

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4635643号
(P4635643)

(45) 発行日 平成23年2月23日(2011.2.23)

(24) 登録日 平成22年12月3日(2010.12.3)

(51) Int.Cl.

F I

C 2 3 C 14/24 (2006.01)

C 2 3 C 14/24

A

C 2 3 C 14/26 (2006.01)

C 2 3 C 14/26

A

請求項の数 7 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2005-52660 (P2005-52660)
 (22) 出願日 平成17年2月28日(2005.2.28)
 (65) 公開番号 特開2006-233304 (P2006-233304A)
 (43) 公開日 平成18年9月7日(2006.9.7)
 審査請求日 平成20年1月24日(2008.1.24)

(73) 特許権者 000003193
 凸版印刷株式会社
 東京都台東区台東1丁目5番1号
 (72) 発明者 伊藤 祐一
 東京都台東区台東1丁目5番1号 凸版印
 刷株式会社内

審査官 鮎沢 輝万

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 蒸着ポートおよびシース熱電対

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

蒸着材料を入れる容器部を有する底板と、少なくとも穴の開いた中板または穴の開いたカバーの一方を備えた抵抗加熱式金属製昇華性材料用蒸着ポートにおいて、前記底板の蒸着材料が入る容器部の底部の外側に温度センサーを接触、保持するための金属バンドを有する蒸着ポート。

【請求項 2】

前記蒸着ポートにおいて、前記底板の容器部の底部が少なくとも1つ以上の線状溝部を有する請求項1記載の蒸着ポート。

【請求項 3】

前記線状溝部が、容器部の底部の中心から20mm以内の場所を含み、且つ、深さ0.3mm以上1.0mm以下、長さ5mm以上30mm以下、幅0.3mm以上3.0mm以下であることを特徴とする請求項2記載の蒸着ポート。

【請求項 4】

前記蒸着ポートの電極板部と容器部を含む底板がタンタル、モリブデン、ニオブ、ニッケルから選ばれた純度99質量%以上かつ炭素濃度0.02質量%以下の金属板であって、プレス加工により一体で製造されたことを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の蒸着ポート。

【請求項 5】

前記蒸着ポートの電極板部と容器部を含む底板がランクフォード値2以上かつ炭素濃度

10

20

0.01質量%以下のステンレス板をプレス加工により一体で作られたことを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の昇華性材料用蒸着ポート。

【請求項6】

前記金属バンドが、幅5mm以上25mm以下であり、厚さが0.03mm以上0.3mmであって、前記蒸着ポート容器底部の外側にある温度センサーを包み込むように配置し、金属バンド端部を蒸着ポートの底板のガイド部に固定したことを特徴とする請求項1乃至5のいずれかに記載の蒸着ポート。

【請求項7】

前記温度センサーがシース熱電対であって、シース長10cm以上2m以下であって、前記蒸着ポートと接触する感熱部を除いた部分を耐熱樹脂により絶縁保護した請求項1乃至6のいずれかに記載の蒸着ポート用シース熱電対。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は蒸着材料を抵抗加熱蒸着する際に用いられる昇華性材料用蒸着ポートおよび蒸着ポート温度測定用シース熱電対に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、有機デバイスの研究開発が盛んになり、機能性の有機薄膜が用いられている。蒸着に用いる有機材料は昇華性または熔融蒸発性の材料がある。実験室レベルでの簡易的な小型蒸着装置では多くの場合、どちらのタイプの材料を蒸着する場合でも図5に示すような昇華性材料用蒸着ポートが用いられてきた。

20

【0003】

有機EL素子においてホスト材料とドーパント発光材料を共蒸着するような場合においてはホスト材料中のドーパント濃度を少なくとも0.1%以下の濃度で制御する必要があるため、蒸着ポートの精密な温度制御が要求されていた。

【0004】

代表的な昇華性材料用蒸着ポートの形状の例は図5(a)、図5(b)、図6に示した。これらは蒸着材料を入れる容器部(1)を有する底板(2)、2穴またはメッシュ状の穴の開いた中板(3)、直径1mm程度の穴の開いたカバー(4)を順に重ね合わせた構造になっている。蒸着ポートの材質はタンタル、タングステン、モリブデン、ニオブ等から選ばれた高融点金属が従来使われている。

30

【0005】

これらの蒸着ポートは、図6で示すように蒸着材料(5)を入れる長さ3から4cm、幅9mmから16mm、深さ3から5mm程度の容器部(1)の両側に、平板上の長さ3cm程度の電極板部(6)が付いた構造で、銅製の電極ジグ(7)で挟み通電され加熱される。底板には、容器部の長さより数mm長く、かつ数mm程度幅広い金属板を30から60度程度の角度に折り返したガイド部(8)が両脇に作られている。底板上に、中板とカバーをガイド部に差し込み、さらにガイド部を折り込むことにより底板に中板とカバーを挟み込み、図5(b)のように密着させることができるようになっている。

