

(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2004-238701
(P2004-238701A)

(43) 公開日 平成16年8月26日(2004.8.26)

(51) Int. Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
C 2 3 C 14/32	C 2 3 C 14/32	4 K O 2 9
C 2 3 C 14/56	C 2 3 C 14/32	F
	C 2 3 C 14/56	Z

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2003-30520 (P2003-30520)	(71) 出願人	000002897 大日本印刷株式会社 東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号
(22) 出願日	平成15年2月7日(2003.2.7)	(74) 代理人	100095463 弁理士 米田 潤三
		(74) 代理人	100098006 弁理士 皿田 秀夫
		(72) 発明者	鈴木 理之 東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号 大日本印刷株式会社内
		(72) 発明者	駒田 実 東京都新宿区市谷加賀町一丁目1番1号 大日本印刷株式会社内
		Fターム(参考)	4K029 CA03 CA15 DB02 DB23 DD00 DD05 DE01 JA10

(54) 【発明の名称】 イオンプレーティング装置およびこれを用いた成膜方法

(57) 【要約】

【課題】成膜材料の蒸発が安定し、均一な成膜が可能で、かつ、成膜材料の有効利用が可能なイオンプレーティング装置と、これを用いた成膜方法を提供する。

【解決手段】イオンプレーティング装置を、内部に被成膜体が配置された真空チャンパーと、プラズマガンと、上記真空チャンパー内に配設された成膜材料をプラズマガンから照射されるプラズマビームに均一に曝されるように回転するための回転装置と、成膜材料を加熱するための加熱手段と、を少なくとも備えるものとし、このようなイオンプレーティング装置を用いた成膜方法は、加熱手段により成膜材料を加熱して水分を除去する工程と、回転装置により成膜材料を回転させながら、プラズマガンから成膜材料にプラズマビームを照射し蒸発させて被成膜体に薄膜を形成する工程と、を有するものとした。

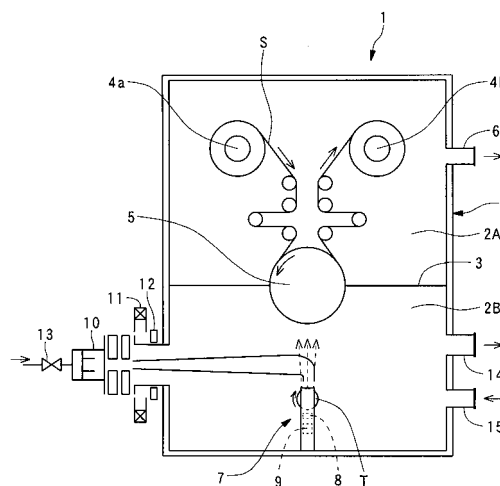


FIG. 1

【選択図】 図1

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

内部に被成膜体が配置された真空チャンバーと、プラズマガンと、該真空チャンバー内に配設された成膜材料を前記プラズマガンから照射されるプラズマビーム内で回転させるための回転装置と、成膜材料を加熱するための加熱手段と、を少なくとも備えることを特徴とするイオンプレーティング装置。

【請求項 2】

前記回転装置は、成膜材料に照射されるプラズマビームに対して80～100°の範囲の角度をなす軸で成膜材料を回転するものであることを特徴とする請求項1に記載のイオンプレーティング装置。

10

【請求項 3】

前記回転装置は、成膜材料を挟持した状態にて同軸上で回転可能な一对の挟持部材を有し、前記加熱手段は前記挟持部材により挟持された成膜材料を外部から加熱するように配設されていることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のイオンプレーティング装置。

【請求項 4】

前記回転装置は、周面に成膜材料を保持でき、かつ、軸方向を中心に回転可能な棒状体あるいは筒状体を有し、該棒状体および筒状体は抵抗加熱体で形成されたもの、あるいは、抵抗加熱体が配設されたものであることを特徴とする請求項1または請求項2に記載のイオンプレーティング装置。

20

【請求項 5】

請求項1乃至請求項4のいずれかに記載のイオンプレーティング装置を用いた成膜方法において、

前記加熱手段により成膜材料を加熱して該成膜材料中に含有される水分を除去する工程と、前記回転装置により成膜材料を回転させながら、前記プラズマガンから成膜材料にプラズマビームを照射し蒸発させて被成膜体に薄膜を形成する工程と、を有することを特徴とするイオンプレーティング装置を用いた成膜方法。

