

明 細 書

発明の名称： 蒸着材料及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、真空蒸着法で用いられる蒸着材料及びその製造方法に関する。

背景技術

[0002] 真空蒸着法とは、成膜技術の一つであり、真空中で蒸発材料を加熱して、気体分子となった蒸着材料が基板に付着することによって薄膜を形成する技術である。真空蒸着法は、電子部品、半導体デバイス、光学薄膜、磁気デバイス、LED、有機EL、LCD等における素子の形成に広く利用されている。また、真空蒸着法は、金属だけでなく、酸化物等の非金属の成膜も可能である。

[0003] 従来、蒸着材料を坩堝に充填し、電子ビーム等を用いて溶解する際、蒸発材料に含まれる不純物等が揮発して、突沸現象が発生し、基板上にパーティクルが付着するという問題が生じていた。この突沸現象の問題に関して、特許文献1には、不純物を低減する方法が提案されている。また、特許文献2には、添加金属を添加する方法が、さらに、特許文献3は、最表面の酸素量を制御する方法が提案されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開平1－180961号公報

特許文献2：国際公開第2017／199873号

特許文献3：特開2000－212728号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 本発明は、真空蒸着法で用いる蒸着材料であって、蒸着材料の溶解の際に突沸現象を抑制することができる蒸着材料を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0006] 上記課題を解決することができる、第一の実施形態は、真空蒸着法で用いられる蒸着材料であって、Au、Ag、Pt、Pd及びこれらの合金のいずれか一種以上からなり、前記蒸着材料の表面にマイクロポアを有し、円相当径が0.1 μm 以上10.0 μm 以下のマイクロポアの数が500 μm^2 あたり1個以上であることを特徴とする蒸着材料である。また、第二の実施形態は、真空蒸着法で用いられる蒸着材料であって、Au、Ag、Pt、Pd及びこれらの合金のいずれか一種以上からなり、前記蒸着材料における水素含有量が10 wt ppm以下であることを特徴とする蒸着材料である。

発明の効果

[0007] 本発明によれば、蒸着材料の溶解の際に突沸現象を抑制することができ、これにより基板上に付着するパーティクルを低減することができる。したがって、製品の歩留まり改善に寄与することができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]従来例1の蒸着材料の表面をSEM（5000倍）で観察した画像である。

[図2]実施例1-1の蒸着材料の表面をSEM（5000倍）で観察した画像である。

[図3]実施例1-7の蒸着材料の表面をSEM（5000倍）で観察した画像である。

発明を実施するための形態

[0009] 真空蒸着法で用いられる蒸着材料は、通常、原料をアルミナ等のセラミック坩堝やカーボン坩堝等で溶解し、溶湯を鋳型に流し込んでインゴットを作製し、得られたインゴットを適当な形状（ペレット状）に機械加工した後、表面を酸や有機溶媒で洗浄して、作製する。また、原料として、純度3N（99.9 wt %）以上の高純度品を使用し、機械加工後は、表面を化学的に洗浄して、付着物を除去する。

[0010] ところが、このように純度が高い原料を使用し、洗浄された蒸着材料を用いた場合であっても、蒸着（溶解）時に突沸現象が発生して、基板上にパー

ティクルが付着するという問題が発生した。このような問題について検討したところ、蒸着材料内部において、原料や製造過程で混入した蒸気圧の高い不純物（揮発性元素）が溶解時にガス化して、突沸現象を生じさせていることが考えられた。

[0011] そこで、本発明者は鋭意研究したところ、蒸着材料の表面にマイクロポアを形成することで、蒸着材料の内部に存在する揮発性元素を揮発し易くし、これにより、突沸現象を抑制することができるとの知見が得られた。この知見に基づき、第一の実施形態は、蒸着材料の表面にマイクロポアを有し、円相当径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $10.0\mu\text{m}$ 以下のマイクロポアの数が $500\mu\text{m}^2$ あたり1個以上であることを特徴とする蒸着材料である。

[0012] 蒸着材料の表面において、円相当径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $10.0\mu\text{m}$ 以下のマイクロポアの数を $500\mu\text{m}^2$ あたり1個以上とすることで、蒸着材料の内部に存在する蒸気圧の高い不純物を揮発し易くし、突沸現象を効果的に抑制することができる。好ましくは、円相当径が $0.1\mu\text{m}$ 以上、 $10.0\mu\text{m}$ 以下のマイクロポアの数が $500\mu\text{m}^2$ あたり5個以上、さらに好ましくは10個以上、さらには20個以上が望ましい。マイクロポアの数が多いほど、蒸着材料の表面積が大きくなり、内部に存在する揮発性元素のガスがマイクロポアから抜け易く、より効果的に突沸現象は抑制することが可能となる。

