

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5911368号
(P5911368)

(45) 発行日 平成28年4月27日 (2016. 4. 27)

(24) 登録日 平成28年4月8日 (2016. 4. 8)

(51) Int. Cl.

F I

C 2 3 C 16/513 (2006. 01)

C 2 3 C 16/513

C 2 3 C 14/24 (2006. 01)

C 2 3 C 14/24

D

請求項の数 6 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願2012-99773 (P2012-99773)
 (22) 出願日 平成24年4月25日 (2012. 4. 25)
 (65) 公開番号 特開2013-227612 (P2013-227612A)
 (43) 公開日 平成25年11月7日 (2013. 11. 7)
 審査請求日 平成27年4月17日 (2015. 4. 17)

(73) 特許権者 000001007
 キヤノン株式会社
 東京都大田区下丸子3丁目30番2号
 (74) 代理人 100094112
 弁理士 岡部 譲
 (74) 代理人 100096943
 弁理士 臼井 伸一
 (74) 代理人 100101498
 弁理士 越智 隆夫
 (74) 代理人 100107401
 弁理士 高橋 誠一郎
 (74) 代理人 100106183
 弁理士 吉澤 弘司
 (74) 代理人 100128668
 弁理士 齋藤 正巳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 成膜装置及び成膜方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

成膜材料として粉体を使用する成膜装置であって、

密閉容器 (2) と、前記密閉容器 (2) 内に設置された一対の電極 (3 、 4) であって、粉体をその間に載置する、一対の電極 (3 、 4) と、前記密閉容器 (2) 内に気体を供給するための供給管 (1 0) と、前記粉体を前記密閉容器 (2) 内に舞上がらせるために、前記一対の電極 (3 、 4) 間に放電を生じさせるための電源 (5) と、前記舞上がらせた粉体と前記供給された気体とを前記密閉容器 (2) 内から排出するための排出管 (1 1) と、

を有する粉体供給部 (1)、及び

基板 (2 5) を載置するための基板ホルダー (2 6) と前記排出管 (1 1) から前記粉体と前記気体とが供給されるプラズマ発生装置 (2 1) とを有する成膜室 (2 7) と、前記プラズマ発生装置 (2 1) に高周波を供給する高周波供給装置 (2 2) と、

を有する成膜部 (2 0)、

を含むことを特徴とする、成膜装置。

【請求項 2】

前記一対の電極 (3 、 4) のうちの一方の電極が回転可能に構成されている、請求項 1 に記載の成膜装置。

10

20

【請求項 3】

前記一对の電極（3，4）のうちの一方の電極が円板状である、請求項 1 または 2 に記載の成膜装置。

【請求項 4】

膜の製造方法であって、

密閉容器（2）内に気体を供給しながら、前記密閉容器（2）内に設置された一对の電極（3、4）間に放電を生じさせて、前記一对の電極（3、4）間に載置された粉体を前記密閉容器（2）内に舞上げるとともに前記粉体の凝集を解き、

前記舞上げられた前記粉体と前記供給された気体とを、排出管（11）を通じてプラズマ発生装置（21）に搬送し、

前記プラズマ発生装置（21）によりプラズマを発生させて、前記排出管（11）から搬送された前記気体をプラズマ化し、前記排出管（11）から搬送された前記粉体を気化させて基板（25）上に膜を形成することを特徴とする、膜の製造方法。

【請求項 5】

前記一对の電極（3，4）のうちの一方の電極が回転可能に構成されている、請求項 4 に記載の膜の製造方法。

【請求項 6】

前記一对の電極（3，4）のうちの一方の電極が円板状である、請求項 4 または 5 に記載の膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、粉体を成膜材料に用いて、基板上に薄膜を形成する、成膜装置及び成膜方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

プラズマを利用し薄膜を基板上に生成する方法としてプラズマ CVD 法が知られている。プラズマ CVD 法は材料ガスを用いて成膜するのが一般的であるが、材料ガスは高価な上に、有害であったり爆発性を有したりするものが多い。この為、こうしたガスの供給設備は安全性を高める為に、非常に高価になっている。

【0003】

これらの問題から、近年、成膜材料として粉体を用いる成膜装置や成膜方法の研究が盛んに行われている。粉体を用いて良好な膜を成膜するためには、成膜で用いているプラズマ中に、粒径が小さくそろった粉体を精度よくコンスタントに供給することが求められる。又、微粉体を基板に直接吹き付けて成膜する技術も研究されているが、粉体の供給に関しては上記と同様に、粒径が小さくそろった粉体を精度よくコンスタントに供給することが求められる。

