

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-2384

(P2020-2384A)

(43) 公開日 令和2年1月9日(2020.1.9)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
C 2 3 C 16/448 (2006.01)	C 2 3 C 16/448	4 K O 3 O
H O 1 L 21/31 (2006.01)	H O 1 L 21/31	5 F O 4 5

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2018-119678 (P2018-119678)	(71) 出願人	000143411
(22) 出願日	平成30年6月25日 (2018. 6. 25)		株式会社高純度化学研究所
			埼玉県坂戸市千代田5丁目1番28号
		(74) 代理人	100088616
			弁理士 渡邊 一平
		(74) 代理人	100154829
			弁理士 小池 成
		(74) 代理人	100132403
			弁理士 永岡 儀雄
		(72) 発明者	齋 篤
			埼玉県坂戸市千代田5丁目1番28号 株
			式会社高純度化学研究所内
		(72) 発明者	水谷 文一
			埼玉県坂戸市千代田5丁目1番28号 株
			式会社高純度化学研究所内

最終頁に続く

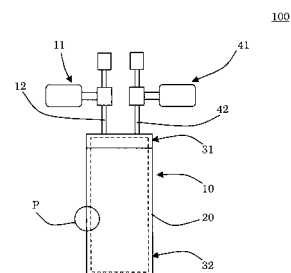
(54) 【発明の名称】 蒸発原料用容器及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 耐腐食性に優れた蒸発原料用容器を提供する。

【解決手段】 熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な容器本体10と、この容器本体10内にキャリアガスを導入するキャリアガス導入口12と、容器本体10内の蒸発原料とキャリアガスとの混合ガスを容器本体10外に導出する混合ガス導出口42と、を備え、容器壁20の内表面の少なくとも一部は、所定の研磨処理が施された、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる、蒸発原料用容器100。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な容器本体と、
前記容器本体内にキャリアガスを導入するキャリアガス導入口と、
前記容器本体内の蒸発原料と前記キャリアガスとの混合ガスを前記容器本体外に導出する混合ガス導出口と、を備え、
前記容器壁の内表面の少なくとも一部は、下記条件（i）で研磨処理された、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる、蒸発原料用容器。

条件（i）：

直径 250～350 mm の電極を用い、電流密度を 28.5 mA/cm^2 以下、電解溶液の濃度を 15～30 質量%、液流量を 1～8 L/分、電解溶液の pH をアルカリ性とし、更に、研磨条件としては、圧力 20～60 kPa、回転数 350 rpm 以下とし、砥粒として砥粒径 0.020～0.10 μm の無機粒子を用いる。

【請求項 2】

化学気相成長法による成膜に用いられる、請求項 1 に記載の蒸発原料用容器。

【請求項 3】

原子層堆積法による成膜に用いられる、請求項 1 に記載の蒸発原料用容器。

【請求項 4】

前記容器壁の内表面を構成するニッケル合金は、Ni、Cr、及び Mo を含む合金である、請求項 1～3 のいずれか一項に記載の蒸発原料用容器。

【請求項 5】

前記容器本体は、下記条件（A）で測定した際の蒸発原料中の金属不純物の総計が、200 ppb 未満である、請求項 1～4 のいずれか一項に記載の蒸発原料用容器。

条件（A）：

前記蒸発原料用容器の前記容器本体内に蒸発原料を充填し、その後、前記容器本体を、室温から 200℃ の範囲で加熱手段を用いて 24 時間加熱する。その後、前記蒸発原料用容器の前記容器本体内の蒸発原料を昇華させて回収する。そして、回収されたものを、誘導結合高周波プラズマ質量分析装置にて、王水を用いて所定量を溶解させる。その後、これを別の加熱手段で 120℃ に加熱して蒸発乾固させる。そして、蒸発乾固されたものを希釈し、測定試料を得る。その後、前記誘導結合高周波プラズマ質量分析装置にて、前記測定試料中の金属不純物を測定する。

