

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6448279号
(P6448279)

(45) 発行日 平成31年1月9日 (2019.1.9)

(24) 登録日 平成30年12月14日 (2018.12.14)

(51) Int.Cl.	F I
C 2 3 C 14/24 (2006.01)	C 2 3 C 14/24 U
C 2 3 C 14/12 (2006.01)	C 2 3 C 14/12
H O 1 L 51/50 (2006.01)	C 2 3 C 14/24 N
H O 5 B 33/10 (2006.01)	H O 5 B 33/14 A
	H O 5 B 33/10

請求項の数 6 (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2014-200860 (P2014-200860)
 (22) 出願日 平成26年9月30日 (2014.9.30)
 (65) 公開番号 特開2016-69694 (P2016-69694A)
 (43) 公開日 平成28年5月9日 (2016.5.9)
 審査請求日 平成29年9月28日 (2017.9.28)

(73) 特許権者 591065413
 キヤノントッキ株式会社
 新潟県見附市新幸町 1 〇 番 1 号
 (74) 代理人 100091373
 弁理士 吉井 剛
 (74) 代理人 100097065
 弁理士 吉井 雅栄
 (72) 発明者 田村 博之
 新潟県見附市新幸町 1 〇 番 1 号 キヤノン
 トッキ株式会社内

審査官 今井 淳一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 真空蒸着装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

真空槽内で少なくとも 2 つ以上の蒸発源から蒸発させた蒸着材料である有機材料を基板表面に堆積させて薄膜を形成する真空蒸着装置において、前記各蒸発源を制御して前記基板表面の膜厚若しくは蒸着速度を制御する為の水晶発振式膜厚計を前記真空槽内に少なくとも 2 つ以上備え、前記水晶発振式膜厚計は複数の水晶振動子を備えており、前記一の蒸発源の膜厚モニタリング位置に配置される前記一の水晶発振式膜厚計は、予め残余のうちの他の蒸発源から蒸発させた前記一の蒸発源から蒸発させる有機材料 A とは異なる有機材料 B を、前記他の蒸発源の膜厚モニタリング位置において一定膜厚形成したら次の水晶振動子に交換することで前記他の蒸発源の膜厚モニタリング位置に配置された前記水晶発振式膜厚計に備える前記複数の水晶振動子上に蒸着して、この残余のうちの他の蒸発源での前記基板への蒸着工程における膜厚モニタリングと同時に一定膜厚の前記有機材料 B 下地膜を夫々に形成した前記複数の有機材料 B 下地膜付の水晶振動子を備えた構成とし、この有機材料 B 下地膜付の水晶振動子を備えた前記一の水晶発振式膜厚計により、前記一の蒸発源での前記基板への蒸着工程における膜厚モニタリングを行う構成としたことを特徴とする真空蒸着装置。

【請求項 2】

前記真空槽は、複数の有機蒸着室から構成され、各有機蒸着室には前記各蒸発源と前記水晶発振式膜厚計が配設され、この一の有機蒸着室に配設する前記水晶発振式膜厚計の前記複数の水晶振動子は、予め残余のうちの他の有機蒸着室の前記蒸発源から蒸発させた前

10

20

記有機材料 B を、一定膜厚形成したら次の水晶振動子に交換することでこの複数の水晶振動子上に夫々前記有機材料 B 下地膜を形成し、この有機材料 B 下地膜付の水晶振動子を備えた水晶発振式膜厚計により、前記一の有機蒸着室の前記蒸発源での蒸着工程における膜厚モニタリングを行う構成としたことを特徴とする請求項 1 記載の真空蒸着装置。

【請求項 3】

前記各水晶振動子上に形成する前記有機材料 B 下地膜は、少なくとも 2 μm 以上の膜厚としたことを特徴とする請求項 1, 2 のいずれか 1 項に記載の真空蒸着装置。

【請求項 4】

前記水晶振動子の表面と裏面に形成される電極膜は、A 1 若しくは A 1 を主成分とする複数の金属から形成したことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の真空蒸着装置。

10

【請求項 5】

前記水晶発振式膜厚計を移動する移動機構を備え、前記残余のうちの他の蒸発源から蒸発された前記有機材料 B を、膜厚若しくは蒸着速度を制御しながら、前記各水晶振動子上に蒸着して前記有機材料 B 下地膜を形成し、この残余のうちの他の蒸発源による蒸着工程終了後に、この水晶発振式膜厚計を前記移動機構により移動して、前記一の蒸発源から蒸発された前記有機材料 A が前記有機材料 B 下地膜付水晶振動子上に形成されることで、この一の蒸発源を制御して前記基板表面の膜厚若しくは蒸着速度を制御しこの一の蒸発源での蒸着工程における膜厚モニタリングを行うように構成したことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の真空蒸着装置。

20

【請求項 6】

前記有機材料 A 及び有機材料 B は、有機 EL デバイスを製造するための有機材料であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の真空蒸着装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、減圧雰囲気を保持する真空槽内で基板に薄膜を形成させる真空蒸着装置であって、膜厚若しくは蒸着速度（膜厚レート）を制御するための水晶発振式膜厚計を備えた真空蒸着装置に関するものである。

【背景技術】

30

【0002】

真空蒸着法により基板に薄膜を形成させる真空蒸着装置において、膜厚及び蒸着速度（膜厚レート）を制御するために膜厚計が用いられている。この膜厚計には測定方式により様々な種類のものがあるが、水晶振動子法が広く用いられている。

