

明 細 書

発明の名称：

成膜装置、有機膜の膜厚測定方法および有機膜用膜厚センサ

技術分野

[0001] 本発明は、膜厚センサを備えた成膜装置、有機膜の膜厚測定方法および有機膜用膜厚センサに関する。

背景技術

[0002] 従来、真空蒸着装置などの成膜装置において、基板に成膜される膜の厚みおよび成膜速度を測定するために、水晶振動子法（QCM：Quartz Crystal Microbalance）という技術が用いられている。この方法は、チャンバ内に配置されている水晶振動子の共振周波数が、蒸着物の堆積による質量の増加によって減少することを利用したものである。したがって、水晶振動子の共振周波数の変化を測定することにより、膜厚および成膜速度を測定することが可能となる。

[0003] 近年、有機EL（Electro-Luminescence）素子の製造分野においては、有機層の成膜に真空蒸着法が広く利用されている。例えば有機ELディスプレイなどにおいては、画素間における有機層の膜厚のばらつきが画質に大きな影響を及ぼすため、高精度な膜厚制御が要求される。

[0004] 一方、この種の膜厚センサにおいては、着膜量の増加に伴って、水晶振動子の共振周波数が徐々に低下し、所定の周波数に達すると、もはや安定した膜厚測定を行うことができないほどに周波数の変動が大きくなる。このため、共振周波数が所定以上低下したときは、寿命に達したと判断して水晶振動子の交換が実施される。その交換を容易に行うため、例えば特許文献1には、5MHzの共振周波数を有する複数の水晶板を保持し、使用する水晶板を個々に切り替え可能に構成されたセンサヘッドが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2003-139505号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、水晶振動子は、金属膜や金属化合物膜と比較して、有機膜の付着に対する共振特性の劣化が著しく、このため有機膜の安定した成膜レート制御や膜厚制御を行うことができないという問題がある。また、振動子の寿命が短く、振動子を頻繁に交換する必要があった。

[0007] 以上のような事情に鑑み、本発明の目的は、有機膜の成膜レート制御および膜厚測定を高精度に行うことが可能な成膜装置、有機膜の膜厚測定方法および有機膜用膜厚センサを提供することにある。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明の一形態に係る成膜装置は、真空チャンバと、有機材料源と、基板ホルダと、膜厚センサと、測定ユニットとを具備する。

上記有機材料源は、上記真空チャンバの内部に配置され、有機材料粒子を放出することが可能に構成される。

上記基板ホルダは、上記有機材料源に対向して配置され、基板を保持することが可能に構成される。

上記膜厚センサは、上記真空チャンバの内部に配置され、4 MHz 以下の基本周波数を有する水晶振動子を有する。

上記測定ユニットは、上記水晶振動子の共振周波数の変化に基づいて、上記基板ホルダ上の基板に堆積した有機膜の膜厚を測定する。

[0009] 上記成膜装置において、有機材料源から放出された有機材料粒子は、基板ホルダ上の基板の表面に堆積するとともに、膜厚センサの水晶振動子の表面に堆積する。水晶振動子の共振周波数は、有機材料粒子の堆積量が増加するに従って減少する。測定ユニットは、水晶振動子上の共振周波数の変化に基づいて、基板上に形成された有機膜の膜厚を測定する。

[0010] ここで、上記成膜装置においては、膜厚センサの水晶振動子が、4 MHz 以下の基本周波数を有する水晶振動子で構成されている。このため、5 MHz

z 以上の基本周波数を有する水晶振動子と比較して、有機膜の付着による等価抵抗および半値周波数幅の増加量が低く抑えられ、長期にわたる安定した共振振動が確保される。これにより、有機膜の膜厚および成膜レートを高精度に測定することが可能となる。

[0011] 上記水晶振動子は、典型的には、A T カット水晶振動子または S C カット水晶振動子で構成される。

[0012] 上記測定ユニットは、発振回路と、基準信号発生回路と、ミキサ回路と、カウンタと、コントローラとを有してもよい。

上記発振回路は、上記水晶振動子を発振させる。上記基準信号発生回路は、基準周波数の信号を発振する。上記ミキサ回路は、上記発振回路から出力される信号と上記基準周波数の信号とを混合する。上記カウンタは、上記ミキサ回路で生成される信号のうち低周波成分の信号の周波数を測定する。上記コントローラは、上記カウンタで測定された周波数と上記基準周波数との差に基づいて、上記発振回路の発振周波数を算出する。