【請求項 6】

熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な容器本体と、
前記容器本体内にキャリアガスを導入するキャリアガス導入口と、
前記容器本体内の蒸発原料と前記キャリアガスとの混合ガスを前記容器本体外に導出する混合ガス導出口と、を備える蒸発原料用容器の製造方法であって、
熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な未処理容器本体を用意する準備工程と、
前記未処理容器本体の内表面を、前記条件（i）で研磨処理して、研磨処理が施された前記容器本体を得る研磨処理工程と、を備える、蒸発原料用容器の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、蒸発原料用容器及びその製造方法に関する。更に詳しくは、耐腐食性に優れた蒸発原料用容器及びその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、例えば化学気相成長（CVD）法において蒸発原料を貯留するための容器として蒸発原料用容器が知られており、そして、この蒸発原料用容器の蒸発器本体を構成する材料として、ステンレス鋼などが報告されている（特許文献 1 参照）。

10

20

30

40

50

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開2016-866号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、特許文献1に記載のような蒸発器は、容器壁にステンレス鋼を採用しており、このステンレス鋼製の容器壁は、熱伝導性が良いものであるが、耐腐食性が十分でないという問題がある。

10

【0005】

ここで、最近では、半導体製品の更なる高性能化が求められるようになり、その結果、より高純度の蒸発原料（即ち、不純物の割合がより小さい蒸発原料）であることが要求されてきている。

【0006】

ここで、ステンレス鋼は、耐腐食性を有するものであるが、蒸発原料と触れることで僅かに腐食し、極微量の不純物が蒸発原料中に混ざることがあった。また、ハステロイについても、ステンレス鋼と同様に極微量の不純物が蒸発原料中に混ざることがあった。

【0007】

つまり、最近では、ステンレス鋼からなる容器であっても、その耐腐食性は十分というものではなくてきており、更なる耐腐食性を有する蒸発原料用容器（蒸発器本体）の開発が求められている。特に原子層堆積（ALD）法による成膜を行う場合、その膜には、原子レベルでの無欠陥や均一性が求められるため、蒸発原料に含まれる不純物の量を極限まで少なくする必要があることに本発明の発明者らは着目し、このような課題を解決すべく本発明を完成したものである。

20

【0008】

本発明は、このような従来技術の有する問題点に鑑みてなされたものである。本発明の蒸発原料用容器は、容器壁の内表面の少なくとも一部を、ニッケル合金、アルミニウム、または、アルミニウム合金から構成することによって、耐腐食性に優れる蒸発原料用容器を提供するものである。

30

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明によれば、以下に示す蒸発原料用容器及びその製造方法が提供される。

【0010】

[1] 熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な容器本体と、

前記容器本体内にキャリアガスを導入するキャリアガス導入口と、

前記容器本体内の蒸発原料と前記キャリアガスとの混合ガスを前記容器本体外に導出する混合ガス導出口と、を備え、

前記容器壁の内表面の少なくとも一部は、下記条件（i）で研磨処理された、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる、蒸発原料用容器。

40

条件（i）：

直径250～350mmの電極を用い、電流密度を28.5mA/cm²以下、電解溶液の濃度を15～30質量%、液流量を1～8L/分、電解溶液のpHをアルカリ性とし、更に、研磨条件としては、圧力20～60kPa、回転数350rpm以下とし、砥粒として砥粒径0.020～0.10μmの無機粒子を用いる。

【0011】

[2] 化学気相成長法による成膜に用いられる、前記[1]に記載の蒸発原料用容器。

【0012】

[3] 原子層堆積法による成膜に用いられる、前記[1]に記載の蒸発原料用容器。

50

【0013】

〔4〕 前記容器壁の内表面を構成するニッケル合金は、Ni、Cr、及びMoを含む合金である、前記〔1〕～〔3〕のいずれかに記載の蒸発原料用容器。

【0014】

〔5〕 前記容器本体は、下記条件（A）で測定した際の蒸発原料中の金属不純物の総計が、200ppb未満である、前記〔1〕～〔4〕のいずれかに記載の蒸発原料用容器。

条件（A）：

前記蒸発原料用容器の前記容器本体内に蒸発原料を充填し、その後、前記容器本体を、室温から200℃の範囲で加熱手段を用いて24時間加熱する。その後、前記蒸発原料用容器の前記容器本体内の蒸発原料を昇華させて回収する。そして、回収されたものを、誘導結合高周波プラズマ質量分析装置にて、王水を用いて所定量を溶解させる。その後、これを別の加熱手段で120℃に加熱して蒸発乾固させる。そして、蒸発乾固されたものを希釈し、測定試料を得る。その後、前記誘導結合高周波プラズマ質量分析装置にて、前記測定試料中の金属不純物を測定する。