【0003】

水晶振動子法を用いた水晶発振式膜厚計は、水晶振動子の表面に蒸着物質が付着すると共振振動がその質量変化によって変化することを利用したもので、例えば、この共振振動（発振周波数）の変化を測定することで膜厚や膜厚レートを計測し、これを蒸発源の加熱制御装置にフィードバックして、基板への蒸着薄膜の膜厚レートを一定に制御し膜厚を管理するものである。

40

【0004】

また、このような水晶振動式膜厚計による膜厚測定（膜厚モニタリング）に際して、水晶振動子の電極膜上に薄膜が厚く蒸着されると、共振振動が不安定になったり、水晶振動子の等価直列抵抗（クリスタルインピーダンス）が上昇し、水晶振動子を流れる電流が低下して、共振振動が測定できなくなるといった現象が発生する。そのため、このように厚く蒸着されて共振振動が測定できなくなると、水晶振動子の寿命であると判断し、水晶振動子を新しい水晶振動子に交換している。

【0005】

具体的には、例えばこの水晶振動子の交換を真空槽内で連続して行えるように、複数の水晶振動子を保持する水晶ホルダを回転して、切換え使用している。

50

【 0 0 0 6 】

従来、この水晶振動子の寿命を長くするためには、特許文献 1（特開 2 0 0 0 - 1 0 1 3 8 7 号公報）によれば、薄膜が厚く蒸着されてもこの膜の割れや剥離が発生しにくいようにするために、水晶振動子の成膜面の電極膜上に軟質金属膜を予め形成することで、膜の内部応力を緩和して膜の剥離や割れを防止している。

【 0 0 0 7 】

また、特許文献 2（特開 2 0 1 4 - 7 0 2 3 8 号公報）によれば、真空チャンバ内に少なくとも 2 つ以上の蒸発源とそれに対応する膜厚センサを有し、一方の蒸発源から水晶振動子表面に付着しにくい材料が蒸発しこれをモニタリングする膜厚センサに、予め他方の蒸発源から蒸発する材料を導入するように構成することで、付着しにくい材料を蒸着する前に密着性のよい材料で水晶振動子表面に下地膜を形成しておき、付着しにくい材料でも正確な蒸発レートを検出できるようにしている。

10

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 8 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 0 - 1 0 1 3 8 7 号公報

【 特許文献 2 】 特開 2 0 1 4 - 7 0 2 3 8 号公報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 9 】

20

しかしながら、特許文献 1 により知られた水晶振動子上に予め金属膜を形成する方法は、成膜材料の剥離を防ぎ、共振振動の不安定性を解消し、水晶振動子の寿命を長くする方法ではあるが、水晶振動子上に形成された膜が剥離せずとも、水晶振動子の等価直列抵抗が上昇し、水晶振動子を流れる電流が低下することで、共振振動が測定できなくなる場合があるために、水晶振動子の寿命を長くすることはできない。

【 0 0 1 0 】

また、特許文献 2 により知られた一方の蒸発源に設けた付着しにくい材料の膜厚センサに、他方の蒸発源から蒸発する材料を導入して下地膜を予め形成する方法は、前記一方の蒸発源に対して適切な位置に配置された膜厚センサに、プレコート用導入管を通して他方の蒸発源の材料を導入するので、十分な蒸着レートが確保できず、かつこの膜厚センサ（水晶振動子表面）に予め形成する下地膜はムラになりやすい。更に、この他方の蒸発源からの付着し易い材料の導入はその膜厚をモニタリングしていないので、正確な膜厚の下地膜を形成することもできない。

30

【 0 0 1 1 】

即ち、たとえ蒸着膜の剥離や割れが防止できたとしても、蒸着材料として比重が小さい有機材料を蒸着する場合は、この有機材料が電極上に成膜されていきその蒸着膜の膜厚が大きくなるほど水晶振動子の厚みすべり振動に追従できなくなるため、振動自体は維持されても蒸着膜の膜厚が厚くなるほど等価直列抵抗が上昇するため、発振周波数が測定できなくなるといった問題は十分に解決することができない。特に下地膜が金属膜では、有機材料との膜界面により等価直列抵抗が上昇することを抑制できず、水晶発振式膜厚計の寿命はやはり短く、長くすることはできない。

40

【 0 0 1 2 】

また、特に有機 E L デバイスを製造するための蒸着材料は、比重が小さい有機材料であり、水晶振動子表面の電極膜（例えば A u や A g ）との密着性が悪く、水晶振動子の厚みすべり振動に追従できず、金属下地膜を設けていても、いわばこの有機材料が電極膜上にただ載置されている状態となるため、蒸着膜の膜厚が増すと等価直列抵抗値が上昇するために、水晶振動子の寿命は短い。

【 0 0 1 3 】

また、膜厚モニタリングしていない有機材料を水晶振動子表面に導入管を通して導入する方法では、十分な量の膜厚が均一に形成された下地膜付水晶振動子を複数個形成するこ

50

とができず、量産稼働装置の運用に対応することができない。

【0014】

本発明は、上記問題点を見出しこれを解決したもので、水晶発振式膜厚計により膜厚や蒸着速度を制御しながら、この膜厚モニタリングによってこの水晶発振式膜厚計の複数の水晶振動子表面にこの（残余のうちの他の）蒸発源から蒸発させた有機材料を蒸着して所定膜厚の有機材料下地膜を予め形成し、この十分な量の膜厚が均一に形成された所定膜厚の下地膜付水晶振動子を複数備えた水晶発振式膜厚計を用いて、（一の）蒸発源から蒸発された有機材料をその膜厚や蒸着速度を制御しながら蒸着することで、水晶振動子の等価直列抵抗の上昇を抑制して、長寿命化が図れ、また前述のように前記有機材料下地膜を均一にして一定膜厚に形成でき、しかも蒸着工程とは別の成膜工程を要せずに効率良く予め形成できる画期的な真空蒸着装置を提供することを目的としている。

