

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4918221号
(P4918221)

(45) 発行日 平成24年4月18日 (2012.4.18)

(24) 登録日 平成24年2月3日 (2012.2.3)

(51) Int.Cl.		F I	
C 2 3 C	14/00	(2006.01)	C 2 3 C 14/00 B
C 2 3 C	14/24	(2006.01)	C 2 3 C 14/24 G
H 0 5 B	1/00	(2006.01)	C 2 3 C 14/24 M
			H 0 5 B 1/00

請求項の数 11 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2004-513535 (P2004-513535)	(73) 特許権者	504458747
(86) (22) 出願日	平成15年6月18日 (2003.6.18)		リベル
(65) 公表番号	特表2005-530042 (P2005-530042A)		フランス国 エフ-92500 リュエル
(43) 公表日	平成17年10月6日 (2005.10.6)		マルメゾン プールヴァール ナシオナ
(86) 国際出願番号	PCT/FR2003/001868		ール 133
(87) 国際公開番号	W02003/106731	(74) 代理人	100074734
(87) 国際公開日	平成15年12月24日 (2003.12.24)		弁理士 中里 浩一
審査請求日	平成18年5月24日 (2006.5.24)	(74) 代理人	100086265
(31) 優先権主張番号	02/07501		弁理士 川崎 仁
(32) 優先日	平成14年6月18日 (2002.6.18)	(72) 発明者	シェ カトリーヌ
(33) 優先権主張国	フランス (FR)		フランス国 エフ-78170 ラセル
			-サン-クルー エリゼ 2, 92

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 差動真空ポンピングを行う材料蒸発室

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

真空室10、この真空室10を排気する第1のポンピング装置13そして主軸18を持つ複数の材料源17を含む材料の蒸発室において、

全体的なもしくは部分的な真空密をつくる壁23が前記の真空室10内に前記の第1ポンピング装置13が排気する第1の空間25を、そして第2のポンピング装置24が排気する第2の空間22を限定し、前記壁23がプレートを備え、

主軸18を有する前記の複数の材料源17は前記の第2の空間22に置かれ、そして前記真空室は、第1の空間25に置かれる他の材料源21を備え、

前記の壁23は複数の開口26を含み、各開口は主軸18を有する複数の材料源17の

一つの主軸18に中心を置き、そして蒸発室はそれぞれの開口26を塞いだり、開けたりする手段27を含み、この手段27は個々に制御され、使用しない主軸18を有する複数の材料源17を保護するとともに、複数のマスクを有し、各マスクはブレード31を備え、このブレード31は、マスクが閉じた状態にあると、考えている開口26の周りのプレートの表面に平行であって、その表面とマスクとの間での完全な接触を保証し、前記マスクは、閉じた状態にあるとき、前記第1の空間25と前記第2の空間22の間の真空密を保証するようになっていることを特徴とする蒸発室。

【請求項2】

成長時に、第1の空間25から開いた開口26を通る材料形成元素の流量は第2のポン

ピング装置 2 4 によりつくられる請求項 1 に記載の蒸発室。

【請求項 3】

第 1 のポンピング装置 1 3 が一次ポンプと二次ポンプとを含んでいる請求項 1 または 2 に記載の蒸発室。

【請求項 4】

第 2 のポンピング装置 2 4 が二次ポンプを含んでいる請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の蒸発室。

【請求項 5】

第 1 の空間 2 5 と第 2 の空間 2 2 とが少なくとも一つの液体窒素貯蔵パネル 1 6 , 2 8 を含んでいる請求項 3 または 4 に記載の蒸発室。

10

【請求項 6】

壁 2 3 により限定されている第 2 の空間 2 2 の圧力は 10^{-7} トルより低い請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の蒸発室。

【請求項 7】

第 1 の空間 2 5 と第 2 の空間 2 2 の圧力を独立して計測するため蒸発室が圧力制御手段 1 6 を含んでいる請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載の蒸発室。

【請求項 8】

第 2 の空間 2 2 内の主軸 1 8 を有する材料源 1 7 がジュール効果で加熱される坩堝セルを含んでいる請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の蒸発室。