40

【0006】

昇華性材料は蒸着ポートの温度が少しでも高すぎる場合は急激に昇華し大きな粒が噴出する場合があります、また熔融蒸発性の材料は突沸し材料が飛び出す場合がある。急激な昇華や突沸が起き難い材料の場合は中板(3)を省略し、底板(2)とカバー(4)のみを重ねて使用することも可能であるが、通常は昇華性材料を蒸着する場合には、底板(2)、中板(3)、カバー(4)を重ねあわせ、中板(3)とカバー(4)が邪魔板として働き大きな粒の噴出を抑制している。

【0007】

しかし、温度制御が十分でない場合は大きな粒の噴出を完全に防ぐことはできず蒸着膜

50

中に大きな粒が入り欠陥が生じる問題があった。また、蒸着ボートの容器部(1)の中央の温度より、熱が逃げる電極板部(6)に近い端の部分の温度は低くなり、電極板部に近い部分に蒸着材料が残り易い問題があり、容器部の温度の均一化が課題となっていた。

【0008】

従来、昇華性材料用蒸着ボートの温度を熱電対で測定する場合には底板、中板、カバーの各金属板が3枚重なった電極板部の間に細いシース熱電対(9)または先端を絶縁被覆した熱電対の素線からなる温度センサーを図7(a)のように差し込み温度を測定していた。しかし、蒸着ボートの容器部の中心付近でないために容器部の温度より低い温度を測定する問題があったり、また差し込む位置がずれやすく温度を再現性良く制御することが難しい問題があった。

10

【0009】

また熱電対は蒸着装置内のアース電位となっている内部ジグと接触した場合、熱電対を通して電流が流れ熱電対がジュール熱により加熱し正確な温度を示さない場合もあった。昇華性材料用蒸着ボートの容器部の中心の温度を測定するためには直径が1mmより太い剛性のある棒状のシース熱電対またはシース測温抵抗体をバネでボートの底に押し付ける図7(b)のような熱電対押し付け装置(10)が必要になり、真空チャンバーの直径が30cm程度の小型の蒸着装置に取り付けるにはスペース的に問題があった。また、ボートの底と点接触になるため熱電対または測温抵抗体に熱が伝わり難く、かつ強度のある太い棒状熱電対を用いると熱電対の熱容量が大きく正確な温度を短時間で測れない問題があり、できるだけゆっくり温度を制御する必要がある。また熱電対押し付け装置に蒸着物が大量に付着し掃除にも不便であった。

20

【0010】

特許文献1においては大量の有機物を仕込む必要がある大型蒸着装置用に昇華性材料用蒸着ボートの底板に相当するバイアスヒーターをタンタル板を溶接し作製している。その容器部内に、容器部の深さよりも背の高い蒸着用有機材料を入れる絶縁容器を挿入し、中板またはカバーにあたる気化ヒーターを被せ、絶縁容器で電氣的に分離されたバイアスヒーターと気化ヒーターを別々の電源を用いて加熱し温度制御を行っている。

【0011】

この際、バイアスヒーターの温度は光学式高温計または熱電対で測定すると記載されているが、具体的な熱電対取り付け方法の記載は無かった。またこの方法は絶縁容器内の有機物の温度に比べ外側のバイアスヒーターの方が高温になり、さらに絶縁容器の大きな熱容量のために急速な昇温降温や応答速度の速い温度制御をすることは困難と予想された。また、従来のタンタル、タングステン、モリブデン、ニオブ等の昇華性材料用蒸着ボートに用いられてきた高融点金属材料は高価であるという問題もあった。

30

【特許文献1】特開2003-229257

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明は簡便な方法で温度を正確に測定し制御できる昇華性材料用蒸着ボートを提供すること、さらにはその蒸着ボートと温度測定用のシース熱電対を用い簡便で再現性良く精度の高い温度制御を低コストで可能にすることを課題としたものである。

40

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明において上記課題を解決するために、まず請求項1に係る発明は、蒸着材料を入れる容器部を有する底板と、少なくとも穴の開いた中板または穴の開いたカバーの一方を備えた抵抗加熱式金属製昇華性材料用蒸着ボートにおいて、前記底板の蒸着材料が入る容器部の底部の外側に温度センサーを接触、保持するための金属バンドを有する蒸着ボートとした。

【0014】

50

また、請求項 2 に係る発明は前記蒸着ポートにおいて、前記底板の容器部の底部が少なくとも 1 つ以上の線状溝部を有する請求項 1 記載の蒸着ポートとした。

【0015】

また、請求項 3 に係る発明は前記線状溝部が、容器部の底部の中心から 20 mm 以内の場所を含み、且つ、深さ 0.3 mm 以上 1.0 mm 以下、長さ 5 mm 以上 30 mm 以下、幅 0.3 mm 以上 3.0 mm 以下であることを特徴とする請求項 2 記載の蒸着ポートとした。

【0016】

また、請求項 4 に係る発明は前記蒸着ポートの電極板部と容器部を含む底板がタンタル、モリブデン、ニオブ、ニッケルから選ばれた純度 99 質量% 以上かつ炭素濃度 0.02 質量% 以下の金属板であって、プレス加工により一体で製造されたことを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の蒸着ポートとした。