【0004】

特許文献 1 によれば、キャリアガスを粉体に吹き付け、舞い上がらせた粉体をキャリアガスに載せて排出配管にて供給する装置や方法が提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献 1】特開平 06 - 024556 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献 1 に記載のキャリアガスにより粉体を舞い上がらせて供給する装置や方法では、粉体が凝集している場合には、粉体を舞い上がらせることが容易ではない。また、大量のキャリアガスにより舞い上がらせることができたとしても、粉体が凝集しているため、

10

20

30

40

50

数mg / 分程度の精度で粉体を供給することは困難である。

【0007】

更に、一様に凝集する訳ではないので、粉体の供給量が安定せず、凝集したままの粉体が成膜室へ供給され、膜中に凝集したままの粉体が付着するなど、膜の品質を落としてしまう。又、大量のキャリアガスが成膜室に送られると成膜室内部のプラズマが維持できなくなる為、成膜が不可能となることもある。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の成膜装置は、成膜材料として粉体を使用する成膜装置であって、一对の電極、気体を供給するための供給管及び供給された前記気体を排出するための排出管が設けられた密閉容器と、前記一对の電極間に放電を生じさせるための電源とを有する粉体供給部、及び、基板を載置するための基板ホルダーとプラズマ発生装置とを有する成膜室と、前記プラズマ発生装置に高周波を供給する高周波供給装置とを含む成膜部からなり、前記一对の電極は対向して設けられており、かつ、前記一对の電極のうちの一方の電極は前記一对の電極間に粉体を載置できるように構成されていることを特徴とする。

10

【0009】

また、本発明の成膜方法は、一对の電極、気体供給管及び排出管を有する密閉容器とプラズマ発生装置とからなる成膜装置を使用して、成膜材料として粉体を用いて基板上に膜を形成する成膜方法であって、前記一对の電極間に前記粉体を載置し、前記一对の電極間に放電を生じさせて前記粉体を解砕し、解砕された前記粉体と前記気体供給管から供給される気体とを、前記排出管を通じて前記プラズマ発生装置に搬送し、前記プラズマ装置によりプラズマを発生させて前記基板上に膜を形成する、ことを特徴とする。

20

【発明の効果】

【0010】

本発明の成膜装置や成膜方法によれば、凝集した粉体であっても放電により解砕し、気中に分散出来るので、凝集の無い粉体を微量に搬送することができる。更に、その際の気体の量はわずかで可能である。又、成膜部の圧力にかかわらず搬送気体および粉体の供給量を制御することができるので、成膜部に対する汎用性が広がる。効率良く粉体を気中分散できるとともに、電極の損耗を抑え、長期間安定した粉体供給が可能となる。

30

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】本発明における成膜装置の構成図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

図1は本発明による成膜装置を説明する図である。本装置は粉体供給部1と成膜部20とから構成される。粉体を貯留する密閉容器2にはモーター7により回転可能な、第1の電極として円板状の導電性の円板3が設置されている。導電性円板3の上方に導電性円板3と対向する、第2の電極4が設置されている。これら一对の電極としての円板3と電極4に、電源5により電圧をかけて、放電6を発生することができるようになっている。この時使用される電源5は導電性円板3と電極4の間に放電を起こすことができればよく、交流電源でも直流電源でも使用可能である。一对の電極のうち、一方の電極である導電性円板3の上には成膜材料の粉体8が載置され、導電性円板3と共に回転する。

40

【0013】

放電6が起こると、粉体8が凝集している場合でも、放電6の近辺の粉体8が凝集を解かれると同時に空中に舞上り微粒子状（煙状）の粉体9になる。このとき、放電が起こった位置の円板3上の粉体は放電位置以外の場所に移動してしまうので、円板3を回転させて粉体8を放電部に移動する必要がある。密閉容器2へは、図示しないガス供給設備に接続されている気体供給管10により、気体が供給されている。前記ガス供給設備はガスの流量を正確に制御できる装置を備えている。

【0014】

50

気体は不活性ガスでプラズマを励起できる気体であればよい。たとえば、アルゴン、ヘリウム、窒素等を使用することができ、特にアルゴンが好ましい。

【 0 0 1 5 】

気体供給管 1 0 を通して一定量の気体が密閉容器 2 に入ると、密閉容器 2 内の圧力が上昇し、排出管 1 1 から気体は流れ出ていく。この気体の流れに載って、舞い上がった粉体 9 も排出管 1 1 に流れる。排出管 1 1 に流れこんだ粉体は、フレキシブルチューブ 1 3 を通った後、粉体流量計 1 4 を通過する時に流量が測定される。