【請求項 9】

20

第 2 の空間 2 2 内の主軸 1 8 を有する材料源 1 7 が電子衝撃蒸発銃 2 0 を含んでいる請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載の蒸発室。

【請求項 10】

第 1 の空間 2 5 に置かれた源 2 1 が少なくとも一つのプラズマ源を含んでいる請求項 1 ないし 9 のいずれかに記載の蒸発室。

【請求項 11】

第 1 の空間 2 5 に置かれた源 2 1 が少なくとも一つのガス注入器を含んでいる請求項 1 ないし 10 のいずれかに記載の蒸発室。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

30

【0001】

本発明は真空材料蒸発室に係るものである。

【背景技術】

【0002】

沈着膜の表面の清浄さと純度とはナノテクノロジー、触媒化学、バイオテクノロジーのような技術分野では根本的なことである。

【0003】

例えばナノテクノロジーでは数ナノメートルから数ミクロンの大きさをその対象としており、膜の成長のような現象を理解すること、その膜における光によって生じる反応を理解することは、膜とその膜が形成されている基板とが汚染されていないことによるのみ可能となるのである。

40

【0004】

半導体の分野では不純物の殆どない、そしてそれ故意図しないドーパントが殆どない膜の成長も大事なことである。半導体表面に既知量の純粋材料を沈着することが金属 半導体接合と半導体ヘテロ構造をつくるのに特に肝要である。前者は、半導体デバイスの総ての金属コンタクトにおいて、例えばエレクトロニック・ディテクタのオーム接触に見出せるし、後者はオプトエレクトロニック・デバイスにとって重要である。

【0005】

最後に金属ヘテロ構造は、磁気分野のような方面で利用できるもので顕著な利益がある。

【0006】

50

超真空の下でそのような構造体をつくる最新の技術の一つはMBE（モルキュラ ビーム エピタクシー）である。この技術では、金属もしくは半導体の基板に、形成しようとする層をつくる元素を含む材料を転移させ吸着させてエピタキシャル層をつくる。モルキュラ ビーム エピタクシーは、特に半導体に対して、ドーブを制御して層を成長させることができ、その化学組成を数オングストロームのスペースで深さ方向で変えられる。

【0007】

そのため蒸発室はいくつもの材料源1を含んでいる（図1）。形成しようとしている積層に対してこれらの材料源1を交互に使う。さまざまな材料源1が考えられる。最も新しいのはジュール効果で加熱される坩堝を含んでいる小房もしくはセルからの蒸発である。他のものはプラズマ源の使用であり、そのガスは酸素 O_2 、窒素 N_2 などであり、又はガス注入器や電子衝撃蒸発銃の使用である。これらの源1がセルであると、それらの坩堝は円筒もしくは円錐であって一端2で開いており、そしてその開いた端2が材料を上に乗せようとする基板3に対面して配置されている。

10

【0008】

既に述べたように、これらの沈着システムの問題の一つは形成される膜を僅かであるが汚染することである。真空下、好ましくは 10^{-9} トルトと言うような超真空下で室4内で材料を沈着させるのであるが、さらに材料1の源それ自体が汚染源であってはならない。それ故、材料源は表面下までガス抜きされている。

【0009】

しかしながら、蒸発室内にいくつもの源1があるので、別のタイプの汚染源となる：すなわち材料源1の交差汚染である。この汚染とは存在する（電離しているか、もしくはしていない）ガスによる固体源の汚染である。次々とこれらの源の一つが使われるとき、坩堝の元素が基板に向かって蒸発するだけでなく、その源に他から吸着してその元素を汚染したり、その源と反応したりする。そうすると基板3に沈着した層は予期しない不純物を含み、これが半導体材料の場合にはドーピングに影響するばかりでなく、材料の特性にも影響を与える。ガスを凝縮するためこれらの源1の近くに液体窒素を循環している貯蔵パネル5を置いており、そして使用していない源1の前には個別にマスク6を置いているが、上述の交差汚染を回避するには完全に満足すべき解決とはなっていない。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