【0017】

また、請求項 5 に係る発明は前記蒸着ポートの電極板部と容器部を含む底板がランクフォード値 2 以上かつ炭素濃度 0.01 質量% 以下のステンレス板をプレス加工により一体で作られたことを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載の昇華性材料用蒸着ポートとした。

【0019】

また、請求項 6 に係る発明は前記金属バンドが、幅 5 mm 以上 25 mm 以下であり、厚さが 0.03 mm 以上 0.3 mm であって、前記蒸着ポート容器底部の外側にある温度センサーを包み込むように配置し、金属バンド端部を蒸着ポートの底板のガイド部に固定したことを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載の蒸着ポートとした。

【0020】

また、請求項 7 に係る発明は前記温度センサーがシース熱電対であって、シース長 10 cm 以上 2 m 以下であって、前記蒸着ポートと接触する感熱部を除いた部分を耐熱樹脂により絶縁保護した請求項 1 乃至 6 のいずれかに記載の蒸着ポート用シース熱電対とした。

【発明の効果】

【0021】

本発明の蒸着ポートを用いて、温度センサーを接触・保持させる保持機構を設けることにより、蒸着ポートの温度を制御することが可能となり、また、本発明の金属板を用いることによって容器部の温度をより均一化することが可能となった。以上より、蒸着ポートの設定温度をオーバーシュートすることがなく、また、蒸着物の突沸や分解を起こすことなく、安定な速度で蒸着することができた。したがって、有機 EL デバイスや有機半導体デバイス用等の欠陥の少ない成膜やドーパ濃度が一定の共蒸着膜の成膜に有用となった。また、本発明の蒸着ポートを低コストで手に入れることが可能となった。

【発明を実施するための最良の形態】

【0022】

本発明の抵抗加熱式昇華性材料用蒸着ポートは、昇華性材料または熔融性材料のどちらの材料を蒸着する際にも用いられる蒸着ポートである。蒸着する材料としては銅フタロシアニン、アルミニウムオキシ錯体、テトラフェニルベンジジン誘導体、キナクリドン誘導体といった有機 EL 素子材料、GeO、SiO、LiF、MgF₂ といったものが挙げられるが、この限りではない。特に、有機 EL 素子においてホスト材料、ドーパント材料を共蒸着する場合は、蒸着材料の精密な温度制御が必要であるため好適である。

【0023】

本発明の蒸着ポートのうち、線状溝部を 1 つ設け、温度センサーとしてシース熱電対を設けた場合について図 1 を用いて示す。図 1 (a) は、本発明の蒸着ポートの上面から見た模式図である。図 1 (b) は図 1 (a) の X—X 線断面の模式図である。図 1 (c) は底面から見たの模式図である。図 1 (d) は (a) の Y—Y 線断面の模式図である。

【0024】

蒸着ボートは昇華性材料または有機材料を蒸着する際に用いられる蒸着材料を入れる容器部(1)を有する底板(2)と、少なくとも2穴またはメッシュ状の穴の開いた中板(3)または少なくとも1つ以上の穴の開いたカバー(4)のうちの少なくともどちらかまたは両方を重ね合わせたものである。

【0025】

通常、該昇華性材料用蒸着ボートの大きさは図2において幅 $D1 = 8 \sim 25 \text{ mm}$ 、長さ $L1 = 80 \sim 150 \text{ mm}$ 程度である。底板、中板、カバーの板厚は $0.05 \sim 0.3 \text{ mm}$ 程度である。底板の上に中板、カバーの順に重ねて通常は使用するが、粉や大きな粒子が舞い上がり難い材料やプレス成型した蒸着材料等を用いる場合は中板を省略して使用することもできる。

10

【0026】

本発明の該蒸着ボート用基部の底に形成した線状溝部(11)は蒸着材料が入る容器部の容器の底の中心位置から容器の長辺方向に沿って 20 mm 以内の場所を少なくとも一部に含み、かつ容器の内側に対し凸に深さ 0.3 mm から 1.0 mm 、長さ 5 mm から 30 mm 、幅 0.3 mm から 3.0 mm の線状溝部(11)を有する必要がある。

【0027】

線状溝部の位置が容器の底の中心位置から容器の長辺方向に沿って 20 mm 以内の場所を少なくとも一部に含むことが必要である。もし、線状溝部がこれらの範囲を含まない場合、測定温度が蒸着材料の温度を正確に反映しない可能性がある。また、線状溝部の長さは 5 mm より短い場合はシース熱電対が抜けやすく、 30 mm より長い場合はシース熱電対を差し込む毎に熱電対の先端位置が一定せず測定温度の再現性が低下する。さらに好ましくは 10 mm から 20 mm の長さが望ましい。

20

【0028】

また、線状溝部の深さは 0.3 mm より浅いと熱電対が差し込めず、 1.0 mm より深いとプレス時に底板にヒビが入る場合がある。好ましい深さは熱電対の直径と同程度から $2 \sim 3$ 倍である。また、線状溝部の幅は 0.3 mm より狭いとシース熱電対が差し込めず、 3.0 mm より広いとシース熱電対が抜けやすくなる。好ましい幅はシース熱電対を容易に差し込める幅であり、シース熱電対の直径よりもやや広めから $2 \sim 3$ 倍である。

