

明 細 書

発明の名称：

膜厚監視装置用センサ、それを備えた膜厚監視装置、および膜厚監視装置用センサの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、水晶振動子上に形成される薄膜の膜厚測定などに用いられる膜厚監視装置用センサ、それを備えた膜厚監視装置、および膜厚監視装置用センサの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 真空蒸着、スパッタリング、CVD（化学蒸着）などの成膜工程においては、成膜対象物上の膜厚や蒸着レート（蒸着速度）を制御するために、膜厚監視（成膜制御）装置が用いられる。この膜厚監視装置として、水晶振動子上に形成される薄膜の膜厚を測定することにより安定した成膜を行えるように制御するものが知られている。このような膜厚監視装置は、水晶振動子の表面に物質が付着するとその共振振動（従振動、すべり振動、屈伸振動など）が変化することを利用して、物質の膜厚を測定する。

[0003] 水晶振動子の安定した発振を維持するため、例えば特許文献1には、室温から80℃までにおける共振周波数の温度ドリフトが20ppm以下であるATカット基板製の水晶振動子による膜厚監視に関する技術が開示されている。この技術は、センサヘッドの温度が80℃を超えるまでは、水晶振動子の冷却処理を行わないことにより、冷却水の温度変化による成膜レートのばらつきを低減させる。一方、この技術は、80℃を超えたときは冷却処理により温度上昇による共振周波数の温度ドリフトを制限する。

[0004] また、特許文献2には、センサヘッドにSC-Cut水晶振動子を用いる水晶マイクロバランスセンサー装置が開示されている。この水晶マイクロバランスセンサー装置は、AT-Cut水晶振動子での課題である、成膜中において成膜環境下で高温に曝されることによる発振周波数に与える影響を少

なくする。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2006-78302号公報

特許文献2：特開2006-292733号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 水冷処理を行うためには、ポンプやパイプなどの冷却水を循環させるための冷却手段を設ける必要がある。この冷却処理は上述した作用を奏するが、冷却手段からの水漏れにより、成膜装置などが水浸しになる恐れがあった。また、冷却手段を設ける必要があるため、蒸着装置の構成が複雑化してしまう。

[0007] また、SC-Cut水晶振動子を用いた場合、上述したとおりAT-Cut水晶振動子を用いた場合に比べて高温環境下での温度による周波数変動を極力抑え、高精度な測定をすることができる。しかし、特許文献2には、単にSC-Cut水晶振動子を用いることが開示されているのみであり、成膜工程において精度よく測定ができるSC-Cut水晶振動子の詳細な構成については開示されていなかった。また、真空蒸着装置、スパッタ装置などの成膜装置においては、成膜対象のみならず水晶振動子にも薄膜が形成されてしまう。この薄膜が厚くなると、水晶振動子上の蒸発物質膜の剥離や内部応力の蓄積によって水晶振動子の共振振動が不安定になったり、周波数測定範囲から外れるようになったりする。しかし、特許文献2においては、成膜装置におけるこれらの事情については考慮されていなかった。