これにより、4 MHz 以下という比較的低い発振周波数の水晶振動子を用いる場合においても、高い周波数分解能を維持することができる。

[0013] 本発明の一形態に係る膜厚測定方法は、有機材料源から放出された有機材料粒子を基板上に堆積させることを含む。

4 MHz 以下の共振周波数で振動する水晶振動子上に上記有機材料粒子が堆積させられる。

上記水晶振動子の共振周波数の変化に基づいて、上記基板上に堆積した有機材料粒子の膜厚が測定される。

これにより、有機膜の膜厚および成膜レートを高精度に測定することが可能となる。

[0014] 本発明の一形態に係る有機膜用膜厚センサは、4 MHz 以下の基本周波数を有する水晶振動子を具備する。

これにより、有機膜の膜厚および成膜レートを高精度に測定することが可能となる。

発明の効果

[0015] 以上のように、本発明によれば、有機膜の成膜レート制御および膜厚測定を高精度に行うことができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]本発明の一実施形態に係る成膜装置を示す概略断面図である。

[図2]上記成膜装置における膜厚センサの概略構成図である。

[図3]上記膜厚センサにおける水晶振動子の正面図である。

[図4]上記膜厚センサにおける水晶振動子の背面図である。

[図5]基本周波数が異なる複数の水晶振動子各々の等価抵抗を示す一実験結果である。

[図6]基本周波数が異なる複数の水晶振動子各々の半値周波数幅を示す一実験結果である。

[図7]有機膜（Alq₃（トリス（8-キノリノラト）アルミニウム））の成膜レートを基本周波数5MHzの水晶振動子を用いて測定したときの一実験結果である。

[図8]有機膜（Alq₃（トリス（8-キノリノラト）アルミニウム））の成膜レートを基本周波数4MHzの水晶振動子を用いて測定したときの一実験結果である。

[図9]基本周波数が異なる複数の水晶振動子各々の温度特性を示す一実験結果である。

[図10]基本周波数が異なる複数の水晶振動子各々の熱衝撃特性を示す一実験結果である。

[図11]上記成膜装置における測定ユニットの構成を示すブロック図である。

[図12]12個の水晶振動子を5分毎に順次切り替えて成膜レートを測定した一実験結果である。

[図13]図12の各水晶振動子の平均レートのばらつきをプロットした図である。

[図14]基本周波数5MHzの水晶振動子であって、その成膜面の表面粗さ（

Ra)が0.27 μ mである12個の水晶振動子(サンプル1)を順次切り替えたときの測定レートのバラツキと、上記表面粗さ(Ra)が0.02 μ mである12個の水晶振動子(サンプル2)を順次切り替えたときの測定レートのバラツキとを比較して示す図である。

[図15]基本周波数4MHzの水晶振動子であって、その成膜面の表面粗さ(Ra)が0.02 μ mである12個の水晶振動子(サンプル3)を順次切り替えたときの測定レートのバラツキを示す図である。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、図面を参照しながら、本発明の実施形態を説明する。

[0018] [成膜装置]

図1は、本発明の一実施形態に係る成膜装置を示す概略断面図である。本実施形態の成膜装置は、有機膜を成膜するための真空蒸着装置として構成される。

[0019] 本実施形態の成膜装置10は、真空チャンバ11と、真空チャンバ11の内部に配置された有機材料源12と、有機材料源12と対向する基板ホルダ13と、真空チャンバ11の内部に配置された膜厚センサ14とを有する。

[0020] 真空チャンバ11は、真空排気系15と接続されており、内部を所定の減圧雰囲気中に排気し、維持することが可能に構成される。

[0021] 有機材料源12は、有機材料粒子を放出することが可能に構成される。本実施形態において、有機材料源12は、有機材料を加熱蒸発させて有機材料粒子を放出させる蒸発源を構成する。蒸発源の種類は特に限定されず、抵抗加熱式、誘導加熱式、電子ビーム加熱式などの種々の方式が適用可能である。