30

【0010】

本発明の目的は、設計が簡単で、基板上に層を成長させる材料蒸発源を含み、作動時にどのような汚染からも層を保護している真空材料蒸発室を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明は、真空室、この真空室をポンプする第1のポンピング装置そして材料源を含む蒸発室に係るものである。上記の目的達成のため、本発明の蒸発室では、

* 全体的なもしくは部分的な真空密をつくる壁が前記の真空室内に前記の第1ポンピング装置が排気する第1の空間を、そして第2のポンピング装置が排気する第2の空間を限定し、

40

* 主軸を有する前記の材料源のあるものは前記の第2の空間に置かれ、そして他の材料源は前記の第1の空間に置かれ、

* 前記の壁は開口を含み、各開口は主軸を有する材料源の一つの主軸に中心を置き、そして

* 蒸発室はそれぞれの開口を塞いだり、開けたりする手段を含み、この手段は個々に制御されて使用しない主軸を有する材料源を保護するようにしている。

【0012】

さらに本発明は以下の特徴を単独もしくは技術上可能な組合せにおいて具有する。

* 開口を塞いだり、開けたりする手段がマスクを含んでいる。

* 成長時に、第1の空間から開いた開口を通る材料形成元素の流量は第2のポンピング

50

装置により排気される。

【 0 0 1 3 】

「成長」とは、蒸発室内に置かれた源が蒸発させた元素含有材料の吸着により試料上に層を次第につくっていくことを言う。第1の空間に配置された材料源の少なくとも一つと第2の空間に配置された材料源の少なくとも一つとを同時に使う同時蒸発における成長と蒸発室内に置かれた源の只一つだけを作動させる順次成長とは区別しなければならない。この後の場合、第1の空間内の源の一つを作動させている間各開口を開閉する手段は閉じている。

【 0 0 1 4 】

全体的な、もしくは部分的な真空密をつくる壁はプレートを含んでいる。 10

第1のポンピング装置が一次ポンプと二次ポンプとを含んでいる。

第2のポンピング装置が二次ポンプを含んでいる。

第1の空間と第2の空間とが少なくとも一つの液体窒素貯蔵パネルを含んでいる。

壁により限定されている第2の空間の圧力は 10^{-7} トルより低い。

第1の空間と第2の空間の圧力を独立して計測するため蒸発室が圧力制御手段を含んでいる。

第2の空間内の主軸を有する材料源がジュール効果で加熱される坩堝セルを含んでいる。

第2の空間内の主軸を有する材料源が電子衝撃蒸発銃を含んでいる

第1の空間に置かれた源が少なくとも一つのプラズマ源を含んでいる。 20

第1の空間に置かれた源が少なくとも一つのガス注入器を含んでいる。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 5 】

本発明の蒸発室は真空室10を含んでおり、この真空室の中で試料11はマニピュレータ12に取りつけられている。この真空室の第1の目的は試料11に既知量の純粋材料を蒸着させて層を成長させることである。真空下で通常蒸発させる材料は何であってもよく、アルミニウムAl、カルシウムCa、インジウムIn、ランタニウムLa、リチウムLi、ガリウムGa、ストロンチウムSt、チタニウムTi、イットリウムY、ジルコニウムZrである。真空室10は好ましくは転送フランジもしくはタップを含んでいて、その真空室を他の真空室に接続できるようにし試料11の処理もしくは調製 30
をするための、または処理、調製したその試料を分析するための単一の真空組立体を形成する。その場合真空室から真空室への試料11の転送はマニピュレーターにより行われる。

【 0 0 1 6 】

第1のポンピング装置13により蒸発室は排気される。この第1のポンピング装置13は一次ポンプと二次ポンプとを含んでいるのが好ましい。例えば、低温ポンプ、もしくはターボモルキュラーポンプなどである。さらに、このポンピング装置13はチタン昇華器14と低温パネル15を含んでいる。真空室10は層の純度を維持できる全低温パネル16を含んでいる。また、真空室はその室内圧力を制御する手段を備えている。これらの制御手段は例えば、外部圧力制御装置に接続されているバヤードアルパート(BAYARD 40
- ALPERT)と称するゲージを含んでいる。

