(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7204196号
(P7204196)

(45)発行日　令和5年1月16日(2023.1.16)

(24)登録日　令和5年1月5日(2023.1.5)

(51)国際特許分類		FI		
C23C 16/26 (2006.01)		C23C	16/26	
C23C 16/509 (2006.01)		C23C	16/509	
H05H 1/46 (2006.01)		H05H	1/46	M
B23B 27/14 (2006.01)		B23B	27/14	A
B23B 27/20 (2006.01)		B23B	27/20	

請求項の数　4　（全15頁）

(21)出願番号　特願2019-10755(P2019-10755)
(22)出願日　平成31年1月25日(2019.1.25)
(65)公開番号　特開2020-117781(P2020-117781A)
(43)公開日　令和2年8月6日(2020.8.6)
審査請求日　令和3年9月1日(2021.9.1)
（出願人による申告）経済産業省関東経済産業局、平成３０年度中小企業経営支援等対策費補助金（戦略的基盤技術高度化支援事業）、「高速成膜と密着性を両立した低コストＤＬＣ成膜技術の開発」産業技術力強化法第１９条の適用を受ける特許出願

(73)特許権者　592031444
ナノテック株式会社
千葉県柏市柏インター南４番地６
(74)代理人　230100022
弁護士　山田 勝重
(74)代理人　100084319
弁理士　山田 智重
(74)代理人　100120204
弁理士　平山 巌
(72)発明者　中森 秀樹
千葉県柏市柏インター南４番地６ ナノテクノプラザ ナノテック株式会社内
(72)発明者　平塚 傑工
千葉県柏市柏インター南４番地６ ナノテクノプラザ ナノテック株式会社内

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】

放電発生用の媒体ガスが導入されるチャンバ内に、電極と、前記電極に対向して配置された円板状の基板と、磁界発生部と、被加工材を保持する保持部とを備え、

さらに、

前記電極に対して電極電圧を印加する電極用電源と、

前記基板に対して基板電圧を印加する基板用電源と、

前記電極用電源と前記基板用電源を制御して、前記電極と前記基板との間に生じる電界を制御する電源制御部とを備え、

前記磁界発生部は、発生する磁界の磁力線が前記電界に基づく電気力線に重なるように配置され、

前記被加工材は前記磁力線上に配置され、

前記チャンバ内に導入された前記媒体ガスは、前記電極と前記基板との間に生じた電界に基づいてプラズマ化され、これによって生じたイオンが前記磁界の作用によって前記被加工材上へ誘導され、

前記被加工材の表面に炭素膜が形成され、

前記電極は、その中心軸が前記基板の中心軸と一致するように延びる柱状をなしており、その下面は前記基板の上面と対向しており、

前記基板は、その中心軸を中心として回転可能に設けられ、

前記保持部は前記基板上において前記基板の中心軸に関して等角度間隔に配置され、前

記基板の回転にともなって前記基板の中心軸を中心として回転するとともに、前記基板の中心軸に沿った方向に延びる、前記保持部の中心軸を中心として回転可能に設けられ、
前記磁界発生部は、円板状の基材の周縁部に所定の間隔で配置された複数の磁石を備え、
前記基材は、前記電極と前記基板との間において、前記基板と対向し、前記電極と同心状となるように配置され、
前記磁石は、その磁化方向が前記電極の軸方向に沿うように配置されていることを特徴とする成膜装置。
【請求項２】
前記電源制御部は、前記基板電圧のパルスが前記電極電圧のパルスに対して所定の遅延時間を有するように、前記電極用電源と前記基板用電源を制御する請求項１に記載の成膜装置。
【請求項３】
前記遅延時間は前記電極電圧の周期の３～３０％の範囲である請求項２に記載の成膜装置。
【請求項４】
前記チャンバ内に前記媒体ガスを導入開始時の前記チャンバの真空度は０．１～０．３Ｐａの範囲である請求項１から請求項３のいずれか１項に記載の成膜装置。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、被加工材の表面に対して短時間で炭素膜を形成するための成膜装置に関する。
【背景技術】
【０００２】
炭素膜として、例えば切削工具、軸受などの摺動部品などの表面に製膜されるＤＬＣ膜（ダイヤモンドライクカーボン膜）が知られており、ＤＬＣ膜の製法には、様々な方法が提案されている。例えば特許文献１に記載のフッ素化ダイヤモンドライクカーボン薄膜の製造方法では、フッ素化炭化水素化合物を含むガスを、イオン化電流によりプラズマ化し、それにより生じた各イオンを、被成膜部材上に吸引衝突、付着させて、フッ素化ダイヤモンドライクカーボン薄膜を形成させることとしている。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００３】
【文献】特開２００７－２１３７１５号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００４】
従来のＤＬＣ膜の製造方法では、プラズマ化されたガスにより生じたイオンを被成膜部材上に確実に吸引衝突させるなどの点から、チャンバ内の初期圧力を高い真空度（圧力値が小さい真空度）にすることが求められている。例えば特許文献１に記載の製造方法では１．３３×１０$^{-3}$Ｐａ以下の真空度において成膜が行われている。しかしながら、このような高い真空度に到達させるには長い時間を要するため、ＤＬＣ膜の製造時間を長大化させる要因となり、また、このように時間がかかることによって製造コストが増大するという問題が生じていた。製造時間は、被成膜部材への密着性の向上のために、被成膜部材上に中間層を形成する場合のように真空槽内の雰囲気をいったん排気する工程が加わるとさらに増大することになる。
【０００５】
そこで本発明は、チャンバ内の初期真空度を比較的低くした状態（圧力値を比較的大きくした状態）においても、被加工材への成膜を確実に行うことができる成膜装置を提供することを目的とする。そして、本発明は、初期真空度を低く抑えることによって初期真空度に到達するまでの時間を短くし、これによってＤＬＣ膜の製造時間を抑えて製造コストを低減させ、低コストでＤＬＣ膜を形成できる成膜装置を提供することを目的とする。さ

らに、本発明は、チャンバ内において、プラズマ化されたガスにより生じたイオンを誘導可能とし、これにより、チャンバ内における被加工材の配置自由度を高めることができる成膜装置の提供を目的としている。

【課題を解決するための手段】

【０００６】

上記課題を解決するために、本発明の成膜装置は、放電発生用の媒体ガスが導入されるチャンバ内に、電極と、電極に対向して配置された基板と、磁界発生部と、被加工材を保持する保持部とを備え、さらに、電極に対して電極電圧を印加する電極用電源と、