[0013] 本開示において、円相当径 $0.1\mu\text{m}$ 以上 $10.0\mu\text{m}$ 以下のマイクロポアの個数は、蒸着材料の代表的な表面を走査電子顕微鏡（SEM）によって倍率：5000倍で観察し、面積（ $500\mu\text{m}^2$ ）の範囲に存在するマイクロポア（円相当径が $0.1\mu\text{m}$ 以上 $10.0\mu\text{m}$ 以下）の数を数える。

[0014] また、別の観点から、本発明者は蒸着（溶解）時に突沸現象が発生する原因について鋭意研究したところ、蒸着材料中に不純物として存在する非金属介在物、特に、水素が突沸を発生させる原因となっていることを見出した。このようなことから、不純物の中でも特に水素を極力低減することにより、蒸着材料の溶解時、非金属介在物に起因する突沸現象を抑制することができるとの知見が得られた。この知見に基づき、第二の実施形態は、蒸着材料に

における水素の含有量が10wtppm以下であることを特徴とする蒸着部材である。

[0015] 蒸着材料中に不純物として存在する水素の含有量を10wtppm以下とすることにより、蒸着材料の溶解時に起因する突沸現象を効果的に抑制することができる。またカーボン(C)、酸素(O)、さらには、燐(P)及び硫黄(S)も非金属介在物を形成し易いことから、C含有量を10wtppm以下、O含有量を100wtppm以下、P及びSの合計含有量を10wtppm以下とすることが好ましい。これらの元素は、固溶することもあるが、溶解時に解離して突沸の原因となる。非金属介在物は、蒸着材料(金属材料)に比べて比重が軽く、また解離しやすいため、突沸現象の原因となる。特に、水素、酸素は、溶解初期に金属から解離し、カーボン、硫黄、リンは、蒸着中に熔融金属表面を覆って突沸が起きる原因となる。したがって、このような非金属介在物を意識的に排除することが重要である。

[0016] 第一の実施形態及び第二の実施形態に係る蒸着材料は、主に貴金属材料、特にAu、Ag、Pt、Pdに適用することが好ましく、また、これらとGe、Si、Sn、As、Sbとの合金(例えば、Au-Sn、Au-Ge)に適用できる。これらの材料は電子部品、半導体デバイス、光学薄膜、磁気デバイス、LED、有機EL、LCD等において、比較的広く使用されている材料である。特に貴金属材料は高価なため、突沸現象による不必要な飛散を防止することで、コスト的なメリットを享受することができる。

[0017] 第一の実施形態及び第二の実施形態に係る蒸着材料は、純度が3N(99.9wt%)以上であることが好ましく、好ましくは4N(99.99wt%)以上である。不純物量を低減することで、それに伴う突沸現象を抑制することができる。本開示において、純度の算出の際には、ガス成分は除かれる。

[0018] 第一の実施形態において、マイクロポアを形成することで、蒸着材料内部に存在するAs、Zn、Mg、Na、K等の揮発性元素(蒸着材料の蒸気圧より蒸気圧が高い元素)に起因する突沸現象を防止することができるので、純度

が比較的高くても（揮発性元素以外の不純物が低くても）、突沸現象を抑制できるというものではない。

また、第二の実施形態において、いわゆる高純度品を原料として使用しても、その純度計算において、非金属介在物を形成し易い、ガス成分の水素、カーボン、酸素、硫黄、リンを不純物として考慮せず、製造工程でもこれらのガス成分が混入することもあるので、いわゆる高純度品を蒸着材料の原料として使用しても、当然に突沸を防ぐことができるというものではない。

[0019] 第一の実施形態に係る蒸着材料は、以下のようにして作製することができる。

純度 3 N (9 9 . 9 w t %) 以上の原料に、微量のカーボン (C) 、硫黄 (S) 、燐 (P) のいずれか一種類以上を添加し、大気中、真空中又は不活性ガス雰囲気中で、溶解した後、これを鑄造して、インゴットを作製する。その後、得られたインゴットを切削等して、ペレット状に機械加工した後、酸や有機溶媒等を用いて表面を洗浄する。