【 0 0 1 7 】

蒸発室は材料源を含んでいる。様々な材料源が考えられる。最新のものはナドセン(Knudsen)タイプの源17からの蒸発である。それはジュール効果により加熱される坩堝である。例えば窒化ホウ素もしくは高純度グラファイトからつくられる坩堝は円筒もしくは円錐形などであって、主軸18を有する。この坩堝の一端19は開いていて、マニピュレーター12に向き合っている。このジュール効果は抵抗要素、例えばフィラメントを使って得られる。フィラメントはチタンTaからつくられているのがよいが、他の耐熱材料モリブデンMo、タングステンWでもつくれる。別の例では蒸発銃20内で源材料を電子爆撃することにより蒸発させる。 50

【 0 0 1 8 】

蒸発室は他の材料源 2 1、例えばプラズマ源もしくはガス注入器を含んでおり、その生成物は主軸 1 8 を有する源材料と反応する。主軸 1 8 は主蒸発軸を形成している。プラズマ維持ガスもしくは注入器のガスは酸素 O_2 、窒素 N_2 、水素 H_2 などから選ばれる。好ましくは、試料 1 1 も温度制御されている、すなわち、その温度は試料 1 1 の表面に沈着させようとする元素によって変えられる。

【 0 0 1 9 】

本発明によれば、主軸 1 8 を有する材料源 1 7 は、壁 2 3 が室内に限定している空間 2 2 に置かれる。この壁 2 3 は全体的な、もしくは部分的な真空密を保障し、そして壁 2 3 が限定する空間 2 2 は第 2 ポンプ装置 2 4 により排気される。この壁 2 3 は金属（タンタリウム、モリブデン、ステンレス鋼など）からできている。プラズマ源もしくはガス注入器のような源 2 1 を含む第 1 の空間 2 5（これは第 1 のポンピング装置 1 3 により排気される）は、主軸 1 8 を有する材料源 1 7、例えば坩堝セルそして電子衝撃蒸発銃 2 0 を含む第 2 の空間 2 2 と区別できる。

【 0 0 2 0 】

壁 2 2 は開口 2 6 を有し、第 2 の空間 2 2 内に置かれた主軸 1 8 を有する材料源 1 7 の一つの主軸 1 8 に各開口 2 6 はその中心を合わせている。開口 2 6 に対応する材料源 1 7 が作動しているときこの材料源からの電子ビームは開口 2 6 を通って試料 1 1 へ向う。壁 2 3 が限定している第 2 の空間 2 2 に真空、すなわち 10^{-7} トル、好ましくは 10^{-9} トルを維持するため室 1 0 は各開口 2 6 を塞ぐ手段 2 7 を含んでいる。これらの手段 2 7 は個別に制御され、選択された材料源 1 7 の開口 2 6 を開ける。各開口 2 6 を塞ぐこれらの手段 2 7 は例えばトグルマスクもしくはリニアーマスクである。これらの手段 2 7 により材料源 1 7 は汚染から守られる。例えば、これらの汚染は第 1 の空間 2 5 に置かれた（ガス注入器、プラズマ源など）の源 2 1 の一つの作動から生じる。有利なことに沈着中第 1 の空間 2 5 で測定される部分圧 p_1 は第 2 のポンピング装置により排気される第 2 の空間 2 2 で測定される圧力 p_2 に影響を及ぼさない。換言すれば、成長時、開いた開口 2 6 を通るプラズマ形成元素の流量は第 2 のポンピング装置 2 4 の排気速度 S よりも小さく、それ故そのポンピング装置により排気される。しかしながら、例えその流量が排気速度よりも大きくても、差動ポンピング原理によって材料源 1 7 を保護することはできる。実際に、室の下方部分に入るプラズマ形成元素の量は、閉じられたマスク 2 7 によって壁 2 3 の開口 2 6 が一旦塞がれると第 2 のポンピング装置 2 4 により排気される。材料源 1 7 の近くにプラズマ形成元素がある時間はごく限られている。第 2 のポンピング装置 2 4 は低温ポンプ、ターボモルキュラーポンプのような少なくとも一つの 2 次ポンプを含んでいる。壁 2 3 が限定している第 2 の空間 2 2 も少なくとも一つの液体窒素循環貯蔵パネル 2 8 を含む。これらの付加的な凝縮面により分子ビーム内の、そして第 2 の室内の不純物は制限される。壁 2 3 が限定している第 2 の空間 2 2 内の圧力は、バヤードアルパート（BAYARD-ALPERT）タイプと称する圧力制御手段により測定される。

