

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号  
特許第4327057号  
(P4327057)

(45) 発行日 平成21年9月9日(2009.9.9)

(24) 登録日 平成21年6月19日(2009.6.19)

(51) Int.Cl.  
C 2 3 C 24/04 (2006.01)

F I  
C 2 3 C 24/04

請求項の数 7 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2004-297556 (P2004-297556)	(73) 特許権者	306037311 富士フイルム株式会社 東京都港区西麻布2丁目26番30号
(22) 出願日	平成16年10月12日(2004.10.12)	(74) 代理人	100110777 弁理士 宇都宮 正明
(65) 公開番号	特開2005-154894 (P2005-154894A)	(74) 代理人	100100413 弁理士 渡部 温
(43) 公開日	平成17年6月16日(2005.6.16)	(72) 発明者	三好 哲 神奈川県足柄上郡開成町宮台798番地 富士写真フイルム株式会社内
審査請求日	平成19年3月5日(2007.3.5)	審査官	市枝 信之
(31) 優先権主張番号	特願2003-366165 (P2003-366165)		
(32) 優先日	平成15年10月27日(2003.10.27)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 成膜装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

原料の粉体をガス中に分散させることによってエアロゾルを生成するエアロゾル生成手段と、

構造物が形成される基板を保持する保持手段と、

前記エアロゾル生成手段によって生成されたエアロゾルを前記基板に向けて噴射するノズルと、

前記ノズルから噴射されたエアロゾルに含まれる原料の粉体の内、前記基板又は前記基板上に形成された構造物に衝突することにより成膜に寄与した原料の粉体の量を求めるために、原料の粉体が前記基板又は前記基板上に形成された構造物に衝突することによって発生した電子の量を検出する検出手段と、

を具備する成膜装置。

【請求項 2】

原料の粉体をガス中に分散させることによってエアロゾルを生成するエアロゾル生成手段と、

構造物が形成される基板を保持する保持手段と、

前記エアロゾル生成手段によって生成されたエアロゾルを前記基板に向けて噴射するノズルと、

前記ノズルから噴射されたエアロゾルに含まれる原料の粉体の内、前記基板又は前記基板上に形成された構造物に衝突することにより成膜に寄与した原料の粉体の量を求めるた

めに、原料の粉体が前記基板又は前記基板上に形成された構造物に衝突する際に発生した放電の強度を検出する検出手段と、  
を具備する成膜装置。

【請求項 3】

前記検出手段を用いることによって求められた成膜に寄与した粉体の量に基づいて、成膜速度と成膜された膜厚との内の少なくとも一方を算出する演算手段と、

前記演算手段によって算出された成膜速度と成膜された膜厚との内の少なくとも一方を表示する表示手段と、

をさらに具備する請求項 1 又は 2 記載の成膜装置。

【請求項 4】

前記検出手段の検出結果に基づいて、前記基板上に形成される構造物の形成速度を制御する制御手段をさらに具備する請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項記載の成膜装置。

【請求項 5】

前記エアロゾル生成手段が、原料の粉体を配置する容器と、前記容器において該原料の粉体をガスによって噴き上げることによりエアロゾルを生成するガス導入手段とを含み、

前記制御手段が、前記ガス導入手段を制御することにより、前記容器に導入されるガスの量と速度との内のいずれかを調節して前記ノズルから噴射されるエアロゾルの量と速度との内のいずれかを変更させる、請求項 4 記載の成膜装置。

【請求項 6】

前記エアロゾル生成手段が、原料の粉体を配置する容器と、前記容器において該原料の粉体をガスによって噴き上げることによりエアロゾルを生成するガス導入手段とを含み、

前記成膜装置が、前記容器に振動と所定の運動との内の少なくとも一方を与える駆動手段をさらに具備し、

前記制御手段が、前記駆動手段を制御することにより、前記容器に配置されている原料の粉体を攪拌させて前記ノズルに供給されるエアロゾルに含まれる原料の粉体の量を変更させる、請求項 4 又は 5 記載の成膜装置。

【請求項 7】

前記制御手段が、前記保持手段を制御することにより、前記ノズルと前記基板との相対速度を変更させる、請求項 4 ~ 6 のいずれか 1 項記載の成膜装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、粉体を高速で基板に吹き付けて堆積させることにより構造物を形成する成膜装置に関する。

