を脱膜できるガスイオンを発生するものであればよい。例えば、不活性な化学種であり、脱膜効果が高い点から希ガス、なかでもネオンよりも原子量の大きい不活性元素アルゴン、キセノン、クリプトンなどが好ましく、アルゴンがより好ましく使用される。

また、ガスには酸素含有気体も含まれることが好ましい。酸素含有気体として空気が挙げられる。

[0028] 図 1 に例示したような本発明の装置を用いて本発明の方法によって被覆材の脱膜を行う場合、酸素を 67 体積%以上含むガス [1] をプラズマ化して、そのガスイオンを生成し、得られた前記イオン流を前記被覆材へ照射して脱膜する第 1 工程を行い、その後、アルゴンを 80 体積%以上含むガス [2] をプラズマ化して、そのガスイオンを生成し、得られた前記イオン流を前記被覆材へ照射して脱膜する第 2 工程を行うことが好ましい。

また、本発明の方法が第 1 工程および第 2 工程のみからなり、最終工程としての前記第 2 工程を行うことで前記被覆材の脱膜を完了することができることが好ましい。

[0029] このような第 1 工程および第 2 工程を含む（好ましくは第 1 工程および第 2 工程からなる）本発明の方法が好ましい理由について、以下に説明する。

通常、酸素などのガスはイオンなどの物理的衝突反応以外に被膜を酸化脱膜することから、希ガスに比べて脱膜速度が速い。しかし、脱膜の最終工程

では基材の酸化、すなわち脆化を起こす可能性がある。脆化を起こした場合、再生膜を形成することが困難になる。したがって、ある程度の脱膜までは酸素などの化学反応を起こすガス種を使用し、脱膜が終了に近づいてきた場合は、基材の脆化を防止するために希ガス（アルゴン等）を用いることが好ましい。ここで、酸素などの化学反応を起こすガス種を使用して脱膜した場合に、残存している薄膜の厚さの最小値が1  $\mu\text{m}$  になったら（つまり、残存している薄膜における最も薄い部分の厚さが1  $\mu\text{m}$  になったら）、基材の脆化を防止するために希ガス（アルゴン等）を用いることが好ましい。このようにガス種を変更することで、脱膜速度を向上させることと、基材の脆化を防止することが可能になる。

[0030] 第1工程では、上記のように、酸素を67体積%以上含むガス〔1〕を用いるが、ガス〔1〕における酸素濃度は80体積%以上であることが好ましく、90体積%以上であることがより好ましく、95体積%以上であることがより好ましく、100体積%であってもよい。

[0031] ガス〔1〕が含み得る、酸素以外のガスとして、アルゴン、 $\text{CF}_4$ 、 $\text{SF}_6$ 、 $\text{CCl}_4$ および $\text{CCl}_2\text{F}_2$ からなる群から選ばれる少なくとも1つが挙げられる。これらの中でも、アルゴンおよび $\text{CF}_4$ からなる群から選ばれる少なくとも1つが好ましく、 $\text{CF}_4$ がより好ましい。

[0032] ガス〔1〕がアルゴンを含むと安定したプラズマを発生させ易いので好ましい。

ガス〔1〕におけるアルゴンの含有率は20体積%以下であることが好ましく、10体積%以下であることがより好ましく、5体積%以下であることがより好ましく、3体積%以下であることがより好ましく、1体積%以下であることがさらに好ましい。

[0033] ガス〔1〕が酸素のみからなる場合、工具の種類によっては、酸素イオンが基材をスパッタし、未だ残存している被膜のうえに、基材と同じ材料からなる薄膜を形成してしまう場合があることを、本願発明者は見出した。そして、さらなる研究開発の結果、ガス〔1〕が $\text{CF}_4$ を含むと、このような現象

が発生し難いことを見出した。

ガス [1] における  $CF_4$  の含有率は 33 体積%以下であることが好ましく、20 体積%以下であることがより好ましく、10 体積%以下であることがより好ましく、5 体積%以下であることがより好ましく、3 体積%以下であることがより好ましく、1 体積%以下であることがさらに好ましい。

[0034] 第2工程では、上記のように、アルゴンを 80 体積%以上含むガス [2] を用いるが、ガス [2] におけるアルゴン濃度は 90 体積%以上であることが好ましく、95 体積%以上であることがより好ましく、100 体積%であることがさらに好ましい。

[0035] 第1工程と第2工程とを連続して行う場合、ガス入口から導入するガス種をガス [1] からガス [2] へ変更する。ここで、変更した直後から短時間（例えば数分）は、ガス [1] とガス [2] とが混ざることになるが、これが脱膜の作用に悪影響を及ぼすことはない。また、このような場合であっても、第1工程および第2工程のみを行っていることに相当するものとする。すなわち、第1工程および第2工程のみからなる本発明の方法に相当するものとする。

[0036] 真空チャンバー4を満たすガスの真空圧は、0.01~1.0 Pa であることが好ましく、0.05~0.5 Pa であることがより好ましい。

[0037] イオン照射条件（脱膜処理条件）は、ガス種、装置の種類によっても異なるが、イオン化電圧は 2~4 kV であることが好ましく、処理時間は 5分~6時間程度であることが好ましい。CED型イオンガンを使用する場合のイオン化電流は 0.1~1 A 程度であることが好ましい。

また、イオン照射温度は約 200℃以下で行うことが好ましい。

[0038] ここで被覆材1を大地へ接地し、さらに好ましくは強制バイアスを付加しない。この場合、イオン流れがバイアスの影響で偏向を受けないので、死角発生 の低減化を行うことに成功した。

[0039] 上記のように本発明の装置は2つのイオンガンを有するが、この理由について説明する。図2は、イオンガンが1つの場合と2つの場合とにおいて、

照射されたイオンが被覆材の全表面に衝突するか否かをシミュレーションしたものである。

具体的に説明する。

図2は、後述する実験例1～7において用いた市販の2枚刃ドリルの断面を模擬したものであり、ドリルの凹部表面に照射されたイオンが衝突する程度を線積分して算出したものである。ここで $J_0$ はイオン電流密度 ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ ) を意味する。

図2に示すように、イオンガンが1つの場合の線積分値は0.6306 $J_0$ であるのに対し、イオンガンが2つの場合の線積分値は1.4718 $J_0$ と大きな数値となった。

これより、イオンガンが1つの場合、照射されたイオンが十分に届かない箇所、すなわち、死角が形成される可能性があり、その結果、イオン照射後に被膜の残渣が認められる可能性があると推定される。

したがって、本発明の装置はイオンガンを2つ以上備えることが好ましい。

[0040] このような本発明の装置を用いて、本発明の方法を好ましく実施することができる。

[0041] 本発明によって被覆材を処理すると、脆性相の発生が無く、表面粗さは再成膜が可能な粗さが維持され、成膜層厚さ10 $\mu\text{m}$ 程度の脱膜は短時間（例えば6時間程度）で可能となり、経済速度も維持できる。

## 実施例

[0042] 以下に、7つの実験例を示して本発明を具体的に説明する。

[0043] (実験例1)

市販の誘導結合型プラズマ装置 (ICP) を用いて、市販の2枚刃ドリルの脱膜を行った。ここで2枚刃ドリルは、PCDが10 $\mu\text{m}$ の厚さで被覆された超鋼合金製のものであり、呼び径は10mmである。2枚刃ドリルの例を図3の写真に示す。

[0044] 図4に、ICPによって脱膜処理 (プラズマ処理) を施している最中の2

枚刃ドリル10の断面図（概略図）を示す。また、図5に、ICP装置上観断面と2枚刃ドリル10の配置を示す。

脱膜処理条件を第1表に示す。

[0045] [表1]

第1表

真空圧と残存気体	P=0.5Pa, O <sub>2</sub>
プラズマ密度 n <sub>e</sub> /cc	10 <sup>12</sup>
バイアス電圧 U <sub>bias</sub> V	-30
シース相厚さ D <sub>sheath</sub> mm	0.1

[0046] なお、脱膜処理中は、2枚刃ドリル10を時計回り（図4の矢印の方向）に回転させた。また、脱膜処理中は、図5に示すように、複数の2枚刃ドリル10をセットしたホルダー15を時計回り（図5の矢印の方向）に回転させることで、2枚刃ドリル10を公転させた。

図5において点線の内部の領域17はICPの集積部分を示す。

[0047] このようにして2枚刃ドリル10の脱膜を行ったところ、図4に示すように、2枚刃ドリル10の表面に、プラズマによる厚さ0.1mmのシースが形成された。

[0048] そして、脱膜処理後、2枚刃ドリル10の表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。図6（a）に1,500倍で観察したSEM像、図6（b）に15,000倍で観察したSEM像を示す。

10μm厚のPCDは脱膜できたが、図6（b）に示すように、基材を荒らし、炭素膜（丸囲み）を形成した。よって、再成膜を形成し難い。

[0049] （実験例2）

市販のHC型プラズマ装置（新明和工業株式会社製、HC型プラズマ装置：IE-400）を用いて、実験例1と同様の2枚刃ドリル10の脱膜を行った。

[0050] 図7に、HC型プラズマ装置によって脱膜処理（プラズマ処理）を施して

いる最中の2枚刃ドリル10の断面図（概略図）を示す。また、図8に、HC型プラズマ装置の装置上観断面と2枚刃ドリル10の配置を示す。

脱膜処理条件を第2表に示す。

[0051] [表2]