【 0 0 2 1 】

図 2 は本発明の実施例を示す。蒸発室の空間は第 1 の空間 2 5 と第 2 の空間 2 2 とに壁 2 3 により分けられている。壁 2 3 はキャビネット 1 0 の横壁 2 9 に固定されたモリブデンのプレートであって、全部の、もしくは部分の真空密を保障している。この場合壁 2 3 は壁 2 9 へ溶接され、もしくは取り付けられている。このプレート 2 3 は開口 2 6 を有し、その一つを図 2 で簡単に示している。蒸発室の下部で、プレート 2 3 が限定している第 2 の空間 2 2 に置かれた材料源 1 7 の主軸 1 8 に開口 2 6 の中心を合わせている。手段 2 7 により開口 2 6 を開閉する。これらの手段 2 7 は外部のトグル装置 3 0 によって作動されるトグルマスクを含んでいる。各マスク 2 7 は個別に制御されている。マスク 2 7 が閉じた状態にあると、マスクのブレード 3 1 は、考えている開口 2 6 の周りのプレート 2 3 の表面に平行であって、その表面とマスク 2 7 との間での完全な接触を保障している。この気密を補強している差動圧は第 1 の空間 2 5 と第 2 の空間 2 2 との間に、源 2 1 の一つ（第 1 の空間 2 5 に置かれたプラズマもしくはガス注入器）を作動させているとき存在す

10

20

30

40

50

る。

【 0 0 2 2 】

蒸発室の第1の空間25を排気するのは第1のポンピング装置13であって、これを形成しているポンピング・ウエル32は凝縮面を与える低温パネル15、室内に真空をつくり、層の成長中存在する元素を排気するため同時に作動する一つもしくは幾つかの二次低温ポンプ、真空をつくるのを確かなものとするチタン・サブリメータ14を含んでいる。プレート23が限定している第2の空間22はそれ自体ターボモレキュラー・ポンプ24により排気され、そして層の成長中そして選択された源のマスク27を開いているとき存在する種を排除する液体窒素循環貯蔵パネル28により排出される。

【 0 0 2 3 】

図3は、図2に対応する上述の実施例で説明したプレート23の上面図である。このプレート23は楕円形の開口26を含んでいる。この楕円形は材料源17の管形をプレート23に対してそれらの主軸18を傾けたことによってそうなったものである。二重線33は図2で表れるプレート2の中心のクランクを示している。

【 0 0 2 4 】

壁23が限定している第2の空間22に置かれた主軸18を有する材料源17と、第1の空間25に置かれたプラズマ源もしくはガス注入器のような源21とをこの蒸発室内で使って酸化層の成長、窒化物層の成長もしくは半導体の成長を得ている。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 2 5 】

【 図 1 】 先行技術の蒸発室の略図。

【 図 2 】 本発明の実施例による材料蒸発室の略図。

【 図 3 】 本発明の実施例による全体的な、もしくは部分的な真空密をつくる壁の上面図。

【 符号の説明 】

【 0 0 2 6 】

- | | | |
|----|-------------|----|
| 10 | 真空室 | |
| 11 | 試料 | |
| 12 | マニピュレータ | |
| 13 | 第1のポンピング装置 | |
| 14 | チタン昇華器 | 30 |
| 15 | 低温パネル | |
| 16 | 全低温パネル | |
| 17 | 材料源 | |
| 18 | 主軸 | |
| 19 | 一端 | |
| 20 | 蒸発銃 | |
| 21 | 材料源 | |
| 22 | 第2の空間 | |
| 23 | 壁 | |
| 24 | 第2のポンピング装置 | 40 |
| 25 | 第1の空間 | |
| 26 | 開口 | |
| 27 | 開口を塞ぐ手段 | |
| 28 | 液体窒素循環貯蔵パネル | |
| 29 | 横壁 | |
| 30 | トグル装置 | |
| 31 | ブレード | |
| 32 | ポンピングウエル | |
| 33 | クランク | |