10

【課題を解決するための手段】

【0015】

添付図面を参照して本発明の要旨を説明する。

【0016】

真空槽1内で少なくとも2つ以上の蒸発源2から蒸発させた蒸着材料である有機材料を基板3表面に堆積させて薄膜を形成する真空蒸着装置において、前記各蒸発源2を制御して前記基板3表面の膜厚若しくは蒸着速度を制御する為の水晶発振式膜厚計Mを前記真空槽1内に少なくとも2つ以上備え、前記水晶発振式膜厚計Mは複数の水晶振動子4を備えており、前記一の蒸発源2の膜厚モニタリング位置に配置される前記一の水晶発振式膜厚計Mは、予め残余のうちの他の蒸発源2から蒸発させた前記一の蒸発源2から蒸発させる有機材料Aとは異なる有機材料Bを、前記他の蒸発源2の膜厚モニタリング位置において一定膜厚形成したら次の水晶振動子4に交換することで前記他の蒸発源2の膜厚モニタリング位置に配置された前記水晶発振式膜厚計Mに備える前記複数の水晶振動子4上に蒸着して、この残余のうちの他の蒸発源2での前記基板3への蒸着工程における膜厚モニタリングと同時に一定膜厚の前記有機材料B下地膜を夫々に形成した前記複数の有機材料B下地膜6付の水晶振動子4を備えた構成とし、この有機材料B下地膜6付の水晶振動子4を備えた前記一の水晶発振式膜厚計により、前記一の蒸発源2での前記基板3への蒸着工程における膜厚モニタリングを行う構成としたことを特徴とする真空蒸着装置に係るものである。

20

30

【0017】

また、前記真空槽1は、複数の有機蒸着室12から構成され、各有機蒸着室12には前記各蒸発源2と前記水晶発振式膜厚計Mが配設され、この一の有機蒸着室12に配設する前記水晶発振式膜厚計Mの前記複数の水晶振動子4は、予め残余のうちの他の有機蒸着室12の前記蒸発源2から蒸発させた前記有機材料Bを、一定膜厚形成したら次の水晶振動子4に交換することでこの複数の水晶振動子4上に夫々前記有機材料B下地膜6を形成し、この有機材料B下地膜6付の水晶振動子4を備えた水晶発振式膜厚計Mにより、前記一の有機蒸着室12の前記蒸発源2での蒸着工程における膜厚モニタリングを行う構成としたことを特徴とする請求項1記載の真空蒸着装置に係るものである。

【0018】

40

また、前記各水晶振動子4上に形成する前記有機材料B下地膜6は、少なくとも2 μ m以上の膜厚としたことを特徴とする請求項1, 2のいずれか1項に記載の真空蒸着装置に係るものである。

【0019】

また、前記水晶振動子4の表面と裏面に形成される電極膜5は、A1若しくはA1を主成分とする複数の金属から形成したことを特徴とする請求項1～3のいずれか1項に記載の真空蒸着装置に係るものである。

【0020】

また、前記水晶発振式膜厚計Mを移動する移動機構13を備え、前記残余のうちの他の蒸発源2から蒸発された前記有機材料Bを、膜厚若しくは蒸着速度を制御しながら、前記各

50

水晶振動子 4 上に蒸着して前記有機材料 B 下地膜 6 を形成し、この残余のうちの他の蒸発源 2 による蒸着工程終了後に、この水晶発振式膜厚計 M を前記移動機構 13 により移動して、前記一の蒸発源 2 から蒸発された前記有機材料 A が前記有機材料 B 下地膜 6 付水晶振動子 4 上に形成されることで、この一の蒸発源 2 を制御して前記基板 3 表面の膜厚若しくは蒸着速度を制御しこの一の蒸発源 2 での蒸着工程における膜厚モニタリングを行うように構成したことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の真空蒸着装置に係るものである。

【 0 0 2 1 】

また、前記有機材料 A 及び有機材料 B は、有機 E L デバイスを製造するための有機材料であることを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の真空蒸着装置に係るものである。

10

【発明の効果】

【 0 0 2 2 】

本発明は上述のように構成したから、水晶発振式膜厚計により膜厚や蒸着速度を制御しながら、この膜厚モニタリングによってこの水晶発振式膜厚計の複数の水晶振動子表面にこの（残余のうちの他の）蒸発源から蒸発させた有機材料を蒸着して所定膜厚の有機材料下地膜を予め形成し、この十分な量の膜厚が均一に形成された所定膜厚の下地膜付水晶振動子を複数備えた水晶発振式膜厚計を用いて、（一の）蒸発源から蒸発された有機材料をその膜厚や蒸着速度を制御しながら蒸着することで、水晶振動子の等価直列抵抗の上昇を抑制して、長寿命化が図れ、また前述のように前記有機材料下地膜を均一にして一定膜厚に形成でき、しかも蒸着工程とは別の成膜工程を要せずに効率良く予め形成できる画期的な真空蒸着装置となる。

20

【 0 0 2 3 】

言い換えると、水晶発振式膜厚計で基板の膜厚と同様に膜厚を管理しながら（膜厚モニタリングしながら）、この（残余のうちの他の）蒸発源から蒸発された有機材料を、この水晶発振式膜厚計の複数の水晶振動子表面に予め蒸着形成するため、蒸着工程とは別に下地膜形成工程（下地膜形成のための新たな蒸着工程）を設けることなく、常に均一な所定膜厚（一定膜厚）の異なる有機材料による有機材料下地膜を形成することができ、これにより水晶振動子の等価直列抵抗の上昇を抑制し、長寿命化を図れる水晶発振式膜厚計を備えた優れた真空蒸着装置となる。