【0015】

〔6〕 熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な容器本体と、

前記容器本体内にキャリアガスを導入するキャリアガス導入口と、

前記容器本体内の蒸発原料と前記キャリアガスとの混合ガスを前記容器本体外に導出する混合ガス導出口と、を備える蒸発原料用容器の製造方法であって、

熱伝導性の容器壁を有し密閉可能な未処理容器本体を用意する工程と、

前記未処理容器本体の内表面を、前記条件（i）で研磨処理して、研磨処理が施された前記容器本体を得る工程と、を備える、蒸発原料用容器の製造方法。

【発明の効果】

【0016】

本発明の蒸発原料用容器は、耐腐食性に優れるという効果を奏する。

【0017】

本発明の蒸発原料用容器の製造方法によれば、耐腐食性に優れる蒸発原料用容器を製造することができるという効果を奏する。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】 本発明の蒸発原料用容器の一実施形態を模式的に示す断面図である。

【図2】 図1に示す領域Pを拡大して模式的に示す拡大断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0019】

以下、本発明を実施するための形態について説明するが、本発明は以下の実施の形態に限定されるものではない。即ち、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で、当業者の通常の知識に基づいて、以下の実施の形態に対し適宜変更、改良等が加えられたものも本発明の範囲に属することが理解されるべきである。

【0020】

〔1〕 蒸発原料用容器：

本発明の蒸発原料用容器の一の実施形態は、図1に示す蒸発原料用容器100である。この蒸発原料用容器100は、熱伝導性の容器壁20を有し密閉可能な容器本体10と、容器本体10内にキャリアガスを導入するキャリアガス導入口12と、容器本体10内の蒸発原料とキャリアガスとの混合ガスを容器本体10外に導出する混合ガス導出口42と、を備えている。容器壁20の内表面の少なくとも一部は、後述する所定の条件（i）による研磨処理がされた、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなるものである。具体的には、容器壁20は、内壁23と外壁21の2層から構成されており（図2参照）、外壁21はステンレス鋼からなり、内壁23は、所定の研磨処理がなされたニッケル合金（例えば、ハステロイやインコネルなど）からなる。また、容器本体10は、キャリアガス導入口12と混合ガス導出口42を備える蓋体

31と、この蓋体31の受け体32と、を備えている。

【0021】

このような蒸発原料用容器100は、容器壁20の内表面の少なくとも一部は、所定の研磨処理がなされた、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなるため、耐腐食性に優れるものである。ここで、蒸発原料用容器100の耐腐食性が劣る場合、蒸発原料が不純物で汚染されること（蒸発原料に不純物が混ざること）になり、より精度の高い半導体製品を製造する妨げにもなってしまう。このように、最近では特に耐腐食性に優れることも重要になっている。

【0022】

容器壁20の内表面を構成する、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスのうち、ニッケル合金としては、例えば、ハステロイ、インコネルなどを挙げることができ、この「ハステロイ」及び「インコネル」は、Ni、Moを含む合金のことである。

【0023】

「ハステロイ」は、その組成については適宜決定することができるが、具体的には、Niが40～60質量%、Moが30～50質量%である。

【0024】

「インコネル」は、その組成については適宜決定することができるが、具体的には、Niが20～50質量%、Moが70～50質量%である。

【0025】

「スーパーステンレス」とは、Niを17.00～19.50質量%、Crを19.00～21.00質量%、Moを5.50～6.50質量%、Nを0.16～0.24質量%、Cuを0.50～1.00質量%含み、更に、Cが0.020質量%以下、Siが0.80質量%以下、Mnが1.00質量%以下、Pが0.030質量%以下、Sが0.015質量%以下であり、耐腐食性を更に高めたステンレス鋼をいう。

【0026】

容器壁20は、その内表面が、所定の条件で研磨処理がなされているものである。このように内表面に研磨処理がなされることで、耐腐食性が格段に向上することになる。ここで、研磨処理は、以下の条件(i)にて行う。

条件(i)：

直径250～350mmの電極を用い、電流密度を28.5mA/cm²以下、電解溶液の濃度を15～30質量%、液流量を1～8L/分、電解溶液のpHをアルカリ性とし、更に、研磨条件としては、圧力20～60kPa、回転数350rpm以下とし、砥粒として砥粒径0.020～0.10μmの無機粒子を用いる。