第2表

真空圧と残存気体	$P=0.4\sim 1\text{Pa}$ , $\text{O}_2$ , $\text{Ar}$
プラズマ密度 $n_g/\text{cc}$	$10^{10}$
バイアス電圧 $U_{\text{bias}}\text{ V}$	$-400\sim -700$
シース相厚さ $D_{\text{sheath}}\text{ mm}$	$5\sim 30$

[0052] なお、脱膜処理中は、2枚刃ドリル10を時計回り（図7の矢印の方向）に回転させた。また、脱膜処理中は、図8に示すように、複数の2枚刃ドリル10をセットしたホルダー15を時計回り（図8の矢印の方向）に回転させることで、2枚刃ドリル10を公転させた。

図8において点線の内部の領域17はホローカソードプラズマの集積部分を示す。

[0053] このようにして2枚刃ドリル10の脱膜を行ったところ、図7に示すように、2枚刃ドリル10の表面に、プラズマによる厚さ5～30mmのシースが形成された。また、図7に示すようにホローカソードプラズマが十分に届かない箇所（Shadow zone）が形成され、基材をスパッタし、スパッタされた基材成分が基材を被覆する現象（図7ではre-depositionと表記した）が見られた。

[0054] そして、脱膜処理後、2枚刃ドリルの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。図9（a）に25倍で観察したSEM像、図9（b）に2,000倍で観察したSEM像を示す。

図9に示すように、PCDの薄膜の残渣が検出された。よって、これらを機械的に除去しない限り、再成膜を形成し難い。

また、HC装置はその構造から発熱が大きく、水冷構造、あるいは耐熱材

料を使用することなく長時間の運転には耐え難いという欠点もあった。

[0055] (実験例3)

イオン照射装置を用い、バイアス電圧を付加して、実験例1と同様の2枚刃ドリル10の脱膜を行った。

[0056] 図10に、イオン照射装置によって脱膜処理を施している最中の2枚刃ドリル10の断面図(概略図)を示す。また、図11に、イオン照射装置の装置上観断面と2枚刃ドリル10の配置を示す。

図11に示すイオン照射装置11は、4つのイオンガン13および真空チャンバー14を有し、真空チャンバー14内には、陰極に接続したホルダー15が設置されている。そして、ホルダー15には、複数の2枚刃ドリル10がセットされている。また、図11に示すように、4つのイオンガン13は2つのイオンガン13が対向するように配置されている。さらにイオンガン13は、ガス入口から導入されるガス(アルゴン+酸素)をプラズマ化して、そのガスイオンを生成させ、イオンビームとしてのイオン流17を照射する。

このようなイオンビームの発生装置として、市販のCED型イオンガン(Closed Electron Drift Ion Gun)を用いた。

脱膜処理条件を第3表に示す。ホルダー15は陰極に接続されており、バイアス電圧を付加した。

[0057] [表3]

第3表

真空圧と残存気体	$P=0.1\sim 0.35\text{Pa}$ , $\text{O}_2$ , $\text{Ar}$
バイアス電圧 $U_{\text{bias}}$ V	-100~-500
シース相厚さ $D_{\text{sheath}}$ mm	無し
イオン化電流 mA	0.1
イオン化電圧 KV	1

[0058] なお、脱膜処理中は、2枚刃ドリル10を時計回り（図10の矢印の方向）に回転させた。また、脱膜処理中は、図11に示すように、複数の2枚刃ドリル10をセットしたホルダー15を時計回り（図11の矢印の方向）に回転させることで、2枚刃ドリル10を公転させた。

図11において2つのイオン流17が重なる中央の領域は照射されたイオンの集積部分（イオン流集中部17A）を示す。

[0059] このようにして2枚刃ドリル10の脱膜を行ったところ、図10に示すように、照射されたイオンが十分に届かない箇所（Shadow zone）が形成された。

[0060] そして、脱膜処理後、2枚刃ドリルの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。図12（a）に35倍で観察したSEM像、図12（b）に1,000倍で観察したSEM像を示す。

図12に示すように、PCDの薄膜の残渣が検出された。よって、これらを機械的に除去しない限り、再成膜を形成し難い。

[0061] （実験例4）

イオン照射装置を用い、バイアス電圧を付加しないで、実験例1と同様の2枚刃ドリル10の脱膜を行った。

[0062] 図13に、バイアス電圧を付加せず、大地へ接地して、イオン照射装置によって脱膜処理を施している最中の2枚刃ドリル10の断面図（概略図）を示す。また、図14に、イオン照射装置の装置上観断面と2枚刃ドリル10の配置を示す。

図14に示すイオン照射装置12は、実験例3で用いたイオン照射装置11と同様に、4つのイオンガン13および真空チャンバー14を有し、真空チャンバー14内には、大地へ接地したホルダー15が設置されている。また、照射されたイオンが集中する中央部（イオン流集中部17A）に、複数の2枚刃ドリル10をセットしたホルダー15が接地されている。

[0063] また、図14に示すように、4つのイオンガン13は2つのイオンガン13が対向するように配置されている。さらにイオンガン13は、ガス入口か

ら導入されるガスをプラズマ化して、そのガスイオンを生成させ、イオンビームとしてのイオン流 17 を照射する。

ここで、初めに、ガス入口からガス [1] として酸素のみを導入した。真空チャンバーを満たす酸素の真空圧は 0.1 ~ 0.35 Pa とした。そして、イオン化電流を 0.1 mA、イオン化電圧を 1 KV として、酸素をプラズマ化して酸素イオンを生成させ、イオンビームとしてのイオン流を照射した。

その後、残存している薄膜の厚さの最小値が 1  $\mu$ m になったら（つまり、残存している薄膜における最も薄い部分の厚さ 1  $\mu$ m になったら）、酸素の導入を停止し、ガス入口からガス [2] としてアルゴンを導入した。真空チャンバーを満たすアルゴンの真空圧は 0.1 ~ 0.35 Pa とした。そして、イオン化電流を 0.1 mA、イオン化電圧を 1 KV として、アルゴンをプラズマ化してアルゴンイオンを生成させ、イオンビームとしてのイオン流を照射した。

脱膜処理条件を第 4 表に示す。

[0064] [表4]

第 4 表

真空圧	P=0.1~0.35Pa
バイアス電圧 $U_{bias}$ V	接地
シース相厚さ $D_{sheath}$ mm	無し
イオン化電流 mA	0.1
イオン化電圧 KV	1

[0065] なお、脱膜処理中は、2 枚刃ドリル 10 を時計回り（図 13 の矢印の方向）に回転（自転）させた。また、脱膜処理中は、図 14 に示すように、複数の 2 枚刃ドリル 10 をセットしたホルダー 15 を時計回り（図 14 の矢印の方向）に回転させることで、2 枚刃ドリル 10 を公転させた。

図14において2つのイオン流17が重なる中央の領域は、照射されたイオンの集積部分（イオン流集中部17A）を示す。

[0066] このようにして2枚刃ドリル10の脱膜を行ったところ、イオン流の偏向はなく、実験例2、3にて観察されたような、照射されたイオン流が十分に届かない箇所（Shadow zone）は形成されなかった。

[0067] そして、脱膜処理後、2枚刃ドリルの表面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。図15（a）に25倍で観察したSEM像、図15（b）に2,000倍で観察したSEM像を示す。

図15に示すように、10 $\mu$ m厚のPCDは脱膜できた。また、基材の表面は荒れていなかった。よって、再成膜を形成することが可能である。

[0068] （実験例5）

実験例4で用いたものと同じイオン照射装置を用い、同様の実験を行った。ただし、ガス[1]としての酸素およびガス[2]としてのアルゴンをプラズマ化するときのイオン化電流を120mAとし、イオン化電圧を4KVとした。

[0069] そして、脱膜処理後、2枚刃ドリルのすくい面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。すくい面は俗に死角部とも言われ、脱膜され難い部分である。図16（a）に600倍で観察したSEM像、図16（b）に3,000倍で観察したSEM像を示す。

図16より、PCD被膜は概ね剥離できたものの、一度、剥離されたPCDの一部が再度、蒸着していることがわかった。このような現象が生じた場合、脱膜をさらに進行させることは困難となる。

[0070] （実験例6）

実験例4、実験例5で用いたものと同じイオン照射装置を用い、同様の実験を行った。ただし、ガス[1]は酸素のみではなく、酸素を95体積%、CF<sub>4</sub>を5体積%含むものを用いた。さらに、ガス[1]（酸素+CF<sub>4</sub>）およびガス[2]としてのアルゴンをプラズマ化するときのイオン化電流を120mAとし、イオン化電圧を4KVとした。

[0071] そして、脱膜処理後、2枚刃ドリルのすくい面を走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて観察した。すくい面は俗に死角部とも言われ、脱膜され難い部分である。図17（a）に600倍で観察したSEM像、図17（b）に3,000倍で観察したSEM像を示す。

図17より、PCD被膜は剥離されており、かつ、実験例5にて得られた図16に観察されたような、剥離されたPCDが再度の蒸着したものは観察されなかった。したがって、脱膜が良好に進行したものと考えられる。

[0072] （実験例7）

実験例6では、ガス[1]における $CF_4$ 含有率を5体積%としたが、この比率を変更した場合について、複数の実験を行った。そして、この比率と、PCDの浸食速度（Etching rate）および基材の浸食速度（Etching rate）との関係を求めた。