30

【 0 0 2 4 】

即ち、水晶振動子の電極膜上に、予め残余のうちの他の蒸着工程での膜厚及び蒸着速度制御によりその有機材料が一定膜厚に管理されてその基板と共に蒸着されて一定膜厚の有機材料下地膜が形成されるため、電極膜に直接蒸着材料（有機材料）を蒸着する場合に比して、電極膜と前記有機材料下地膜との密着性は良く、またこの有機材料下地膜と蒸着材料（有機材料）との密着性も良く、またこの蒸着材料との相性も金属膜を下地膜とする場合よりも良好なため膜界面が金属膜に比べて曖昧となり、蒸着材料による蒸着膜の膜厚が増しても、水晶振動子の等価直列抵抗の上昇は抑制される為、寿命を長くすることができ、長時間のモニタリングが可能になり、かつこの有機材料下地膜形成工程も、必要な蒸着工程とは別に設ける必要がないため、生産性にも極めて優れた真空蒸着装置となる。

40

【 0 0 2 5 】

更に説明すると、水晶振動子の電極膜上に予め前記有機材料下地膜を形成することで、電極膜と蒸着材料の密着性が悪く、蒸着膜が水晶振動子の共振振動に追従できず、水晶振動子からみると異物付着状態であるため、振動するためのエネルギー損失があり水晶振動子の等価直列抵抗が上昇してしまうような蒸着材料を蒸着する場合でも、これを蒸着する際の水晶振動子の等価直列抵抗の上昇が抑制されるため、寿命を長くすることができ、長時間のモニタリングが可能になる水晶発振式膜厚計を備えた真空蒸着装置となる。

【 0 0 2 6 】

更に、真空槽内の複数の蒸発源のうち、一の蒸発源から蒸発された有機材料の膜厚若しくは蒸着速度を制御する為の水晶発振式膜厚計の水晶振動子は、予め残余のうちの他の蒸

50

発源での蒸着工程においてこの蒸発源から蒸発された異なる有機材料を、共振周波数の減少下限値まで堆積させず、一定膜厚形成したら複数個備えてある別の水晶振動子へ切換えて膜厚モニタリングを行うようにすることで、即ち、膜厚モニタリングしながら、この膜厚モニタリングしている水晶振動子を順次切り換えて各水晶振動子に順次所定膜厚の有機材料下地膜を形成していくことで、膜厚モニタリングしながら、正確に一定の膜厚に蒸着された有機材料下地膜付の水晶振動子が複数個形成され、これを前記一の蒸発源用の水晶発振式膜厚計として使用する（一の蒸発源用の水晶発振式膜厚計の水晶振動子に使用する）ことで、等価直列抵抗の上昇を抑制し、かつ有機材料下地膜形成工程も必要としない優れた真空蒸着装置となる。

【0027】

10

言い換えると、前述のように膜厚モニタリングと、これとは別の（次の）膜厚モニタリングに際しての下地膜の形成とを同時に行うため（両立できるため）、一層効率良く一定膜厚の有機材料下地膜付水晶振動子を複数個備えることができるから、極めて実用性に優れた真空蒸着装置となる。

【0028】

また、請求項2記載の発明においては、複数の有機蒸着室を有することで、実用性に優れた真空蒸着装置となる。

【0029】

また、請求項3記載の発明においては、有機材料下地膜を少なくとも2 μm 以上形成することで、水晶振動子の等価直列抵抗の上昇を一層抑制できる真空蒸着装置となる。

20

【0030】

また、請求項4記載の発明においては、蒸着材料との密着性が更に向上し、蒸着膜が水晶振動子の共振振動に追従できずに水晶振動子の等価直列抵抗が上昇して、水晶振動子を通れる電流が低下し、いずれは共振振動を測定できなくなることを抑制できる一層優れた真空蒸着装置となる。

【0031】

また、請求項5記載の発明においては、水晶発振式膜厚計が移動する移動機構を有することで、自動的に移動させることができ、また例えば真空槽の同一蒸着室に設けることで、有機材料の蒸発を停止することなく、有機材料下地膜が形成された水晶振動子を有する水晶発振式膜厚計をこの同一蒸着室の他の蒸発源からの膜厚制御用モニタとして使用することができる。

30

【0032】

また、請求項6記載の発明においては、有機ELデバイスの製造に適し、一層有用な水晶発振式膜厚計となる。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】本実施例に係る水晶発振式膜厚計を用いた真空蒸着装置の概略構成図である。