[0022] 基板ホルダ13は、半導体ウエハやガラス基板等の成膜対象である基板Wを、有機材料源12に向けて保持することが可能に構成されている。

[0023] 膜厚センサ14は、所定の基本周波数(固有振動数)を有する水晶振動子を内蔵し、後述するように、基板Wに堆積した有機膜の膜厚および成膜レートを測定するためのセンサヘッドを構成する。膜厚センサ14は、真空チャ

ンバ 1 1 の内部であって、有機材料源 1 2 と対向する位置に配置される。膜厚センサ 1 4 は、典型的には、基板ホルダ 1 3 の近傍に配置される。

[0024] 膜厚センサ 1 4 の出力は、測定ユニット 1 7 へ供給される。測定ユニット 1 7 は、水晶振動子の共振周波数の変化に基づいて、上記膜厚および成膜レートを測定するとともに、当該成膜レートが所定値となるように有機材料源 1 2 を制御する。QCM の吸着による周波数変化と質量負荷の関係は、以下の式 (1) で示す Sauerbrey の式が用いられる。

[0025] [数1]

$$\Delta F_s = \frac{2Nf_0^2}{(\rho_0 \cdot \mu_0)^{1/2}} \frac{\Delta m}{A} \dots (1)$$

[0026] 式 (1) において、 ΔF_s は周波数変化量、 Δm は質量変化量、 f_0 は基本周波数、 ρ_0 は水晶の密度、 μ_0 は水晶のせん断応力、 A は電極面積、 N は定数をそれぞれ示している。

[0027] 成膜装置 1 0 は、シャッタ 1 6 をさらに有する。シャッタ 1 6 は、有機材料源 1 2 と基板ホルダ 1 3 との間に配置されており、有機材料源 1 2 から基板ホルダ 1 3 および膜厚センサ 1 4 に至る有機材料粒子の入射経路を開放あるいは遮蔽することが可能に構成される。

[0028] シャッタ 1 6 の開閉は、図示しない制御ユニットによって制御される。典型的には、シャッタ 1 6 は、蒸着開始時、有機材料源 1 2 において有機材料粒子の放出が安定するまで閉塞される。そして、有機材料粒子の放出が安定したとき、シャッタ 1 6 は開放される。これにより、有機材料源 1 2 からの有機材料粒子が基板ホルダ 1 3 上の基板 W に到達し、基板 W の成膜処理が開始される。同時に、有機材料源 1 2 からの有機材料粒子は、膜厚センサ 1 4 へ到達し、基板 W に堆積した有機膜の膜厚およびその成膜レートが監視される。

[0029] [膜厚センサ]

続いて、膜厚センサ 14 の詳細について説明する。

[0030] 図 2 は、膜厚センサ 14 の概略構成図である。図 2 に示すように膜厚センサ 14 は、発振子 20 と、発振子 20 を振動可能に收容するケース 140 とを有する。発振子 20 は、その表面 21 が有機材料源 12 に対向するようにケース 140 に收容されている。

[0031] 図 3 および図 4 はそれぞれ、発振子 20 の正面図および背面図である。

[0032] 発振子 20 は、円盤状の圧電結晶で構成され、本実施形態では、比較的温度特性に優れた AT カット水晶振動子（カット角 $\theta = 35^{\circ} 15' \pm 20'$ ）が用いられる。これ以外にも、発振子 20 として、AT カットよりも温度特性に優れた SC カット水晶振動子（カット角 $\theta = 33^{\circ} 30' \pm 11'$ 、 $\phi = 20^{\circ} 25' \pm 6^{\circ}$ ）が用いられてもよい。

[0033] 発振子 20 の表面 21 および裏面 22 には、所定形状の電極膜 31, 32 がそれぞれ形成されている。電極膜 31, 32 は、図 3 および図 4 において網掛け部分で示すように相互に異なる形状に形成されているが、電極膜 31, 32 の形状は図示の例に限られない。電極膜 31, 32 はそれぞれ、金、銀等の金属膜で形成されている。