【背景技術】

【0002】

近年、微小電気機械システム(MEMS: micro electrical mechanical system)の分野では、圧電セラミックスを利用したセンサやアクチュエータ等をさらに集積化し、実用に供するために、成膜によってそれらの素子を作製することが検討されている。その1つとして、セラミックスや金属等の成膜技術として知られるエアロゾルデポジション法が注目されている。エアロゾルデポジション法(以下、AD法ともいう)とは、原料の粉体を含むエアロゾルを生成して基板に噴射し、その際の衝突エネルギーにより粉体を堆積させて成膜する方法であり、噴射堆積法、又は、ガスデポジション法とも呼ばれる。ここで、エアロゾルとは、気体中に浮遊している固体や液体の微粒子のことをいう。

【0003】

特許文献1には、エアロゾルデポジション法を用いたセラミック構造物作製装置が開示されている。特許文献1の図1に示すように、エアロゾルデポジション法においては、原料として、サブミクロンオーダーの微小な粉体が用いられる。原料の微小な粉体をエアロゾル発生器13に配置し、搬送管2を介してガスポンプ11から窒素(N<sub>2</sub>)等のキャリアガスを噴き出させると、原料の粉体が噴き上げられ、キャリアガス中に浮遊してエアロ

10

20

30

40

50

ゾルが生成される。一方、構造物形成室 14 の内部は、排気ポンプ 18 によって排気されていると共に、基板ホルダ 17 によって保持された基板 16 が配置されている。エアロゾル発生器 13 から搬送管 12 を介して導入されたエアロゾルを、ノズル 15 から基板 16 に向けて噴射すると、原料の粉体が高速気流によって加速され、基板 16 に衝突して堆積する。

#### 【0004】

ところで、このようなセラミック構造物作製装置（成膜装置）においては、基板上に形成される構造物の厚さを精密に制御することができないという問題が生じている。AD法による成膜装置においては、基板とノズルとの相対速度を調節することによって構造物の厚さを制御しているが、実際には、エアロゾルに含まれる原料の粉体の濃度（エアロゾル濃度）は不安定だからである。このような問題を解決するために、特許文献 1 においては、エアロゾル中のセラミック微粒子の量をセンサにより感知し、センサから出力される信号をセラミック構造物作製装置へフィードバックすることによって、セラミックの一次粒子を多く含む経時的に安定した量のエアロゾルを発生させ、セラミック構造物の堆積高さを調節している（第 1 頁）。

#### 【0005】

しかしながら、エアロゾル濃度と成膜速度とは、厳密には比例しないことが分かっている。AD法においては、生成されたエアロゾルの搬送中に、原料の微小な粉体（1次粒子）が静電気力等によって凝集し、例えば、直径数  $\mu\text{m}$  以上の凝集粒子（2次粒子）を形成してしまう。このような粒子の凝集は、エアロゾル濃度が高いほど起こり易い。しかしながら、このような凝集粒子は、基板等に吹き付けられても、凝集粒子の持つ運動エネルギーが凝集粒子自体の解砕に消費されてしまうので、成膜に寄与することができない。そのため、エアロゾル濃度が同じでも、エアロゾルに含まれる成膜に寄与する 1 次粒子と、成膜に寄与しない 2 次粒子との割合によって成膜速度に違いが生じてしまう。ここで、これらの割合を制御することはできない。従って、原料の粉体の消費量に基づいて成膜装置の各部を制御する方法では、やはり、構造物の厚さを精密に制御することはできない。

一方、非特許文献 1 には、AD法においては、成膜時に電氣的又は光学的な現象が生じることが記載されている。

#### 【特許文献 1】特開 2001-348659 号公報（第 1 頁、図 1）

【非特許文献 1】明渡 純等、「エアロゾルデポジション法によって作製された PZT 薄膜の電氣的及び光学的特性におけるキャリアガス状態の影響（Influence of Carrier Gas Conditions on Electrical and Optical Properties of Pb(Zr, Ti)O<sub>3</sub> Thin Film Prepared by Aerosol Deposition Method）」、ジャパニーズ ジャーナル オブ アプライド フィジックス（Japanese Journal of Applied Physics）、日本応用物理学会、2001 年 9 月、第 40 巻、第 1 部、第 9 B 号、p. 5528 - 5532