【図2】本実施例に係る水晶発振式膜厚計の一部である水晶ホルダの説明図である。

【図3】本実施例に係る水晶発振式膜厚計の一部であるカバーの説明図である。

【図4】有機ELデバイス製造装置のクラスター方式での一例を示す概略構成説明図である。

40

【図5】本実施例の水晶振動子の概略構成説明図である。

【図6】本実施例の有機材料蒸着による有機材料下地膜の膜厚に対する等価直列抵抗値安定時間比を表したグラフである。

【図7】本実施例の真空蒸着装置における水晶発振式膜厚計の移動機構を示した概略構成説明平面図である。

【図8】本実施例の真空蒸着装置における水晶発振式膜厚計の移動機構を示した概略構成側面図である。

【発明を実施するための形態】

【0034】

50

好適と考える本発明の実施形態を、図面に基づいて本発明の作用を示して簡単に説明する。

【 0 0 3 5 】

本発明の真空蒸着装置は、真空槽 1 内に少なくとも 2 つ以上の蒸発源 2 を有し、蒸発源 2 には各々の膜厚及び蒸着速度を制御する為の水晶発振式膜厚計 M を配設する構成とし、この水晶発振式膜厚計 M には複数の水晶振動子 4 が備えられており、少なくともこの一の水晶発振式膜厚計 M に備える複数の水晶振動子 4 は、予め残余のうちの他の蒸発源 2 から蒸発された有機材料を一定膜厚形成したら次の水晶振動子 4 に交換することで、この残余のうちの他の蒸発源 2 の膜厚及び蒸着速度を制御しながら複数の水晶振動子 4 上にその有機材料を蒸着して有機材料下地膜 6 を形成し、これを前記一の蒸発源 2 の膜厚及び蒸着速度を制御する為の水晶発振式膜厚計 M に用いる若しくはこの有機材料下地膜 6 付の水晶振動子 4 を備えた水晶発振式膜厚計 M を用いるように構成したことで、水晶振動子 4 の電極膜 5 に直接蒸着材料が蒸着される場合と比較して、電極膜 5 と有機材料下地膜 6 との密着性が良く、またこの有機材料下地膜 6 と前記蒸着材料との密着性も良く、またこの蒸着材料との相性も金属膜を下地膜とする場合よりも良好なため膜界面が金属膜に比べて曖昧となり、蒸着材料による蒸着膜の膜厚が増しても、水晶振動子 4 の等価直列抵抗の上昇は抑制され、寿命を長くすることができ、長時間のモニタリングが、蒸着工程以外の有機材料下地膜形成工程を設けることなく可能になる。

10

【 0 0 3 6 】

例えば、有機 E L デバイスを製造するための比重が小さい有機材料を蒸着する場合でも、水晶振動子 4 表面の電極膜 5（例えば、A u や A g）との密着性が良好となり、水晶振動子 4 の厚みすべり振動に対する追従性が向上し、水晶振動子 4 の等価直列抵抗の上昇が抑制され、寿命を長くすることができ、長時間のモニタリングが可能となる。

20

【 0 0 3 7 】

従って、電極膜 5 上に有機材料下地膜 6 を形成するための有機材料は、例えば水晶振動子 4 の等価直列抵抗の上昇を抑制すべき有機材料と同一の真空槽 1 内で共蒸着をおこなっている蒸発源 2 から蒸発されるもの若しくは真空蒸着装置において複数ある有機蒸着室 12 の他の有機蒸着室 12 のうち、単独で蒸着した際に水晶振動子 4 の等価直列抵抗が上昇しにくいものを選択し、その蒸着工程により蒸着してこの有機材料下地膜 6 を形成する。例えば、水晶振動子 4 の等価直列抵抗が上昇しやすい有機材料よりも電極との密着性が良好で、水晶振動子 4 の厚みすべり振動の追従性が高くなり、また前記有機材料との相性も金属膜を下地膜とする場合よりも良好とすることで、膜界面も曖昧になって、蒸着膜が厚みを増していても等価直列抵抗の上昇を抑制でき、発振周波数が安定して正確に測定できるようになり、寿命を長くすることができるものを真空蒸着装置における複数ある有機蒸着室 12 で蒸発させている有機材料の中から選択し、少なくとも一つ以上の炭素原子を含む有機物から構成される有機材料としている。

30

【 0 0 3 8 】

また、単に、下地膜は有機材料でなく金属材料による金属膜とすれば、電極膜 5 との密着性は高まっても蒸着材料との膜界面が発生するため、等価直列抵抗が上昇し寿命は短い。

40

【 0 0 3 9 】

更に、水晶振動子 4 の電極膜 5 上に予め有機材料が蒸着された水晶振動子 4 を用いる場合は、有機材料下地膜 6 が形成されてから実際に蒸着されるまでの間に、大気中の水分などの影響で有機材料が劣化してしまい、下地膜としても機能を失ってしまう恐れがある。

【 0 0 4 0 】

例えば、真空蒸着装置において、（残余のうちの他の）蒸発源 2 から蒸発された有機材料の膜厚モニタリングに用いた水晶振動子 4 を有機材料下地膜 6 付の水晶振動子 4 として、別の（一の）蒸発源 2 から蒸発される有機材料に直ちに用いる構成とすることで、下地膜である有機材料の劣化を最小限に抑制できる。

【 0 0 4 1 】

50

更に、有機ELデバイスを製造する真空蒸着装置は、複数の有機蒸着室12を有しており、同一の有機蒸着室12で共蒸着している有機材料を下地膜として用いずとも、複数ある蒸発源2から蒸発される有機材料の中から蒸着レートや薄膜特性を鑑み、下地膜として最適な有機材料を選択することができる。

【0042】

また、有機材料下地膜6の膜厚は少なくとも2 μ m以上とすることで、水晶振動子4の等価直列抵抗の上昇を一層抑制することができる。

【0043】

更に、水晶振動子4の表面と裏面に形成される電極膜5は、Al若しくはAlを主成分とする複数の金属を用いることで、AuやAgなどの反応性の低い金属で電極膜5を形成する場合と比較して、蒸着材料との密着性が更によりくなり、蒸着膜が水晶振動子4の共振振動に追従できずに水晶振動子4の等価直列抵抗が上昇して、水晶振動子4を流れる電流が低下し、いずれは共振振動を測定できなくなることを抑制できる。

【0044】

また、水晶発振式膜厚計Mは、例えば有機蒸着室12において蒸発源2の数より多くあり、かつ全体が移動する移動機構13を有する構成とすれば、一の蒸発源2から蒸発された有機材料の膜厚をモニタリングしながら有機材料下地膜6を形成した後に移動して、他の蒸発源2から蒸発された有機材料の膜厚をモニタリングするように構成することで、有機材料の蒸発をやめることなく長時間の使用が可能となる。