【請求項 6】

前記成膜材料として、導電性材料を10重量%以下の範囲で含有したものを使用することを特徴とする請求項5に記載のイオンプレーティング装置を用いた成膜方法。

30

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、安定して均一な成膜が可能なイオンプレーティング装置と、これを用いた成膜方法に関する。

【0002】**【従来の技術】****【特許文献1】特開2000-144390号公報**

プラズマガンで発生したプラズマビームを収束させて真空チャンバー内に引き出し、このプラズマビームを磁界によって成膜材料に照射して蒸発させ、蒸発した成膜材料が上記のプラズマビーム中を通過する際にイオン化され、被成膜体に激突することにより薄膜を形成するイオンプレーティング装置が従来から使用されている。このようなイオンプレーティング装置は、プラズマガンにより成膜材料の蒸発とイオン化を行うことができ、また、形成された薄膜の付着強度が高いという利点をもっている。

40

【0003】**【発明が解決しようとする課題】**

しかし、例えば、イオンプレーティング装置の成膜材料として使用される酸化珪素等の無機材料の焼結体は水分を吸収し易いものであり、真空チャンバー内に配設された成膜材料が水分を吸収したものである場合、プラズマガンにより蒸発を開始するまでの時間が長くなったり、プラズマガンに投入する電力パワーを増大させる必要があるといった問題があ

50

った。

また、従来のイオンプレーティング装置では一定方向から成膜材料にプラズマビームが照射されるため、プラズマビームが当たる部位、あるいは面のみが部分的に減少し、成膜材料の蒸発が進むに従ってプラズマビームが当たる成膜材料面が荒れて不整面となる。このため、蒸発した成膜材料の飛ぶ方向のバラツキが大きくなり成膜性が低下するという問題もあった。

【0004】

さらに、成膜材料を挟持した状態で使用する場合、上記のように一定方向から成膜材料の一部にプラズマビームが照射されるため、成膜材料が部分的に減少し割れ等を生じて脱落し、このため、成膜材料の利用効率が低下するという問題もあった。

10

本発明は、このような実情に鑑みてなされたものであり、成膜材料の蒸発が安定し、均一な成膜が可能で、かつ、成膜材料の有効利用が可能なイオンプレーティング装置と、これを用いた成膜方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】

このような目的を達成するために、本発明のイオンプレーティング装置は、内部に被成膜体が配置された真空チャンバーと、プラズマガンと、該真空チャンバー内に配設された成膜材料を前記プラズマガンから照射されるプラズマビーム内で回転させるための回転装置と、成膜材料を加熱するための加熱手段と、を少なくとも備えるような構成とした。

本発明の好ましい態様として、前記回転装置は、成膜材料に照射されるプラズマビームに対して80～100°の範囲の角度をなす軸で成膜材料を回転するものであるような構成とした。

20

本発明の好ましい態様として、前記回転装置は、成膜材料を挟持した状態にて同軸上で回転可能な一对の挟持部材を有し、前記加熱手段は前記挟持部材により挟持された成膜材料を外部から加熱するように配設されているような構成とした。

【0006】

本発明の好ましい態様として、前記回転装置は、周面に成膜材料を保持でき、かつ、軸方向を中心に回転可能な棒状体あるいは筒状体を有し、該棒状体および筒状体は抵抗加熱体で形成されたもの、あるいは、抵抗加熱体が配設されたものであるような構成とした。

また、本発明は、上記のいずれかのイオンプレーティング装置を用いた成膜方法において、前記加熱手段により成膜材料を加熱して該成膜材料中に含有される水分を除去する工程と、前記回転装置により成膜材料を回転させながら、前記プラズマガンから成膜材料にプラズマビームを照射し蒸発させて被成膜体に薄膜を形成する工程と、を有するような構成とした。

30

本発明の好ましい態様として、前記成膜材料として、導電性材料を10重量%以下の範囲で含有したものを使用するような構成とした。

【0007】

このような本発明では、成膜材料中に含有される水分が加熱手段により除去され、回転装置により回転されている状態で成膜材料がプラズマガンから照射されるプラズマビームに曝されるので、成膜材料は不整面を生じることなく均一に減少する。