【0029】

以上より、本発明の該蒸着ボート用基部の底に形成した線状溝部(11)にシース熱電対(9)を差し込むことができ、蒸着ボート中心付近の温度を再現性良く安定して測ることができる。

30

【0030】

シース熱電対(9)差し込み用線状溝部(11)を有する該蒸着ボートの電極板部と容器部を含む底板(2)はタンタル、モリブデン、ニオブ、ニッケルの中から選ばれた純度 99 質量%以上の金属板をプレス加工して溶接加工せずに一体で作られる。純度 99 質量%以上、好ましくは 99.9 質量%以上の高純度の高融点金属は真空中の加熱によるガス放出や素材成分の蒸発が少ない。通常の蒸着ボートに用いられているタンタル、モリブデン、ニオブの高融点金属を用いた場合にはボート自体は 1000 以上の高温まで使用することができる。

40

【0031】

ニッケル板を用いる場合には好ましくは含有炭素量 0.02 質量%以下のニッケルを用いると 300 以上の温度でも炭素による脆化がなく有機物蒸着時の 150 から 600 の温度範囲で問題なく蒸着ボートとして使用できる。ニッケルを使用すると、高融点金属を使う場合よりもプレス加工しやすく、材料費も低コストになる。

【0032】

また、底板は1枚の薄板からプレス加工で作られることにより、電気溶接の場合に溶接痕が付き表面が凸凹になり、凸凹部に蒸着材料が焼き付いたりすることがなく洗浄も容易で生産性が高い。また、折り紙のような折込み加工でなく、プレス加工で電極板部、容器部を一体で作るため金属板を薄く成形でき、抵抗加熱電流を少なくでき小さい蒸着電源の

50

使用ですむ利点がある。プレスの際はひび割れを防ぐためにフッ素系等の潤滑油または潤滑樹脂を使っても良い。

【 0 0 3 3 】

また、底板はランクフォード値（薄板の引っ張り試験において、板幅方向の対数歪み / 板厚方向の対数歪み 以下 r 値と略す）が 2 以上、好ましくは 2 . 5 以上のステンレス板をプレス加工して一体で作られる。

【 0 0 3 4 】

フェライト系ステンレス鋼（クロム系ステンレス鋼）のランクフォード値を大きくするためには含有炭素濃度を 0 . 0 1 質量 % 以下、好ましくは 0 . 0 0 1 質量 % 以下にすることおよび熱間圧延工程での微小フェライト粒径化加工が重要である。ステンレスは純金属ではないが、マンガン等の蒸気圧の高い成分をほとんど含まず、且つ、炭素含有量の少ないプレス加工性の良いステンレスを用いた場合、有機物の蒸着温度範囲である 1 5 0 から 6 0 0 では放出ガスは少なく問題なく使用でき、高融点純金属材料やニッケルを用いた場合に比べさらに低コスト化できる利点がある。底板にステンレス鋼を用いた場合もプレスの際はひび割れを防ぐためにフッ素系等の潤滑油または潤滑樹脂を使っても良い。

【 0 0 3 5 】

カバー（ 4 ） 、 中板（ 3 ） に用いられる材質は、底板（ 2 ） の材質と同じにした方が熱膨張による反り等の変形が小さくより望ましいが、熱膨張の近い材料ならば別々でも良い。また、カバー（ 4 ） 、 中板（ 3 ） における穴はプレス時に同時に形成するか、後で所望の直径と数にパンチで抜き打ち加工するか、ドリルで穴加工を行っても良い。

【 0 0 3 6 】

本発明の蒸着ポートにおいて容器部の底部の外側に温度センサーを接触保持させる保持機構としては、底部に容器内側に向かって線状溝部を設け溝部に温度センサーを固定する方法以外に、容器外側に向かって線状凸部を 2 つ以上設けその 2 つの線状凸部の間の溝部に温度センサーを固定する方法、また、金属バンドを用いて温度センサーを固定する方法が挙げられるがこの限りではない。金属バンドは温度センサーを固定するための線状溝部または線状凸部を 1 つ以上有していてもかまわない。また、これらの方法を組み合わせることによって温度センサーを固定することも可能である。

【 0 0 3 7 】

次に本発明蒸着ポートのうち、蒸着ポート底部に線状溝部を設け、金属バンドをあわせて用い、温度センサーとしてシース熱電対を使用した場合について図 3、図 4 を用いて示す。

【 0 0 3 8 】

図 4（ a ） は線状溝部（ 1 1 ） に差し込んだ直径 0 . 1 mm から 0 . 7 mm のシース熱電対（ 9 ） を固定可能な図 3 に示す幅 W が 5 mm から 2 5 mm で板厚が 0 . 0 3 mm から 0 . 3 mm の金属板で作った固定用金属バンド（ 1 2 ） を昇華性材料用蒸着ポートの容器部に巻き込み、バンド両端を内側に少し折り曲げたツメ部（ 1 3 ） をガイド部（ 8 ） に引っ掛けはめ込み、差し込んだシース熱電対（ 9 ） を固定できるようにした蒸着ポートである。図 4（ b ） はシース熱電対（ 9 ） を固定した状態での Y - Y 断面の模式図、図 4（ c ） はその X - X 断面の模式図、図 4（ d ） は側面からの模式図である。