その他の脱膜条件等は、実験例6と同様とした。

結果を図18に示す。

[0073] 図18に示すように、 $CF_4$ の増加に伴いPCDの脱膜速度は低下するが、基材（図18中ではWC-Coと記す）の浸食速度は増加する。基材が浸食される度合いが大き過ぎると脱膜処理後の再生使用が困難となる。したがって、図18より、 $CF_4$ 含有率（体積%）と酸素含有率（体積%）との合計に対する $CF_4$ 含有率（体積%）の比（図18中では $CF_4 : O_2$  ratioと記す）は5%以下が妥当と判断できる。

### 符号の説明

- [0074]
- 1 : 被覆材
  - 2 : 本発明の装置
  - 3 : イオンガン
  - 4 : 真空チャンバー
  - 5 : ホルダー
  - 7 : イオン流
  - 10 : 2枚刃ドリル

- 1 1 : イオン照射装置
- 1 2 : イオン照射装置
- 1 3 : イオンガン
- 1 4 : 真空チャンバー
- 1 5 : ホルダー
- 1 7 : イオン流
- 1 7 A : イオン流集中部

## 請求の範囲

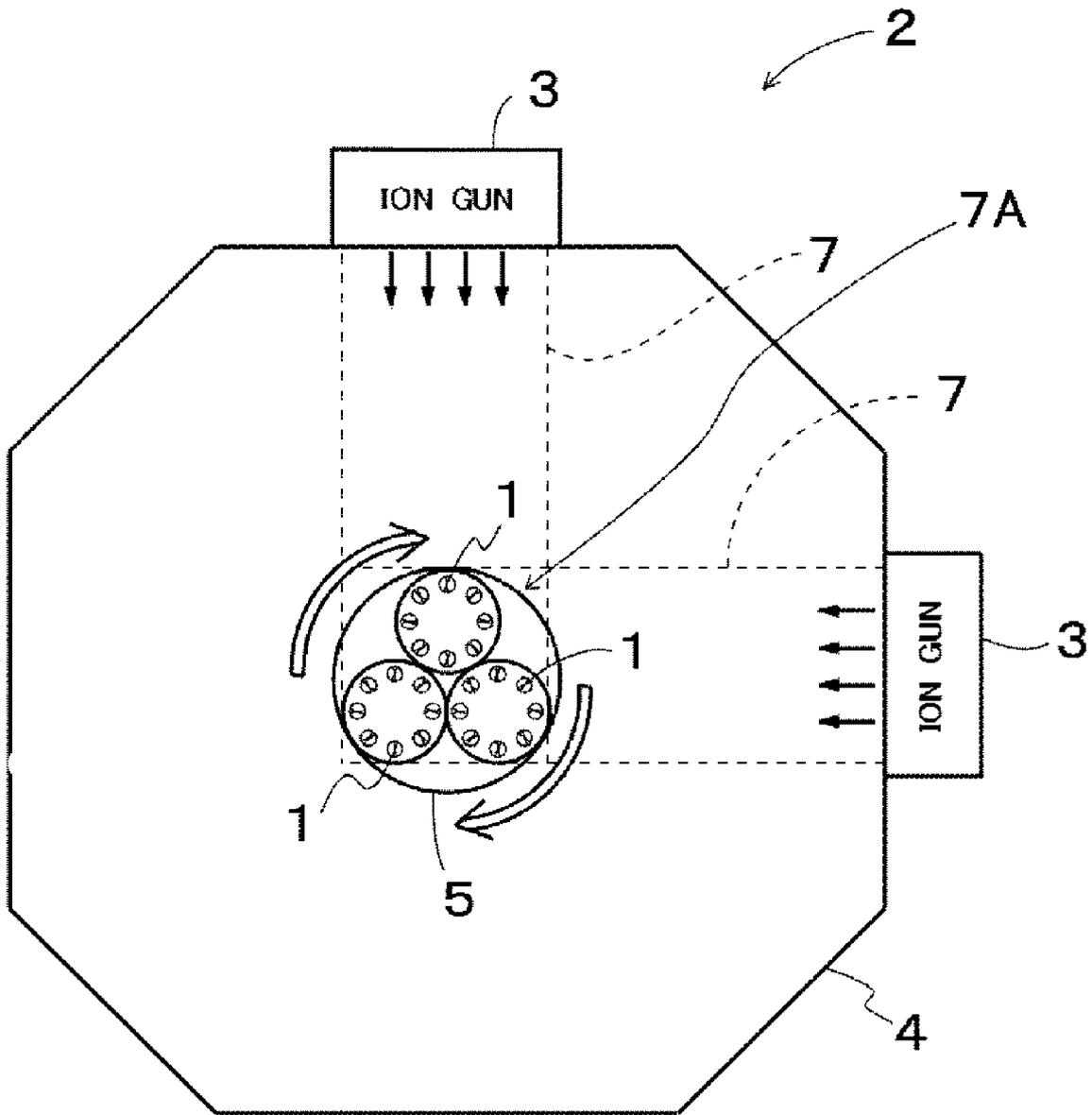
- [請求項1] 金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜方法であって、
- 前記被覆材を2以上のイオン流が重なるイオン流集中部に設置し、前記被覆材を大地へ接地して、前記被覆材へ前記イオン流を照射することを特徴とする脱膜方法。
- [請求項2] 酸素を67体積%以上含むガス〔1〕をプラズマ化して、そのガスイオンを生成し、得られた前記イオン流を前記被覆材へ照射して脱膜する第1工程と、
- アルゴンを80体積%以上含むガス〔2〕をプラズマ化して、そのガスイオンを生成し、得られた前記イオン流を前記被覆材へ照射して脱膜する第2工程と、を含み、
- 前記第1工程の後に前記第2工程を行うことを特徴とする、請求項1に記載の脱膜方法。
- [請求項3] 前記第1工程および前記第2工程のみからなり、最終工程としての前記第2工程を行うことで前記被覆材の脱膜を完了することができる、請求項2に記載の脱膜方法。
- [請求項4] 前記ガス〔1〕が、アルゴン、 $CF_4$ 、 $SF_6$ 、 $CCl_4$ および $CCl_2F_2$ からなる群から選ばれる少なくとも1つを含む、請求項2または3に記載の脱膜方法。
- [請求項5] 前記ガス〔1〕が $CF_4$ を含み、 $CF_4$ 含有率（体積%）と酸素含有率（体積%）との合計に対する $CF_4$ 含有率（体積%）の比（ $(CF_4$ 含有率 / ( $CF_4$ 含有率 + 酸素含有率)) × 100）が5%以下である、請求項2～4のいずれかに記載の脱膜方法。
- [請求項6] 金属製部材の表面に無機物からなる被膜が付いてなる被覆材へイオン流を照射して、前記金属製部材から前記被膜を剥離する脱膜装置であって、

前記被覆材が大地へ接地されるように構成されており、  
イオンガンを2個以上有し、これらのイオンガンはイオン流集中部  
が形成されるように配置されており、

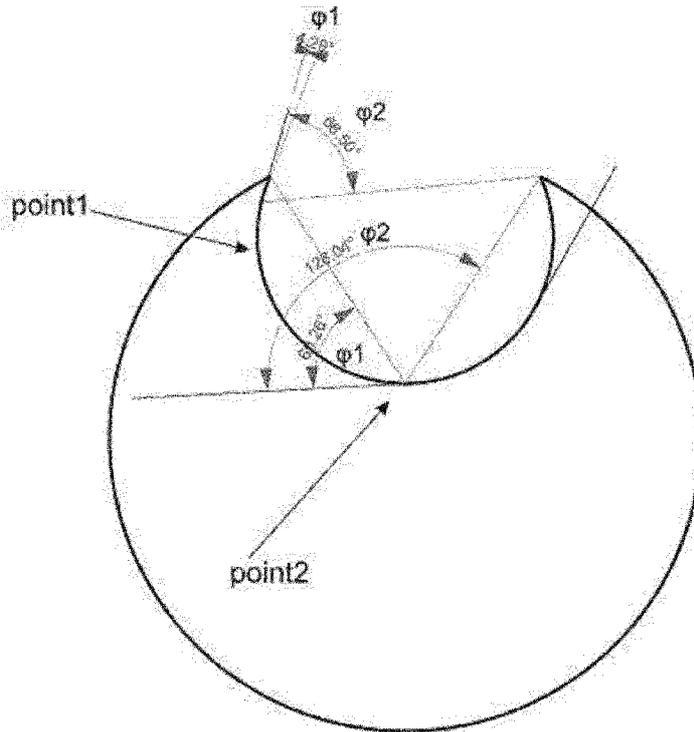
前記被覆材を前記イオン流集中部に設置できるように構成されてい  
て、請求項1～5のいずれかに記載の脱膜方法を行うことができる、  
脱膜装置。

[請求項7] 前記イオン流集中部に配置された前記被覆材を、イオン流に対して  
自転および／または公転させる機能を具備することを特徴とする、請  
求項6に記載の脱膜装置。

[図1]