[0020] 次に、カーボンなどを添加したペレット（蒸着材料）を酸素、水素又は水蒸気を含む雰囲気下、400℃以上蒸着材料の融点以下の温度で熱処理する。このとき添加したカーボンなどが酸素や水素等と反応し、 CO_2 、 CH_4 などのガスとなって脱離する際に蒸着材料の表面にマイクロポアを形成することができる。そして、これらカーボンなどは化合物のガスとなって抜けるため、最終的には蒸着材料中には、ほとんど残らない。なお、上記では、カーボンを主として説明したが、硫黄や燐についても、同様の効果が得られる。

[0021] 第二の実施形態に係る蒸着材料は、以下のようにして作製することができる。

純度 3 N (9 9 . 9 w t %) 以上の金属原料を大気中、真空中又は不活性ガス雰囲気より好ましくは真空中で溶解し、これを鑄造してインゴットを作製する。ここで、溶解時に原料に含まれる非金属介在物（水素、カーボン、酸素、リン、硫黄、及びこれらの化合物）は表面に浮遊するため、鑄造イン

ゴットを観察して、非金属介在物が多く存在する表層部を酸洗浄又は切削除去する。表層部の除去量は、量にもよるが、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上が好ましい。

[0022] 一方、溶解時に溶湯表面時に浮遊した非金属介在物を巻き込まないように、坩堝の底から鑄造し、全量出湯せずに一部を坩堝内に残す、あるいは最後の溶湯を除去することにより、酸洗浄又は切削除去が不要となる。また、坩堝を傾けて出湯する場合は、坩堝の上部に堰を設けたりして、非金属介在物等の異物を除去することができる。このとき坩堝内に残して使用しない溶湯の割合は $0.1\text{ wt}\%$ 以上が好ましい。より好ましくは $1\text{ wt}\%$ 以上である。また、帯溶融精製等により、非金属介在物を浮遊除去することもできる。

[0023] 次に、非金属介在物を除去したインゴットを線引き（伸線）加工する。線引き加工の際、通常加工油を使用するが、加工油はカーボン等の汚染原因になることから、加工油は使用せずに所定の形状に線引き加工することが好ましい。また、線引き加工前後及び加工途中で熱処理（脱ガスや軟化処理）してもよい。熱処理の温度は材料にもよるが、通常 100°C 以上、融点以下の温度で行うことが好ましい。

[0024] ショット化する場合には、溶湯を坩堝の底から水中や有機溶媒中に落下させる。この場合も、最後の溶湯には非金属介在物等の異物が多く存在するため、製品中に入れないことが必要である。

[0025] 線引き加工又はショット化後は酸や有機溶媒等を用いて表面を洗浄して、表面に付着した異物等を除去することができる。但し、酸や有機溶媒を用いた場合、純水や揮発性成分で十分洗浄して、表面の酸化や残留カーボンが除去することが必要である。特に、酸を用いると、水素が金属内に侵入したり非金属介在物を形成する場合があるので慎重に行うことが好ましい。

実施例

[0026] 次に、本発明の実施例等について説明する。なお、以下の実施例は、あくまで代表的な例を示しているもので、本発明はこれらの実施例に制限される必要はなく、明細書の記載される技術思想の範囲で解釈されるべきものである。

[0027] (従来例 1)

純度 4 N (99.99 wt %) の Au 原料を大気中で溶解し、これを鋳造してインゴットを作製し、得られたインゴットを伸線化等によりペレット状に機械加工し、その後、洗浄して、純度 4 N の Au ペレットを作製した。この Au ペレットについて、その表面を SEM で観察した結果、マイクロポアの数は 0 個であった。従来例の SEM による観察写真を図 1 に示す。なお、従来例及び以下の実施例は、観察面積 ($500\ \mu\text{m}^2$) に存在する円相当径 $0.1\ \mu\text{m}$ 以上 $10.0\ \mu\text{m}$ 以下のマイクロポアの数を計数するものである。次に、この Au ペレット (蒸着材料) を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥 (パーティクル) は 500 個以上であった。以上の結果を表 1 に示す。

[0028] (実施例 1-1)

カーボンを 10 wt ppm 添加して作製した純度 4 N の Au ペレットを酸素含有雰囲気中、 900°C で加熱した。熱処理後の Au ペレットについて、その表面を SEM で観察した結果、マイクロポアの数は 20~100 個であった。実施例 1 の SEM による観察写真を図 2 に示す。次に、この Au ペレット (蒸着材料) を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥 (パーティクル) は 0 個であった。

