

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字、請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號： 9410(000)

※申請日期： 94.2.21

※IPC 分類： C25C 1/00

## 一、發明名稱：(中文/英文)

Ni-Pt 合金及 Ni-Pt 合金靶

## 二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)

日鑛金屬股份有限公司

代表人：(中文/英文)

岡田 昌德

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本東京都港區虎門 2-10-1

國 籍：(中文/英文)

日本

## 三、發明人：(共 1 人)

姓 名：(中文/英文)

新藤 裕一郎

國 籍：(中文/英文)

日本

四、聲明事項：

主張專利法第二十二條第二項  第一款或  第二款規定之事實，  
其事實發生日期為： 年 月 日。

申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號 順序註記】

有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

日本；2004.03.01；2004-056097

無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

主張專利法第三十條生物材料：

須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

## 九、發明說明：

### 【發明所屬之技術領域】

本發明係關於，將加工性優異之 Ni-Pt 合金及 Ni-Pt 合金錠進行壓延而製成之濺鍍靶及其製造方法。

### 【先前技術】

半導體裝置用之濺鍍靶雖使用著 Ni-Pt，但習知之該 Ni-Pt 靶，係以粉末冶金法來製造。亦即，將 Ni 粉與 Pt 粉進行燒結來製造，或將 Ni-Pt 合金粉進行燒結以製作靶。

而燒結品，由於無法成為 100% 之高密度品，故與熔鑄再壓延而製成之靶相比，其緻密性較差。

因此，氣體成分容易混入靶中，不僅使純度降低、並引起靶中之異常放電、誘發顆粒的產生，而成為引起成膜特性變差之原因。

另一方面，Ni-Pt 熔鑄品有非常硬且脆之問題。因此，若將 Ni-Pt 錠進行壓延則會產生晶界裂痕，而有無法製造平板狀之平坦且均一之靶的問題。此等，即為以往使用上述粉末冶金法製造之原因。

由於以上所述，而有不產生龜裂之 Ni-Pt 熔鑄靶被提出（例如，參照專利文獻 1）。

該專利文獻 1，基於裂痕發生之原因係靶中粗大結晶粒之考量，為了將其微細化，而準備熱容量大之模具或使用水冷模具，以抑制模具之溫度上升，藉由急速冷卻來抑制結晶之粗大化。

然而，專利文獻 1 中，為了準備熱容量大之模具或使

用水冷模具，而有設備大型化之缺點；且亦有冷卻速度若非相當快則難以抑制結晶粗大化之問題。

又，由於接觸模具時結晶為細，而隨離開模具而變大，故難以形成均一之組織，而有無法製造組織均一且安定之靶。

專利文獻 1：日本特開昭 63-33563

## 【發明內容】

本發明係以提供安定且效率佳之製造壓延靶之技術為目的，其可降低 Ni-Pt 合金錠之硬度而能進行壓延。

為解決上述問題點，發現藉由提高 Ni-Pt 合金之純度，可顯著降低 Ni-Pt 合金錠之硬度。

基於此發現，本發明，係提供：(1)一種加工性優異之 Ni-Pt 合金及 Ni-Pt 合金靶，其特徵在於，係 Pt 含量為 0.1~20%之 Ni-Pt 合金，且維氏硬度 (Vickers hardness) 為 40~90；(2)如 (1)之 Ni-Pt 合金及 Ni-Pt 合金靶，其具有 99.99% 以上之純度。

又本發明又提供：(3)一種加工性優異 Ni-Pt 合金之製造方法，其特徵在於包含下列製程：熔煉製程，將純度 3N 級之原料 Ni 實施電氣化學熔煉；中和製程，將電解瀝濾之溶液以氨水中和；雜質除去製程，使用活性碳過濾以去除雜質；製造高純度 Ni 粉製程，將二氧化碳吹入作成碳酸鎳，再於還原性環境氣氛下製造高純度 Ni 粉；瀝濾製程，將將純度 3N 級之原料 Pt 以酸瀝濾；製造高純度電沉積 Pt 製程，將瀝濾之溶液以電解製造高純度電沉積 Pt；

以及將由上述製程製得之高純度 Ni 粉與高純度電沉積 Pt 進行熔煉之製程；(4)如(3)之 Ni-Pt 合金之製造方法，其具有 99.99%以上之純度；(5) 如(3)之 Ni-Pt 合金之製造方法，其 Pt 含量為 0.1~20%之 Ni-Pt 合金、且維氏硬度為 40~90。

又，本發明提供：(6)一種 Ni-Pt 合金靶之製造方法，其特徵在於，將由(3)~(5)中任一項製程製得熔煉後之 Ni-Pt 合金錠進行壓延。

本發明，藉此，不需用以抑制結晶之粗大化、或加速冷卻速度之設備，例如，準備熱容量大之模具或使用水冷模具，而能容易地將熔煉後之 Ni-Pt 合金錠於低溫進行壓延，同時可減低 Ni-Pt 合金錠所含之不純物而達成高純度化，藉此，可具有能提昇 Ni-Pt 合金成膜品質之優異效果。