[0034] 発振子 20 は、電極膜 31, 32 へ高周波電圧が印加されることで、厚みすべり振動モードで発振する。本実施形態では、発振子 20 として、基本周波数（固有振動数）が 4 MHz の水晶振動子が用いられる。これにより、後述するように、長期にわたり安定した発振動作が可能となるため、膜厚および成膜レートを高精度に測定することができる。

[0035] 発振子 20 の基本周波数は 4 MHz に限られず、4 MHz 以下の任意の周波数（例えば 3.25 MHz、2.5 MHz など）を基本周波数とする水晶振動子が適用可能である。

[0036] ここで、水晶振動子の振動特性は、等価抵抗と Q 値によって評価することが可能である。すなわち、等価抵抗が小さいほど振動しやすく、Q 値が高いほど安定した共振振動が得られる。

[0037] 本発明者らは、基本周波数が 3.25 MHz、4 MHz、5 MHz および

6 MHzのATカット水晶振動子のサンプルをそれぞれ準備し、各サンプルについて、一方の表面に厚み60 μm の有機膜（Alq3（トリス（8-キノリノラト）アルミニウム））が付いたときの等価抵抗（R1）およびQ値をそれぞれ測定した。測定には、ネットワークアナライザを用いた。図5および図6にその結果を示す。

[0038] 図5および図6は、各振動子サンプルの等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）をそれぞれ示している。ここでは半値周波数幅（FW）は、振幅のピーク周波数（ f_0 ）においてピーク値より3 dB（デシベル）下がった点の周波数全幅（ Δf ）を意味し、Q値は、 $f_0 / \Delta f$ で表される。

[0039] 図5および図6に示すように、振動子の基本周波数が高くなるにつれて、等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）がいずれも増加する。例えば、基本周波数が5 MHzの場合の等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）はそれぞれ約3.5 k Ω および約4 kHzであり、基本周波数が4 MHzの場合の等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）はそれぞれ約2 k Ω および800 Hzである。等価抵抗（R1）が増加するほど、振動子は振動しにくくなり、半値周波数幅（FW）が増加するほど、振動子のQ値は減少する。よって、これら等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）が小さいほど、有機膜の成膜においては有利であるといえる。

[0040] 本実施形態では、発振子20として、基本周波数が4 MHz以下の水晶振動子が採用されているため、5 MHz以上の基本周波数を有する水晶振動子と比較して、等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）がいずれも低く、したがって安定した共振振動を実現することができることになる。

[0041] 例えば図7は、有機膜（Alq3（トリス（8-キノリノラト）アルミニウム））の成膜レートを基本周波数5 MHzの水晶振動子を用いて測定したときの一実験結果である。図7に示すように、当該水晶振動子では、100分後くらいから大きくレートが変動し始めることがわかる。

[0042] これに対して図8は、上記有機膜の成膜レートを基本周波数4 MHzの水晶振動子を用いて測定したときの一実験結果である。図8に示すように、当

該水晶振動子では、レートの変動はほとんどなく、長時間にわたって安定した共振状態を持続させることができる。

[0043] このように水晶振動子の基本周波数の相違によるレート安定性の違いは、上述の等価抵抗（R1）および半値周波数幅（FW）の大きさに強い相関を有しており、特に、基本周波数が5 MHzの場合と4 MHzの場合とでレート安定性に顕著な相違が認められる。

[0044] 以上のように、水晶振動子の基本振動数を4 MHz以下とすることで、基本振動数が5 MHz以上の水晶振動子と比較して、膜厚センサとしての振動子の寿命を長くすることができるとともに、有機膜の膜厚および成膜レートを安定に測定することができる。これにより、例えば有機ELディスプレイの製造工程などにおいて、有機層の膜厚制御および成膜レート制御を高精度に行うことが可能となる。

[0045] 特に、有機膜の成膜においては、無機膜の成膜と比較して、等価抵抗および半値周波数幅の値が著しく大きい。一例を挙げると、基本周波数5 MHzの水晶振動子に厚み60 μmの金属アルミニウム膜が付着したときの等価抵抗（R1）は1.2 kΩ、半値周波数幅は500 Hzである。このことから、有機膜の成膜に際しては、安定した共振振動を確保するために水晶振動子の基本周波数は低い方が好ましいことがわかる。