[0029] (実施例 1-2)

カーボンを 5 wt ppm 添加して作製した純度 4 N の Au ペレットを水素含有雰囲気中、 600°C で加熱した。熱処理後の Au ペレットについて、その表面を SEM で観察した結果、マイクロポアの数が 10~30 個であった。次に、この Au ペレット (蒸着材料) を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥 (パーティクル) は 1~5 個であった。

[0030] (実施例 1-3)

カーบอนを1 w t p p m添加して作製した純度5 NのA uペレットを水蒸気含有雰囲気中、4 0 0℃で加熱した。熱処理後のA uペレットについて、その表面をS E Mで観察した結果、マイクロポアの数が1 ~ 1 0個であった。次に、このA uペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は2 0 ~ 3 0個であった。

[0031]（実施例1 - 4）

硫黄を5 w t p p m添加して作製した純度4 NのA uペレットを大気中、1 0 5 0℃で加熱した。熱処理後のA uペレットについて、その表面をS E Mで観察した結果、マイクロポアの数が2 0 ~ 5 0個であった。次に、このA uペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は1 ~ 1 0個であった。

[0032]（実施例1 - 5）

燐を5 w t p p m添加して作製した純度4 NのA uペレットを大気中、7 0 0℃で加熱した。熱処理後のA uペレットについて、その表面をS E Mで観察した結果、マイクロポアの数が2 0 ~ 5 0個であった。次に、このA uペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は1 ~ 1 0個であった。

[0033]（実施例1 - 6）

カーบอนを3 w t p p m添加して作製した純度3 N 5のP tペレットを水素含有雰囲気中、1 5 5 0℃で加熱した。熱処理後のP tペレットについて、その表面をS E Mで観察した結果、マイクロポアの数が2 0 ~ 5 0個であった。次に、このP tペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は0個であった。

[0034] (実施例 1-7)

カーボンを 3 w t p p m 添加して作製した純度 4 N の P t ペレットを水蒸気含有雰囲気中、1 0 0 0 °C で加熱した。熱処理後の P t ペレットについて、その表面を S E M で観察した結果、マイクロポアの数が 5 ~ 1 0 個であった。実施例 7 の S E M による観察写真を図 3 に示す。次に、この P t ペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は 5 ~ 1 0 個であった。

[0035] (実施例 1-8)

カーボンを 1 w t p p m 添加して作製した純度 4 N の A g ペレットを酸素含有雰囲気中、4 0 0 °C で加熱した。熱処理後の A g ペレットについて、その表面を S E M で観察した結果、マイクロポアの数が 1 ~ 5 個であった。次に、この A g ペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は 1 0 ~ 3 0 個であった。

[0036] (実施例 1-9)

カーボンを 3 w t p p m 添加して作製した純度 4 N の A g ペレットを水蒸気含有雰囲気中、9 0 0 °C で加熱した。熱処理後の A g ペレットについて、その表面を S E M で観察した結果、マイクロポアの数が 2 0 ~ 5 0 個であった。次に、この A g ペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は 0 個であった。

[0037] (実施例 1-10)

カーボンを 3 w t p p m 添加して作製した純度 3 N の P d ペレットを水素含有雰囲気中、1 3 0 0 °C で加熱した。熱処理後の P d ペレットについて、その表面を S E M で観察した結果、マイクロポアの数が 2 0 ~ 5 0 個であった。次に、この P d ペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突

沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は1～5個であった。

[0038]（実施例1－11）

カーボンを5 w t p p m添加して作製した純度3 NのA u－S bペレットを水素含有雰囲気中、800℃で加熱した。熱処理後のA u－S bペレットについて、その表面をS E Mで観察した結果、マイクロポアの数が5～10個であった。次に、このA u－S bペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は1～10個であった。

[0039]（実施例1－12）

カーボンを5 w t p p m添加して作製した純度3 NのA u－A sペレットを水素含有雰囲気中、800℃で加熱した。熱処理後のA u－A sペレットについて、その表面をS E Mで観察した結果、マイクロポアの数が1～10個であった。次に、このA u－A sペレット（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は1～10個であった。

[0040]

[表1]

[0041] (実施例 2-1)