#### 【発明の開示】

#### 【発明が解決しようとする課題】

#### 【0006】

そこで、上記の点に鑑み、本発明は、エアロゾルデポジション法を用いた成膜装置において、形成される構造物の厚さを精密に制御することを目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

#### 【0007】

上記課題を解決するため、本発明の 1 つの観点に係る成膜装置は、原料の粉体をガス中に分散させることによってエアロゾルを生成するエアロゾル生成手段と、構造物が形成される基板を保持する保持手段と、エアロゾル生成手段によって生成されたエアロゾルを基板に向けて噴射するノズルと、該ノズルから噴射されたエアロゾルに含まれる原料の粉体の内、基板又は基板上に形成された構造物に衝突することにより成膜に寄与した原料の粉体の量を求めるために、原料の粉体が基板又は基板上に形成された構造物に衝突することによって発生した電子の量を検出する検出手段とを具備する。

#### 【発明の効果】

## 【 0 0 0 8 】

本発明によれば、検出手段を用いることにより、成膜に寄与した1次粒子の量を求めることができるので、成膜速度をダイレクトに見積ることができる。従って、形成される構造物の厚さを精密に制御することが可能になる。

## 【 発明を実施するための最良の形態 】

## 【 0 0 0 9 】

以下、本発明を実施するための最良の形態について、図面を参照しながら詳しく説明する。なお、同一の構成要素には同一の参照番号を付して、説明を省略する。

図1は、本発明の第1の実施形態に係る成膜装置を示す模式図である。この成膜装置は、ガスボンベ1と、搬送管2a及び2bと、エアロゾル生成部3と、成膜が行われる成膜室4と、該成膜室4に配置されたノズル5と、基板ホルダ7と、排気ポンプ8と、センサ9と、演算部10と、表示部11とを含んでいる。

10

## 【 0 0 1 0 】

ガスボンベ1には、キャリアガスとして使用される窒素( $N_2$ )が充填されている。また、ガスボンベ1には、キャリアガスの供給量を調節する圧力調整部1aが設けられている。なお、キャリアガスとしては、この他に、酸素( $O_2$ )、ヘリウム(He)、アルゴン(Ar)、又は、乾燥空気等を用いても良い。

## 【 0 0 1 1 】

エアロゾル生成部3は、成膜材料である原料の微小な粉体を配置する容器である。このエアロゾル生成部3に、搬送管2aを介してキャリアガスを導入することにより、原料の粉体が噴き上げられてエアロゾルが生成される。

20

## 【 0 0 1 2 】

エアロゾル生成部3には、エアロゾル生成部3に微小な振動や、比較的ゆっくりとした運動を与える容器駆動部3aが設けられている。ここで、エアロゾル生成部3に配置された原料の粉体(1次粒子)は、時間の経過と共に、静電気力やファンデルワールス力等によって結合して凝集粒子を形成してしまう。その中でも、数 $\mu m$ ~数mmの巨大な凝集粒子は質量も大きいので容器の底部に溜まるが、それらがキャリアガスの出口付近(搬送管2aの出口付近)に留まると、キャリアガスによって1次粒子を噴き上げることができなくなる。そのため、凝集粒子が1箇所に留まらないように、容器駆動部3aは、エアロゾル生成部3に振動等を与えることにより、その内部に配置された粉体を攪拌している。

30

## 【 0 0 1 3 】

ノズル5は、搬送管2bを介してエアロゾル生成部3から供給されたエアロゾルを基板6に向けて高速で噴射する。ノズル5は、例えば、長さ5mm、幅0.5mm程度の開口を有している。

基板ホルダ7は、基板6を保持している。また、基板ホルダ7には、基板6を3次元的に移動させる基板ホルダ駆動部7aが設けられている。これにより、ノズル5と基板6との相対位置及び相対速度が制御される。

排気ポンプ8は、成膜室4の内部を排気することによって所定の真空度に保っている。

## 【 0 0 1 4 】

センサ9は、基板6付近から放出される電子を検出する。センサ9としては、例えば、荷電粒子を電流として計測するファラデーカップや、時崎康博「多価イオン - 固体表面衝突における放出二次電子と放出二次イオンの同時計測装置の製作」(<http://www.ils.uec.ac.jp/99y/B-y/Tokisaki-y.pdf>、2003年9月29日検索)に記載されている半導体検出器等を用いることができる。