[0008] 本発明はこのような事情を考慮してなされたもので、簡素な構成により膜厚の測定精度を向上させ、高精度な成膜レートを実現することができる膜厚監視装置用センサ、それを用いた膜厚監視装置、および膜厚監視装置用センサの製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0009] 本発明に係る膜厚監視装置用センサは、水晶結晶軸である直交座標系X軸、Y軸、Z軸においてZ軸周りに θ 回転し、X軸周りに ϕ 回転した水晶板を有し、水晶振動子の温度が $10 \sim 170^{\circ}\text{C}$ における周波数偏差が $\pm 20 \text{ ppm}$ 以下となる前記 θ および ϕ を有するSC-Cut水晶振動子と、前記水晶振動子を保持し、前記水晶振動子を冷却する冷却手段を有しないセンサヘッドとを備えた。
- [0010] また、本発明に係る膜厚監視装置は、上記膜厚監視装置用センサを備えた。
- [0011] さらに、本発明に係る膜厚監視装置用センサの製造方法は、水晶結晶軸である直交座標系X軸、Y軸、Z軸においてZ軸周りに θ 回転し、X軸周りに ϕ 回転した水晶板を有するSC-Cut水晶振動子と、前記水晶振動子を保持するセンサヘッドと、を備える膜厚監視装置用センサの製造方法において、前記 θ および前記 ϕ を θ_1 および ϕ_1 とし、かつ前記水晶板が前記 θ_1 および ϕ_1 を有する場合の基準温度と比較温度との周波数の差を ΔF_1 と定義して、3組の $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を決定し、3組の前記 $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を通る平面の式である第1式 $\theta_1 x + \phi_1 y + \Delta F_1 z = 0$ を求める工程と、前記 θ および前記 ϕ を θ_2 および ϕ_2 とし、かつ前記水晶板が前記 θ_2 および ϕ_2 を有する場合の前記水晶振動子の表面に所定温度の熱衝撃が加えられる前と加えられている間における周波数の差の最大値を ΔF_2 と定義して3組の $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を決定し、3組の前記 $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を通る平面の式である第2式 $\theta_2 x + \phi_2 y + \Delta F_2 z = 0$ を求める工程と、前記第1式と前記第2式とにおいて $z = 0$ として連立させて x および y を求める工程と、求められた前記 x および y をそれぞれ θ および ϕ とした水晶板を有する水晶振動子を前記センサヘッドに組み込む工程と、を備える。

発明の効果

- [0012] 本発明に係る膜厚監視装置用センサ、それを用いた膜厚監視装置および膜厚監視装置用センサの製造方法においては、簡素な構成により膜厚の測定精

度を向上させ、高精度な成膜レートを実現することができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]本実施形態における膜厚監視装置用センサおよびそれを用いた膜厚監視装置を適用可能な真空蒸着装置の概略的な構成図。

[図2] A T - C u t 水晶振動子を備えたセンサの周波数温度特性を示すグラフ。
。

[図3] S C - C u t 水晶振動子を備えたセンサの周波数温度特性を示すグラフ。
。

[図4] A T - C u t 水晶振動子の周波数温度特性を示すグラフ。

[図5] A T - C u t 水晶振動子の周波数温度特性を、形成された A l 薄膜の膜厚（発振周波数）と比較したグラフ。

[図6] A T - C u t 水晶振動子の表面に所定温度になるように熱衝撃を与えた場合の周波数の時間変化を示すグラフ。

[図7] A T - C u t 水晶振動子の表面に所定温度になるように熱衝撃を与えた場合の周波数の時間変化を、形成された薄膜の膜厚（発振周波数）と比較したグラフ。

[図8] S C - C u t 水晶振動子の周波数温度特性を、形成された A l 薄膜の膜厚（発振周波数）と比較したグラフ。

[図9] S C - C u t 水晶振動子の表面に所定温度になるように熱衝撃を与えた場合の周波数の時間変化を、形成された薄膜の膜厚（発振周波数）と比較したグラフ。

[図10] A T - C u t 水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置と、 S C - C u t 水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置とで、水晶振動子の発振周波数の時間変化を比較したグラフ。

[図11] A T - C u t 水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置と、 S C - C u t 水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置とで、蒸着レートの時間変化を比較したグラフ。

[図12] A T - C u t 水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置と、 S

SC-Cut 水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置とで、電源出力の時間変化を比較したグラフ。

[図13]本実施形態における膜厚監視装置を適用したスパッタ装置の概略的な構成図。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明に係る膜厚監視装置用センサ、それを用いた膜厚監視装置および膜厚監視装置用センサの製造方法の一実施形態を添付図面に基づいて説明する。