純度 4 N の A u 原料を、C u 坩堝を用いて、真空中で E B (電子ビーム) 溶解して、インゴットを作製した。次に、得られたインゴットを観察し、非金属介在物が多い表層部を切削して除去した。その後、加工油を使用せずに線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。この蒸着材料中の H 含有量を不活性ガス溶融-ガスクロマトグラフ (L E C O 製) を用いて分析した結果、1 w t p p m 未満であった。C 含有量について、酸素気流中非拡散赤外吸収法 (H O R I B A 製) を用いて分析した結果、1 w t p p m 未満であった。また、O 含有量を不活性ガス溶融-ガスクロマトグラフ (L E C O 製) を用いて分析した結果、1 0 w t p p m 未満であった。さらに、S 及び P 含有量を G D - M S 法で分析した結果、合計で 1 w t p p m 未満であった。なお、以下、H、C、O、S、及び P の含有量について、同様の手段を用いて分析を行った。次に、この蒸着材料 (A u) を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、溶融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥 (パーティクル) は 0 個であり、非常に良好であった。

[0042] (実施例 2-2)

純度 4 N の A u 原料を、高純度カーボン坩堝を用いて、A r 雰囲気下で溶解し、インゴットを作製した。その後、加工油を使用せずに線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。この蒸着材料中の H 含有量を分析した結果、1 w t p p m 未満であった。また、C 含有量は 8 w t p p m、O 含有量は 1 0 w t p p m 未満であり、さらに、S 及び P の合計含有量は 3 w t p p m であった。次に、この蒸着材料 (A u) を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、溶融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥 (パーティクル) は数個であり、良好であった。

[0043] (実施例 2-3)

純度 3 N の A u 原料を、高純度アルミナ坩堝を用いて、大気溶解し、イン

ゴットを作製した。坩堝内に1%ほどAuを残して鑄造した。次に、得られたインゴットを観察し、非金属介在物が多い表層部を切削除去した。その後、加工油を使用して線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。その後、希酸で洗浄後、アセトン洗浄して乾燥させた。この蒸着材料中のH含有量を分析した結果、10wtppmであった。また、C含有量は2wtppm、O含有量は20wtppmであり、さらに、S及びPの合計含有量は8wtppmであった。次に、この蒸着材料(Au)を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は数十個であり、やや良好であった。

[0044] (実施例2-4)

純度4NのPt原料を、Cu坩堝を用いて、真空中でEB溶解し、インゴットを作製した。次に、得られたインゴットを観察し、非金属介在物が多い表層部を切削除去した。その後、1000℃で熱処理をしながら線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。その後、表面洗浄せず、そのまま蒸着材料とした。この蒸着材料中のH含有量を分析した結果、1wtppm未満であった。また、C含有量は1wtppm未満、O含有量は10wtppm未満であった。さらに、S及びPの合計含有量は1wtppm未満であった。次に、この蒸着材料(Pt)を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は0個であり、非常に良好であった。

[0045] (実施例2-5)

純度3NのPt原料を、市販品のカーボン坩堝を用いて、大気溶解し、インゴットを作製した。次に、得られたインゴットを観察し、非金属介在物が多い表層部を切削除去した。その後、1000℃で熱処理をしながら線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。その後、純水で洗浄乾燥後、蒸着材料とした。この蒸着材料中のH含有量を分析した結果、6wtppmであった。また、C含有量は10wtppm、O含有量は70wtppmであった。

さらに、S及びPの合計含有量は6 w t p p mであった。次に、この蒸着材料（P t）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は数十個であり、やや良好であった。

[0046] （実施例2－6）

純度4 NのP d原料を、C u坩堝を用いて、真空中でE B溶解し、インゴットを作製した。得られたインゴットを観察し、非金属介在物が多い表層部を切削して除去した。次に、加工油を使用せずに線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。その後、1 0 0 0℃で真空脱ガス処理を行って蒸着材料とした。この蒸着材料中のH含有量は1 w t p p mであった。また、C含有量は1 w t p p m未満、O含有量は1 0 w t p p mであった。さらに、S及びPの合計含有量は1 w t p p m未満であった。次に、この蒸着材料（P d）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は0個であり、非常に良好であった。