【0027】

上記条件(i)において、電流密度は15～20mA/cm²とすることが好ましい。また、電解溶液のpHは、11～11.5であることが好ましい。

【0028】

研磨条件の回転数としては、50～350rpmとすることができ、砥粒としては、無機粒子を用い、この無機粒子としては、特に制限はないが、例えば、上記Collodial SiO₂などを挙げることができる。

【0029】

このような研磨処理を行った容器壁20の内表面は、その表面粗さをRa=0.8～1.1μmとすることができ、

【0030】

なお、「容器壁」は、側壁だけでなく底壁も含む概念である。つまり、蒸発原料が蒸発原料用容器100内に投入された際に、この蒸発原料が接する壁部分はこの容器壁ということがよい。

【0031】

図1における符号11, 41は、蒸発原料用容器100の流路の開閉を行うバルブを示

10

20

30

40

50

している。このバルブ 11, 41 を開くことで、蒸発原料用容器 100 (容器本体 10 内) にキャリアガスを導入したり、キャリアガスとの混合ガスを容器本体 10 外に導出したりすることができる。このように、本発明の蒸発原料用容器は、2 本以上の開閉バルブを備えることができる。

【0032】

ここで、容器壁 10 のうち、内表面がニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる位置は、特に制限はないが、少なくとも、蒸発原料用容器 100 に蒸発原料を入れたときに蒸発原料が接する部分が上記構成であることがよい。具体的には、底壁及びこの底壁から延びる側壁の一部 (底壁と連続した一部) とすることができる。なお、容器壁 10 の全部が、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなるものでもよい。

10

【0033】

また、容器壁 10 のその他の部分 (ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる部分以外の部分) については、例えば、ステンレス鋼などとする 것도よい。

【0034】

つまり、容器壁 10 は、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる単一の層 (壁) からなるものでもよいし、複数の層 (壁) からなるものでもよい。複数の層からなる場合、最も内面側の層の少なくとも一部が、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなるものであればよい。他の層については、例えば、ステンレス鋼などからなるものとすることができる。

20

【0035】

蒸発原料用容器 100 の容器本体 10 は、以下の条件 (A) で測定した際の蒸発原料中の金属不純物の総計が、200 ppb 未満であることが好ましい。ここで、「金属不純物」は、具体的には、表 2 に示す 20 種類の元素が該当する。

【0036】

条件 (A) は、以下の通りである。蒸発原料用容器の容器本体内に固体または液体の化合物 (蒸発原料) を充填し、その後、容器本体を、室温から 200℃ の範囲で外部ヒータなどの加熱手段を用いて、モニタリングしながら、24 時間加熱する。その後、蒸発原料用容器の容器本体内の化合物 (蒸発原料) を昇華させて回収する。そして、回収されたものを、ICPMS (誘導結合高周波プラズマ質量分析法) の装置にて、王水を用いて所定量を溶解させる。その後、これをホットプレートなどの加熱手段で 120℃ に加熱して蒸発乾固させる。そして、蒸発乾固されたものを希釈し、測定試料を得る。その後、上記分析装置にて、測定試料中の金属不純物を測定する。

30

【0037】

容器本体 10 は、上述したように蓋体 31 と受け体 32 を備えるもの (分離可能な構造を有するもの) であってもよいし、蓋体 31 と受け体 32 が一体となっているものであってもよい。

【0038】

キャリアガスとしては、特に制限はなく、例えば、水素、ヘリウム、窒素、酸素、アルゴン、一酸化炭素、二酸化炭素などを挙げることができる。

40

【0039】

蒸発原料としては、特に制限はなく、例えば、化学気相成長 (CVD) 法、有機金属化学気相成長 (MOCVD) 法、原子層堆積 (ALD) 法による成膜に用いられるものなどを適宜決定して採用することができ、固体、液体に制限は無く、揮発性を有するものであればよい。より具体的には、第 3 アミリミドトリス (ジメチルアミド) タンタル (タイマータ)、テトラキス (ジエチルアミド) チタン (TDEAT)、テトラキス (ジメチルアミド) チタン (TDMAT)、五リン酸ジメチルアミドタンタル (PDMAT)、タンタルペンタエトキシド (TAETO)、ビス (エチルシクロペンタジエニル) ルテニウム (