40

【0008】

【発明の実施の形態】

次に、本発明の実施形態について図面を参照しながら説明する。

図1は本発明のイオンプレーティング装置の一実施形態の構成を示す図面である。図1において本発明のイオンプレーティング装置1は巻取り式の水素カソード型イオンプレーティング装置であり、仕切り板3によって被成膜体搬送チャンバー2Aと成膜チャンバー2Bとに仕切られた真空チャンバー2と、成膜チャンバー2Bの所定位置(図示例では成膜チャンバーの左側壁)に配設された圧力勾配型プラズマガン10とを備えている。被成膜体搬送チャンバー2A内には、長尺状である被成膜体Sの供給ロール4a、巻き取りロール4b、コーティングドラム5と真空排気口6が配設され、成膜チャンバー2B内の下

50

部には、成膜材料 T の回転装置 7、成膜材料 T の加熱装置 8、アノード磁石 9 が配設されている。また、成膜チャンバ 2 B に配設された圧力勾配型プラズマガン 10 には、収束用コイル 11、シート化磁石 12、圧力勾配型プラズマガン 10 へのアルゴンガス等の不活性ガス（キャリアガス）の供給量を調整するためのバルブ 13 が配設され、成膜チャンバ 2 B には、真空排気口 14、反応ガス供給口 15 が設けられている。

【0009】

図 2 は、上記の成膜材料 T の回転装置 7 と加熱装置 8 とを説明するための図である。図 2 において、回転装置 7 は駆動基部 7 a、7 a と、各駆動基部 7 a から回転可能に突設された一対の回転アーム 7 b、7 b を備えており、駆動基部 7 a、7 a は矢印方向 a に離接するように移動可能であり、回転アーム 7 b、7 b は同軸上で回転可能である。そして、駆動基部 7 a、7 a を移動させることにより、成膜材料 T（図示例では、円柱形状をなしている）を回転アーム 7 b、7 b 間に挟持して装着することができる。この状態で回転アーム 7 b、7 b を同方向に回転させることにより、成膜材料 T を回転することができる。このような回転アーム 7 b、7 b による成膜材料 T の回転軸は、成膜材料 T に照射されるプラズマビームに対して 80 ~ 100 ° の範囲の角度をなすように設定する。また、加熱装置 8 は、回転装置 7 に挟持され回転している成膜材料 T を外部から加熱するものであり、成膜材料 T の下方近傍に配設されている。この加熱装置 8 としては、通電加熱ヒーター等の抵抗加熱体や赤外線ランプ等を用いることができる。

10

【0010】

また、図 3 は、成膜材料 T の回転装置と加熱装置の他の例を説明するための図である。図 3 において、回転装置 7 は駆動基部 7 a、7 a を備え、加熱装置 8 は円筒状の抵抗加熱体 8 a を有し、この抵抗加熱体 8 a は駆動基部 7 a、7 a の図示しない回転係合部の間に架設することにより回転可能とされる。また、駆動基部 7 a、7 a には、架設された抵抗加熱体 8 a に通電するための配線（図示せず）が配設されている。そして、円筒形状に成形された成膜材料 T の中空部に円筒状の抵抗加熱体 8 a を挿入し、抵抗加熱体 8 a の両端部を駆動基部 7 a、7 a の図示しない回転係合部間に架設して成膜材料 T を装着することにより、成膜材料 T は回転可能なものとなる。このような成膜材料 T の回転軸は、成膜材料 T に照射されるプラズマビームに対して 80 ~ 100 ° の範囲の角度をなすように設定する。また、抵抗加熱体 8 a に通電することにより、成膜材料 T を内部から加熱することができる。抵抗加熱体 8 a としては、タングステン、タンタル、モリブデン、プラチナ等の高融点材料を用いて成形することができる。また、抵抗加熱体 8 a は、上記のような抵抗加熱材料を他の材料で成形した円筒形状体中に配設したものであってもよい。尚、抵抗加熱体 8 a の形状は円筒形状の他に棒形状等であってもよい。

20

30

【0011】

上記のような本発明のイオンプレーティング装置 1 では、加熱装置 8 によって成膜材料 T を加熱することができ、これにより成膜材料 T 中に含有されている水分を除去することができる。また、圧力勾配型プラズマガン 10 で発生したプラズマビームは収束用コイル 11 により収束され、シート化磁石 12 とアノード磁石 9 で形成されている磁界に導かれて成膜材料 T に照射される。そして、成膜材料 T は照射されるプラズマビームに対して 80 ~ 100 ° の範囲の角度をなす回転軸で回転装置 7 によって回転されるため、プラズマビームに均一に曝され、蒸発による減少が均一となって、プラズマビームが照射される面は常に整面状態となる。