基板に対して基板電圧を印加する基板用電源と、電極用電源と基板用電源を制御して、電極と基板との間に生じる電界を制御する電源制御部とを備え、磁界発生部は、発生する磁界の磁力線が電界に基づく電気力線に重なるように配置され、被加工材は磁力線上に配置され、チャンバ内に導入された媒体ガスは、電極と基板との間に生じた電界に基づいてプラズマ化され、これによって生じたイオンが磁界の作用によって被加工材上へ誘導され、被加工材の表面に炭素膜が形成されることを特徴としている。

【０００７】

本発明の成膜装置において、磁界発生部は基材上に配置された複数の磁石を備え、基材は、電極と基板との間において、基板と対向するように配置されることが好ましい。

【０００８】

本発明の成膜装置において、複数の磁石は永久磁石であって、円板状の基材の表面の周縁部に所定の間隔で配置され、かつ、複数の磁石の磁化方向は基材の表面の法線方向に沿っており、電極は基板に垂直な方向に沿って延びる柱状をなしており、基材は、電極において基板へ対向する対向面上に、電極と同心状となるように配置されることが好ましい。

【０００９】

本発明の成膜装置において、電極は基板に垂直な方向に沿って延びる柱状をなしており、電極内に設けられた空間に、磁界発生部としての少なくとも１つの磁石が、その磁化方向を電極の軸方向に沿うように配置されていることが好ましい。

【００１０】

本発明の成膜装置において、基板は、その中心軸を中心として回転可能に設けられ、保持部は基板の中心軸を中心として回転可能に設けられていることが好ましい。

【００１１】

本発明の成膜装置において、電源制御部は、基板電圧のパルスが電極電圧のパルスに対して所定の遅延時間を有するように、電極用電源と基板用電源を制御することが好ましい。

【００１２】

本発明の成膜装置において、遅延時間は電極電圧の周期の３～３０％の範囲であることが好ましい。

【００１３】

本発明の成膜装置において、チャンバ内に媒体ガスを導入開始時のチャンバの真空度は０．１～０．３Ｐａの範囲であることが好ましい。

【発明の効果】

【００１４】

本発明の成膜装置によると、チャンバ内の初期真空度を比較的低くした状態においても、被加工材への成膜を確実に行うことができる。そして、初期真空度を低く抑えることによって初期真空度に到達するまでの時間を短くでき、これによってＤＬＣ膜の製造時間を抑えて製造コストを低減させ、低コストでＤＬＣ膜を形成することが可能となる。さらに、チャンバ内において、プラズマ化されたガスにより生じたイオンを誘導可能とすることで、チャンバ内における被加工材の配置自由度を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【００１５】

【図１】本発明の実施形態に係る成膜装置の構成を概念的に示す図である。

【図２】図１に示す成膜装置の機能ブロック図である。

【図３】（ａ）は電極、磁界発生部、保持部、及び、被加工材の配置を示す側面図、（ｂ）は磁界発生部の構成を示す平面図である。
【図４】磁界発生部と保持部の配置を示す平面図である。
【図５】図１に示す構成において、電極と基板との間の電界における電気力線と、磁界発生部が発生する磁界の磁力線とを概念的に示した図である。
【図６】（ａ）、（ｂ）は電極電圧と基板電圧のパルスの例を示す図である。
【図７】変形例における電極と磁界発生部の構成を示す側面図である。
【図８】（ａ）は、図７に示す構成においてバイアス電圧－６５０Ｖをかけた場合の電極における電圧及び電流の波形を示す図であり、図８（ｂ）は、図７に示す構成においてバイポーラ電圧（－９００Ｖ＋１００Ｖ）をかけた場合の電極における電圧及び電流の波形を示す図である。
【発明を実施するための形態】
【００１６】
以下、本発明の実施形態に係る成膜装置について図面を参照しつつ詳しく説明する。図１は、本実施形態の成膜装置１０の構成を概念的に示す図である。図２は、図１に示す成膜装置１０の機能ブロック図である。図３（ａ）は、本実施形態における、電極２０、磁界発生部３０、保持部１４、及び、被加工材１５の配置を示す側面図、図３（ｂ）は磁界発生部３０の構成を示す平面図である。図４は、磁界発生部３０と保持部１４の配置を示す平面図である。図４では保持部１４の腕部１４ｂ及び被加工材１５は省略している。図５は、図１に示す構成において、電極２０と基板１２との間の電界における電気力線ＬＥと、磁界発生部３０が発生する磁界の磁力線ＬＢとを概念的に示した図である。図６（ａ）、（ｂ）は電極電圧と基板電圧のパルスの例を示す図である。図６（ａ）、（ｂ）はデューティー比５０％の例を示しており、図６（ａ）は電極電圧と基板電圧のパルス間で遅延時間がゼロの場合であり、遅延比率（ｄｅｌａｙ）としては周期１００μｓの０％となる場合を示している。図６（ｂ）は図６（ａ）のパルスに対して電極電圧が３０μｓ遅延した場合であり、この遅延の比率としては周期１００μｓの３０％となっている。
【００１７】
図１に示すように、本実施形態の成膜装置１０は、チャンバ１１（真空槽）内に設けられた、電極２０、基板１２、磁界発生部３０、及び、保持部１４を備える。電極２０と基板１２は導電性材料で構成されるが、媒体ガスの種類に応じて、基板１２として炭素原料基板を用いることもできる。
【００１８】
本実施形態では、炭素膜、特にＤＬＣ膜を被加工材１５上に形成するための成膜装置１０について説明するが、この成膜装置１０の構成において、媒体ガスや基板１２を変更することによって、ＤＬＣ膜以外の炭素膜や、炭素膜以外の薄膜を被加工材１５上に形成することもできる。例えば、媒体ガスとしてテトラメチルシラン（$Si(CH_3)_4$）（以下ＴＭＳと言う）を用いて、Ｓｉを含有したＤＬＣ膜を形成することが可能である。また、Ｂ、Ｐ、Ｆ、Ｎ、Ｔｉ、Ｚｒ、Ａｌ等を含有したＤＬＣ膜の形成も可能である。
【００１９】
保持部１４は、上下方向（基板１２の中心軸ＡＸ１に沿った方向）に沿って延びる棒状部１４ａと、棒状部１４ａから垂直に延出した複数の腕部１４ｂとを備え、各腕部１４ｂに対して被加工材１５が着脱自在に保持される。棒状部１４ａは非磁性で非導電性の材料で構成される。
【００２０】
被加工材１５の構成材料としては各種材料を用いることができるが、例えば次の（１）～（１０）に示す材料を挙げることができる。
（１）Ｓｉ（シリコン）ウエハー。ただし、ｎ型、ｐ型は問わない。SiO_2表面処理Ｓｉウエハーも含む。
（２）炭化物：ＳｉＣ、ＷＣ、ＴｉＣ等
（３）窒化物：ＴｉＮ、ＣｒＮ、ＣＮ、Si_3N_4等