[図2]



point1:  $\phi = (4.29^\circ - 68.50^\circ)$

point2:  $\phi = (27.94^\circ - 126.04^\circ)$

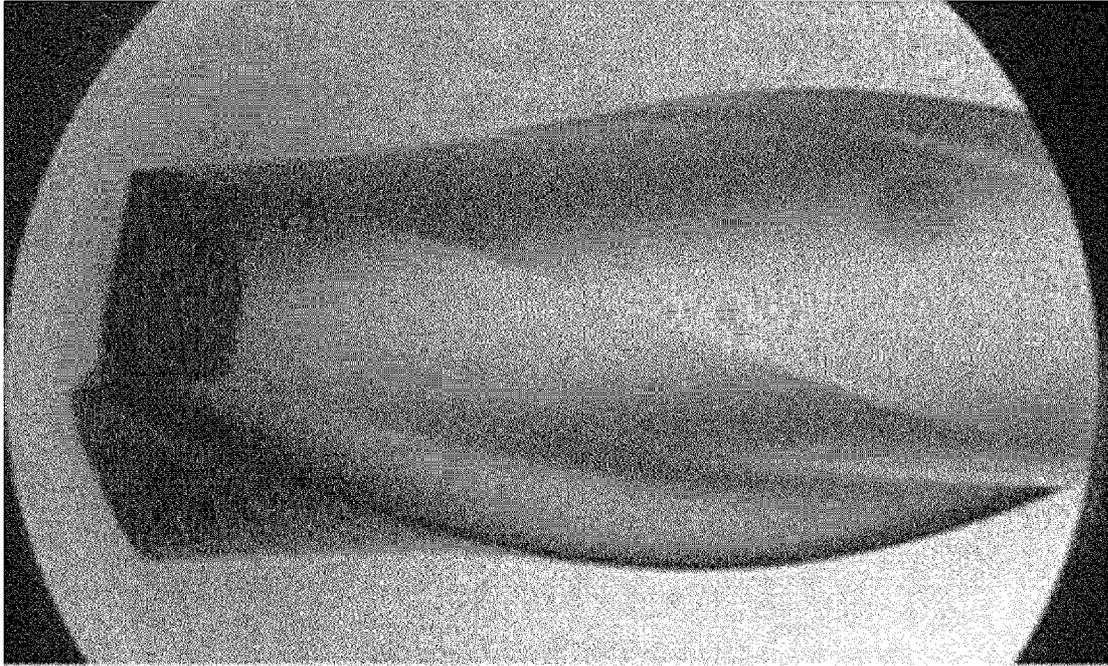
$$J = J_0 \sin(\varphi)$$

$$J_{total1} = \int_{\varphi_1}^{\varphi_2} J_0 \sin(\varphi) d\varphi = \int_{4.29^\circ}^{68.50^\circ} J_0 \sin(\varphi) d\varphi = 0.6306 J_0$$

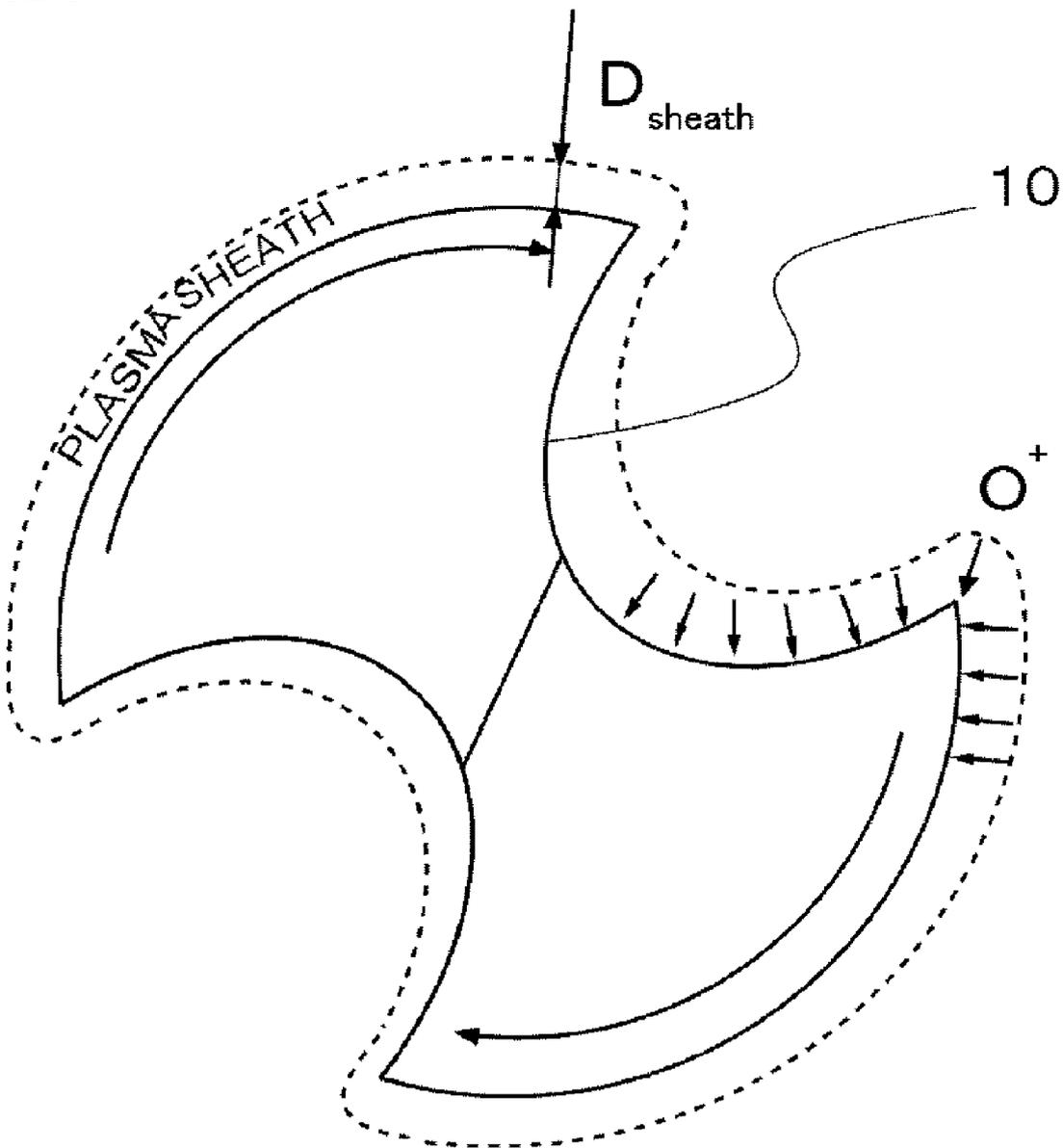
$$J_{total2} = \int_{\varphi_1}^{\varphi_2} J_0 \sin(\varphi) d\varphi = \int_{27.94^\circ}^{126.04^\circ} J_0 \sin(\varphi) d\varphi = 1.4718 J_0$$

$J_0$ : イオン電流密度 ( $\text{mA}/\text{cm}^2$ )

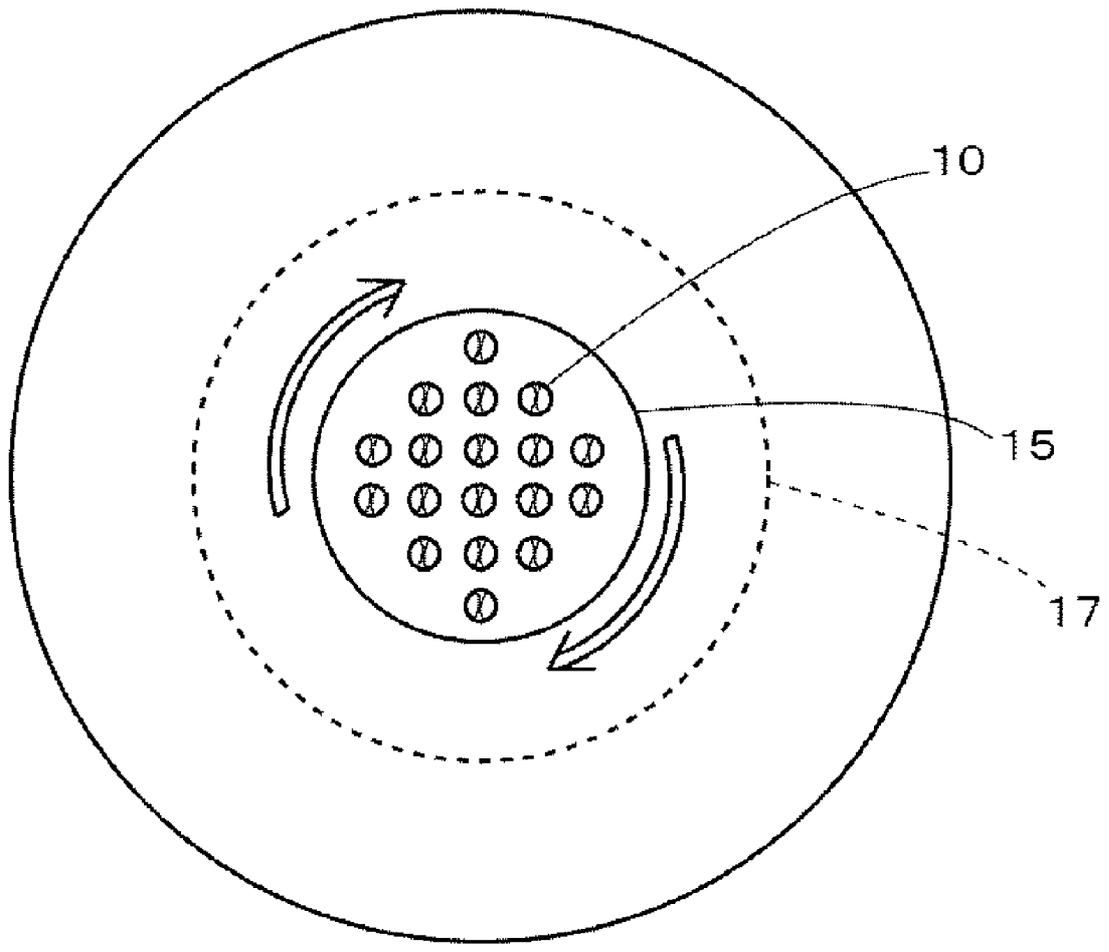
[圖3]