40

【0012】

次に、上述のような本発明のイオンプレーティング装置 1 を用いた成膜方法について説明する。

まず、回転装置 7 に装着した成膜材料 T を加熱装置 8 によって加熱して、成膜材料 T に含有されている水分を除去する。加熱装置 8 による成膜材料 T の加熱温度は、水分を蒸発除去する温度、例えば、120 ~ 150 程度に設定することが好ましい。この成膜材料 T の加熱は、回転装置 7 により成膜材料 T を回転させながら行うことが好ましい。使用する

50

成膜材料Tとしては、酸化珪素 (SiO_x ($1 < x < 2$))、酸化マグネシウム、酸化インジウムスズ (ITO)、窒化珪素 (Si_xN_y) 窒化酸化珪素 ($\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$) 等を挙げることができる。また、成膜材料Tとして、導電性材料を10重量%以下の範囲で含有したものを使用することにより、プラズマガンによる蒸発材料の蒸発が容易になり好ましい。成膜材料Tに含有させる導電性材料としては、B (ボロン)、P (リン) 等を挙げることができる。添加回転装置7による成膜材料Tの回転速度は、例えば、0.5~50rpm程度の範囲で設定することができる。

【0013】

次に、真空排気口6, 14からチャンパー2内の空気を排出して所定の到達真空度まで減圧し、次いで、反応ガス供給口15から成膜チャンパー2B内に所定の反応ガスを導入し、チャンパー2内を所定の圧力に保ち、被成膜体Sを走行させる。次に、回転装置7により成膜材料Tを回転させている状態で、アルゴンガス等の不活性ガスを導入した圧力勾配型プラズマガン10にプラズマ生成のための電力を投入し、アノード磁石9の上方近傍に位置する成膜材料Tにプラズマビームを収束させて照射することにより成膜材料を蒸発させる。これにより、成膜材料の蒸発分子が高密度プラズマによりイオン化し、被成膜体S上に付着して薄膜が形成される。

10

【0014】

このような成膜方法では、プラズマビームによる成膜材料Tの蒸発開始前に、予め成膜材料Tの水分が除去されているので、プラズマビーム照射開始から成膜材料Tの蒸発開始までの時間を短いものとすることができ、また、蒸発を継続させるために圧力勾配型プラズマガン10に投入する電力パワーを増大させる必要がない。さらに、圧力勾配型プラズマガン10から照射されるプラズマビーム内で回転される成膜材料Tは、プラズマビームに均一に曝されるため、蒸発による減少が均一となり、プラズマビームが照射される面は常に整面状態であり、これにより成膜材料Tの蒸発後の飛翔方向が安定し、被成膜体への成膜性が安定したものとなる。また、回転装置が図2に示されるような成膜材料Tを挟持する構造であっても、成膜材料Tの局所的な減少が防止されるので、使用途中での成膜材料Tの割れ、破壊等が大幅に低減され、成膜材料Tの有効利用が可能となる。

20

尚、本発明は、上述の各実施形態に限定されるものではない。

【0015】

【実施例】

次に、実施例を示して本発明を更に詳細に説明する。

30

〔実施例〕

本発明のイオンプレーティング装置として、図1に示すような圧力勾配型プラズマガンを備えた巻取り式のホローカソード型イオンプレーティング装置を準備した。このイオンプレーティング装置は、図2に示されるように、成膜材料を挟持した状態で回転させる回転装置と、回転中の成膜材料を下方近傍から加熱するための抵抗加熱装置とを備えたものとした。そして、回転装置に成膜材料として90%の焼結密度を有する円柱形状(直径200mm、長さ400mm)の一酸化珪素(SiO)を装着した。

【0016】

次に、回転装置に装着した成膜材料を2rpmの回転速度で回転させながら、加熱装置によって成膜材料の温度が120℃となるような加熱処理(15分間)を施した。尚、成膜材料の加熱処理前の水分含有量は1重量%であり、加熱処理後の水分含有量は0.5重量%以下であった。