（４）酸化物：SiO_2、TiO_2、Al_2O_3、ZrO_2、TiO_2、CuO、PbO、In_2O_3、SnO_2等
（５）金属：W、Cr、Ti、Mo、Ge、Ta、Zn、Al、Cu
（６）合金：
（ａ）鋼材：ＳＵＪ２、ＳＫＤ、Ｓ４５Ｃ、ＳＫＨ等（いずれも記号）
（ｂ）ステンレス鋼：ＳＵＳ３０４、ＳＵＳ４３０等（いずれも規格名）
（ｃ）アルミニウム合金：Ａｌ１０５０、Ａｌ５０５２、Ａｌ７０７５等（いずれも合金番号）
（７）ガラス全般。SiO_2、B_2O_3、P_2O_5、Al_2O_3、PbO、Na_2O、K_2O、CaO、MgO、BaO、TiO_2、Nb_2O_5、SnO_2、Ta_2O_5、Li_2O、SrO、ZnO、ZrO_2、La_2O_3、TeO_2、Bi_2O_3、In_2O_3、GeO_2、WO_3、Y_2O_3、Gd_2O_3、Yb_2O_3、Ga_2O_3、Lu_2O_3、Ｆ等を含有したものも含む。
（８）合成樹脂：ＰＥ（ポリエチレン）、ＨＤＰＥ（高密度ポリエチレン）、ＰＰ（ポリプロピレン）、ＰＳ（ポリスチレン）、ＰＥＴ（ポリエチレンテレフタレート）、ＡＳ（アクリロニトリルスチレン共重合樹脂）、ＡＢＳ（アクリロニトリル・ブタジエン・スチレン共重合体）、ＰＶＣ（ポリ塩化ビニル）、ＰＭＭＡ（ポリメタクリル酸メチル）、ＰＴＦＥ（ポリテトラフルオロエチレン）、ＰＯＭ（ポリオキシメチレン）、ＰＡ（ポリアミド）、ＰＣ（ポリカーボネイト）、ＰＦ（フェノール樹脂）、ＥＰ（エポキシ樹脂）、ＭＦ（メラミン樹脂）、ＰＩ（ポリイミド樹脂）等
（９）炭素材料：グラファイト、ダイヤモンド、グラフェン、カーボンナノチューブ、カーボンブラック、フラーレン、カーボンファイバー等
（１０）その他：繊維、木材等

【００２１】
電極２０には電極用バイポーラ電源２１（電極用電源）が接続され、電極電圧が印加され、基板１２には基板用バイポーラ電源３３（基板用電源）が接続され、基板電圧が印加される。電極２０は、その中心軸が基板１２の中心軸ＡＸ１と一致するように延びる柱状をなしている。電極２０は、その下面２０ａ（底面）が基板１２の上面１３と対向するように配置されている。

【００２２】
チャンバ１１には、調整弁ＢＢを介して、ガス供給装置４３、ターボ分子ポンプ４４、メカニカルブースターポンプ４５がそれぞれ接続され、メカニカルブースターポンプ４５にはロータリーポンプ４６が接続されている。また、チャンバ１１には温度制御部４７も接続されている。

【００２３】
図２に示すように、電極用バイポーラ電源２１と基板用バイポーラ電源３３は電源制御部４１に接続され、電極用バイポーラ電源２１と基板用バイポーラ電源３３のそれぞれから出力されるパルス波形は電源制御部４１によって同期制御され、電極用バイポーラ電源２１から出力される電極電圧のパルスと基板用バイポーラ電源３３から出力される基板電圧のパルスの遅延時間（遅延比率）も制御される。電界中のプラズマ領域では気体の一部が電離してラジカルや正イオンと電子等が発生し電流が流れる。遅延時間を制御することにより、電極２０と、基板１２、保持部１４、及び被加工材１５との間のラジカルや正イオンや電子を制御することが可能となる。磁界発生部３０や被加工材１５の配置に応じて最適な形でラジカルや正イオンや電子を誘導することが可能となり、より好ましい特性や所望の膜厚を有したＤＬＣ膜を得ることができる。

【００２４】
図４に示すように基板１２は円板状をなし、その中心軸ＡＸ１を中心として回転（自転）する。保持部１４は、基板１２の上面１３上において、上記中心軸ＡＸ１に関して等角度間隔に２４個配置されている。１４は、基板１２の回転にともなって上記中心軸ＡＸ１を中心として回転（公転）するとともに、棒状部１４ａの中心軸ＡＸ２を中心として回転

（自転）する。基板１２と１４は、これらに接続された駆動部４２（図２）によって回転駆動される。

【００２５】

図２に示すように、電源制御部４１と駆動部４２は、制御部５０によって、互いに所定の条件で連携して動作するように制御される。

制御部５０は、ガス供給装置４３、ターボ分子ポンプ４４、メカニカルブースターポンプ４５、及び温度制御部４７にそれぞれ接続されている。ガス供給装置４３は、制御部５０の制御にしたがって、チャンバ１１内に、所定のタイミングで放電発生用の媒体ガス、例えば、アセチレンガス、テトラメチルシランガス、ベンゼンガスその他の炭化水素系ガス、又は、アルゴン、窒素、酸素、メタン、テトラメチルシラン、ヘリウム、ネオン、クリプトン、キセノン、若しくは、これらの混合ガスを供給する。ここで、媒体ガスとして炭素を含まないガスを用いた場合、基板１２として炭素を含有する基板を用いる。

【００２６】

温度制御部４７は、チャンバ１１内の温度を検知する温度センサ、及び、チャンバ１１内の温度を高めるヒータを備え、温度センサの検知結果を制御部５０へ出力し、制御部５０の制御にしたがってヒータを駆動してチャンバ１１内の温度を制御する。

【００２７】

制御部５０は、チャンバ１１内の気圧を検知する気圧センサ（不図示）を備え、気圧センサの検知結果に基づいて、ターボ分子ポンプ４４、メカニカルブースターポンプ４５、及び、ロータリーポンプ４６の３つのポンプを適宜組み合わせて駆動してチャンバ１１内の気圧を制御する。