[圖4]

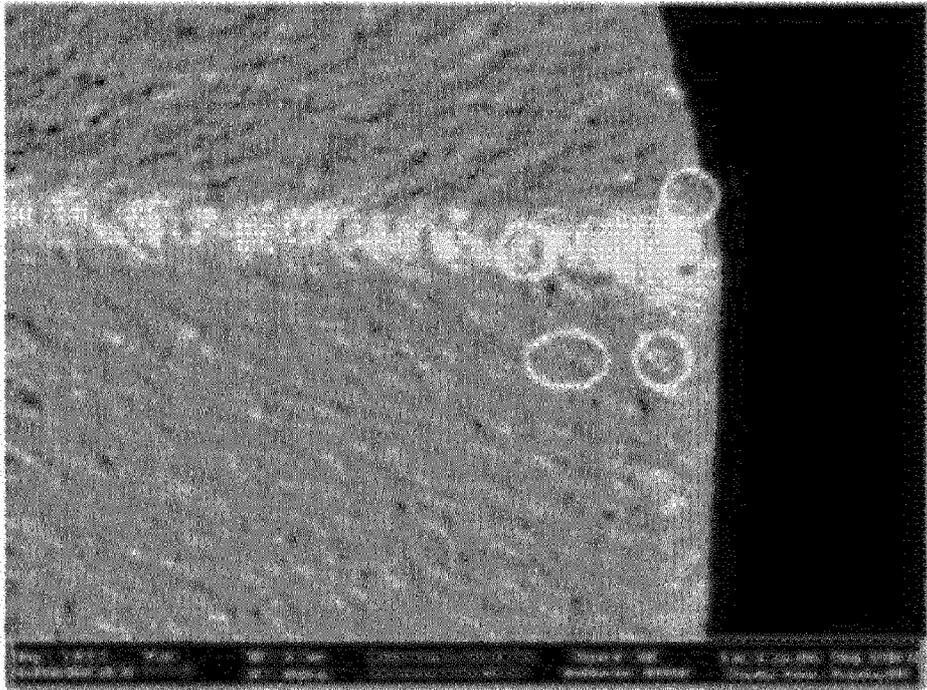


[図5]

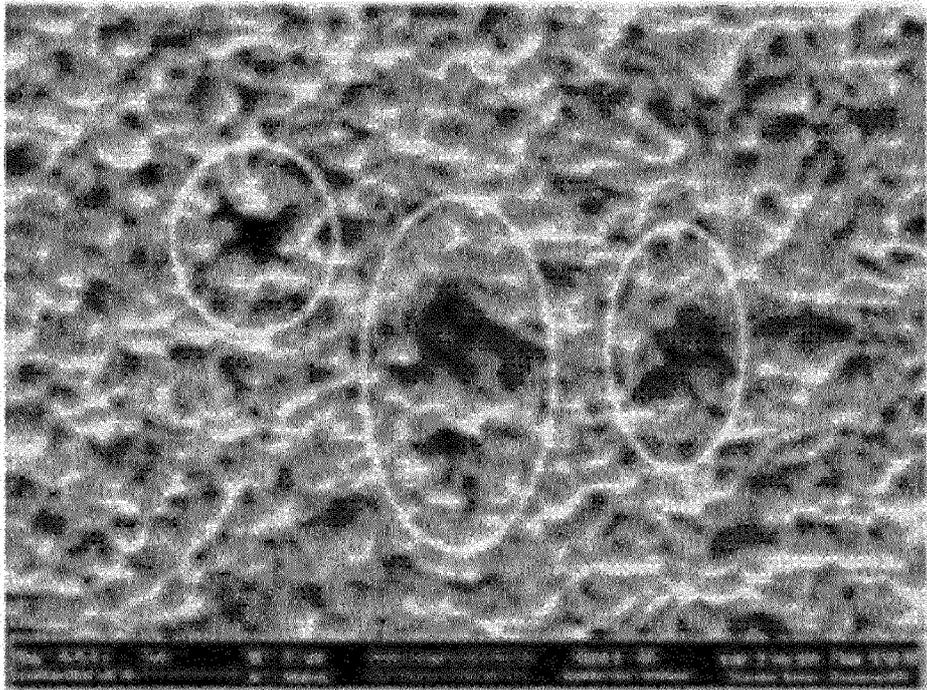


[図6]

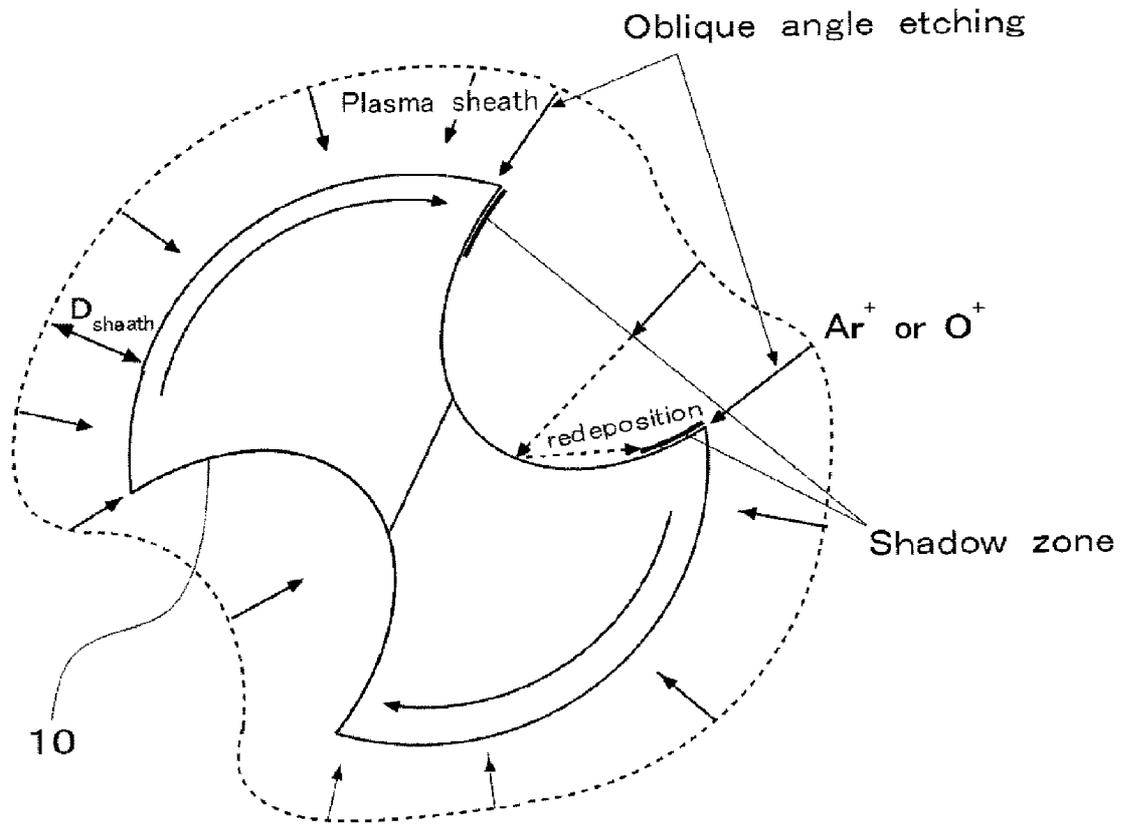
(a)



(b)



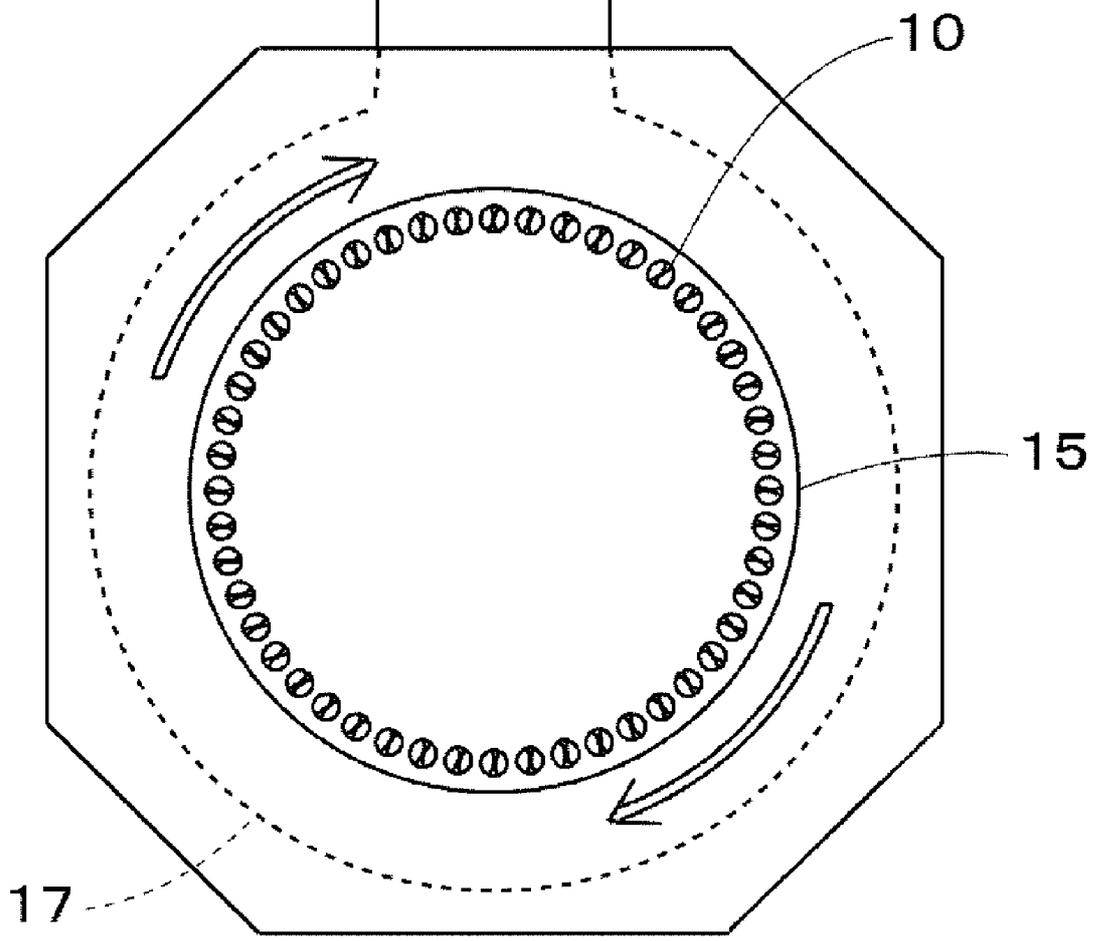
[図7]