50

II) (Ru (Et Cp)₂) などの液体原料を挙げることができる。

【0040】

更に、蒸発原料としては、例えば、ホウ素、亜リン酸、銅、ガリウム、ヒ素、ルテニウム、インジウム、アンチモン、ランタン、タンタル、イリジウム、デカボラン (B₁₀H₁₄)、四塩化ハフニウム (HfCl₄)、四塩化ジルコニウム (ZrCl₄)、三塩化インジウム (InCl₃)、四塩化ガリウム、六塩化タングステン、五塩化タングステン、βジケトナト複合体、シクロペンタジエニルシクロヘプタトリエニルチタン (CpTiChT)、三塩化アルミニウム (AlCl₃)、ヨウ化チタン (TiX₄)、シクロオクタテトラエンシクロペンタジエニルチタン ((Cot)(Cp)Ti)、ビス(シクロペンタジエニル)チタンジアジド、タングステンカルボニル (Wx(CO)_y)、ビス(シクロペンタジエニル)ルテニウム (II) (Ru(Cp)₂)、三塩化ルテニウム (RuCl₃) などの固体原料を挙げることができる。

10

【0041】

なお、本発明の蒸発原料用容器は、塩化ジルコニウム、塩化アルミニウムなどの塩化物のように腐食性が強い蒸発原料であっても良好に保存することができ、蒸発原料に存在する不純物の割合が非常に小さくなる。

【0042】

なお、本発明の蒸発原料用容器は、外部から加熱または冷却が可能な加熱媒体や冷却媒体と接触し、容器内の化合物を気体、固体のいずれかの状態を保持することが可能な容器である。

20

【0043】

本発明の蒸発原料用容器は、化学気相成長 (CVD) 法、有機金属化学気相成長 (MOCVD) 法、原子層堆積 (ALD) 法による成膜に用いられる蒸発原料を溜めておくための容器として使用することができ、原子層堆積 (ALD) 法による成膜に用いられる容器として使用することが好ましい。具体的には、原子層堆積 (ALD) 法は、化学気相成長 (CVD) 法によって形成される膜よりも薄い膜を形成することができる方法であり、数 nm 程度の非常に薄い膜を成膜することができるが、その反面、膜の精度が、蒸発原料に含まれる不純物による影響を受けやすい。そこで、本発明の蒸発原料用容器を用いることによって、蒸発原料に含まれる不純物を極微量とすることができる。

【0044】

30

[2] 蒸発原料用容器の製造方法：

本発明の蒸発原料用容器は、以下のように製造することができる。まず、従来公知の方法で、ステンレス鋼からなる外壁(外側容器)を作製する。その後、ニッケル合金、アルミニウム、アルミニウム合金、または、スーパーステンレスからなる内壁(内側容器)を作製する。このとき、内側容器は、外側容器に収納した際に隙間なく収まる大きさのものとす。そして、外壁内に内壁を収納して容器材を作製する。同様にして、蓋体も作製する。このようにして、未処理容器本体を有する容器を得る(準備工程)。

【0045】

次に、未処理容器本体を研磨処理する(研磨処理工程)。具体的には、未処理容器本体の内表面を、上述の条件(i)で研磨処理して、研磨処理が施された容器本体を得る。このようにして蒸発原料用容器100を作製できる。

40

【0046】

[3] 蒸発原料用容器の使用方法：

まず、蒸発原料用容器100のキャリアガス導入口12を、キャリアガスタンク(図示せず)と連結させ、更に、混合ガス導出口42を、半導体処理設備(不図せず)に連結させる。次に、蒸発原料用容器100内に、蒸発原料を投入し、その後、容器本体10を密閉状態とする。次に、キャリアガスタンクからキャリアガスを蒸発原料用容器100内に導入する。そして、蒸発原料用容器100内で蒸発した蒸発原料(原料ガス)とキャリアガスとが混合し、混合ガスとして、混合ガス導出口42から導出される。なお、蒸発原料は、加熱などによって蒸発(気化)されて原料ガスになる。その後、半導体処理設備にお

50

いて、化学気相成長（CVD）法、有機金属化学気相成長（MOCVD）法、原子層堆積（ALD）法による成膜が行われる。半導体処理設備は、被膜対象である基板が配置される設備（例えば、CVD装置の反応室）であり、この半導体処理設備内に配置された基板上に所望の薄膜を形成する。