40

## 【 0 0 1 5 】

演算部10は、センサ9の検出結果に基づいて、成膜に寄与した粉体の量や、成膜速度や、成膜速度の時間積分を成膜面積によって除することによって得られる膜厚を見積る演算を行う。なお、成膜面積は、ノズル幅とノズルの移動距離との積によって求められる。

表示部11は、CRTやLCD等の表示画面を含んでおり、演算部10によって求められた成膜速度や成膜された膜厚等の見積値を画面に表示する。また、センサ9の検出結果

50

を画面に表示するようにしても良い。

【0016】

ここで、本実施形態において、電子を検出するセンサ9を設ける理由について説明する。図2は、AD法において、一定時間内に消費された原料の粉体の量(g)と構造物の堆積率( $\mu\text{m/g}$ )との関係を示している。この堆積率は、(一定時間内に堆積された構造物の厚さ)/(一定時間内に消費された原料の粉体の量)によって表される。図2に示すように、堆積率は、原料の粉体の消費量が増えるほど低下しているため、成膜速度は原料の粉体の消費量に単純には比例していないことが分かる。これは、原料の粉体の消費量が多くなるほど、即ち、エアロゾル濃度が高いほど、原料の粉体が凝集して凝集粒子が生成され易くなり、結果として、成膜に寄与する1次粒子の割合が減少するためと考えられる。従って、原料の粉体の消費量を測定するだけでは、成膜速度を精密に制御することができない。

10

【0017】

そこで、本実施形態においては、エアロゾルに含まれる1次粒子の濃度を推定するために、センサ9を設けている。ここで、非特許文献1にも記載されているように、セラミックス等の脆性材料が破碎するとき、放電現象が起こることは知られている。AD法は、高速に加速された1次粒子を、基板又は基板上に形成された構造物(以下において、基板等という)に衝突させて破碎し、それによって生成された新生面を有する微細断片粒子を、基板等に接合させる成膜方法なので、そのような放電現象は、AD法による成膜中にも発生している。そこで、本実施形態においては、1次粒子の破碎によって放出された電子(2次電子)の数(量)を検出することにより、実際に成膜に寄与した1次粒子の量を求め、その結果に基づいて成膜速度を見積っている。なお、基板上に形成された構造物とは、先に基板上に堆積された成膜材料や、複数の層を積層する場合における先に形成された層等のことをいう。

20

一方、1次粒子が凝集することによって生成された凝集粒子は、基板等に衝突しても破碎されるのみであるため、電子を放出することなく、基板等に付着して膜を形成することもない。

【0018】

次に、図1に示す成膜装置の動作について説明する。

まず、成膜室4の基板ホルダ7に、例えば、ガラスや石英( $\text{SiO}_2$ )等の基板6を配置すると共に、排気ポンプ8を用いて成膜室4の内部を所定の真空度まで排気する。次に、エアロゾル生成部3に、例えば、平均粒子径 $0.3\mu\text{m}$ のPZT(チタン酸ジルコン酸鉛:Pb(lead) zirconate titanate)の粉体を配置し、搬送管2aを介してガスボンベから、窒素等のキャリアガスを供給する。これにより、エアロゾル生成部3において原料の粉体が噴き上げられ、エアロゾルが生成される。このエアロゾルは、搬送管2bを介してノズル5に供給され、ノズル5から基板6に向けて噴射される。

30

【0019】

これにより、PZTの粉体に含まれる1次粒子が基板等に衝突して破碎し、基板等に付着して膜が形成される。その際に、センサ9を用いて、破碎した1次粒子から放出された2次電子の量を検出する。演算部10は、センサ9の検出結果に基づいて、検出された2次電子の放出量を破碎した1次粒子の量に換算し、その値に基づいて成膜速度を見積る。