[0047] （実施例2－7）

純度4 NのP d原料を、高純度アルミナ坩堝を用いて、真空溶解し、溶解した坩堝の底から溶湯を出して引き抜き、切断等で所定の形状を作製した。但し、全量出湯せずに坩堝内に1％ほど残すことで、坩堝の底に残留する非金属介在物を排除した。この蒸着材料中のH含有量は8 w t p p mであった。また、Cは含有量1 w t p p m、O含有量は1 0 0 w t p p mであった。さらに、S及びPの合計含有量は1 w t p p mであった。次に、この蒸着材料（P d）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は数個であり、良好であった。

[0048] （実施例2－8）

純度3 NのP d原料を、市販品のカーボン坩堝を用いて、A r雰囲気下で溶解し、溶解した坩堝の底から溶湯を出して引き抜き、切断等で所定の形状

を作製した。但し、全量出湯せずに坩堝内に0.1%ほど残すことで、坩堝の底に残留する非金属介在物を排除した。この蒸着材料中のH含有量は10wtppmであった。また、C含有量は10wtppm、O含有量は100wtppmであった。さらに、S及びPの合計含有量は10wtppmであった。次に、この蒸着材料(Pd)を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は数十個であり、やや良好であった。

[0049] (実施例2-9)

純度4NのAg原料を、Cu坩堝を用いて、真空中でEB溶解し、インゴットを作製した。次に、得られたインゴットを観察し、非金属介在物が多い表層部を切削して除去した。その後、加工油を使用せずに線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。この蒸着材料中のH含有量は1wtppm未満であった。また、C含有量は1wtppm未満、O含有量を10wtppmであった。さらに、S及びPの合計含有量は2wtppmであった。次に、この蒸着材料(Ag)を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は0個であり、非常に良好であった。

[0050] (実施例2-10)

純度3NのAg原料を、高純度カーボン坩堝を用いて、大気溶解し、インゴットを作製した。その後、加工油を使用せずに線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。この蒸着材料中のH含有量は7wtppmであった。また、C含有量は10wtppm、O含有量は50wtppmであった。さらに、S及びPの合計含有量は10wtppmであった。次に、この蒸着材料(Ag)を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥(パーティクル)は数十個であり、やや良好であった。

[0051] (実施例2-11)

純度 4 N の A u - S n 原料を、高純度のカーボン坩堝を用いて、真空溶解し、溶解した坩堝の底から溶湯を出して引き抜き、切断等で所定の形状を作製した。但し、全量出湯せずに坩堝内に 0.1% ほど残すことで、坩堝の底に残留する非金属介在物を排除した。この蒸着材料中の H 含有量を分析した結果、1 w t p p m であった。また、C 含有量は 10 w t p p m、O 含有量は 10 w t p p m であった。さらに、S 及び P の合計含有量は 5 w t p p m であった。次に、この A u - S n（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は数個であり、良好であった。

[0052]（実施例 2 - 1 2）

純度 3 N の A u - S n 原料を、低純度のカーボン坩堝を用いて、大気溶解し、溶解した坩堝の底から溶湯を出して引き抜き、切断等で所定の形状を作製した。但し、全量出湯せずに坩堝内に 1% ほど残すことで、坩堝の底に残留する非金属介在物を排除した。この蒸着材料中の H 含有量を分析した結果、5 w t p p m であった。また、C 含有量は 10 w t p p m、O 含有量は 90 w t p p m であった。さらに、S 及び P の合計含有量は 9 w t p p m であった。次に、この A u - S n（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は数十個であり、やや良好であった。

[0053] 以上の結果を表 2 に示す。

[表2]

(w t p p m)					
実施例	H	C	O	P+S	評価結果
2-1	<1	<1	<10	<1	◎
2-2	<1	8	<10	3	○
2-3	10	2	20	8	△
2-4	<1	<1	<10	<1	◎
2-5	6	10	70	6	△
2-6	1	<1	10	<1	◎
2-7	8	1	100	1	○
2-8	10	10	100	10	△
2-9	<1	<1	10	2	◎
2-10	7	10	50	10	△
2-11	1	10	10	5	○
2-12	5	10	90	9	△

◎：非常に良好 ○：良好 △：やや良好

[0054] (比較例 2-1)

純度 3 N の A u 原料を、低純度のカーボン坩堝を用いて大気溶解し、インゴットを作製した。次に、得られたインゴットの表層部の酸洗浄又は切削除去せず、線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。なお、線引き加工の際、加工油を使用した。その後、表面を酸で洗浄し、乾燥後蒸着材料とした。この蒸着材料中の H 含有量は 12 w t p p m であった。また、C 含有量は 25 w t p p m、O 含有量は 110 w t p p m であった。さらに、S 及び P の合計含有量は 15 w t p p m であった。次に、この蒸着材料 (A u) を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウェハー上の欠陥(パーティクル)は、数百個であった。