[図8]

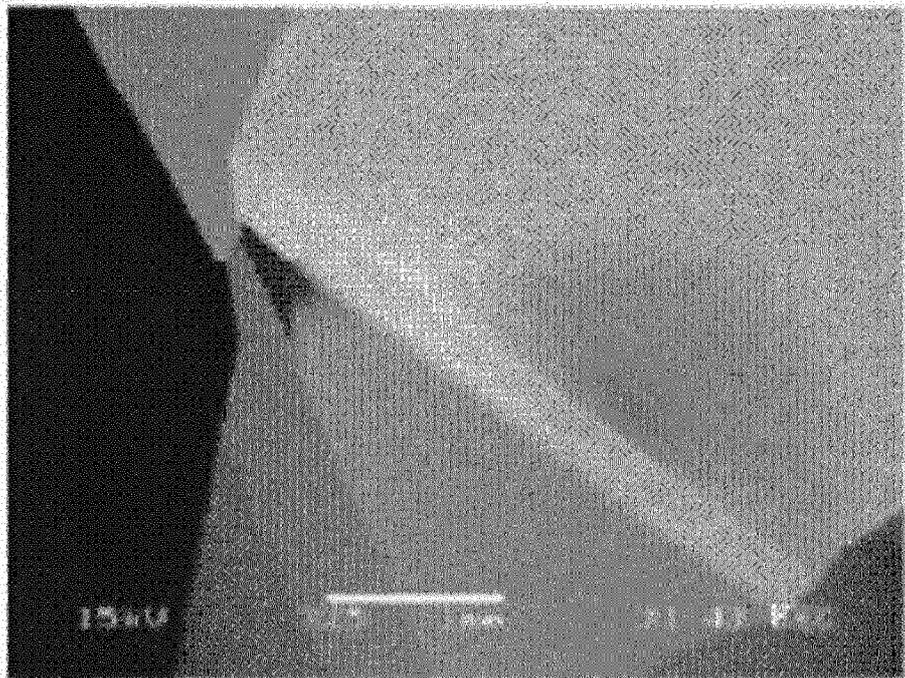
HC Etching

HC Source

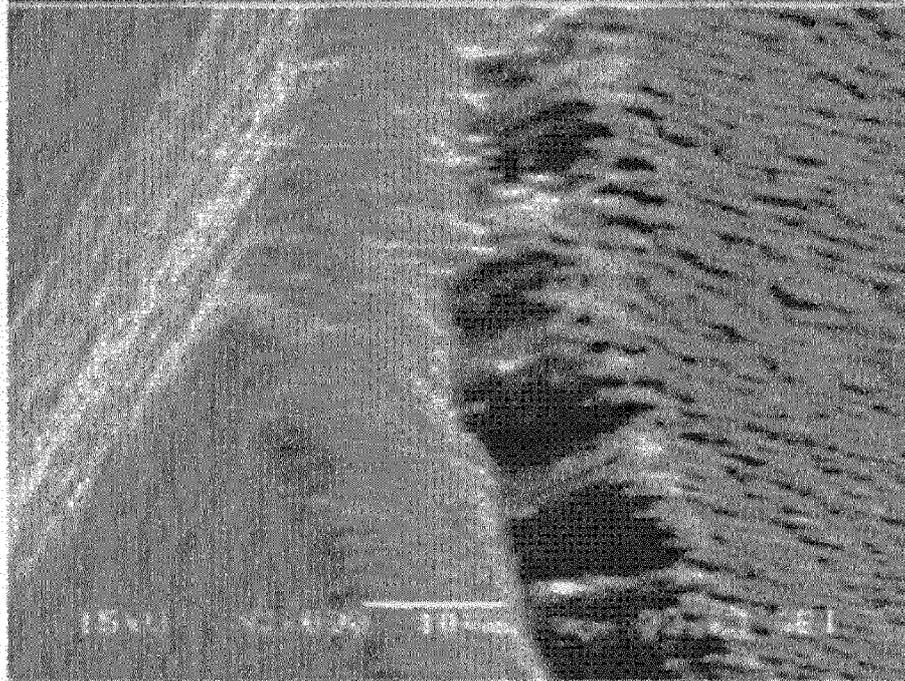


[図9]

(a)



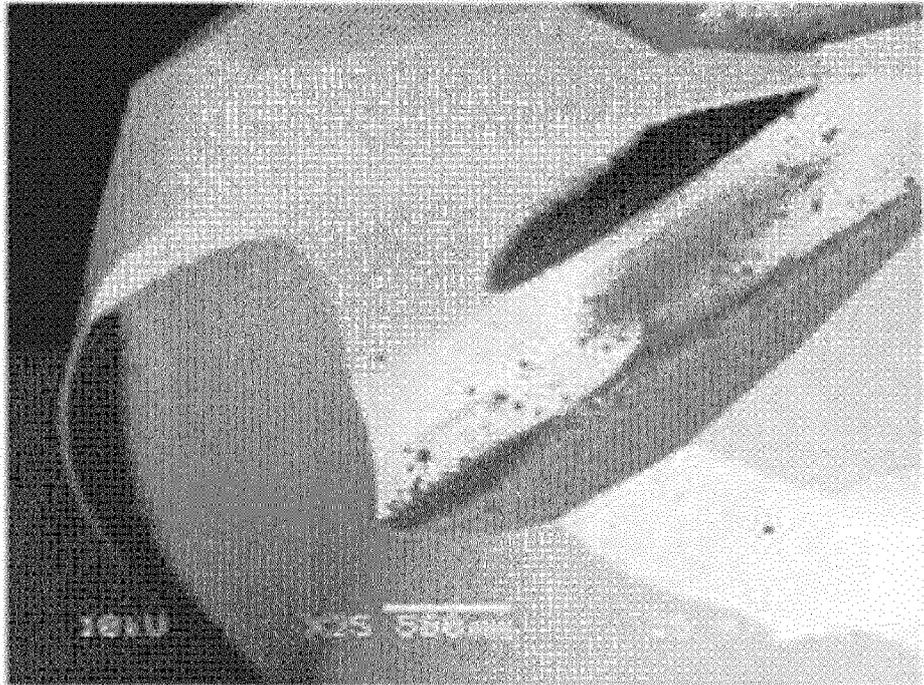
(b)



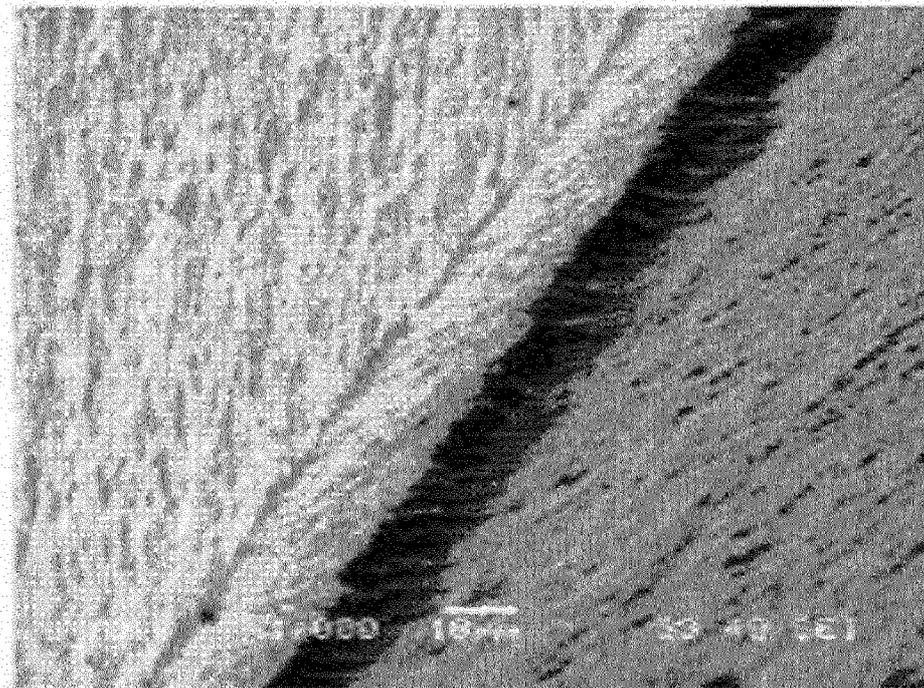


[図12]