【0047】

蒸発原料用容器100は、その容器本体10の容器壁20が上記構成を有するため、耐腐食性に優れる。その結果、蒸発材料中における容器由来の不純物の割合が非常に小さくなり、高純度の混合ガスを半導体処理設備に供給することができる。本発明の蒸発原料用容器は、CVD、ALD、MOCVD等の気相としてガス化させる用途の容器であり、半導体用のバルブを備える圧力容器として用いられるものである。

10

【実施例】

【0048】

以下、本発明を実施例および比較例によって、さらに具体的に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0049】

（実施例1～11、比較例1～18）

図1、図2に示す蒸発原料用容器100のような容器（蓋付きで有底の円筒状の容器）を作製した。具体的には、表1に示す各材料（「容器壁」の「内壁」、「外壁」の欄に記す）を用いて、「蓋付きで有底の円筒状の容器」を作製し、この容器の内表面を、以下の条件（i）で研磨処理して、各蒸発原料用容器を得た。

20

条件（i）：

直径300mmの電極を用い、電流密度を20mA/cm²以下、電解溶液の濃度を20質量%、液流量を3L/分、電解溶液のpHを10とし、更に、研磨条件としては、圧力31.35kPa、回転数300rpmとし、砥粒として砥粒径0.07μmのCollodial SiO₂を用いる。

【0050】

この蒸発原料用容器について耐腐食性の評価を行った。なお、蒸発原料用容器の容器本体の内壁の厚さは、3mmであり、外壁の厚さは、3mmであった。更に、内側容器の内径は、140mmであった。

【0051】

30

耐腐食性の評価は、具体的には、実施例及び比較例の各蒸発原料用容器に蒸発材料を入れて、熱処理後の蒸発材料中の不純物（表2に示す20種の元素）の量をICPMS（誘導結合プラズマ質量分析計）によって測定した。なお、蒸発材料としては、塩化アルミニウムを用いた。

【0052】

不純物の量の測定は、具体的には、以下の条件（A）で行った。まず、蒸発原料用容器の容器本体内に蒸発原料を充填し、その後、容器本体を、室温から200℃の範囲で外部ヒータを用いて、モニタリングしながら、24時間加熱した。その後、蒸発原料用容器の容器本体内の蒸発原料を昇華させて回収し、回収されたものを、ICPMS（誘導結合高周波プラズマ質量分析法）の装置にて、王水を用いて所定量を溶解させた。その後、これをホットプレートで120℃に加熱して蒸発乾固させた。そして、蒸発乾固されたものを希釈し、測定試料を得た。その後、上記分析装置にて、測定試料中の金属不純物を測定した。なお、条件（A）で測定した際の蒸発原料中の金属不純物（表2に示す20種の元素）の総計は、実施例1～11の全てにおいて、200ppb未満であった。

40

【0053】

また、「ハステロイ」としては、具体的には、「ハステロイC276」を用いた。「インコネル」としては、具体的には、「インコネル600」を用いた。「アルミニウム合金」としては、具体的には、「アルミニウム合金A5052」を用いた。「ステンレス鋼」としては、具体的には、「SUS316L」を用いた。「スーパーステンレス」としては、具体的には、Niを17.98質量%、Crを20.19質量%、Moを6.26質量

50

%、Nを0.22質量%、Cuを0.67質量%含み、更に、Cを0.014質量%、Siを0.55質量%、Mnを0.57質量%、Pを0.017質量%、Sを0.001質量%含むものを用いた。

【0054】

また、上記加熱前後の容器本体10の内表面の表面粗さを、AFM（原子間力顕微鏡）アナライザー（HORIBA社製）によって測定した。この表面粗さは、複数回測定してその平均値を算出した。