40

次いで、被成膜体として幅30cmの巻取り状の2軸延伸ポリエチレンテレフタレートフィルム(東洋紡績(株)製PETフィルムA4100、厚み100 μm)を準備し、この基材フィルムのコロナ未処理面側を被成膜面として被成膜体搬送チャンパー内に装着した。尚、この基材フィルムと成膜材料との距離(TS距離)は約60cmに設定した。次に、成膜時の添加ガスとして酸素ガス(大陽東洋酸素(株)製(純度99.9995%以上))、窒素ガス(大陽東洋酸素(株)製(純度99.9999%以上))、および、アルゴンガス(大陽東洋酸素(株)製(純度99.9999%以上))を準備した。

50

【0017】

次に、チャンパー内を到達真空度 5.0×10^{-5} Pa まで減圧した。次いで、成膜チャンパー内に窒素ガスを流量 200 sccm で、酸素ガスを流量 10 sccm でそれぞれ導入するとともに、チャンパー内圧力を 0.1 Pa に保ち、基材フィルムを走行させ、アルゴンガスを流量 15 sccm で導入した圧力勾配型プラズマガンにプラズマ生成のための電力を 10 kW 投入し、アノード磁石の上方近傍で回転している成膜材料にプラズマビームを収束させて照射した。このプラズマビームは成膜材料の回転軸に対して約 90° の角度で照射されるものとした。このようなプラズマビームの照射開始から約 20 分後に回転状態の成膜材料からの蒸発が始まった。その後、回転状態の成膜材料の蒸発を継続させ、高密度プラズマにより蒸発分子をイオン化させて、基材フィルム上に酸化窒化珪素膜からなるバリア層を形成して、バリアフィルムを得た。基材フィルムの走行速度は、成膜開始時点で形成される酸化窒化珪素膜の膜厚が 100 nm となるように設定した。尚、sccm とは、standard cubic centimeter per minute の略であり、以下の比較例においても同様である。

10

【0018】

このような酸化窒化珪素膜の成膜を 100 m の基材フィルムに連続して行った後の成膜材料は、直径が約 130 mm となるまで減少していたが、外観は整面を備えた円柱形状であった。

【0019】

また、上記の連続成膜の最終部位であるバリアフィルムについて、酸化窒化珪素膜の厚みを測定した結果、約 100 nm であり、成膜直後と同等の成膜性が維持されていることが確認された。さらに、このバリアフィルムについて、下記の条件で酸素透過率および水蒸気透過率を測定した。その結果、酸素透過率が $0.3 \text{ cc/m}^2/\text{day} \cdot \text{atm}$ 以下であり、水蒸気透過率が $0.1 \text{ g/m}^2/\text{day}$ 以下であり、優れたバリア性を有することが確認された。

20

【0020】

酸素透過率の測定

酸素ガス透過率測定装置 (MOC CON 社製 OX-TRAN 2/20) を用いて、温度 23、湿度 90% RH、バックグラウンド除去測定を行うインディヴィジュアルゼロ (Individual Zero) 測定ありの条件で測定した。

30

水蒸気透過率の測定

水蒸気透過率測定装置 (MOC CON 社製 PERMATRAN-W 3/31) を用いて、温度 40、湿度 100% RH で測定した。

【0021】

[比較例 1]

成膜材料に加熱処理を施さず、また、成膜材料を回転させない他は、実施例と同様にして、バリアフィルムを作製した。

このバリアフィルム作製では、プラズマビーム照射開始から成膜材料の蒸発開始まで約 40 分を要した。また、基材フィルムに対して 55 m の連続成膜を行った時点で成膜材料が割れて脱落し、成膜が不能となった。そして、連続成膜の最終部位であるバリアフィルムについて、酸化窒化珪素膜の厚みを測定した結果、約 70 nm であり、成膜直後に比べて成膜性が低下していることが確認された。また、このバリアフィルムについて、実施例と同様に酸素透過率および水蒸気透過率を測定した結果、酸素透過率が $2.3 \text{ cc/m}^2/\text{day} \cdot \text{atm}$ であり、水蒸気透過率が $6.0 \text{ g/m}^2/\text{day}$ であり、実施例に比べてバリア性が劣ることが確認された。

40

【0022】

[比較例 2]

実施例におけるホローカソード型イオンプレーティング装置において、回転装置および加熱装置の代わりに坩堝を配設し、この坩堝中に加熱処理を施していない成膜材料 (水分含有量は 1 重量%) を載置した。その後、実施例と同様にして成膜材料にプラズマビームを