【実施例】

【0045】

本発明の具体的な実施例について図面に基づいて説明する。

【0046】

本実施例は、真空槽1内で蒸発源2から蒸発させた有機材料を基板表面に堆積させて薄膜を形成する際の膜厚制御用の水晶発振式膜厚計Mを備えた真空蒸着装置に本発明を適用したものである。

【0047】

本実施例は、真空槽1内に少なくとも2つ以上の蒸発源2を有し、この各蒸発源2による各蒸着工程における膜厚モニタリングのための水晶発振式膜厚計Mをこの各蒸発源2毎に備え、この各水晶発振式膜厚計Mには複数の水晶振動子4を備えた構成としている。

【0048】

このうち、等価直列抵抗が上昇してしまう蒸着材料(有機材料A)を蒸着させる蒸発源2の水晶発振式膜厚計M(一の蒸発源2の一の水晶発振式膜厚計M)には、予め別の(残余のうちの他の)蒸発源2から蒸発させる蒸着材料(有機材料B)を下地膜として形成した有機材料下地膜(有機材料B下地膜)6付の水晶振動子4を用いる。

【0049】

本実施例のこの有機材料下地膜6付の水晶振動子4の作製は、前記別の(残余のうちの他の)蒸発源2での蒸着工程における水晶発振式膜厚計Mの複数の水晶振動子4に、この蒸着工程での膜厚モニタリングと同時に所定膜厚の均一な有機材料下地膜6を形成し、本実施例では、この水晶発振式膜厚計Mの有機材料下地膜6付水晶振動子4をこの水晶発振式膜厚計Mから取り外して、前記一の蒸発源2の前記一の水晶発振式膜厚計Mに備える構成としている。

【0050】

即ち、本実施例では、各蒸着工程毎(各蒸発源2毎)に水晶発振式膜厚計Mを備えており、この水晶発振式膜厚計Mは移動せずに、別の蒸着工程で膜厚モニタリングしながら有機材料下地膜6を形成した後に、この水晶振動子4を取り替え(移動装着)する構成としている。

【0051】

これに対して、膜厚モニタリングと同時に有機材料下地膜6付水晶振動子4に形成された水晶発振式膜厚計Mを、この蒸着工程後にこの水晶発振式膜厚計M毎移動したり、後述

10

20

30

40

50

する実施例のように配線を接続し直すことなく、一方の水晶発振式膜厚計Mを退避移動させつつ前記他方の有機材料下地膜6付水晶振動子4に形成された水晶発振式膜厚計Mがこれに変わるように複数の水晶発振式膜厚計M每一斉に移動する構成としても良い。

【0052】

いずれにしても本発明は、残余のうちの他の蒸発源2での蒸着工程で膜厚モニタリングと同時に一定膜厚の有機材料下地膜6を形成することで、特別な下地膜形成工程を要せずに一定膜厚の有機材料下地膜6付水晶振動子4を効率良く複数形成でき、このようにして残余のうちの他の蒸着工程で形成した一定膜厚の有機材料下地膜6付水晶振動子4を、一の(別の)蒸着工程、即ち等価直列抵抗が上昇する蒸着材料を蒸着する蒸着工程での水晶発振式膜厚計Mに備える水晶振動子4として備え、この有機材料下地膜6付水晶振動子4を備えた水晶発振式膜厚計Mを用いることで、前述のような優れた効果を発揮する真空蒸着装置となるものである。

10

【0053】

図1は、その具体的な本実施例の水晶発振式膜厚計Mを用いた大型基板に長時間連続使用できる真空蒸着装置における概略構成を示しているが、この実施例では、真空槽1の内部には2つのリニア蒸発源2と、各々の蒸発源2から気化して射出された蒸着材料が基板表面へ到達して薄膜を形成する飛散過程を妨げない位置に、膜厚制御用モニタとして2つの水晶発振式膜厚計Mが設置されている。

【0054】

本実施例の水晶発振式膜厚計Mは、発信器7により一定の周波数で振動している水晶振動子4表面(電極膜5)に蒸発源2から射出された蒸着材料が堆積することで堆積量に応じて共振周波数が変化し、その共振周波数変化量から蒸着速度と膜厚を膜厚表示部11で算出し、その値を加熱制御部8へフィードバックすることで、蒸発源2のヒータパワーを制御して蒸着速度が一定になるようにしている。

20

【0055】

更に、蒸発源2から射出された蒸着材料が水晶振動子4表面に付着する量を抑制し、一つの水晶振動子4を長時間使用できるように、開口部と非開口部を有する遮蔽部材であるチョッパ(図示していない)が一定速度で回転するように配設してある。

【0056】

この実施例での膜厚制御用モニタとしての水晶発振式膜厚計Mは、図2に示す複数の水晶振動子4を格納できる水晶ホルダ14と、図3に示す水晶振動子4の一つの位置に開口部10を設けたカバー15が水晶ホルダ14の蒸発源2側に備えており、水晶ホルダ14が回転することでカバー15に設けられた開口部10の位置に配設される水晶振動子4を切換えて使用することができ、長時間にわたり連続して蒸着速度の監視が可能になる。

30

【0057】

また、図4は有機ELデバイスを製造する複数の有機蒸着室12を備えた真空蒸着装置の構成を示している。仕込み室、前処理室、有機蒸着室、マスクストック室、搬送室、受渡し室、金属蒸着室、排出室から構成され、有機ELデバイスは複数の有機層を積層させて製作するため、真空蒸着装置は各層毎に複数の有機蒸着室12を備えており、その中で使用されている蒸発源2から蒸発される有機材料の中から蒸着レートや薄膜特性を鑑み、有機材料下地膜6として最適な有機材料を選択すれば、水晶発振式膜厚計Mは、水晶振動子4を一定膜厚で切り替えて運用することで、膜厚モニタとしての使用と下地膜の形成とを両立させることができる。