【0055】

【表 1】

	容器壁			研磨処理の有無	研磨処理							
	内壁	外壁	電極の直径 (mm)		電流密度 (mA/cm ²)	電解溶液濃度 (質量%)	液流量 (L/分)	電解溶液のpH	圧力 (kPa)	回転数 (rpm)	砥粒の種類	砥粒径 (μm)
実施例1	ハステロイ	ステンレス鋼	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例2			有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例3	インコネル	ステンレス鋼	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例4	有り		300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07	
実施例5	アルミニウム	ステンレス鋼	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例6	有り		300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07	
実施例7	アルミニウム合金	ステンレス鋼	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例9	有り		300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07	
実施例8	アルミニウム	スパー・ステンレス	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例10	スパー・ステンレス	ステンレス鋼	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
実施例11	スパー・ステンレス		有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例1	ステンレス鋼	ハステロイ	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例2	無し		無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例3	ハステロイ	ステンレス鋼	無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例4	インコネル	ステンレス鋼	無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例5	有り		無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例6	アルミニウム	ステンレス鋼	無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例7	有り		無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例8	アルミニウム合金	ステンレス鋼	無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例9	有り		無し	—	—	—	—	—	—	—	—	—
比較例10	アルミニウム合金	ステンレス鋼	無し	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例11	アルミニウム	スパー・ステンレス	無し	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例12	スパー・ステンレス	ステンレス鋼	無し	300	20	5	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例13	有り		有り	300	20	20	10	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例14	ハステロイ	ステンレス鋼	有り	300	20	20	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例15	アルミニウム合金	スパー・ステンレス	有り	300	10	5	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例16	アルミニウム	スパー・ステンレス	有り	300	20	10	3	10	31.35	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例17	スパー・ステンレス	ステンレス鋼	有り	300	20	10	3	10	56.22	300	Colloidal SiO ₂	0.07
比較例18	有り		有り	300	20	20	3	10	62.72	300	Colloidal SiO ₂	0.07

【 0 0 5 6 】

10

20

30

40

50

【表 2】

	容器壁		研磨処理 の有無	不純物の量(ppb)																表面粗さ(nm)					
	内壁	外壁		Na	Mg	K	Ca	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ge	Nb	Mo	Hf	Ta	W	Si	加熱前	加熱後
実施例1	ハステロイ		有り	10	10	5	5	12	2	10	12	5	10	20	11	5	1	2	7	2	1	2	1	1.1	0.99
実施例2	ハステロイ	ステンレス鋼	有り	12	10	7	4	10	2	10	5	5	12	10	10	5	1	2	9	1	12	1	1	1.2	1
実施例3	インコネル		有り	3	10	9	3	8	10	0	2	5	10	0	9	5	1	2	11	0	23	0	1	1	0.9
実施例4	インコネル	ステンレス鋼	有り	5	10	11	2	6	10	9	9	5	5	5	8	5	1	2	13	1	10	1	1	0.98	1
実施例5	アルミニウム		有り	10	10	13	1	4	20	10	12	10	3	10	7	5	1	2	15	2	20	2	1	0.99	0.98
実施例6	アルミニウム	ステンレス鋼	有り	5	10	15	0	2	30	10	12	2	20	10	6	5	1	2	17	3	10	3	1	1	0.99
実施例7	アルミニウム合金		有り	3	10	17	1	0	10	10	12	10	10	40	5	5	1	2	19	4	30	4	1	1	0.98
実施例8	アルミニウム合金	ステンレス鋼	有り	10	10	19	2	2	10	10	15	2	10	10	4	5	1	2	21	5	10	5	1	1.1	0.99
実施例9	アルミニウム	スパー・ステンレス	有り	5	10	8	10	20	2	10	12	8	10	15	15	8	2	2	8	5	10	5	1	1	0.99
実施例10	スパー・ステンレス	ステンレス鋼	有り	7	10	10	8	10	10	5	8	8	11	8	12	7	1	2	10	3	10	10	5	1	1.01
実施例11	スパー・ステンレス		有り	10	10	10	10	5	5	5	5	5	8	5	10	8	2	2	10	5	15	10	3	1	0.99
比較例1	ステンレス鋼		有り	5000	200	500	300	400	500	100	120	100	20	400	500	300	120	130	500	250	250	200	50	1.1	4.98
比較例2	ハステロイ		無し	200	150	170	35	90	50	25	10	50	50	70	20	40	15	15	20	20	40	15	30	3	4.2
比較例3	ハステロイ	ステンレス鋼	無し	210	300	150	30	70	30	50	50	50	50	60	20	40	15	20	40	20	40	40	30	3.5	5
比較例4	インコネル		無し	250	250	50	100	90	30	80	100	300	50	120	100	50	9	50	80	10	50	5	30	3.5	4.6
比較例5	インコネル	ステンレス鋼	無し	250	500	110	20	60	100	90	90	50	50	88	100	50	9	50	50	5	100	1	1	0.98	1
比較例6	アルミニウム		無し	150	100	100	50	40	50	50	12	50	50	100	70	50	10	20	30	2	50	20	10	3.5	4.6
比較例7	アルミニウム	ステンレス鋼	無し	200	50	100	50	40	40	50	20	250	150	300	200	250	200	120	120	100	110	110	10	3.6	4.9
比較例8	アルミニウム合金		無し	210	550	350	200	200	150	200	100	250	200	150	250	100	100	100	100	50	70	50	10	4	4.9
比較例9	アルミニウム合金	ステンレス鋼	無し	180	250	180	40	100	50	100	50	50	50	100	100	50	100	20	90	80	68	10	15	4.2	5.8
比較例10	アルミニウム合金	スパー・ステンレス	無し	180	101	98	37	40	46	50	10	46	50	100	70	50	10	20	30	3	50	20	10	4.1	5
比較例11	アルミニウム	スパー・ステンレス	無し	150	50	150	49	40	50	50	20	250	120	350	200	250	190	180	120	120	110	110	5	3.5	5.1
比較例12	スパー・ステンレス		無し	200	500	350	198	200	155	200	100	250	280	150	200	100	90	100	100	50	77	60	10	3.9	4.9
比較例13	ハステロイ	ステンレス鋼	有り	10	100	70	4	50	2	50	5	10	10	88	20	5	1	2	10	1	10	1	1	1.2	2.2
比較例14	ハステロイ	ステンレス鋼	有り	5	250	100	50	10	5	100	5	100	10	96	20	8	5	5	10	1	20	10	1	1.2	5.1
比較例15	アルミニウム合金	スパー・ステンレス	有り	20	251	30	10	98	10	300	15	145	18	90	35	10	5	5	10	5	48	52	7	1	6.2
比較例16	アルミニウム	スパー・ステンレス	有り	55	198	25	15	60	15	60	9	98	18	90	15	5	10	14	15	8	20	2	8	1	4.8
比較例17	スパー・ステンレス		有り	35	180	19	20	25	15	30	8	100	20	90	18	8	15	20	20	9	20	36	9	1	3.7
比較例18	ハステロイ	ステンレス鋼	有り	10	300	20	5	100	5	250	10	150	10	100	30	5	3	2	10	1	50	50	5	1.2	6.2