【００２８】

チャンバ１１は、温度制御部４７、並びに、ターボ分子ポンプ４４、メカニカルブースターポンプ４５、及び、ロータリーポンプ４６の動作により、一定の温度下で初期真空度とされ、この状態からガス供給装置４３の動作によりチャンバ１１内に放電発生用の媒体ガスが導入される。そして、電源制御部４１の制御により、電極用バイポーラ電源２１には電極電圧が印加され、基板用バイポーラ電源３３には基板電圧が印加され、これらにより、電極２０と基板１２との間に電界が発生する。この電界に基づいて、チャンバ１１内に導入された媒体ガスがプラズマ化され、プラズマ化によって媒体ガスからイオンが生じる。ここで、基板１２として炭素原料を含んだ基板を用いた場合、基板からプラズマ化された炭素イオンが生じる。

【００２９】

図１、図３（ａ）、（ｂ）、及び、図４に示すように、磁界発生部３０は、円板状の基材３１と、基材３１上に配置された２４個の永久磁石３２とによって構成される。基材３１は、非磁性材料で構成され、基板１２の上面１３に対向するように配置され、その中心軸が、基板１２の中心軸ＡＸ１と一致するように配置され、上面３１ａ（表面）が電極２０の下面２０ａに対して固定されている。別言すると、基材３１は、電極２０の下面２０ａ（電極２０において基板１２と対向する面）上に、電極２０と同心状となるように配置されている。

【００３０】

２４個の永久磁石３２は、基材３１の上面３１ａの周縁部に沿って、基材３１の中心軸（中心軸ＡＸ１）に関して等角度間隔に配置されている。これらの永久磁石３２は、例えば、サマリウムコバルト磁石、ネオジム磁石、フェライト磁石を用いることができ、その磁化方向Ｍは、基材３１の上面３１ａの法線方向、すなわち上下方向（中心軸ＡＸ１に沿った方向）に沿っており、上側にＮ極、下側（基板１２側）にＳ極が向いている。図４に示すように、中心軸ＡＸ１に関して、２４個の永久磁石３２のそれぞれに対応するように、永久磁石３２のそれぞれの外側に、２４個の保持部１４がそれぞれ配置されている。そして、保持部１４に保持された被加工材１５は、基材３１の径方向外側であって、電極２０と基板１２が対向する方向において、永久磁石３２に対応する高さに配置される。

【００３１】

図５に示すように、永久磁石３２による磁界の磁力線ＬＢは、電極２０と基板１２との間に生じる電界の電気力線ＬＥと重なっている。別言すると、磁力線ＬＢは、電極２０と基板１２との間の電界中を通っている。さらに、磁力線ＬＢは、少なくとも磁界発生部３０に近い側の被加工材１５上を通っている。被加工材１５が永久磁石３２に対応する高さ位置に配置されているため、磁力線ＬＢは確実に被加工材１５上を通過する。

【００３２】

このような磁力線が生じるように永久磁石３２を配置したことにより、電極２０と基板１２との間で生じた電界に基づいて生じたイオンは、磁界発生部３０の磁界の作用によって、２４個の永久磁石３２のそれぞれに対応した保持部１４に保持された被加工材１５上へ確実に誘導される。永久磁石３２の磁力、配置、磁化方向、被加工材１５の位置などを調整することにより、被加工材１５への誘導の強さを制御できるため、チャンバ１１内を、従来の成膜装置のような高い真空度まで上げなくても、所望量のイオンを確実に被加工材１５上へ付着させ、所望の膜厚、特性を有したＤＬＣ膜を加工形成することが可能となる。

【００３３】

以下に変形例について説明する。

上記実施形態においては、電極２０を基板１２よりも直径の小さな柱状としていたが、電極２０の形状はこれに限定されず、例えば、基板１２と互いに対向し合う円板状としてもよい。ここで、電極２０の形状にかかわらず、基板１２よりも小径とすると、電極２０と基板１２との間の電界における電気力線の広がりを抑えることができるため、電気力線全体に対して、磁界発生部３０による磁力線を重ねやすくなり、プラズマ化されたガスによって生じたイオンを効率よく誘導することができるため好ましい。

【００３４】

上記実施形態においては、永久磁石３２の磁化方向Ｍを上下方向としていたが、プラズマ化されたガスによるイオンを被加工材１５上に誘導できれば、これ以外の方向としてもよい。

【００３５】

上記実施形態においては、２４個の永久磁石３２を基材３１の中心軸ＡＸ１に関して等角度間隔に、保持部１４に対応するように配置していたが、イオンを被加工材１５へ確実に誘導できれば、永久磁石の数や配置はこれに限定されない。また、磁石の種類や磁化の強さは、成膜装置の仕様等に応じて適宜に設定できる。

【００３６】

磁界発生部の磁石は図７に示すように電極内に設けてもよい。図７は、変形例における電極１２０と磁界発生部１３０の構成を示す側面図である。図８（ａ）は、図７に示す構成においてバイアス電圧－６５０Ｖをかけた場合の電極１２０における電圧及び電流の波形を示す図であり、図８（ｂ）は、図７に示す構成においてバイポーラ電圧（－９００Ｖ＋１００Ｖ）をかけた場合の電極１２０における電圧及び電流の波形を示す図である。

【００３７】

図７に示す変形例においては、上記実施形態と同様の柱状の電極１２０内に４つの永久磁石１３２が直列に配置されており、磁界発生部１３０を構成している。４つの永久磁石１３２は、電極１２０内において、その中心軸ＡＸ３の方向に沿って設けられた収容空間１２２（収容凹部）内に配置されている。永久磁石１３２の磁化方向Ｍは中心軸ＡＸ３に沿っており、４つとも上側がＮ極、下側（下面１２０ａ側）がＳ極となっている。この永久磁石１３２としては、例えば、底面が１辺１０ｍｍの正方形で、高さが２０ｍｍのサマリウムコバルト磁石を中心軸ＡＸ３の方向に沿って４つ直列に配置する。

なお、永久磁石１３２の数、種類や磁化の強さは、成膜装置の仕様等に応じて適宜設定できる。

【００３８】

電極１２０内に永久磁石１３２を配置した上記変形例では、図８（ｂ）に示すように、電極のバイポーラ電圧として－９００Ｖ＋１００Ｖをかけたときに、１パルス当たりの平

均電力は２１０Ｗであった。これに対して、電極１２０内に永久磁石１３２を設けない場合は、グロープラズマを維持することができず、計測不能であった。図８（ａ）はバイアス電圧－６５０Ｖのみかけた場合８８Ｗとなった。上記変形例において、チャンバ１１内の圧力１２０Ｐａで窒素の安定したグロー放電が得られ、安定したプラズマ状態を実現することができた。このときの平均電力は、２．５×１０$^{-5}$秒間の１×１０$^{-8}$秒当たりの電圧値と電流値の絶対値の平均をとり算出した値である。