再者，藉此防止裂痕或裂縫之產生，並對抑制習知之燒結靶中常發生之異常放電所引起之顆粒產生，具有顯著之效果。

#### 【實施方式】

本發明，可適用於 Pt 含量為 0.1~20wt%之 Ni-Pt 合金。該成分組成，係半導體裝置中 Ni-Pt 合金材料成模時所需要者，又，本發明亦為可降低硬度之 Ni-Pt 合金或靶之組成域。本發明之 Ni-Pt 合金所得之維氏硬度為 40~90。

隨 Ni 中所含 Pt 量之增加硬度（維氏硬度 Hv）亦隨之上升。且，其對雜質量亦有很大的影響。純度為 3N 級時，隨著 Ni 中所含 Pt 量之增加硬度隨之急速上升，於 Ni-20wt%Pt 附近時，硬度達 Hv130 左右。

如此於硬度上昇狀況下對錠進行壓延之情形，當然會由晶界產生裂痕。

相對於此，本發明之高純度化之 Ni-Pt 合金，由 Pt 0.1 wt% 至 20wt% 硬度係緩緩增加，而維氏硬度係於 40~90 範圍內之可進行低溫壓延之範圍。此點係本發明之一大特徵。

未滿 Pt 0.1 wt% 時，則無法得到作為 Ni-Pt 合金之充分之特性，若超過 Pt 20 wt%，則因過硬而難以進行靶之加工，故將 Pt 含量定為 0.1~20wt%。

藉此，防止裂痕或裂縫之產生，並對抑制習知之燒結靶中常發生之異常放電所引起之顆粒產生，具有顯著之效果。

本發明之 Ni-Pt 合金及該靶係具有 99.99% 以上之純度。藉此，可使維氏硬度於 40~90 範圍內，而可進行低溫壓延。

以下說明如此加工性優異之 Ni-Pt 合金之製造方法。關於 Ni 原料，首先將純度 3N 級之原料 Ni 進行電氣化學性熔煉，其次，將該電解瀝濾之溶液以氨水中和，再將中和後之溶液使用活性碳將雜質過濾除去。

接著，將二氧化碳吹入該溶液作成碳酸鎳，再將其於還原性環境氣氛下製造高純度 Ni 粉。

另一方面，關於 Pt 原料，將純度 3N 級之原料 Pt 以酸瀝濾，再將該瀝濾之溶液以電解製造高純度電沉積 Pt。

接著，將由上述製程製得之高純度 Ni 粉與高純度電沉

積 Pt 進行熔煉。該等 Ni-Pt 合金係具有 99.99% (4N) 以上之純度。

再者，如此製得 Pt 含量 0.1~20wt% 之熔鑄 Ni-Pt 合金錠，其維氏硬度為 40~90。該錠，如上述係加工性優異。

如此製造之熔煉後之 Ni-Pt 合金錠，可藉由低溫壓延容易地製造 Ni-Pt 合金靶。

並且，可防止裂痕或裂縫之產生，並對抑制習知之燒結靶中常發生之異常放電所引起之顆粒產生，具有顯著之效果。

## 實施例

接著，說明本發明之實施例。又，本實施例僅為一例，並不因此例而產生任何限制。亦即，包含於本發明技術思想之範圍內之全部實施例以外之樣態或變形。

### 實施例 1

使用表 1 所示之純度 3N 級之 Ni 原料 10kg 作為陽極，以鹽酸溶液進行電解瀝濾。到達 100g/L 之時間點，以氨水將該溶液中和，使 pH 為 8。再加入活性碳 10g/L 於該溶液中進行過濾除去雜質。

接著，將二氧化碳吹入該溶液作成碳酸鎳。之後，於溫度 1200°C 氫氣 (H<sub>2</sub>) 環境氣氛下進行加熱處理，製得高純度 Ni 粉 8kg。

另一方面，使用純度 3N 級之 Pt 5kg，將其以王水熔煉。調整 pH 至 2，進行電解沉積製得高純度電沉積 Pt。電解沉積時之陽極使用碳。

將如此製得之高純度 Ni 粉與高純度電沉積 Pt，於真空度  $10^{-4}$  托之真空下進行熔煉，製得高純度 Ni-20%Pt 合金。該合金之硬度為 Hv80。將其於室溫進行壓延製成靶。

該靶不會產生龜裂、裂痕且壓延容易。該結果示於表 1。

表 1  
(wtppm)

	原料 Ni	原料 Pt	高純度 Ni	高純度 Pt	實施例 1	比較例 1
Fe	110	10	2.1	1.0	1.7	90
Cr	50	2	0.6	0.5	0.6	44
Co	60	5	0.5	0.2	0.4	49
Cu	30	4	0.1	0.1	0.1	25
Al	10	8	0.1	0.1	0.1	9.5
O	150	70	20	<10	10	130
C	80	20	10	<10	10	70
N	30	10	<10	<10	<10	25
硬度	100	40	70	30	80	110
室溫之塑性加工性	△	○	○	◎	◎	×