40

【0020】

センサ9の検出結果や演算部10によって算出された見積値等は、表示部11の画面に表示される。オペレータは、表示された見積値等を参照しながら、必要に応じて成膜速度を変更するように、各部の動作を調節することができる。例えば、成膜速度を上げるためには、ノズル5から噴射されるエアロゾルの流量や速度を増やすために、ガスボンベから導入されるキャリアガスの量や速度を増やすように、圧力調整部1aを制御すれば良い。または、エアロゾル生成部3に配置された原料の粉体を攪拌してエアロゾル濃度を高くするように、容器駆動部3aを制御しても良い。或いは、ノズル5と基板6との相対速度を小さくするように、基板ホルダ駆動部7aを制御しても良い。さらに、オペレータは、表

50

示部 11 の画面を見ながら、成膜を継続させたり、膜厚が必要な厚さに達したと見積られたときに、成膜を中止させることもできる。

【0021】

以上説明したように、本実施形態によれば、1次粒子が破砕する際に生じた2次電子の放出量を検出するので、成膜速度等をダイレクトに見積ることができる。また、見積られた見積値等を表示することにより、それらの値に基づいて成膜装置をユーザ制御することが可能になる。

【0022】

次に、本発明の第2の実施形態に係る成膜装置について、図1を参照しながら説明する。本実施形態に係る成膜装置においては、図1に示すセンサ9として、光電変換器を用いている。その他の構成については、本発明の第1の実施形態と同様である。

10

図1に示すように、ノズル5から基板に向けてエアロゾルを噴射することにより、1次粒子が基板等に衝突して堆積する。その際に、破砕した1次粒子から放出された2次電子により、基板6近傍のキャリアガスが励起されて発光する。そこで、その発光光を検出することにより、1次粒子の量を求めることができ、それに基づいて成膜速度を見積ることが可能である。なお、1次粒子の破砕に伴う放電現象及び発光現象については、上記非特許文献1にも記載されている。光電変換器としては、MOS型センサや、CCD等の光検出素子を含む装置を用いることができ、本実施形態においては、浜松ホトニクス株式会社製のマルチチャンネル検出器「PMA-11」を用いている (<http://www.hpk.co.jp/Jpn/products/SYS/Pma11J.htm>、2003年9月29日検索)。

20

【0023】

次に、本発明の第3の実施形態に係る成膜装置について、図1を参照しながら説明する。本実施形態に係る成膜装置においては、図1に示すセンサ9として、色センサを用いている。その他の構成については、本発明の第1の実施形態と同様である。

ここで、先にも述べたように、成膜の際には、破砕された1次粒子の量に応じて2次電子が発生し、この2次電子によって放電現象が生じる。そのとき、2次電子が多い場合に、PZTを含む圧電材料等の酸化物系のセラミックスは、放電によって還元され、結晶内に酸素欠損を生じることがある。そのような場合に、成膜中の構造物の表面は黒色を呈する。そこで、形成された構造物の表面色を、色センサを用いて検出し、その検出結果に基づいて成膜に寄与した1次粒子の量を求めることにより、成膜速度を見積ることが可能である。なお、構造物が圧電材料である場合には、酸素欠損は圧電性能を劣化させる要因となるので、そのような状態を避けることが望ましい。そこで、色センサの検出結果に基づいて各部を制御することにより、酸素欠損が少なくなるように成膜速度を調節しても良い。なお、AD法によって形成された構造物の表面色の変化については、上記非特許文献1にも記載されている。

30

【0024】

構造物の表面色を検出するセンサとしては、例えば、レンテック社が開発した色センサ「TEN-16」 (<http://www.lentek.co.jp/pic/color.htm>、2003年9月29日検索) に用いられている検出装置を用いることができる。また、本実施形態において用いられたセンサを、本発明の第1又は第2の実施形態に係る成膜装置と組み合わせることにより、成膜速度とストイキオメトリ(化学量論組成)とを両立することも可能になる。

40

【0025】

次に、本発明の第4の実施形態に係る成膜装置について説明する。図3は、本実施形態に係る成膜装置の構成を示す模式図である。図3に示すように、この成膜装置は、図1に示す表示部11の替わりに、制御部12を有している。その他の構成については、図1に示す成膜装置と同様である。

【0026】

制御部12は、演算部10によって求められた成膜速度等の見積値に基づいて、成膜装置各部の動作を制御する。即ち、制御部12は、予め設定され、又は、適切な成膜速度が得られるように、圧力調整部1aを制御することによりキャリアガスの流量を変化させた