40

【0058】

この有機材料下地膜6として選択される有機材料Bは、前述したように単独で蒸着した際に水晶振動子4の等価直列抵抗が上昇しにくいものである。具体的には、蒸着材料とする有機材料Aよりも電極膜5との密着性が良好で、水晶振動子4の厚みすべり振動への追従性が高くなり、また前記有機材料Aとの相性も金属膜を下地膜とする場合よりも良好とすることで、膜界面も曖昧になって、蒸着膜が厚みを増していても等価直列抵抗の上昇を抑制でき、発振振動数が安定して正確に測定できるようになり、寿命が長くすることが

50

できるものを選択する。そのため、有機材料下地膜 6 を形成する有機材料 B は、前述のように前記蒸着材料 A (有機材料 A) とは異なる少なくとも一つ以上の炭素原子を含む有機物から構成される有機材料としている。

【0059】

また、単に、下地膜は有機材料ではなく金属材料による金属膜とすれば、電極膜 5 との密着性は高まっても蒸着材料 A (有機材料 A) との界面が発生するため、等価直列抵抗が上昇し寿命は短い。

【0060】

即ち、有機材料下地膜 6 を形成する有機材料 B は、その上に蒸着する蒸着材料 A (有機材料 A) と相性が良い有機材料とし、且つこの有機材料 A よりも電極膜 5 との密着性の高い有機材料 B を、真空蒸着装置において膜厚をモニタリングしている有機材料の中から選択する。

10

【0061】

また、水晶振動子 4 の表面と裏面に形成される電極は、Al を主成分とする合金を用いることで、Au や Ag などの反応性の低い金属で電極膜 5 を形成する場合と比較して、蒸着材料との密着性が一層良くなり、水晶振動子 4 の等価直列抵抗の上昇を抑制できるようにしている。

【0062】

図 5 は、本実施例の水晶振動子 4 の概略構成であるが、前述のように水晶の表裏面に Al 若しくは Al を主成分とする合金からなる電極膜 5 を形成した構成としている。

20

【0063】

Al は酸化しやすく、電極膜 5 表面は酸素で覆われた酸化膜が形成されており、反応性が高い酸素分子が蒸着される有機材料の有機分子と電極膜 5 との密着性を向上させ、蒸着膜が水晶振動子 4 の共振振動に追従できるようにしている。

【0064】

図 6 は、水晶振動子 4 の電極膜 5 上に、予め蒸着する予備膜として有機材料を蒸着して有機材料下地膜 6 を形成し、この有機材料下地膜 6 上に蒸着工程で用いる有機材料を蒸着する場合に、等価直列抵抗が上昇せず安定している時間を表したグラフである。

【0065】

有機材料下地膜 6 の膜厚 $0.16 \mu\text{m}$ の時の等価直列抵抗値の安定時間を 1 とし、有機材料下地膜 6 の膜厚が $0.78 \mu\text{m}$, $1.57 \mu\text{m}$, $3.13 \mu\text{m}$ 時の等価直列抵抗値の安定時間比率を表している。

30

【0066】

有機材料下地膜 6 の膜厚が $0.16 \mu\text{m}$ の時と比較して、膜厚 $0.78 \mu\text{m}$, $1.57 \mu\text{m}$, $3.13 \mu\text{m}$ と有機材料下地膜 6 の膜厚が厚くなるほど、等価直列抵抗の安定時間比率が 1.3 , 2.2 , 6.8 と長くなっている。

【0067】

よって、有機材料下地膜 6 を厚く蒸着しておくほど、等価直列抵抗値の上昇を抑制することができるが、下地膜を厚く蒸着した分、その上から形成させる蒸着材料の蒸着分が少なくなってしまうので、下地膜の膜厚は少なくとも $2 \mu\text{m}$ 以上が好ましく、水晶ホルダ 14 に格納されている水晶振動子 4 の数と蒸着時間を考慮して、下地膜の膜厚と形成水晶振動子 4 の個数を決めるようにする。

40

【0068】

図 7 は、水晶発振式膜厚計 M が全体として一斉に移動する移動機構 13 を有している場合の概略構成説明平面図である。有機蒸着室 12 内に 2 つの蒸発源 2 があり、水晶発振式膜厚計 M は蒸発源 2 の数より一つ多い 3 つ備えてある。蒸着中に等価直列抵抗が上昇してしまう水晶発振式膜厚計 M には予め有機材料下地膜 6 付の水晶振動子 4 を、残りの 2 つは新品の水晶振動子 4 を配設する。長時間にわたり有機材料を蒸発させる場合、膜厚モニタリングに使用している水晶振動子 4 の数が足りなくなり、交換する必要があるが出てくる。

【0069】

50

その時、３つの水晶発振式膜厚計M全体が蒸発源２の短手方向に移動することで、膜厚モニタリングする水晶発振式膜厚計Mが変わり、引き続き膜厚モニタリングを継続することができる。

【００７０】

具体的には、有機材料下地膜６付水晶振動子４で膜厚モニタリングしていた水晶発振式膜厚計Mを退避移動させると共に（この退避移動後は使用しない）、膜厚モニタリングと下地膜の形成を両立させていた水晶発振式膜厚計Mを移動して変わりに使用し（等価直列抵抗が上昇してしまう蒸着材料の膜厚計として使用し）、この下地形成をした有機材料の膜厚計の次には、使用せずに待機していた膜厚計を使用する。