### 實施例 2

與實施例 1 以相同方法製作高純度 Ni-0.5%Pt 合金。該合金之硬度為 Hv45。將其於室溫進行壓延製成靶。該靶不會產生龜裂、裂痕且壓延容易。該結果示於表 2。

### 實施例 3

與實施例 1 以相同方法製作高純度 Ni-5%Pt 合金。該合金之硬度為 Hv55。將其於室溫進行壓延製成靶。該靶

不會產生龜裂、裂痕且壓延容易。該結果示於表 2。

#### 實施例 4

與實施例 1 以相同方法製作高純度 Ni-10%Pt 合金。該合金之硬度為 Hv65。將其於室溫進行壓延製成靶。該靶不會產生龜裂、裂痕且壓延容易。該結果示於表 2。

表 2

(wtppm)

	實施例 2	實施例 3	實施例 4
Fe	2.0	1.9	1.8
Cr	0.6	0.6	0.6
Co	0.5	0.5	0.5
Cu	0.1	0.1	0.1
Al	0.1	0.1	0.1
O	20	20	20
C	10	10	10
N	<10	<10	<10
硬度	45	55	65
室溫之塑性加工性	◎	◎	◎

#### 比較例 1

將純度 3N 級之 Ni 與同純度之 Pt 以作成 Ni-20wt%Pt 之方式進行熔煉。其結果，製得之錠之硬度為 Hv110。該錠非常硬，於室溫難以進行塑性加工。其結果與實施例相對比而示於表 1。

如以上所述，本發明，熔煉後之 Ni-Pt 合金錠可容易進行低溫壓延，並且同時可減低 Ni-Pt 合金錠所含之不純物而達成高純度化，藉此，可具有能提昇 Ni-Pt 合金成膜

品質之優異效果。

再者，藉此防止裂痕或裂縫之產生，並對抑制習知之燒結靶中常發生之異常放電所引起之顆粒產生，具有顯著之效果。因此，適於半導體裝置之 Ni-Pt 合金之成膜。

【圖式簡單說明】

無

【主要元件符號說明】

無

## 五、中文發明摘要：

一種 Pt 含量為 0.1~20wt%、維氏硬度為 40~90 之加工性優異之 Ni-Pt 合金及該 Ni-Pt 合金靶。以及一種加工性優異 Ni-Pt 合金之製造方法，其包括以下列製程：熔煉製程，將純度 3N 級之原料 Ni 實施電氣化學熔煉；中和製程，將電解瀝濾之溶液以氨水中和；雜質除去製程，使用活性碳過濾以去除雜質；製造高純度 Ni 粉製程，將二氧化碳吹入作成碳酸鎳，再於還原性環境氣氛下製造高純度 Ni 粉；瀝濾製程，將純度 3N 級之原料 Pt 以酸瀝濾；製造高純度電沉積 Pt 製程，將瀝濾之溶液以電解製造高純度電沉積 Pt；以及將由上述製程製得之高純度 Ni 粉與高純度電沉積 Pt 進行熔煉之製程。藉此可降低 Ni-Pt 合金錠之硬度而進行壓延，以安定且效率佳之製造壓延靶。

## 六、英文發明摘要：

## 十、申請專利範圍：

1. 一種加工性優異之 Ni-Pt 合金，其特徵在於，Pt 含量為 0.1~20%，維氏硬度為 40~90。

2. 如申請專利範圍第 1 項之加工性優異之 Ni-Pt 合金，其具有 99.99% 以上之純度。

3. 一種 Ni-Pt 合金靶，其加工性優異，且其特徵在於，Pt 含量為 0.1~20%，維氏硬度為 40~90。

4. 如申請專利範圍第 3 項之 Ni-Pt 合金靶，其具有 99.99% 以上之純度。

5. 一種加工性優異之 Ni-Pt 合金之製造方法，其特徵在於包含下列製程：熔煉製程，將純度 3N 級之原料 Ni 實施電氣化學熔煉；中和製程，將電解瀝濾之溶液以氨水中和；雜質除去製程，使用活性碳過濾以去除雜質；製造高純度 Ni 粉製程，將二氧化碳吹入作成碳酸鎳，再於還原性環境氣氛下製造高純度 Ni 粉；瀝濾製程，將純度 3N 級之原料 Pt 以酸瀝濾；製造高純度電沉積 Pt 製程，將瀝濾之溶液以電解製造高純度電沉積 Pt；以及將由上述製程製得之高純度 Ni 粉與高純度電沉積 Pt 進行熔煉之製程。

6. 如申請專利範圍第 6 項之加工性優異之 Ni-Pt 合金靶之製造方法，其中，該 Ni-Pt 合金靶具有 99.99% 以上之純度。

7. 如申請專利範圍第 5 或第 6 項之加工性優異之 Ni-Pt 合金靶之製造方法，其中，Pt 含量為 0.1~20%，維氏硬度為 40~90。

8. 一種 Ni-Pt 合金靶之製造方法，其特徵在於，將以申請專利範圍第 5~第 7 項中任一項之製造方法所製得之熔煉後 Ni-Pt 合金錠進行壓延。

十一、圖式：

無。

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（無）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：