50

り、容器駆動部 3 a を制御することによりエアロゾル濃度を調節したり、基板ホルダ駆動部 7 a を制御することにより基板 6 に対するノズル 5 の速度を調節する。このように、成膜速度等の見積量を成膜装置の各部にフィードバックすることにより、形成される構造物の厚さを精密に制御することができる。

【 0 0 2 7 】

また、本実施形態に係る成膜装置の変形例として、図 1 に示す表示部 1 1 を設けても良い。その場合には、制御部 1 2 による自動制御と、表示部 1 1 の画面を参照することによるユーザ制御との両方を行うことが可能になる。

さらに、本実施形態におけるセンサ 9 としては、第 2 の実施形態において説明した光電変換器や、第 3 の実施形態において説明した色センサや、それらの組み合わせを用いることもできる。

10

【産業上の利用可能性】

【 0 0 2 8 】

本発明は、セラミックス等の構造物を形成する際に用いられる成膜装置において利用可能である。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 9 】

【図 1】本発明の第 1 ～ 第 3 のいずれかの実施形態に係る成膜装置の構成を示す模式図である。

【図 2】原料の粉体の消費量と構造物の堆積率との関係を示す図である。

20

【図 3】本発明の第 4 の実施形態に係る成膜装置の構成を示す模式図である。

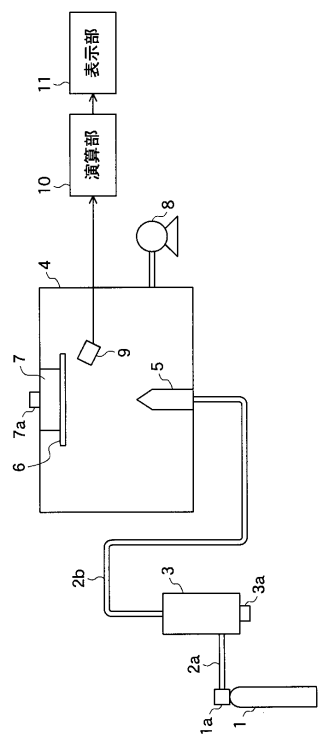
【符号の説明】

【 0 0 3 0 】

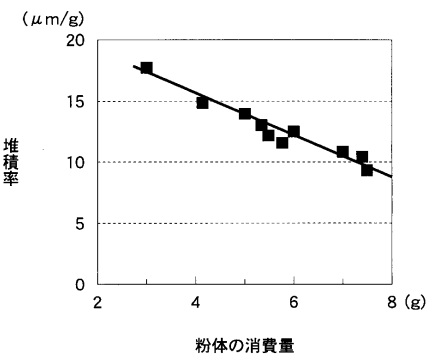
- 1   ガスボンベ
- 1 a   圧力調整部
- 2 a、2 b   搬送管
- 3   エアロゾル生成部
- 3 a   容器駆動部
- 4   成膜室
- 5   ノズル
- 6   基板
- 7   基板ホルダ
- 7 a   基板ホルダ駆動部
- 8   排気ポンプ
- 9   センサ
- 1 0   演算部
- 1 1   表示部
- 1 2   制御部

30

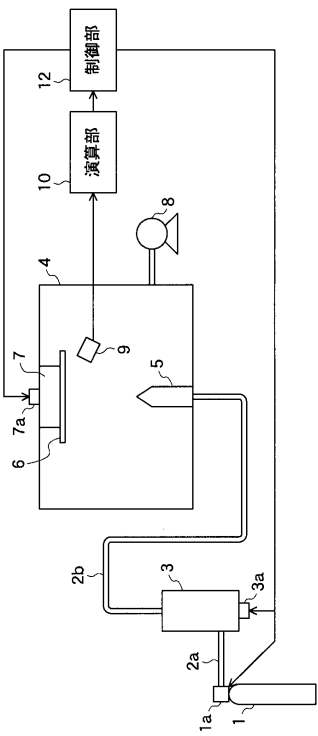
【図 1】



【図 2】



【図 3】





---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2001-348659(JP,A)  
特開2003-279727(JP,A)  
特開2002-235181(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C23C	24/00	~	30/00
C23C	14/00	~	14/58
C23C	16/00	~	16/56
C23C	4/00	~	6/00
B05B	1/00	~	3/18
B05B	7/00	~	9/08
B05D	1/00	~	7/26
B24C	1/00	~	11/00