【0057】

10

20

30

40

50

表 2 から分かるように、実施例 1 ～ 1 1 の蒸発原料用容器は、比較例 1 ～ 1 8 の蒸発原料用容器に比べて、不純物の量が少ないことが分かる。また、耐腐食性の試験前後における表面粗さの差が小さいことが分かる。ここで、この表面粗さの差が小さいということは、蒸発材料による腐食の程度が少なかったことを表しており、耐腐食性が高いことが分かる。このような結果から、実施例 1 ～ 1 1 の蒸発原料用容器は、耐腐食性に優れたものであることが分かる。

【産業上の利用可能性】

【0058】

本発明の蒸発原料用容器は、化学気相成長（CVD）法、有機金属化学気相成長（MOCVD）法、原子層堆積（ALD）法による成膜に用いられる容器として利用することができる。

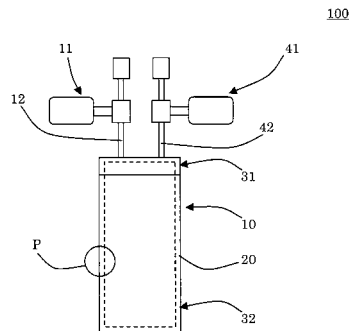
10

【符号の説明】

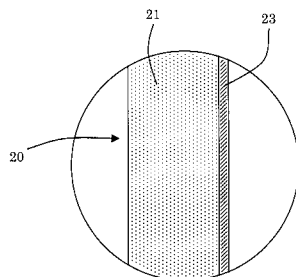
【0059】

10：容器本体、11，41：バルブ、12：キャリアガス導入口、20：容器壁、21：外壁、23：内壁、31：蓋体、32：受け体、42：混合ガス導出口、100：蒸発原料用容器。

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 塚田 雅昭
埼玉県東松山市新郷 5 3 1 - 1 株式会社高純度化学研究所内
(72)発明者 渡貫 泰寛
埼玉県東松山市新郷 5 3 1 - 1 株式会社高純度化学研究所内
(72)発明者 田中 正秋
埼玉県東松山市新郷 5 3 1 - 1 株式会社高純度化学研究所内
Fターム(参考) 4K030 AA03 AA11 CA04 CA12 EA01 KA47 LA15
5F045 AA04 AA06 AA15 AC07 AC08 AC09 EE19