10

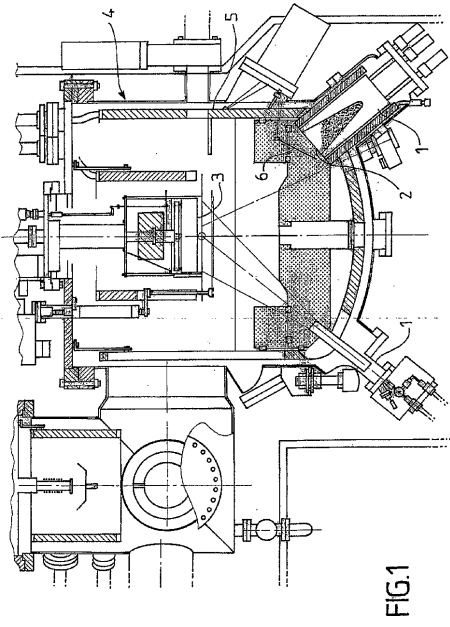
20

30

40

50

【 図 1 】



【 図 2 】

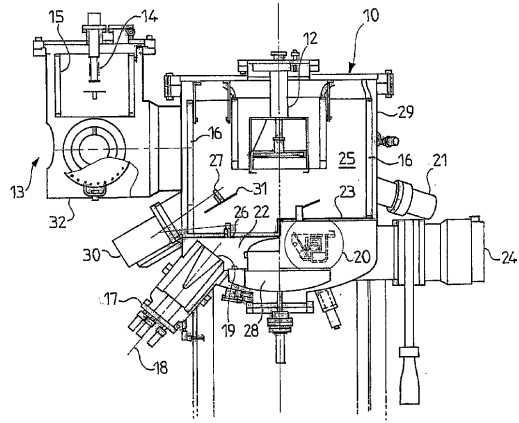


FIG. 2

【 図 3 】

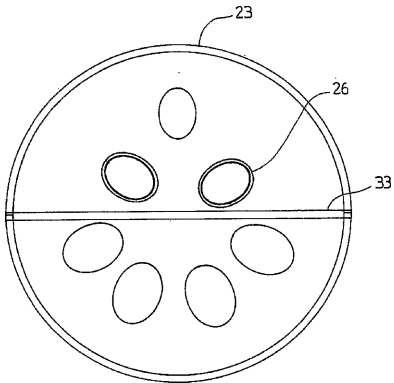


FIG. 3

フロントページの続き

- (72)発明者 ジャリー アラン
フランス国 エフ - 7 8 4 8 0 ヴェルヌイル スクール セーヌ リュ レオン ロベール 1
- (72)発明者 ニュット ピエール - アンドレ
フランス国 エフ - 7 5 0 1 7 パリ リュ デ ダーム 3 0
- (72)発明者 ロケ ジャン - ピエール
スイス セ アッシュー 3 0 0 0 ベルン アルマンストラス 7
- (72)発明者 フォンペラン ジャン
スイス セ アッシュー 8 8 2 0 ヴァエダンヴィル アン アンテラン ボンガルタン 2 9
- (72)発明者 シエワール アン
スイス セ アッシュー 8 0 4 7 ズリック アン ドゥ エ 3 9

審査官 伊藤 光貴

- (56)参考文献 特開平08 - 0 6 7 9 6 8 (J P , A)
特開昭62 - 2 3 5 4 6 4 (J P , A)
特開昭57 - 1 5 5 3 7 6 (J P , A)
特開平10 - 1 9 5 6 4 1 (J P , A)
特開平02 - 1 0 6 8 2 2 (J P , A)
実開昭57 - 1 6 2 3 7 1 (J P , U)
特開昭62 - 0 6 5 7 3 2 (J P , A)
特開平05 - 3 3 1 6 2 6 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B名)

C23C 14/00-14/58
H05B 1/00