【００３９】

次に実施例について説明する。表１は、実施例１～２９、及び、比較例１、２における成膜条件を示す表、表２は、表１の成膜条件による成膜結果を示す表である。比較例１、２では、上記実施形態の構成から磁界発生部３０及び電極２０を除いた構成としている。

【００４０】

【表１】

	開始真空度	ガス種	流量	圧力	-Ev	+Ev	S(V)	成膜時間
	Pa		sccm	Pa	V	V	V	min
実施例1	0.200	C_2H_2	100	1.0	700	0	0	5
実施例2	0.200	C_2H_2	200	1.7	700	0	0	5
実施例3	0.200	C_2H_2	100	1.0	700	0	350	5
実施例4	0.200	C_2H_2	200	1.7	700	0	350	5
実施例5	0.200	C_2H_2	300	2.4	700	0	350	5
実施例6	0.200	C_2H_2	100	1.0	700	0	700	5
実施例7	0.200	C_2H_2	200	1.7	700	0	700	5
実施例8	0.200	C_2H_2	300	2.4	700	0	700	5
実施例9	0.200	C_2H_2	100	1.0	700	300	700	5
実施例10	0.200	C_2H_2	300	2.4	700	0	700	5
実施例11	0.100	C_2H_2	400	4.2	700	300	650	10
実施例12	0.150	C_2H_2	200	1.8	1000	0	800	5
実施例13	0.170	C_2H_2	200	1.6	1000	300	700	65
実施例14	0.007	C_2H_2	300	2.4	700	300	650	25
実施例15	0.100	C_2H_2	200	1.5	1000	300	700	10
実施例16	0.098	C_2H_2	200	1.6	1000	300	700	40
実施例17	0.130	C_2H_2	200	1.6	1000	300	700	30
実施例18	0.100	C_2H_2	200	1.6	1000	300	700	55
実施例19	0.005	C_2H_2	100	1.1	1000	300	700	30
実施例20	0.200	C_2H_2	300	6.1	700	300	500	5
実施例21	0.200	C_2H_2	200	1.7	1000	300	500	3
実施例22	0.150	C_2H_2	200	1.7	1000	300	500	15
実施例23	0.150	C_2H_2	200	1.6	1000	300	500	18
実施例24	133.000	C_2H_2	10	26	700	300	350	7
実施例25	133.000	C_2H_2	10	26	700	300	250	7
実施例26	0.170	TMS	100	0.5	1000	300	700	10
実施例27	0.150	TMS	100	0.4	850	300	500	40
実施例28	0.150	TMS	100	4.5	700	300	350	4
実施例29	133.000	TMS	30	14	700	300	300	15
比較例1	0.200	C_2H_2	300	2.4			650	5
比較例2	0.200	C_2H_2	200	1.9			750	5

【００４１】

【表２】

			分光エリプソメトリー測定		ラマン分光測定				
	膜厚	成膜レート	屈折率 n	消衰係数k	Gpeak position	FWHM (G)	I(G)	I(D)	I(D)/I(G)
	nm	nm/min			cm^{-1}	cm^{-1}			
実施例1	40	8.0	1.85	0.00	1527	170.92	3535	1170	0.331
実施例2	58	11.6	1.83	0.00	1528	174.20	2654	822	0.352
実施例3	10	2.0	1.92	0.02	1527	169.50	2727	1205	0.442
実施例4	60	12.0	2.00	0.00					
実施例5	76	15.2	1.93	0.02					
実施例6	23	4.6	1.90	0.14	1538	181.37	1692	863	0.510
実施例7	88	17.6	2.11	0.18	1533	172.89	14529	7556	0.520
実施例8	100	20.0	2.12	0.18	1533	167.99	30377	15660	0.516
実施例9	60	12.0	2.28	0.21	1540	187.68	5492	2939	0.535
実施例10	64	12.8	2.25	0.26	1540	175.21	20802	11738	0.564
実施例11	300	30.0	2.1	0.17	1532	168.42	17094	8734	0.510
実施例12	60	12.0	2.18	0.23	1535	174.89	13974	7323	0.524
実施例13	1200								
実施例14	515								
実施例15	160								
実施例16	900								
実施例17	750								
実施例18	1000								
実施例19	800								
実施例20	230	46.0	1.93	0.088					
実施例21	130	43.3	2.06	0.156					
実施例22	830				1540	170.28	21118	11745	0.556
実施例23	680				1536	162.84	37086	19130	0.516
実施例24	40	5.7	1.895	0.209	1568	132.42	8878	8463	0.953
実施例25	80	11.4	1.77	0.029	1559	151.42	20669	13146	0.636
実施例26	30	3.0							
実施例27	650	16.3							
実施例28	1652	413.0							
実施例29	153	10.2							
比較例1	0	0.0							
比較例2	0	0.0							

【００４２】

＜成膜条件・成膜結果＞

表１に記載の成膜条件及び成膜結果については次のとおりである。

（１）開始真空度（単位Ｐａ）

ガス供給装置４３から媒体ガスを導入開始する時のチャンバ１１内の真空度である。

（２）ＴＭＳ（テトラメチルシラン）、C_2H_2（アセチレンガス）

（ａ）ｓｃｃｍ：チャンバ１１内へのＴＭＳガス又はアセチレンガスの流入量（単位ｓｃｃｍ）であり、０°Ｃ、１気圧における１分あたりの流入量（単位ｃｃ）である。１ｓｃｃｍは約１．６６７×$10^{-8}m^3$／ｓである。

（ｂ）Ｐａ：ＴＭＳガス又はアセチレンガス導入後の到達圧力である（単位Ｐａ）。

【００４３】

（３）電源設定値

（ａ）－Ｅｖ：電極用バイポーラ電源２１が電極２０に印加するパルスのマイナス電圧値（単位Ｖ）

（ｂ）＋Ｅｖ：電極用バイポーラ電源２１が電極２０に印加するパルスのプラス電圧値（単位Ｖ）

（ｃ）Ｓ（Ｖ）：基板用バイポーラ電源３３が基板１２に印加するパルスのマイナス電圧値（単位Ｖ）

比較例１、２では電極２０を設けていないため、－Ｅｖと＋Ｅｖは設定されていない。

【００４４】

（４）成膜結果

被加工材１５に形成された、Ｓｉ－ＤＬＣ層（Ｓｉを含有したＤＬＣ膜）の膜厚及びＤＬＣ膜（ＤＬＣ層）の膜厚（単位ｎｍ）を株式会社ミツトヨ製ＳＵＲＦＴＥＳＴ　ＳＪ－４１０（型番）で測定した。表２に示す膜厚は、ｎ型のシリコンウエハーのサンプル（被加工材１５）において、マスキング部分と成膜部分との段差として測定した。