【 0 0 3 9 】

シース熱電対を外す場合には固定用金属バンド（ 1 2 ） をスライドさせるかツメ部（ 1 3 ） を引っ張ることにより、容易に脱着することができる。

【 0 0 4 0 】

板厚は 0 . 0 3 mm より薄いと熱電対を固定するための強度が足りず、固定用金属バンドの幅 W は 5 mm より短いとシース熱電対がふらつき外れ易く、板厚が 0 . 3 mm より厚く幅 W が 2 5 mm より長いと、金属バンドの板厚分だけ蒸着ポートの電気抵抗が下がるため、加熱により多くの電流が必要となる。

【 0 0 4 1 】

しかし、固定用金属バンドを蒸着ポートの中央付近に装着することによりポート中央部

10

20

30

40

50

の電気抵抗値を下げ中央部での発熱量を下げ、温度が高くなり易い中央部の温度を下げて、容器部の温度をより均一化する効果がある。より好ましくは固定用金属バンドの幅Wが10mm～20mm程度、板厚0.05mm～0.1mm程度である。固定用金属バンドの材質は600以下の温度で使う場合、少なくとも600で十分な強度を持ち融着せずガス放出が少ない金属であれば良い。より好ましくはタンタル、モリブデン、ニオブ、ニッケルの金属板またはステンレスの中から選ばれ使うことができる。好ましくは底板と同じ材質が良い。

【0042】

また、シース熱電対はシース長10cm以上2m以下で、少なくとも先端から1cm、好ましくは10cmの感熱部を除き内部ジグと接触する恐れのある部分を絶縁保護した直径0.3mmから0.7mm、さらに好ましくは直径0.3mmから0.5mmのシース熱電対を蒸着装置の真空槽への導入用スリーブまたはフランジに1本以上通したものである。図8に1例としてスリーブに2本の熱電対を通し固定したものを示す。

10

【0043】

本シース熱電対は柔軟に曲げてポート底部の線状溝部に差し込むために、直径は0.7mm以下が望ましい。0.3mm以下の場合には曲げにより切れやすくなる。さらに好ましくは0.3mmから0.5mmのシース熱電対を用いる。長さは10cmより短い場合はポートの底に差し込むために十分な長さではなく、2mより長い場合は小さい径に巻いて収容しても小型蒸着装置内での収容場所に問題が生じる。さらに好ましい長さは20cmから40cmであり、蒸着ポートと同程度の高さの導入ポートからスリーブ(14)またはフランジ付き熱電対を導入するのが望ましい。

20

【0044】

シース熱電対は蒸着装置真空槽内のアース電位となっている内部ジグと接触し、シース熱電対を通して電流が流れジュール熱によりシース熱電対が加熱される場合がある。本発明のシース熱電対は、その問題を防ぐために先端部以外をポリイミドチューブを被せ被覆するか、またはポリイミド等の耐熱絶縁樹脂を塗布し絶縁膜被覆部(15)を形成したものである。その際、シース熱電対先端から少なくとも1cmまでの感熱部、さらに好ましくは10cmのところまでの部分は、耐熱温度以上に加熱され分解する恐れがあるために絶縁膜非被覆部(16)を設ける。

【0045】

30

シース熱電対(9)を真空蒸着装置の導入ポートより導入し、本発明の蒸着ポートに固定することにより、真空蒸着中の蒸着ポートの温度に対応した熱電対の出力を正確に再現性良く測定し、該出力電圧をデジタル指示調節計またはプログラム調節計等の蒸着電源制御装置の入力端子に入力し、所望の設定温度に対応する制御信号電流または電圧をスイッチング方式直流電源またはサイリスタ方式交流電源等の蒸着ポート加熱用電源に出力し、電源の直流または交流における電流値、電圧、周波数、出力波形等のいずれかを制御し、昇華性材料用蒸着ポートに流れる電流を実効電流200A以下において±0.1A以下の精度かつ0.1秒以下の制御周期で制御することで蒸着ポートの温度を150から600の温度範囲において±1以下の精度で制御できる。

【実施例】

40

【0046】

以下本発明の実施例について述べる。

〔蒸着ポート作製実施例1〕

純度99.9%以上のモリブデン板を金型を使ってプレス打ち抜き加工をで、0.1mm厚のカバー(4)および底板(2)、0.05mm厚の中板(3)、を作製し本発明の昇華性材料用蒸着ポートを作製した。蒸着ポートの寸法を図2で示した寸法記号を用いて示す。L1=100mm、L2=40mm、L3=30mm、L4=20mm、L5=13mm、D1=12mm、H1=3mm、H2=3mm、H3=1mmである。