[0015] 図1は、本実施形態における膜厚監視装置用センサ3およびそれを用いた膜厚監視装置2を適用可能な真空蒸着装置1の概略的な構成図である。

[0016] 本実施形態における膜厚監視装置用センサ3（センサ3）は、例えば図1に示すような真空蒸着装置1に適用される。この真空蒸着装置1は、例えば半導体や電極用金属膜、有機EL膜などのための成膜に用いられる。真空蒸着装置1は、真空槽10内に、成膜材料を蒸発させる蒸発源11と、成膜対象物12と、成膜工程前などにおいて成膜対象物12に対して成膜材料が気化した蒸気を遮断するためのシャッター機構13とを備える。また、真空蒸着装置1は、膜厚監視装置として、水晶共振式の膜厚監視装置2を備える。

[0017] 膜厚監視装置2は、センサ3と、発振器15と、膜厚計16とを備える。センサ3は、センサヘッドにより水晶振動子を保持する。水晶振動子は、水晶板と、水晶板に設けられ電圧を印加する電極とを備える。水晶振動子は、水晶板の水晶結晶軸である直交座標系X軸、Y軸、Z軸においてZ軸周りに θ 回転し、X軸周りに ϕ 回転してカットされたSC-Cutの水晶板を用いた水晶振動子（SC-Cut 水晶振動子）であり、水晶振動子の温度が10～170℃における周波数偏差（周波数温度特性）が±20ppm以下となる θ および ϕ を有する。また、好ましくは、水晶振動子は、水晶振動子の温度が20～65℃における周波数偏差が±10ppm以下となる θ および ϕ を有する。また、好ましくは、水晶振動子は、50℃以下の熱衝撃が水晶振動子の表面に加えられる前の周波数に対する、熱衝撃が水晶振動子の表面に

加えられた場合における周波数の変化が、 $\pm 10 \text{ ppm}$ 以下となる θ および ϕ を有する。なお、周波数偏差が $\pm 20 \text{ ppm}$ 以下としたのは、膜厚測定などが精度よく実施できる範囲が $\pm 20 \text{ ppm}$ 以下であるためである。

[0018] 水晶振動子は、好ましくは回転角度 θ が $33^\circ 40' \pm 16'$ であり、回転角度 ϕ が $24^\circ 00' \pm 6^\circ$ である。特に好ましくは、回転角度 θ が $33^\circ 40'$ であり、回転角度 ϕ が $24^\circ 00'$ である。電極には、例えば金、銀など種々の金属材料を適用することができる。水晶振動子は、表面に付着した成膜材料の膜厚に応じて振動することにより、膜厚を検出する。水晶振動子は、例えば $2 \text{ M} \sim 30 \text{ MHz}$ の共振周波数を有する。

[0019] 発振器15は、水晶振動子の共振周波数で発振し、測定した水晶振動子の発振周波数変化を電気信号として膜厚計16へ出力する。膜厚計16は、発振器15からの電気信号に基づいて成膜対象物12の膜厚、現状の蒸着レートなどを計算し、蒸発源用電源17に適正な電力指示値を出力し、設定された蒸着レートになるようにフィードバック信号を出力する。蒸発源用電源17は、膜厚監視装置2の出力に基づいて蒸発源11へ所要の電力を出力する。

[0020] 以下、センサ3の詳細について説明する。本実施形態におけるセンサ3は、A T - C u t の水晶板を用いた水晶振動子を備えたセンサが通常有する、水晶振動子を冷却するための冷却手段を有することなく、高精度な測定を実現することができる。

[0021] すなわち、A T - C u t の水晶板を用いた水晶振動子（A T - C u t 水晶振動子）を備えたセンサは、高温環境下における温度による周波数変動が大きい。これにより、蒸発源からの熱や高温の蒸着物の付着により水晶板の温度が上昇すると、膜厚計において大きな測定誤差を生じることになる。