成膜レート（単位ｎｍ／分）は、中間層がない場合では成膜時間と膜厚に基づいて算出した。中間層がある場合では中間層の成膜レートを除いたＤＬＣ膜のみの成膜レートを算出したが、表２では一部実施例・比較例で表示を省略している。表２に示す結果は、ｎ型のシリコンウエハーのサンプル（被加工材１５）上に形成された膜についてのものである。

【００４５】
（５）エリプソメータ
株式会社堀場製作所製Ａｕｔｏ　ＳＥ（型番）を用いて、分光エリプソメトリー法により、波長５５０ｎｍの入射光に対して、形成されたＤＬＣ膜の屈折率ｎと消衰係数値ｋを測定した。表２に示す結果は、ｎ型のシリコンウエハーのサンプル（被加工材１５）上に形成された膜についてのものである。なお、測定を行っていない実施例・比較例では表示を省略している。
【００４６】
（６）ラマン分光
ＲＥＮＩＳＨＡＷ社製ｉｎＶｉａ　ＳｔｒｅａｍＬｉｎｅ　ＰｌｕｓＢ（型番）を用いて、形成されたＤＬＣ膜について、ラマン分光法により、Ｇピーク位置（Ｇｐｅａｋ　ｐｏｓｉｔｉｏｎ）（単位cm^{-1}）、Ｇピークの半値全幅（単位cm^{-1}）、Ｇピーク強度（Ｉ（Ｇ））、及び、Ｄピーク強度（Ｉ（Ｄ））を測定し、ＤピークとＧピークの強度比（Ｉ（Ｄ）／Ｉ（Ｇ））を算出した。表２に示す結果は、ｎ型のシリコンウエハーのサンプル（被加工材１５）上に形成された膜についてのものである。なお、測定を行っていない実施例・比較例では表示を省略している。
【００４７】
また、表１に記載していない成膜条件は次のとおりである。
（７）永久磁石３２：
永久磁石３２は、サマリウムコバルト磁石であり、組成はＳｍ：Ｃｏ＝２：１７（重量％）のものを用いた。その形状は、縦１０ｍｍ×横１０ｍｍ×高さ２０ｍｍであり、着磁方向は高さ方向（中心軸ＡＸ３に沿った方向）であり、磁束密度は４８６ｍＴ＝４８６０Ｇである。
実施例１～１９、２４～２６、２９では、図３（ｂ）と図４に示すように、基材３１上に２４個の永久磁石３２を等角度間隔に配置した。実施例２０～２３、２７、２８は、実施例１～１９と同様の配置から２個の永久磁石を除いて２２個としている。比較例１、２では磁界発生部３０を設けていない。
【００４８】
（８）永久磁石３２の磁化方向（着磁方向）：実施例１～２９のすべてにおいて、上下方向（基材３１の上面３１ａの法線方向）
【００４９】
（９）電極２０
電極２０は、ＳＵＳ３０４（ステンレス鋼・規格名）を用いた。
電極２０の直径は、実施例１～１９、２４～２６、２９では２７０ｍｍ、実施例２０～２３、２７、２８では１８０ｍｍとした。比較例１、２では電極２０を設けていない。
【００５０】
（１０）被加工材１５と永久磁石３２との最短距離（ＥＳ距離Ｄ（図３（ａ））：実施例１～１９、２４～２６、２９は８０ｍｍ、実施例２０～２３、２７、２８は６０ｍｍ
【００５１】
（１１）電極２０の下面２０ａと基板１２の上面１３の距離（基板電極面高さ）：実施例１～２９のすべてで１８５ｍｍ
【００５２】
（１２）基板１２：
基板１２は、ＳＵＳ３０４（ステンレス鋼・規格名）を用いた。
基板１２の直径は、実施例１～１９、２６では６００ｍｍ、実施例２０～２５、２７～２９では４５０ｍｍ、比較例１、２では６００ｍｍとした。
【００５３】
（１３）電源設定値（電極２０及び基板１２に印加するパルスの設定値）
周波数：実施例１～２９、及び、比較例１～２のいずれも８ｋＨｚ
デューティー比（－Ｓ　ｄｕｔｙ）：実施例１～２９、比較例１～２のいずれも３０％

遅延比率（ｄｅｌａｙ）：実施例１～２４、２６～２９は５％、実施例２５は３０％、比較例１～２は電極電圧なし

【００５４】

（１４）被加工材

（ａ）実施例１～１２、１５、２０、２１、２３～２６、２８、２９、及び、比較例１～２：

ｎＳｉ（切り出しｎ型のシリコンウエハー）であり、サイズは３０ｍｍ×２５ｍｍ×５２５μｍである。

【００５５】

（ｂ）実施例１３：

ｎＳｉ、ＳＵＳ３０４、Ａｌ５０５２、ＳＵＪ２、及び、ＳＫＤのそれぞれのサンプルであり、サイズは次の通りである。

ｎＳｉ：３０ｍｍ×２５ｍｍ×５２５μｍ

ＳＵＳ３０４：３０ｍｍ×３０ｍｍ×１ｍｍ

Ａｌ５０５２：３０ｍｍ×３０ｍｍ×５ｍｍ

ＳＵＪ２：１２ｍｍ×１２ｍｍ×５ｍｍ

ＳＫＤ：１２ｍｍ×１２ｍｍ×５ｍｍ

【００５６】

（ｃ）実施例１４、１６～１８、２２、２７：

ｎＳｉ、ＳＵＳ３０４、Ａｌ５０５２、ＳＵＪ２、ＳＫＤ、及び、Ｚｎのそれぞれのサンプルである。Ｚｎのサンプルのサイズは４５ｍｍ×３０ｍｍ×０．５ｍｍであり、Ｚｎ以外のサンプルのサイズは実施例１３の各サンプルと同一である。

【００５７】

（ｄ）実施例１９：

ｎＳｉ、ＳＵＳ３０４、Ａｌ５０５２、ＳＵＪ２、ＳＫＤ、Ｚｎ、及び、ＰＩのそれぞれのサンプルであり、ＰＩのサンプルのサイズは４５ｍｍ×３０ｍｍ×０．０５ｍｍであり、ＰＩ以外のサンプルのサイズは、実施例１３、１４、１６～１８、２２の各サンプルと同一である。

【００５８】

＜実施例・比較例の結果＞

比較例１、２においては、電極２０を設けていないため、基板１２の周辺で下方にわずかにプラズマ状態が見られたものの、基板１２の上方に配置された被加工材１５にはＤＬＣ膜は形成されなかった。