【0047】

熱電対固定用金属バンド(12)は熱膨張を合わせるために蒸着ポートの底板(2)と

50

同じ材質であるモリブデンで板厚 0.05 mm、幅 $W = 10$ mm で作製した。
固定用金属バンド付昇華性材料用蒸着ポートに熱電対作製例で作製した熱電対を差し込み
固定し蒸着物を入れずにターボポンプ（排気速度 300 L/s）付蒸着装置（真空チャン
バー直径 30 cm、高さ 60 cm）にセットし 0.0004 Pa 下で通電し、室温から 6
00 まで通電加熱を行った。真空度は電離真空計でモニターした。蒸着ポートからの放
出ガスによる急激な真空度の悪化は無く 0.001 Pa 以下の圧力が維持された。蒸着ポ
ートの熱による実用上の強度低下はなかった。

【0048】

〔蒸着ポート作製実施例 2 ~ 4〕

モリブデン板に代えてタンタル（作製実施例 2）、タングステン（作製実施例 3）、ニ
オブ（作製実施例 4）の純度 99.9% 以上の各材料を用いた場合にも蒸着ポート作製実
施例 1 と同様に作製できた。真空蒸着装置中で各蒸着ポートの通電加熱を行ったところ、
600 以下での蒸着ポートからの放出ガスによる急激な真空度の悪化は無く 0.001
Pa 以下の圧力が維持された。蒸着ポートの熱による実用上の強度低下はなかった。

【0049】

〔蒸着ポート作製実施例 5 ~ 6〕

ニッケル 270（純度 99.9 質量% 以上）板（作製実施例 5）およびニッケル 201 板
（純度 99.6 質量%、炭素濃度 0.02 質量% 以下）（作製実施例 6）を用いた場合にも
蒸着ポート作製実施例 1 と同様に作製できた。真空蒸着装置中で各蒸着ポートの通電加
熱を行ったところ、600 以下での蒸着ポートからの放出ガスによる急激な真空度の悪
化は無く 0.001 Pa 以下の圧力が維持された。蒸着ポートの熱による実用上の強度低
下はなかった。

【0050】

〔蒸着ポート作製比較例 1〕

ニッケル 200 板（純度 99.6 質量%、炭素濃度 0.15 質量%）を用い蒸着ポート作
製例 1 と同様に作製した。真空蒸着装置中で各蒸着ポートの通電加熱を行ったところ、6
00 以下での蒸着ポートからの放出ガスによる急激な真空度の悪化は無く 0.001 Pa
以下の圧力が維持されたが、熱劣化で金属がもろくなり折れやすくなった。

【0051】

〔蒸着ポート作製実施例 7〕

炭素濃度 0.001 質量% 以下、 $r = 2.6$ のクロム系ステンレス鋼（川崎製鉄製 RSX
- 1 の完全連続熱間圧延板）を用いて蒸着ポート作製例 1 と同様に蒸着ポートを作製した
。真空蒸着装置中で各蒸着ポートの通電加熱を行ったところ、600 以下での蒸着ポ
ートからの放出ガスによる急激な真空度の悪化は無く 0.001 Pa 以下の圧力が維持され
た。蒸着ポートの熱による実用上の強度低下はなかった。また、底板の線状溝部を幅 0.
5 mm、深さ 1 mm 程度の深絞りプレス加工をしてもヒビ割れが生じなかった。

【0052】

〔蒸着ポート作製比較例 2〕

r 値が 1.0 のステンレス 304 を用い蒸着ポート作製例 7 と同様に作成した場合には、
線状溝部を幅 0.5 mm で深さ 1 mm にプレスした場合にヒビが入る場合があった。

【0053】

〔熱電対作製実施例〕

シース熱電対は、導入ポート（真空ゲージポートと共通）へ差し込むための O - リングシ
ール付きステンレス製スリーブに材質 NCF600（インコネル）製シース付き K 熱電対
（直径 0.5 mm、シース長 40 cm）を 2 本通しエポキシ接着剤で開口を密封固定し使
用した。スリーブとシース熱電対先端から 10 cm までの間を古河電工性ポリイミドチュ
ーブ（耐熱温度 400）で絶縁保護した。

【0054】

〔蒸着実施例 1〕

Ni270 製の本発明の線状溝部付き蒸着ポートをプレス加工により作製した。ポート

10

20

30

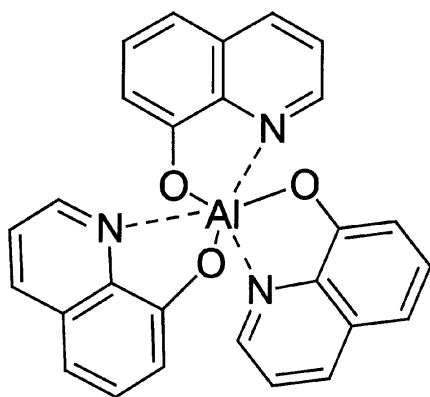
40

50

の寸法は $L1 = 100\text{ mm}$ 、 $L2 = 40\text{ mm}$ 、 $L3 = 30\text{ mm}$ 、 $L4 = 20\text{ mm}$ 、 $L5 = 13\text{ mm}$ 、 $D1 = 18\text{ mm}$ 、 $H1 = 5\text{ mm}$ 、 $H2 = 5\text{ mm}$ 、 $H3 = 1\text{ mm}$ であった。蒸着ボートの底板に蒸着材料として(化1)に示す Alq_3 化合物をハンドプレスで圧縮し 100 mg 入れた後、中板とカバーを被せ、ガイド部をかしめて底板に中板とカバーを密着させた。その後固定用金属バンドを底板の中央付近に取り付け、線状溝部に本発明のシー ス熱電対の1本を差し込み固定した。