50

収束させて照射し、バリアフィルムを作製した。

このバリアフィルム作製では、プラズマビーム照射開始から成膜材料の蒸発開始まで約30分を要した。また、連続成膜の最終部位であるバリアフィルムについて、酸化窒化珪素膜の厚みを測定した結果、約85nmであり、成膜直後に比べて成膜性が低下していることが確認された。また、このバリアフィルムについて、実施例と同様に酸素透過率および水蒸気透過率を測定した。その結果、酸素透過率が $1.2 \text{ cc/m}^2/\text{day}\cdot\text{atm}$ であり、水蒸気透過率が $0.9 \text{ g/m}^2/\text{day}$ であり、実施例に比べてバリア性が劣ることが確認された。

【0023】

【発明の効果】

以上詳述したように、本発明によれば加熱手段によって成膜材料が加熱されて含有水分が除去されるので、プラズマガンによる成膜材料の蒸発時の水分の悪影響が排除され、蒸発が開始するまでの時間を短いものとすることができ、かつ、プラズマガンの電力パワーの増大を不要とすることができる。また、プラズマガンから照射されるプラズマビーム内で回転される成膜材料は、プラズマビームに均一に曝されるため、蒸発による減少が均一となり、プラズマビームが照射される面は常に整面状態であり、これにより成膜材料の蒸発後の飛翔方向が安定し、被成膜体への成膜性が安定したものとなる。さらに、上述のように成膜材料の局所的な減少が防止されるので、成膜材料を挟持した状態で使用する場合であっても、使用途中での成膜材料の割れ等が生じ難くなり、成膜材料の有効利用が可能となる。

10

20

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のイオンプレーティング装置の一実施形態の構成を示す図面である。

【図2】成膜材料の回転装置と加熱装置とを説明するための図である。

【図3】成膜材料の回転装置と加熱装置の他の例を説明するための図である。

【符号の説明】

- 1 ... イオンプレーティング装置
- 2 ... 真空チャンバー
- 7, 7 ... 回転装置
- 7a, 7a ... 駆動基部
- 7b ... 回転アーム
- 8, 8 ... 加熱装置
- 8a ... 抵抗加熱体
- 10 ... プラズマガン
- S ... 被成膜体
- T ... 成膜材料

30

【 図 1 】

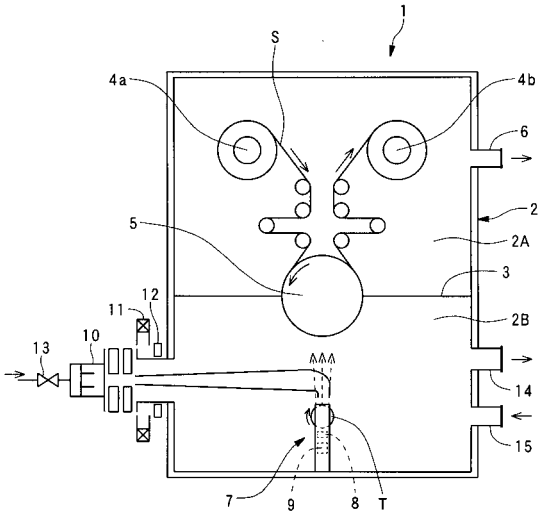


FIG. 1

【 図 2 】

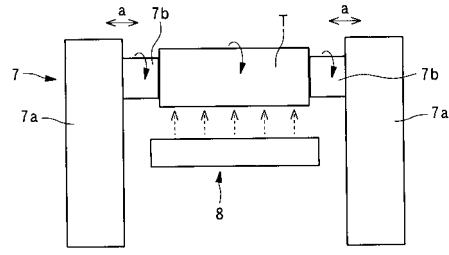


FIG. 2

【 図 3 】

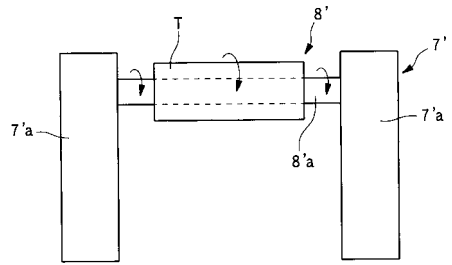


FIG. 3