【００５９】

なお、比較例１、２において、上記実施形態と同様の磁界発生部３０を設けたとしても、電極２０を設けていないため、基板１２の下方でわずかに生じた電界による電気力線と、磁界発生部３０が発生する磁界の磁力線とが互いに重なる状態は実現し難いことから、プラズマ化された媒体ガスが被加工材１５まで誘導される量は極めて限定的であって、所望厚のＤＬＣ膜を形成することは困難であると考えられる。

【００６０】

また、比較例１、２において、上記実施形態と同様の電極２０を設けた場合、基板１２と電極２０との間に電界は生じるものの、磁界発生部３０を設けていないため、磁界発生部３０の磁界による誘導が生じないことから、電極２０の径方向外側に大きく離間して配置された被加工材１５へプラズマ化された媒体ガスが誘導される量は極めて少なくなり、所望の膜厚のＤＬＣ膜を形成することは難しい。

【００６１】

これに対して、実施例１～１３、１５～１８、２０～２３においては、低い開始真空度（０．０９８０Ｐａ以上０．２Ｐａ以下）であってもＤＬＣ膜を形成することができ、その特性（分光エリプソメトリー法による測定値、ラマン分光法による測定値）は、高真空下で成膜する従来の成膜装置と同程度又はそれ以上のものであった。よって、低い真空度

で所望のＤＬＣ膜を形成できるため、開始真空度に到達するまでの時間を短縮でき、これによって製造時間を短縮でき、製造コストを低減させることが可能となる。さらに、磁界発生部３０によってイオンを所望の位置へ誘導可能となるため、チャンバ１１内における被加工材の配置の自由度を高めることができる。

【００６２】

実施例２６～２８においては、低い開始真空度（０．０９８０Ｐａ以上０．２Ｐａ以下）であっても、Ｓｉ含有ＤＬＣ膜を形成することができ、その特性（分光エリプソメトリー法による測定値、ラマン分光法による測定値）は、高真空下で成膜する従来の成膜装置と同程度又はそれ以上のものであった。よって、Ｓｉ含有ＤＬＣ膜についても、アセチレンガスに基づくＤＬＣ膜と同様の上記作用効果を得ることができる。

【００６３】

実施例１４及び１９においては、高い開始真空度（０．００６５Ｐａ及び０．００５０Ｐａ）においても所望のＤＬＣ膜が形成できることが確認された。

【００６４】

実施例２４、２５、及び２９においては、より低い開始真空度（１３３Ｐａ）においても、所望の特性を有する、Ｓｉ含有ＤＬＣ膜又はＤＬＣ膜が形成できることが確認できた。

本発明について上記実施形態を参照しつつ説明したが、本発明は上記実施形態に限定されるものではなく、改良の目的又は本発明の思想の範囲内において改良又は変更が可能である。

【産業上の利用可能性】

【００６５】

以上のように、本発明に係る成膜装置は、チャンバ内の初期真空度を比較的低くした状態においても、被加工材に対して炭素膜の成膜を確実に行うことができる点で有用である。

【符号の説明】

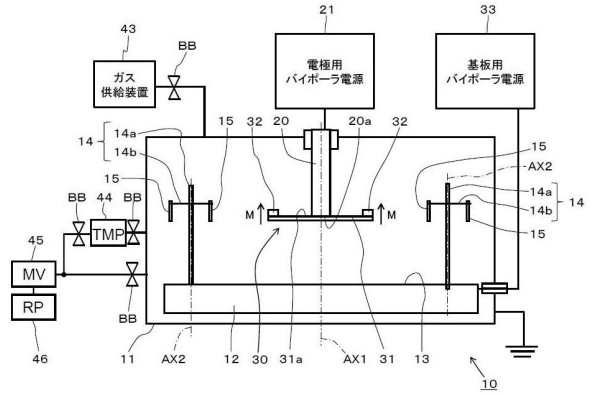
【００６６】

１０　成膜装置
１１　チャンバ
１２　基板
１３　上面
１４　保持部
１４ａ　棒状部
１４ｂ　腕部
１５　被加工材
２０、１２０　電極
２０ａ、１２０ａ　下面
２１　電極用バイポーラ電源
３０、１３０　磁界発生部
３１　基材
３１ａ　上面
３２、１３２　永久磁石
３３　基板用バイポーラ電源
４１　電源制御部
４２　駆動部
４３　ガス供給装置
４４　ターボ分子ポンプ（ＴＭＰ）
４５　メカニカルブースターポンプ（ＭＶ）
４６　ロータリーポンプ
４７　温度制御部
５０　制御部
１２２　収容空間（収容凹部）

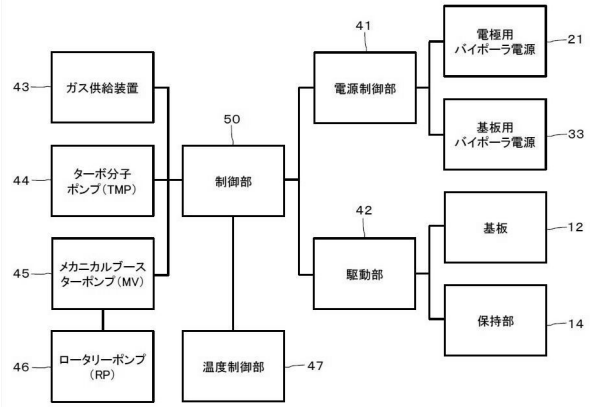
ＡＸ１、ＡＸ２、ＡＸ３　中心軸
ＢＢ　　調整弁
ＬＢ　　磁力線
ＬＥ　　電気力線
Ｍ　　磁化方向（着磁方向）