【 0 0 1 6 】

粉体流量計 1 4 の測定結果をもとに粉体の供給量を制御する。制御方法としては、放電電圧、円板 3 の回転速度、気体の流量、排出管 1 1 の出口の高さ等があり、適宜選択することができる。

10

【 0 0 1 7 】

排出管 1 1 はベローズ 1 2 により密閉容器 2 に接続されているため、密閉を保ったまま上下に移動可能となっている。これらを適宜調整することで、所望の粉体供給量が得られる。

【 0 0 1 8 】

成膜部 2 0 に送られた粉体が混合された気体は、成膜室 2 7 内のプラズマ発生装置であるプラズマガン 2 1 に供給される。プラズマガン 2 1 には、マイクロ波発生装置であるマイクロ波発振機 2 2 から導波管 2 3 を通してマイクロ波が供給され、排出管 1 1 から送られてきた気体をプラズマ化し、プラズマ炎 2 4 を発生する。

20

【 0 0 1 9 】

排出管 1 1 を気体と共に搬送されてきた粉体 8 はプラズマ炎 2 4 内で気化し、基板 2 5 上に薄膜となり堆積する。基板ホルダー 2 6 は X Y ステージ上にあり、基板上の全面に成膜出来るように、広範囲に移動可能となっている。

【 0 0 2 0 】

以上のような構成により、プラズマガンに必要な量のプラズマを励起する気体と、成膜材料としての粉体の必要量を安定して供給することが可能となる。また、粉体は凝集を解いた状態で供給することができるので、これによって品質の良い薄膜を形成することが出来る。

【 実施例 】

30

【 0 0 2 1 】

図 1 を参照しつつ、本発明の成膜装置及び成膜方法を説明する。

【 0 0 2 2 】

粉体を貯留する密閉容器 2 は透明なアクリル製で内部を観察することができる様になっている。この密閉容器にはモーター 7 により回転することができるステンレス製の円板 3 が設置されている。モーター 7 からの回転を円板 3 に伝える軸には回転導入器を用いているため、密閉容器 2 の密閉性は保たれる。

【 0 0 2 3 】

円板 3 の上には成膜材料として平均粒径 $5 \mu\text{m}$ の h B N 粉体 8 が載置され円板 3 と共に回転する。さらに円板 3 の上方には円板 3 と対向する電極 4 が設置されている。電極 4 はステンレス製で先端は半径 1 mm の球形状とした。

40

【 0 0 2 4 】

円板 3 と電極 4 の間には電源 5 により約 10 kV 、 20 kHz の電圧をかけ、円板 3 と電極 4 の間に放電を起こした。この放電は一般にコロナ放電と呼ばれている現象であり、電極間に線状の火花が見られる放電のときに h B N 粉体 8 がよく舞い上がった。この時、h B N 粉体 8 は凝集していたが、放電 6 の近辺の h B N 粉体 8 が凝集を解かれると同時に気中に舞い上り煙状の粉体 9 になった。

【 0 0 2 5 】

円板 3 上の h B N 粉体 8 は放電した部分から別の場所に移動してしまうため、円板 3 をおよそ毎分 30 回転の速さで回転し、h B N 粉体 8 を放電位置へ供給した。ここでは、円

50

板 3 の回転速度を変化させることによって粉体の供給量を制御した。

【 0 0 2 6 】

密閉容器 2 へは図示しないアルゴンガスの供給設備に接続されている気体供給管 1 0 により、アルゴンガスをマスフローコントローラーで制御し、1 0 0 s c c m の流量で供給した。この様にアルゴンガスを密閉容器 2 に供給すると、密閉容器 2 内の圧力が上昇し排出管 1 1 からアルゴンが流れ出ていく。ただし、初期においては容器内の空気がなくなるまで十分な時間、アルゴンガスを供給し続けた。

【 0 0 2 7 】

その後、放電を開始して h B N 粉体 8 を舞い上げた。舞い上がった粉体 9 はアルゴンガスの流れに載って、排出管 1 1 に流れた。排出管 1 1 に流れこんだ粉体はフレキシブルチューブ 1 3 を通り粉体流量計 1 4 に至った。この粉体流量計 1 4 には光学式のものを使用した。