[0046] ここで、有機膜を金属膜のような剛体ではなく、粘弾性膜であると考えると、半値周波数幅（FW）は、以下の式（2）で表すことができる。

[0047] [数2]

$$\Delta F_w = -\frac{F_0}{\pi Z_q} \left(\frac{G'' \omega^3 \rho_f^2 h_f^3}{3 |G|^2} \right) \dots (2)$$

[0048] 式（2）において、 ΔF_w は半値周波数幅（FW）の半値、Gは有機膜の複素弾性率（MPa）、 G'' は有機膜の損失弾性率（動的損失）（MPa）、 ω は角周波数、 h_f は、堆積した有機膜の厚み（nm）、 ρ_f は、堆積した有機膜の密度（g/

cm^2)、 F_0 は基本周波数 (Hz)、 Z_q は水晶のせん断モード音響インピーダンス (gm/sec/cm^2) をそれぞれ示している。

[0049] 式 (2) より、半値周波数幅 (FW) は、周波数の約 4 乗 ($F_0 \times \omega^3$) に比例することがわかる。一方、等価抵抗 ($R1$) は、 $FW = R1 / 2 \pi L$ 、あるいは、 $F = 4 \pi / \sqrt{LC}$ より、周波数の約 2 乗に比例する。この結果は、図 5 および図 6 の結果によく合致する。

[0050] さらに、水晶振動子の基本周波数を下げることは、安定した共振振動だけでなく、温度特性および熱衝撃特性の改善にも有効であることが確認された。

[0051] 図 9 は、上記各振動子のサンプルについて、一方の表面に厚み $60 \mu\text{m}$ の有機膜 (Alq3 (トリス (8-キノリノラト) アルミニウム)) が堆積しているときの温度特性を示している。ここで、温度特性とは、水晶振動子の発振周波数の温度依存特性を意味する。

[0052] 一方、図 10 は、上記各振動子の熱衝撃特性であって、上記厚みの上記有機膜が堆積しているときと堆積していないときの双方を示している。ここで、熱衝撃特性とは、例えばシャッタ 16 (図 1) 開放時などのように、水晶振動子が瞬間的に輻射熱を受けた時の周波数特性を意味する。

[0053] 図 9 および図 10 に示すように、基本周波数が 5MHz 以上の水晶振動子と比較して、基本周波数が 4MHz 以下の水晶振動子は、温度変化および熱衝撃に対する周波数変化が非常に小さい。したがって本実施形態によれば、チャンバ内温度変化やシャッタ開閉に伴う輻射熱の影響を受けることなく、安定した膜厚測定あるいは成膜レート制御を行うことが可能となる。また、振動子の温度特性を踏まえた複雑な温度補償演算や、シャッタ開放時に水晶振動子の周波数が安定するまで演算を中止するなどといった制御が不要となるため、測定ユニット 17 の制御の簡素化を実現することができる。

[0054] [測定ユニット]

次に、測定ユニット 17 について説明する。

[0055] 図 11 は、測定ユニット 17 の一構成例を示す概略ブロック図である。測

定ユニット 17 は、発振回路 41 と、測定回路 42 と、コントローラ 43 とを有する。

[0056] 発振回路 41 は、膜厚センサ 14 の発振子 20（水晶振動子）を発振させる。測定回路 42 は、発振回路 41 から出力される発振子 20 の共振周波数を測定するためのものである。コントローラ 43 は、測定回路 42 の出力より発振子 20 の共振周波数を算出し、これに基づいて、基板 W 上への有機材料粒子の成膜レートおよび基板 W に堆積した有機膜の膜厚を算出する。コントローラ 43 はさらに、成膜レートが所定値となるように有機材料源 12 を制御する。

[0057] 測定回路 42 は、ミキサ回路 51 と、ローパスフィルタ 52 と、低周波カウンタ 53 と、高周波カウンタ 54 と、基準信号発生回路 55 とを有する。発振回路 41 から出力された信号は、高周波カウンタ 54 に入力され、先ず、発振回路 41 の発振周波数の概略値が測定される。