【図面】

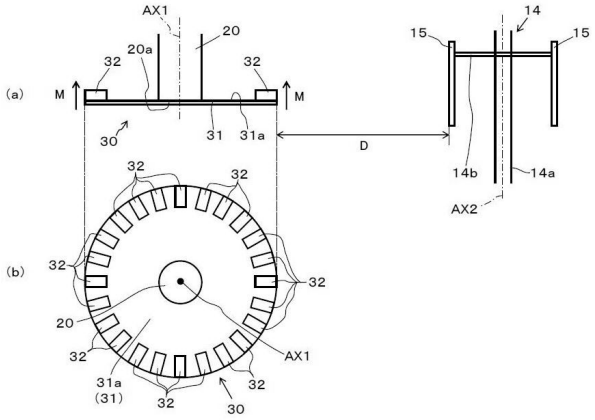
【図１】



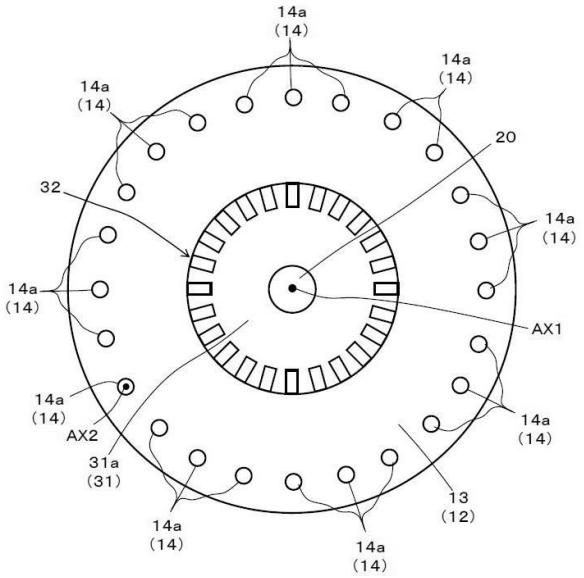
【図２】



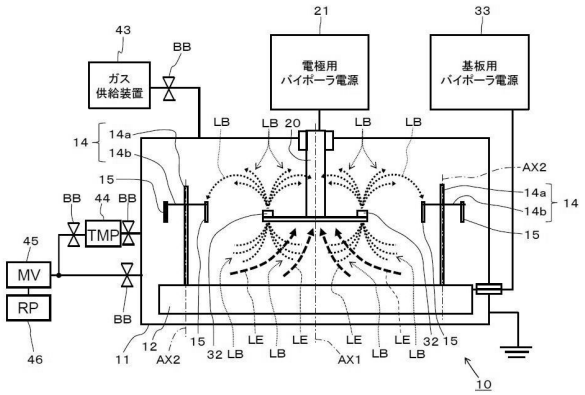
【図３】



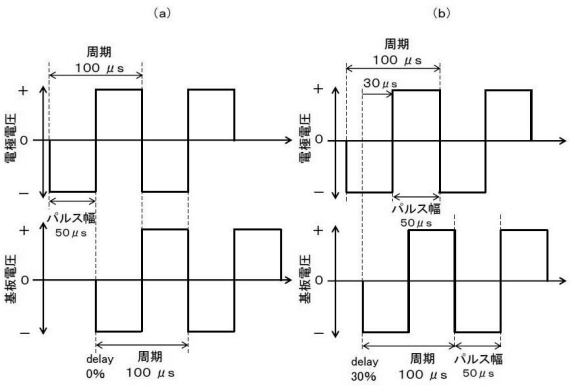
【図４】



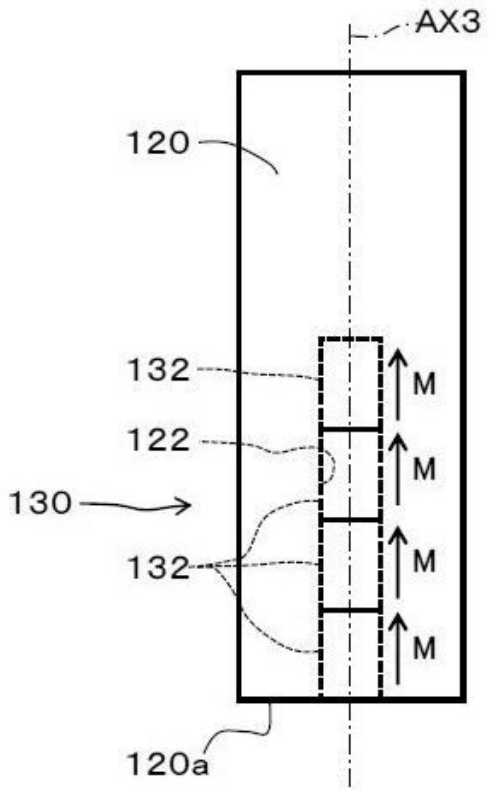
【図５】


43
BB
ガス
供給装置
21
電極用
バイポーラ電源
33
基板用
バイポーラ電源
LB
LB 20
LB
LB
14
14a
14b
15
AX2
14a
14b
14
15
BB
44
BB
TMP
45
MV
RP
46
BB
11
12
AX2
15
32 LB
LE
LB
LE
AX1
LE
LB
LE
LB
32 15
10

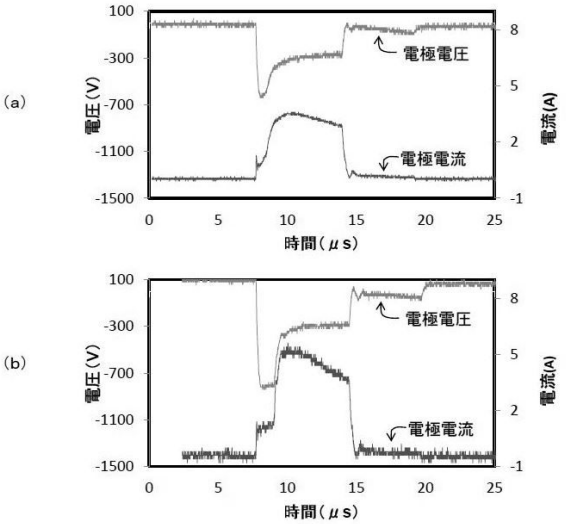
【図６】


(a)
(b)
周期
100 μs
30 μs
電極電圧
基板電圧
パルス幅
50 μs
delay
0%
30%
周期
100 μs
パルス幅
50 μs

【図７】


AX3
120
132
122
130
132
M
M
M
M
120a

【図８】


(a)
(b)
電圧(V)
電流(A)
電極電圧
電極電流
時間(μs)
100
-300
-700
-1100
-1500
8
5
2
-1
0
5
10
15
20
25

フロントページの続き

(72)発明者　坪井 仁美
千葉県柏市柏インター南４番地６ ナノテクノプラザ ナノテック株式会社内
(72)発明者　鈴木 哲也
神奈川県横浜市港北区日吉３－１１－４ 慶應義塾大学 理工学部機械工学科内

審査官　神▲崎▼ 賢一

(56)参考文献
特開２０１２－０２６０２６（ＪＰ，Ａ）
特開２０１４－１６９４６９（ＪＰ，Ａ）
特開２００５－２７２９４８（ＪＰ，Ａ）
特開２００５－２９０５３７（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－３５８１２９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野　(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ２３Ｃ　１６／２６
Ｃ２３Ｃ　１６／５０９
Ｈ０５Ｈ　１／４６
Ｂ２３Ｂ　２７／１４
Ｂ２３Ｂ　２７／２０