【００７１】

よって、蒸発源２から射出される有機材料の蒸発を停止させ、冷却後、真空槽１内を大気圧までベントし、水晶発振式膜厚計Mの水晶振動子４を交換することなく、長時間にわたり膜厚モニタリングを継続することができる。

【００７２】

図８は、真空蒸着装置における水晶発振式膜厚計Mの前記移動機構13を示している。水晶発振式膜厚計Mのフレキシブル配管が、真空槽１内の大気圧空間（大気BOX）と接続しており、大気BOXと真空槽１外の大気圧空間とを連通する関節部を有する大気アームにより、前記大気BOXが移動できるように構成されている。前述した構成とすることで、電気配線、同軸ケーブル、水冷配管などを真空槽１外の大気圧空間から真空槽１内の水晶発振式膜厚計Mに導入しながら、移動させることが可能となる。

【００７３】

尚、本発明は、本実施例に限られるものではなく、各構成要件の具体的構成は適宜設計し得るものである。

【符号の説明】

【００７４】

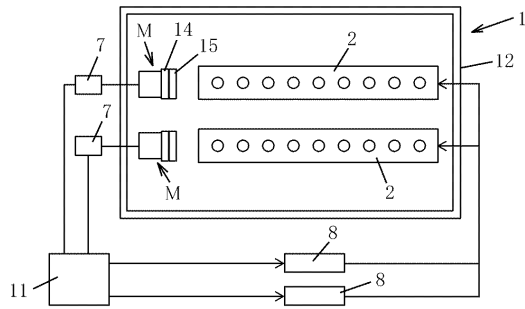
- １ 真空槽
- ２ 蒸発源
- ３ 基板
- ４ 水晶振動子
- ５ 電極膜
- ６ 有機材料下地膜（有機材料B下地膜）
- 12 有機蒸着室
- 13 移動機構
- M 水晶発振式膜厚計

10

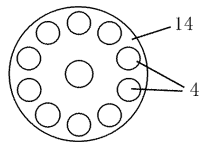
20

30

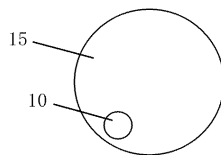
【図 1】



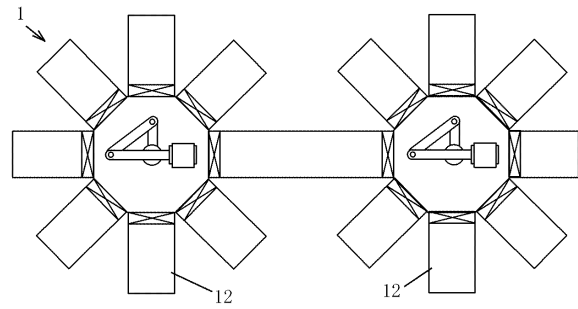
【図 2】



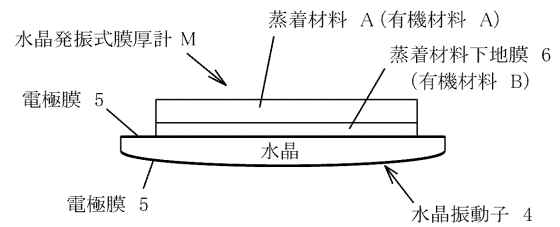
【図 3】



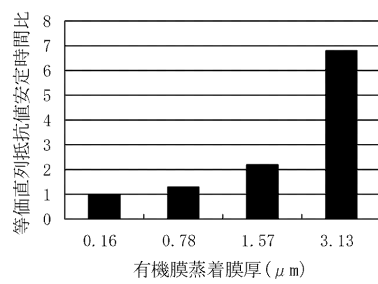
【図 4】



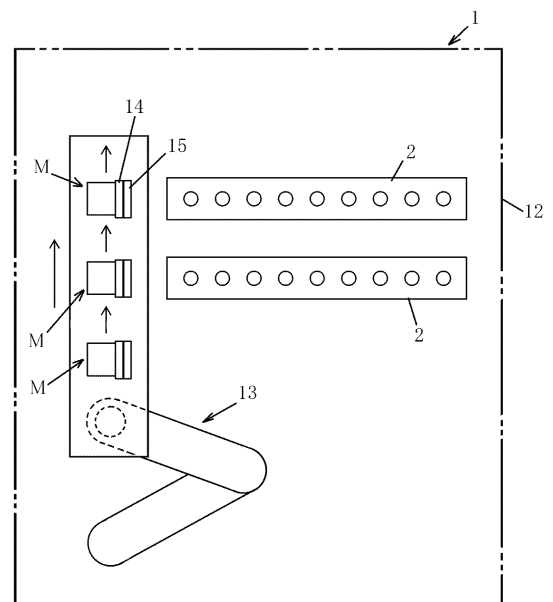
【図 5】



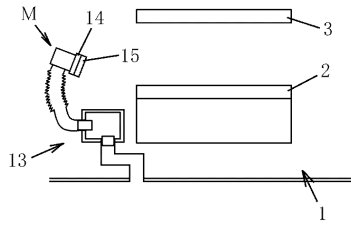
【図 6】



【図 7】



【図 8】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 2 0 0 5 - 3 2 5 4 0 0 (J P , A)
特開 2 0 1 4 - 0 6 5 9 4 2 (J P , A)
特開 2 0 1 5 - 2 1 9 0 5 3 (J P , A)
特開 2 0 1 4 - 0 7 0 2 3 8 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C 2 3 C	1 4 / 2 4
C 2 3 C	1 4 / 1 2
H 0 1 L	5 1 / 5 0
H 0 5 B	3 3 / 1 0