(a)

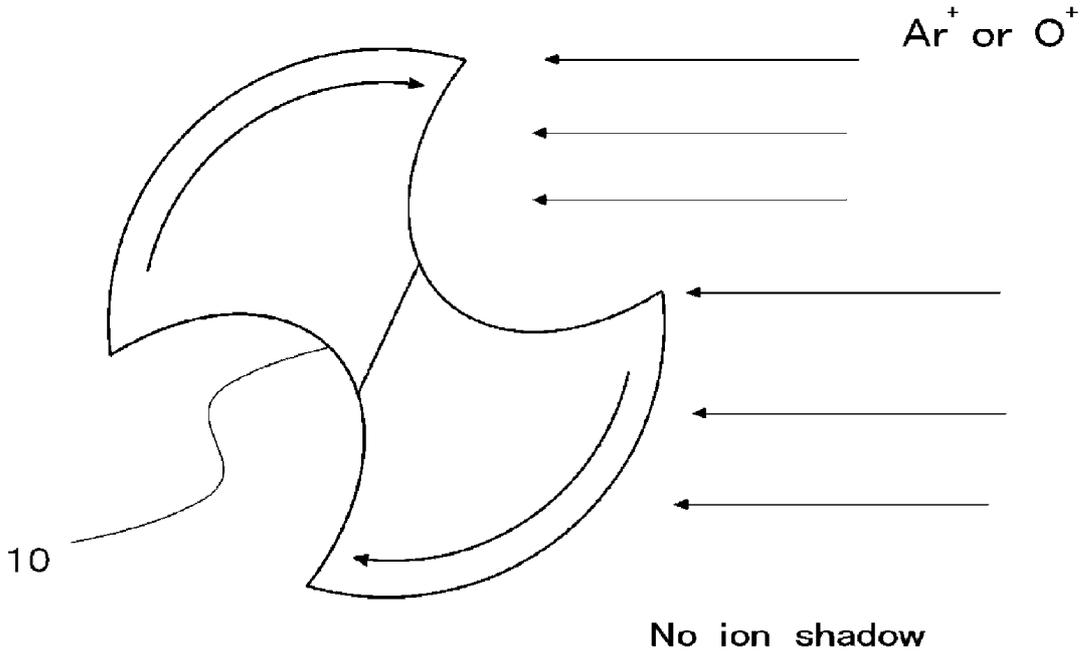


(b)

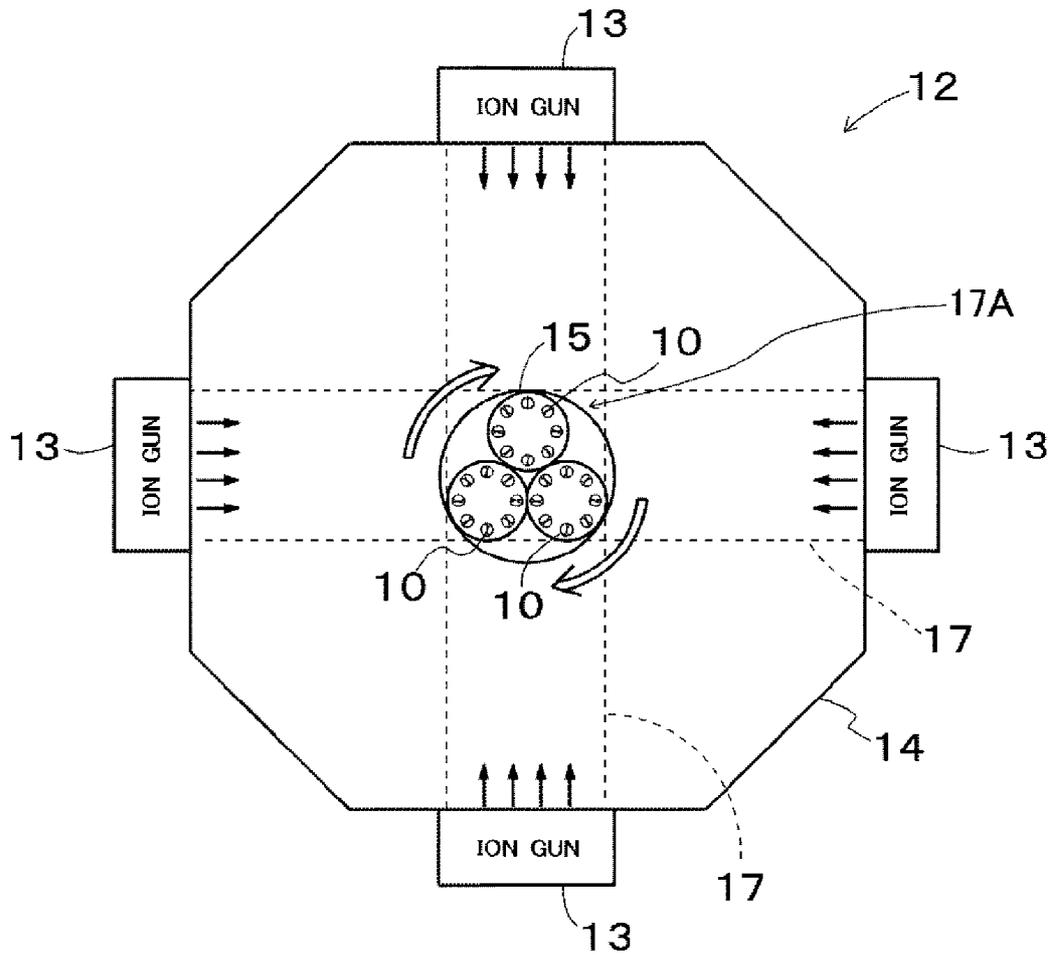


[圖13]

Unbiased ion beam etching

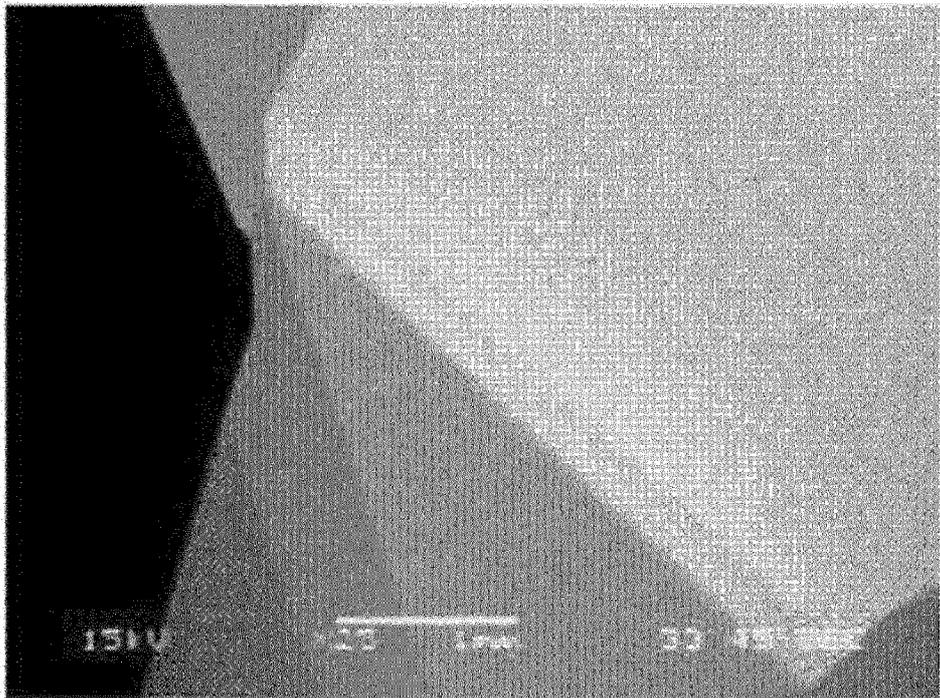


[圖14]

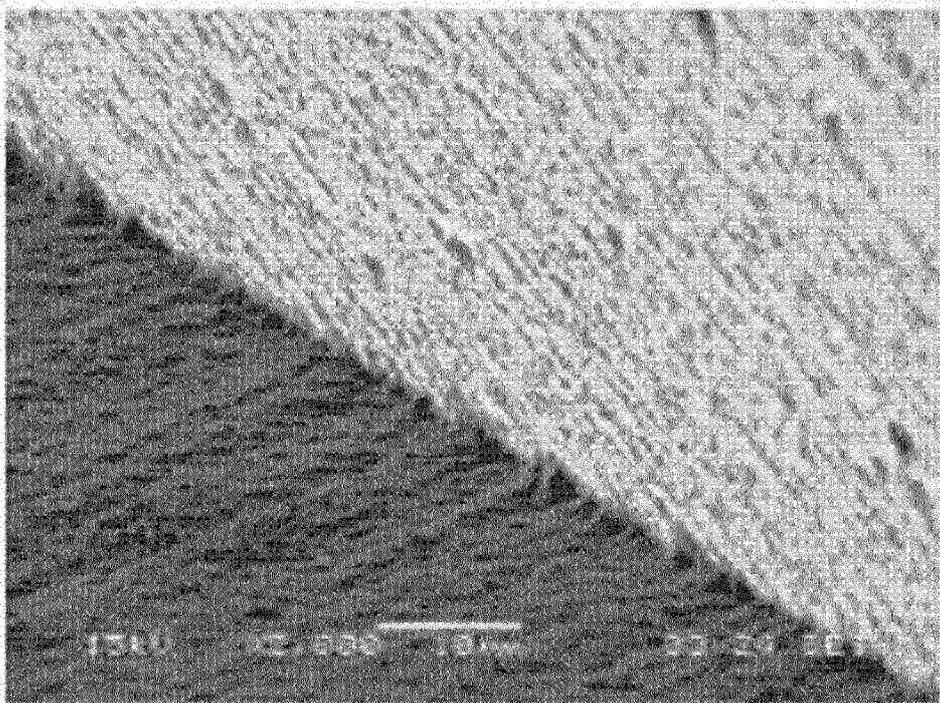


[図15]