[0055] (比較例 2-2)

純度 3 N の P t 原料を、低純度のカーボン坩堝を用いて、大気溶解し、インゴットを作製した。次に、得られたインゴットの表層部を酸洗浄又は切削除去せず、線引き加工を行って、所定の形状に仕上げた。なお、線引き加工

の際、加工油を使用した。その後、表面をアセトンで洗浄し、乾燥後蒸着材料とした。この蒸着材料中のH含有量は11wtppmであった。また、C含有量は110wtppm、O含有量は120wtppmであった。さらに、S及びPの合計含有量は11wtppmであった。次に、このPt（蒸着材料）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は、数百個であった。

[0056]（比較例2-3）

純度3NのPd原料を、低純度のカーボン坩堝を用いて、弱減圧下で溶解し、溶解した坩堝の底から溶湯を出して引き抜き、切断等で所定の形状を作製した。但し、全量を出湯した。この蒸着材料中のH含有量は20wtppmであった。また、C含有量は20wtppm、O含有量は250wtppmであった。さらに、S及びPの合計含有量は20wtppmであった。次に、この蒸着材料（Pd）を真空蒸着装置の坩堝内に充填し、電子ビームで予備加熱後、熔融させて、突沸現象を観察した。その結果、突沸現象に起因するウエハー上の欠陥（パーティクル）は、数百個であった。

[0057] 以上の結果を表3に示す。

[表3]

比較例	(wtppm)				
	H	C	O	P+S	評価結果
2-1	12	25	110	15	×
2-2	11	110	120	11	×
2-3	20	20	250	20	✓

×：不可

産業上の利用可能性

[0058] 本発明によれば、蒸着材料の溶解の際に突沸現象を抑制することができ、これにより基板上に付着するパーティクルを低減することができる。本実施形態に係る蒸着材料は真空蒸着法を用いた、電子部品、半導体デバイス、光学薄膜、磁気デバイス、LED、有機EL、LCD等における素子の形成に

広く利用することができる。

請求の範囲

- [請求項1] 前記蒸着材料が、Au、Ag、Pt、Pd及びこれらの合金のいずれか一種以上からなり、前記蒸着部材の表面にマイクロポアを有し、前記マイクロポアの円相当径0.1 μm 以上10.0 μm 以下の数が500 μm^2 あたり1個以上であることを特徴とする蒸着部材。
- [請求項2] 前記蒸着材料の純度が3N（99.9wt%）以上であることを特徴とする請求項1記載の蒸着部材。
- [請求項3] 前記蒸着材料が、Au、Ag、Pt、Pd及びこれらの合金のいずれか一種以上からなり、前記蒸着部材中の水素含有量が10wtppm以下であることを特徴とする蒸着部材。
- [請求項4] 前記蒸着部材中のカーボン含有量が10wtppm以下であることを特徴とする請求項3記載の蒸着部材。
- [請求項5] 前記蒸着部材中の酸素含有量が100wtppm以下であることを特徴とする請求項3又は4記載の蒸着部材。
- [請求項6] 前記蒸着部材中の硫黄及びリンの合計含有量が10wtppm以下であることを特徴とする請求項3～5のいずれか一項に記載の蒸着部材。
- [請求項7] 請求項3～6のいずれか一項に記載の蒸着部材の製造方法であって、原料を溶解鑄造してインゴットとした後、線引き加工して蒸着材料を作製する、又は、原料を溶解後、ショット化して蒸着材料を作製するものであって、線引き加工後又はショット化後に、その表層部を切削除去することを特徴とする蒸着部材の製造方法。
- [請求項8] 請求項3～6のいずれか一項に記載の蒸着部材の製造方法であって、原料を溶解鑄造してインゴットとした後、線引き加工して蒸着材料を作製する、又は、原料を溶解後、ショット化して蒸着材料を作製するものであって、原料溶解後、その溶湯の0.1wt%以上を坩堝内に残して、鑄造インゴットとする、又はショット化することを特徴とする蒸着部材の製造方法。

[請求項9] 前記線引き加工前後及び加工途中で熱処理することを特徴とする請求項7又は8に記載の蒸着部材の製造方法。