【0055】

【化1】



10

20

【0056】

熱電対の補償導線は横河電機製デジタル指示調節計に接続され、デジタル指示調節計からの $4 - 20\text{ mA}$ 出力信号はシマデン製サイリスタ電力調整器に入力され蒸着ボートに印加される電流を調整した。蒸着装置の電極ジグに蒸着ボートを固定後、 0.001 Pa 以下まで三菱重工製ターボポンプで減圧した。電流を 73.0 A まで徐々に上げ $\pm 0.1\text{ A}$ 以下の精度、かつ 0.1 秒以下の制御周期で制御し 250.0 ± 0.1 の精度で加熱を行った。

【0057】

蒸着材料は蒸着ボート上から 30 cm 離れたガラス基板上に約 $0.1 \pm 0.001\text{ nm/s}$ の蒸着速度で安定に蒸着した。蒸着速度は水晶振動子式膜厚計でモニターでした。その後、一定温度で 50 nm の膜厚まで蒸着を行った。蒸着ボート内の蒸着材料は容器部内で中央部からだけでなくほぼ均一に昇華し減っていた。蒸着膜中に分解や噴出による粒子の付着はなかった。

30

【0058】

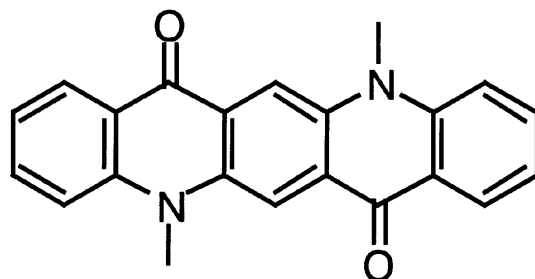
〔蒸着実施例2〕

RSX-1製の本発明の線状溝部付き蒸着ボートをプレス加工により作製した。ボートの寸法は $L1 = 100\text{ mm}$ 、 $L2 = 40\text{ mm}$ 、 $L3 = 30\text{ mm}$ 、 $L4 = 20\text{ mm}$ 、 $L5 = 13\text{ mm}$ 、 $D1 = 18\text{ mm}$ 、 $H1 = 5\text{ mm}$ 、 $H2 = 5\text{ mm}$ 、 $H3 = 1\text{ mm}$ であった。(化2)に示すDMQdを蒸着材料とし 100 mg 入れた後、蒸着実施例1の Alq_3 の入ったボートと並べてセットし、 185 ± 0.1 で $0.0005 \pm 0.00003\text{ nm/s}$ の蒸着速度で Alq_3 と共蒸着を行った。 50 nm 厚のDMQdドープ Alq_3 蒸着膜を成膜した。膜中に分解や噴出による粒子の付着はなく、膜厚方向でドープ濃度が 0.5% (膜厚比) で一定の蒸着膜ができた。蒸着ボート内の蒸着材料は容器部内で中央部からだけでなくほぼ均一に昇華し減っていた。

40

【0059】

【化 2】



10

【 0 0 6 0 】

〔 蒸着実施例 3 〕

M o 製の本発明の線状溝部付き蒸着ポートをプレス加工により作製した。ポートの寸法は $L1 = 100\text{ mm}$ 、 $L2 = 40\text{ mm}$ 、 $L3 = 30\text{ mm}$ 、 $L4 = 20\text{ mm}$ 、 $L5 = 13\text{ mm}$ 、 $D1 = 12\text{ mm}$ 、 $H1 = 3\text{ mm}$ 、 $H2 = 3\text{ mm}$ 、 $H3 = 1\text{ mm}$ であった。銅フタロシアンを蒸着材料とし 40 mg 入れ、 61.0 A 、 470 ± 1 で $0.050 \pm 0.005\text{ nm/s}$ の蒸着速度で 50 nm 厚の蒸着膜を作製できた。膜中に分解や噴出による粒子の付着はなかった。蒸着ポート内の蒸着材料は容器部内で中央部からだけでなくほぼ均一に昇華し減っていた。

20

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 1 】

【図 1】(a) は、本発明の蒸着ポートの上面から見た模式図の一例である。(b) は図 (a) の X—X 線断面の模式図である。(c) は底面から見た模式図である。(d) は (a) の Y—Y 線断面の模式図である。

【図 2】本発明の蒸着ポートの実施例の上面、および断面におけるカバー、中板、底板の寸法記号を入れた模式図である。

【図 3】は固定用金属バンドの斜視図である。

【図 4】(a) は本発明の蒸着ポートの熱電対を装着した場合の上面から見た模式図の一例である。(b) は (a) の Y—Y 線断面の模式図である。(c) は (a) の X—X 線断面の模式図である。(d) は本発明の蒸着ポートの側面から見た模式図の一例である。