10

【 0 0 2 8 】

粉体流量計 1 4 の測定結果をもとに粉体の供給量を 0 . 0 1 g / m i n に制御した。粉体の舞い上がり量を制御するために円板 3 の回転速度を制御する方法を用いた。成膜部 2 0 に流れたアルゴンガスと粉体を成膜室 2 7 内のプラズマガン 2 1 に供給した。

【 0 0 2 9 】

プラズマガン 2 1 には 2 . 4 5 G H z のマイクロ波を発振機 2 2 から導波管 2 3 を通して供給した。マイクロ波の出力は 3 0 0 W とし、整合器 2 8 により整合を取った。プラズマガン 2 1 では配管 1 5 から供給されたアルゴンガスをプラズマ化し、プラズマ炎 2 4 を発生させた。

20

【 0 0 3 0 】

配管 1 5 からアルゴンガスと共に供給された粉体はプラズマ炎 2 4 内で気化し、シリコン基板 2 5 上に薄膜となり堆積した。この時、基板ホルダー 2 6 は図示しない X Y ステージ上にあり、成膜時にはシリコン基板 2 5 の全面に膜が形成するように、走査移動を行った。この様にして、基板全面に 0 . 5 μ m の厚さで窒化ホウ素の膜を形成した。

【 0 0 3 1 】

本実施例では粉体の舞い上がり量の制御を、円板 3 の回転速度の変化により行ったが、更に、円板 3 と隙間を隔てたすり切り板を設け、円板 3 上の粉体の量を一定に保つと、制御精度が向上する。又、粉体の舞い上がり量を制御する方法として、放電電圧を変化させる方法もある。更に、粉体の供給量を制御する方法として、排出管 1 1 の高さを変える方法がある。排出管 1 1 はベローズ 1 2 によって密閉容器 2 と接続されているため、上下方向の移動が可能である。

30

【 0 0 3 2 】

又、本実施例ではプラズマを発生するエネルギーとして、マイクロ波を用いたが、プラズマを発生出来れば、マイクロ波に限った事でなく 1 3 . 5 6 M H z の R F 高周波等も使用できる。

【 0 0 3 3 】

以上説明したように本発明によれば、凝集した粉体で有っても容易に解砕しながら気中に分散することが出来るので、その後の微量な粉体の供給が可能となる。更に、気中に舞い上がった解砕後の粉体を測定しながら供給量を制御することが出来るので、安定供給が可能である。また、キャリアガスと粉体の供給量を個別に制御出来るので、プラズマを良好な状態に保つことができる。よって、本発明の成膜装置では膜中に凝集粒の無い良好な成膜が可能となる。

40

【 符号の説明 】

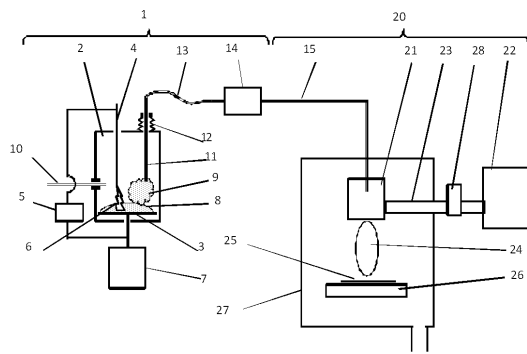
【 0 0 3 4 】

- 1 . . . 粉体供給部
- 2 . . . 密閉容器
- 3 . . . 円板
- 4 . . . 電極

50

- 5 . . . 電源
- 6 . . . 放電
- 8 . . . 粉体
- 9 . . . 舞い上がった粉体
- 10 . . . 気体供給管
- 11 . . . 排出管
- 20 . . . 成膜部
- 21 . . . プラズマガン
- 25 . . . 基板

【図 1】



フロントページの続き

(74)代理人 100134393

弁理士 木村 克彦

(74)代理人 100174230

弁理士 田中 尚文

(72)発明者 齊藤 哲郎

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

(72)発明者 蒲池 康

東京都大田区下丸子3丁目30番2号 キヤノン株式会社内

審査官 伊藤 光貴

(56)参考文献 特開平05-186864(JP,A)

特開平03-026331(JP,A)

特開昭63-020032(JP,A)

特開平01-030636(JP,A)

特開平06-136519(JP,A)

特開平02-240265(JP,A)

特開平07-223899(JP,A)

特開平04-281840(JP,A)

特開平08-158033(JP,A)

特開2001-348658(JP,A)

特開平04-002781(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C23C 14/00-14/58

C23C 16/00-16/56