[0058] 高周波カウンタ 54 で測定された発振回路 41 の発振周波数の概略値は、コントローラ 43 に出力される。コントローラ 43 は、測定された概略値に近い周波数の基準周波数で基準信号発生回路 55 を発振させる。この基準周波数で発振した周波数の信号と、発振回路 41 から出力される信号とは、ミキサ回路 51 に入力される。

[0059] ミキサ回路 51 は、入力された 2 種類の信号を混合し、ローパスフィルタ 52 を介して低周波カウンタ 53 に出力する。ここで、発振回路 41 から入力される信号を $\cos((\omega + \alpha)t)$ とし、基準信号発生回路から入力される信号を $\cos(\omega t)$ とすると、ミキサ回路 51 内で $\cos(\omega t) \cdot \cos((\omega + \alpha)t)$ なる式で表される交流信号が生成される。この式は、 $\cos(\omega t)$ と $\cos((\omega + \alpha)t)$ を乗算した形式になっており、この式で表される交流信号は、 $\cos((2 \cdot \omega + \alpha)t)$ で表される高周波成分の信号と、 $\cos(\alpha t)$ で表される低周波成分の信号の和に等しい。

[0060] ミキサ回路 51 で生成された信号は、ローパスフィルタ 52 に入力され、

高周波成分の信号 $\cos((2 \cdot \omega + \alpha)t)$ が除去され、低周波成分の信号 $\cos(\alpha t)$ だけが低周波カウンタ 53 に入力される。すなわち、低周波カウンタ 53 には、発振回路 41 の信号 $\cos((\omega + \alpha)t)$ と、基準信号発生回路 55 の信号 $\cos(\omega t)$ との差の周波数の絶対値 $|\alpha|$ である低周波成分の信号が入力される。

[0061] 低周波カウンタ 53 は、この低周波成分の信号の周波数を測定し、その測定値をコントローラ 43 へ出力する。コントローラ 43 は、低周波カウンタ 53 で測定された周波数と基準信号発生回路 55 の出力信号の周波数とから、発振回路 41 が出力する信号の周波数を算出する。具体的には、基準信号発生回路 55 の出力信号の周波数が、発振回路 41 の出力信号の周波数よりも小さい場合には、発振回路 41 の出力信号に低周波成分の信号の周波数を加算し、その逆の場合には減算する。

[0062] 例えば、高周波カウンタ 54 による発振回路 41 の発振周波数の測定値が 4 MHz を超えており、基準信号発生回路 55 を 4 MHz の周波数で発振させた場合には、基準信号発生回路 55 の発振周波数は、発振回路 41 の実際の発振周波数よりも低くなる。したがって、実際の発振回路 41 の発振周波数を求めるためには、低周波カウンタ 53 で求めた低周波成分の信号の周波数 $|\alpha|$ を、基準信号発生回路 55 の設定周波数 4 MHz に加算すればよい。低周波成分の周波数 $|\alpha|$ が 10 kHz であれば、発振回路 41 の正確な発振周波数は 4.01 MHz となる。

[0063] 低周波カウンタ 53 の分解能には上限があるが、その分解能は、上記差の周波数 $|\alpha|$ を測定するために割り当てることができるため、同じ分解能で発振回路 41 の発振周波数を測定する場合に比べ、正確な周波数測定を行うことができる。

[0064] また、基準信号発生回路 55 の発振周波数はコントローラ 43 によって制御されており、その発振周波数を、差の周波数 $|\alpha|$ が所定値よりも小さくなるように設定することができるため、低周波カウンタ 53 の分解能を有効に活用することができる。求められた周波数の値は、コントローラ 43 に記

憶される。

[0065] 以上のように本実施形態によれば、上記構成の測定ユニット 17 を用いることによって、4 MHz 以下という比較的低い発振周波数の水晶振動子を用いる場合においても、高い周波数分解能を維持することができる。これにより、5 MHz 以上の基本周波数を有する水晶振動子と同等以上の膜厚測定精度を確保することが可能となる。

[0066] [水晶振動子の表面粗さ]