30

【図 5】(a) は従来の昇華材料用蒸着ポートの斜視図である。(b) は従来の蒸着ポートの中央部短軸方向の断面図である。

【図 6】は従来の昇華材料用蒸着ポートを電極ジグに取り付けた場合の蒸着ポートの断面図である。

【図 7】(a) 従来の蒸着ポートの温度測定方法の一例を示す図である。(b) 従来の蒸着ポートの温度測定方法の一例を示す図である。

【図 8】本発明のシース熱電対の一例を示す模式図である。

40

【符号の説明】

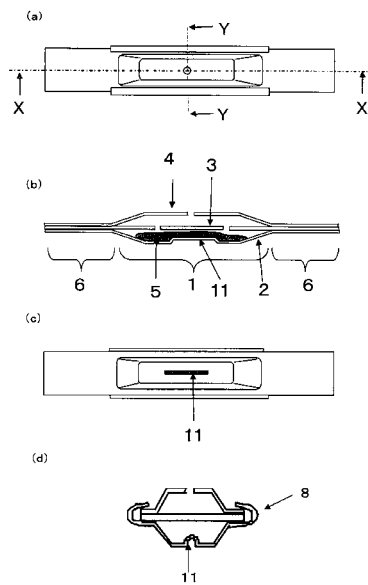
【 0 0 6 2 】

- 1 容器部
- 2 底板
- 3 中板
- 4 カバー
- 5 蒸着材料
- 6 電極板部
- 7 電極ジグ
- 8 ガイド部

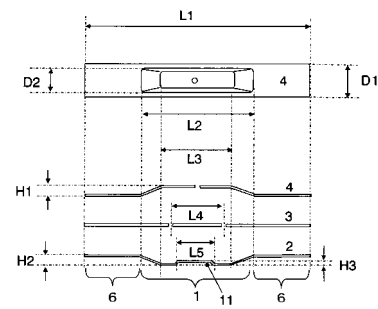
50

- 9 シース熱電対
- 10 熱電対押し付け装置
- 11 線状溝部
- 12 固定用金属バンド
- 13 ツメ部
- 14 スリーブ
- 15 絶縁膜被覆部
- 16 絶縁膜非被覆部
- 17 補償導線
- 18 Oリング

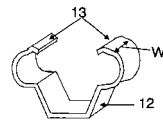
【図 1】



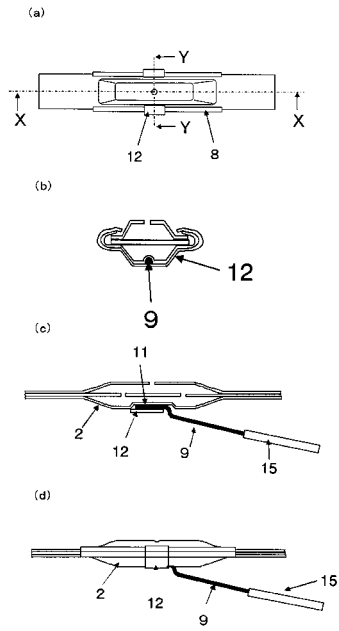
【図 2】



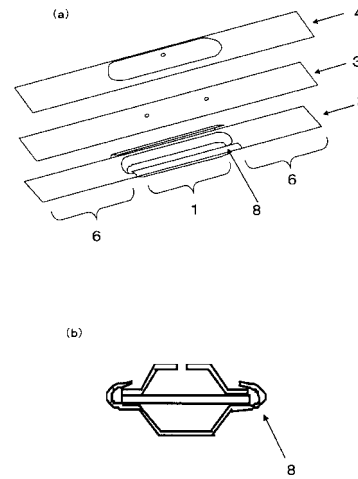
【図 3】



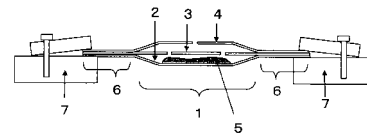
【図 4】



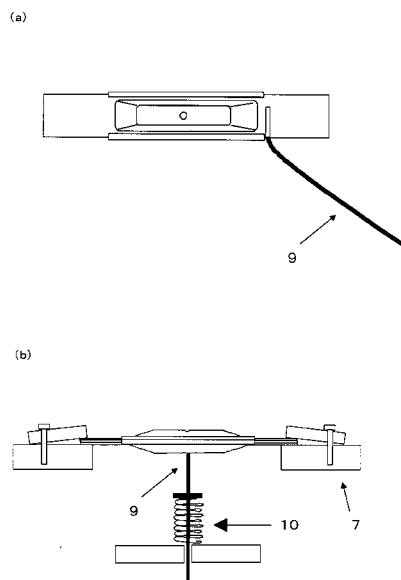
【図 5】



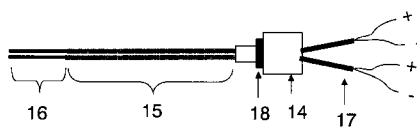
【図 6】



【図 7】



【図 8】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開昭58-204173(JP,A)
特開昭64-028366(JP,A)
特開昭62-054075(JP,A)
特開2002-246175(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C23C 14/00 - 14/58