(a)

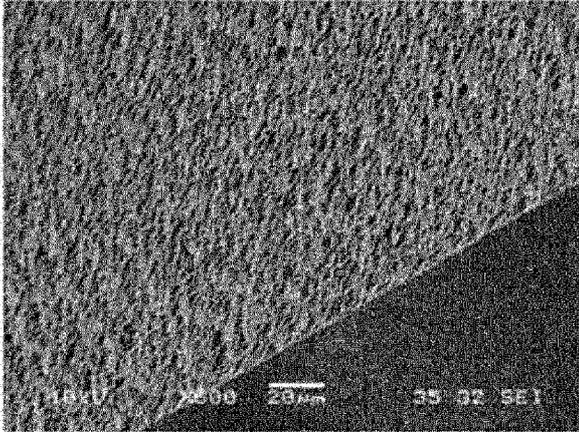


(b)

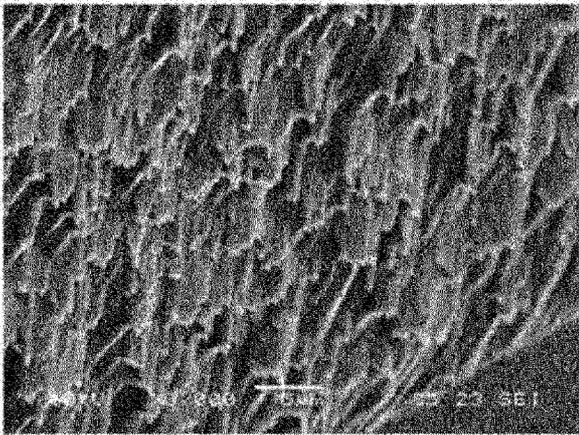


[図16]

(a)



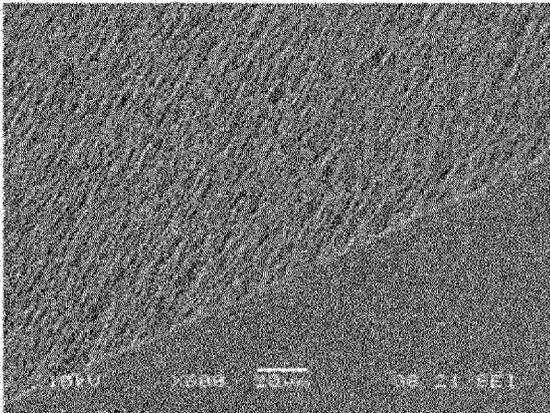
(b)



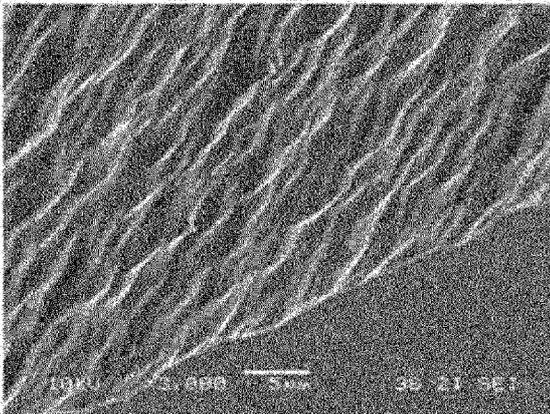
← 剥離されたPCDの  
一部が再度、蒸着  
している

[図17]

(a)

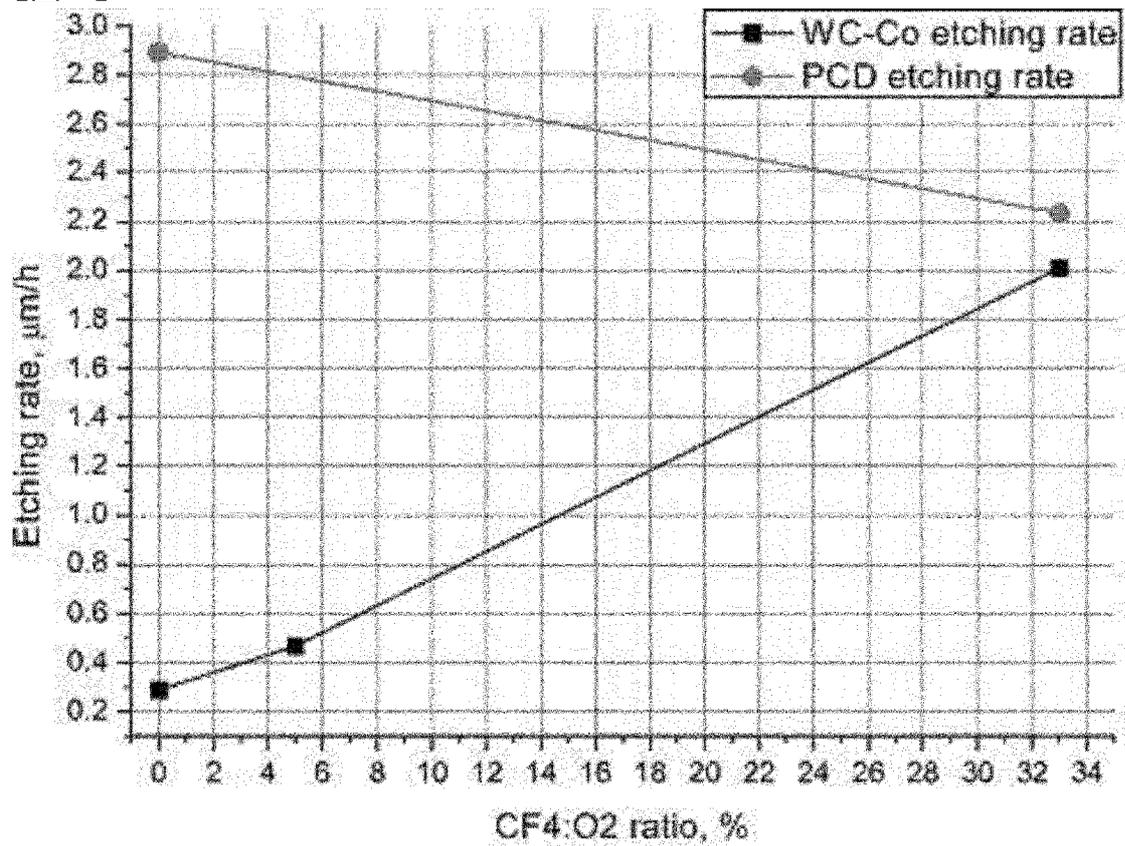


(b)



← 剥離されたPCDは再蒸着していない

[図18]



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.  
PCT/JP2016/060257

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
H01J37/30(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)  
C23F1/00-4/04, C23G1/00-5/06, H01J37/30-37/36

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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.
Y A	JP 2011-146690 A (Canon Anelva Corp.), 28 July 2011 (28.07.2011), paragraphs [0019], [0060], [0061], [0063]; fig. 1 & US 2011/0147200 A1 paragraphs [0041], [0082], [0083], [0085]; fig. 1	1, 6-7 2-5
Y A	JP 2009-272293 A (Hitachi High-Technologies Corp.), 19 November 2009 (19.11.2009), paragraph [0029] & US 2009/0256081 A1 paragraph [0048]	1, 6-7 2-5

Further documents are listed in the continuation of Box C.       See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 30 May 2016 (30.05.16)	Date of mailing of the international search report 07 June 2016 (07.06.16)
---	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer  Telephone No.
--	---

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2016/060257

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 4-041670 A (Mitsubishi Materials Corp.), 12 February 1992 (12.02.1992), page 2, lower right column, lines 18 to 20 (Family: none)	7

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01J37/30(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 (IPC))

Int.Cl. C23F1/00-4/04, C23G1/00-5/06, H01J37/30-37/36

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	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y A	JP 2011-146690 A (キヤノンアネルバ株式会社) 2011.07.28, [0019]、[0060]、[0061]、[0063]、図1 & US 2011/0147200 A1, [0041], [0082], [0083], [0085], Fig.1	1, 6-7 2-5
Y A	JP 2009-272293 A (株式会社日立ハイテクノロジーズ) 2009.11.19, [0029] & US 2009/0256081 A1, [0048]	1, 6-7 2-5
Y	JP 4-041670 A (三菱マテリアル株式会社) 1992.02.12, 第2ページ 右下欄第18-20行 (ファミリーなし)	7

☐ 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	の日の後に公表された文献
「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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 30.05.2016	国際調査報告の発送日 07.06.2016
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/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) 鳥居 祐樹 電話番号 03-3581-1101 内線 3226
	2G 4070