上述のように、QCM 技術を利用した膜厚センサにおいては、着膜量の増加に伴って水晶振動子の共振周波数が徐々に低下し、所定の周波数に達すると、もはや安定した膜厚測定を行うことができないほどに周波数の変動が大きくなる。このため、共振周波数が所定以上低下したときは、寿命に達したと判断して水晶振動子の交換が実施される。その交換を容易に行うため、典型的には、複数の水晶振動子を保持し、各々の水晶振動子を個々に切り替え可能に構成されたセンサヘッドが用いられる。

[0067] また、金属膜や酸化膜の蒸着に用いられる膜厚センサには、一般的に、#1000 前後の粒子で成膜面が研磨仕上げされた水晶振動子（表面粗さ（Ra）が約 $0.27\ \mu\text{m}$ ）が用いられている。これは、加工上の容易さと、金属膜や酸化膜が成膜面に厚く堆積した際に容易に剥がれにくくするのが目的であった。

[0068] しかしながら、このような水晶振動子を有機膜の膜厚センサに用いた場合、水晶振動子を切り替える毎に、成膜レートの測定値が大きく変動することがある。例えば図 12 に、12 連のセンサヘッドを用いて 12 個の水晶振動子を 5 分毎に順次切り替えて成膜レートを測定した一実験結果であり、縦軸は測定レート [$\text{\AA}/\text{s}$] を、横軸は時間 [分] をそれぞれ示している。また、図 13 は、上記各水晶振動子の平均レートのばらつきをプロットしたものであり、縦軸は、切り替え直前の水晶振動子の平均レートに対するばらつき [%] を、横軸は水晶振動子の No. をそれぞれ示している。

[0069] なお、成膜レートの測定には、図 11 を参照して説明した測定ユニット 1

7を用い、水晶振動子（発振子20）としては、基本周波数が5MHzの水晶振動子を用いた。

[0070] 図12に示すように、水晶振動子の切り替え前と切り替え後で測定レートが±5～10%程度変化している。また、図13に示すように、各水晶振動子のレートのばらつきは一定でなく、安定に成膜レートを測定することが困難であった。

[0071] 本発明者らは、上記現象が水晶振動子の成膜面に堆積した有機膜の膜質が水晶板の電極の粗さに起因することに着目し、成膜面の表面粗さが小さいほど当該有機膜が均一に水晶板上に付き、測定レートのばらつきを低減させることを見出した。そこで本発明者らは、水晶振動子の成膜面の表面が鏡面になるように平滑化することで、水晶振動子の切り替え前後における測定レートのばらつきを抑制した。

[0072] 図14に、基本周波数5MHzの水晶振動子であって、その成膜面の表面粗さ（Ra）が0.27μmである12個の水晶振動子（以下、サンプル1という）を順次切り替えたときの測定レートのバラツキと、上記表面粗さ（Ra）が0.02μmである12個の水晶振動子（以下、サンプル2という）を順次切り替えたときの測定レートのバラツキとを比較して示す。

[0073] なお、電極膜31、32（図3、4参照）として、サンプル1、2の各面に、それぞれ厚み0.25μmの金薄膜を形成した。電極膜31、32の表面粗さ（Ra）は、水晶振動子の表面粗さ（Ra）と同等であった。

[0074] 図14に示すように、サンプル1と比較して、サンプル2の方が、測定レートのばらつきが小さいことから、サンプル2によれば、成膜レートを安定にかつ高精度に測定することが可能となる。

[0075] 測定レートのばらつきは、水晶振動子の基本周波数が低いほど小さくなる。図15に、基本周波数4MHzの水晶振動子であって、その成膜面の表面粗さ（Ra）が0.02μmである12個の水晶振動子（以下、サンプル3という）を順次切り替えたときの測定レートのバラツキを、サンプル2の場合と比較して示す。

- [0076] 以上のように、水晶振動子の成膜面が鏡面に近いものほど、水晶振動子の基本周波数が低いものほど、測定レートのばらつきを小さくでき、これにより成膜レートを安定にかつ高精度に測定することが可能となる。
- [0077] 水晶振動子の成膜面の表面粗さ（ R_a ）は、例えば $0.2\ \mu\text{m}$ 以下、より好ましくは、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以下である。これにより、有機膜の成膜レートを高精度に測定することが可能となる。また、水晶振動子の成膜面が鏡面（例えば $0.1\ \mu\text{m}$ 以下）の場合、その基本周波数は $5\ \text{MHz}$ 以下であってもよいが、上述のように $4\ \text{MHz}$ 以下であることがより好ましい。
- [0078] 以上、本技術の実施形態について説明したが、本技術は上述の実施形態にのみ限定されるものではなく、本技術の要旨を逸脱しない範囲内において種々変更を加え得ることは勿論である。
- [0079] 例えば以上の実施形態では、有機膜として、 Alq_3 （トリス（8－キノリノラト）アルミニウム）を例に挙げて説明したが、有機膜は勿論これに限られず、合成樹脂薄膜などの他の有機材料の成膜にも、本発明は適用可能である。
- [0080] また以上の実施形態では、成膜装置として、真空蒸着装置を例に挙げて説明したが、これに限られず、スパッタ装置などの他の成膜装置にも本発明は適用可能である。スパッタ装置の場合、有機材料源は、有機材料で構成されたターゲットを含むスパッタカソードで構成される。

符号の説明

- [0081] 10…成膜装置
11…真空チャンバ
12…有機材料源
13…基板ホルダ
14…膜厚センサ
16…シャッタ
17…測定ユニット
20…発振子

4 1 …発振回路

4 2 …測定回路

4 3 …コントローラ

W…基板

請求の範囲

- [請求項1] 真空チャンバと、
前記真空チャンバの内部に配置され、有機材料粒子を放出することが可能な有機材料源と、
前記有機材料源に対向して配置され、基板を保持することが可能に構成された基板ホルダと、
前記真空チャンバの内部に配置され、4 MHz以下の基本周波数を有する水晶振動子を有する膜厚センサと、
前記水晶振動子の共振周波数の変化に基づいて、前記基板ホルダ上の基板に堆積した有機膜の膜厚を測定する測定ユニットと
を具備する成膜装置。
- [請求項2] 請求項1に記載の成膜装置であって、
前記水晶振動子は、ATカット水晶振動子またはSCカット水晶振動子である
成膜装置。
- [請求項3] 請求項1または2に記載の成膜装置であって、
前記測定ユニットは、
前記水晶振動子を発振させる発振回路と、
基準周波数の信号を発振する基準信号発生回路と、
前記発振回路から出力される信号と前記基準周波数の信号とを混合するミキサ回路と、
前記ミキサ回路で生成される信号のうち低周波成分の信号の周波数を測定するカウンタと、
前記カウンタで測定された周波数と前記基準周波数との差に基づいて、前記発振回路の発振周波数を算出するコントローラと
を有する
成膜装置。
- [請求項4] 請求項1～3のいずれか1つに記載の成膜装置であって、

前記有機材料源から前記基板ホルダおよび前記水晶振動子への前記有機材料粒子の放出を遮蔽することが可能に構成されたシャッタをさらに具備する

成膜装置。

[請求項5]

請求項1～4のいずれか1つに記載の成膜装置であって、

前記水晶振動子は、前記有機膜が堆積する成膜面を有し、前記成膜面の表面粗さ（ R_a ）は $0.1\mu m$ 以下である

成膜装置。

[請求項6]

有機材料源から放出された有機材料粒子を基板上に堆積させ、

$4MHz$ 以下の共振周波数で振動する水晶振動子上に前記有機材料粒子を堆積させ、

前記水晶振動子の共振周波数の変化に基づいて、前記基板上に堆積した前記有機材料粒子の膜厚を測定する

有機膜の膜厚測定方法。

[請求項7]

有機材料の成膜装置に搭載される有機膜用膜厚センサであって、

$4MHz$ 以下の基本周波数を有する水晶振動子

を具備する有機膜用膜厚センサ。

[請求項8]

請求項7に記載の有機膜用膜厚センサであって、

前記水晶振動子は、有機膜が堆積する成膜面を有し、前記成膜面の表面粗さ（ R_a ）は $0.1\mu m$ 以下である

有機膜用膜厚センサ。