[0022] はじめに、水晶振動子の温度が $10 \sim 170^\circ \text{C}$ における周波数偏差が $\pm 20 \text{ ppm}$ 以下となるセンサ3の優位性について、A T - C u t 水晶振動子を備えたセンサと比較しながら説明する。

[0023] 図2は、A T - C u t 水晶振動子を備えたセンサの約 $20 \sim 170^\circ \text{C}$ の周

波数温度特性を示すグラフである。図2におけるA T - C u t 水晶振動子は、水晶結晶軸の直交座標系X軸、Y軸、Z軸のうちZ軸周りの回転角度 θ が $35^{\circ}15'$ となるようにカットされたものである。また、水晶振動子は、5MHzの共振周波数を有する。

[0024] A T - C u t 水晶振動子は、約 20°C から 80°C までは、良好な周波数温度特性を有するが、 100°C 近傍より周波数偏差が急激に上昇する。このため、水晶振動子が良好な周波数偏差を有する温度の範囲内に収まるよう、センサヘッドへ冷却水を供給して水晶振動子の冷却処理を行う必要がある。すなわち、A T - C u t 水晶振動子を用いた場合に高温領域においても測定精度を向上させようとする、冷却手段が必須となる。

[0025] ここで、図3は、S C - C u t 水晶振動子を備えたセンサの周波数温度特性を示すグラフである。比較を容易にするため、図3には図2に示すA T - C u t 水晶振動子を備えたセンサの周波数温度特性も併記されている。図3におけるS C - C u t 水晶振動子は、水晶振動子の温度が $10\sim 170^{\circ}\text{C}$ における周波数偏差が $\pm 20\text{ ppm}$ 以下となる θ および ϕ を有するS C - C u t 水晶振動子の一例である。この水晶振動子は、具体的には水晶結晶軸の直交座標系X軸、Y軸、Z軸のうちZ軸周りの回転角度 θ が $33^{\circ}40'$ 、X軸周りの回転角度 ϕ が $24^{\circ}00'$ となるようにカットされたものである。また、水晶振動子は、5MHzの共振周波数を有する。

[0026] 本実施形態におけるセンサ3は、特に、約 30°C から 170°C の高温領域にかけて、周波数偏差が $\pm 5\text{ ppm}$ 以下となっている。すなわち、センサ3は上述したA T - C u t 水晶振動子のように、高温領域においても温度による測定誤差が生じにくく、精度よく測定などが可能であるといえる。

[0027] このため、本実施形態におけるセンサ3は、センサ3を冷却するための水冷手段を設ける必要がなく、構成の簡素化を実現することができる。冷却手段を省略できるため、センサ3は水冷手段からの水漏れによる蒸着装置の故障などを回避することができる点においても有効である。この結果、温度による周波数変動を抑え装置全体として精度の高い膜厚測定および蒸発レート

制御が可能となる。

[0028] 次に、水晶振動子の温度が20～65℃における周波数偏差が±10 ppm以下となる場合のセンサ3の優位性について、AT-Cut水晶振動子を備えたセンサと比較しながら説明する。

[0029] 図4は、AT-Cut水晶振動子を備えたセンサの20～65℃の周波数温度特性を示すグラフである。図4および以下の説明において比較のために用いたAT-Cut水晶振動子は、水晶結晶軸の直交座標系X軸、Y軸、Z軸のうちZ軸周りの回転角度 θ が35°15'となるようにカットされたものである。

[0030] AT-Cut水晶振動子は、約25℃を変曲点として、約20℃から70℃において良好な周波数温度特性を有する。しかし、成膜工程において繰り返し使用されることにより水晶振動子に薄膜が形成されると、周波数温度特性は変化してしまう。

[0031] ここで、図5は、AT-Cut水晶振動子の周波数温度特性を、形成されたAl薄膜の膜厚（発振周波数）で比較したグラフである。図5においては、薄膜が形成されていない場合（new）と、薄膜が形成された結果発振周波数が段階的に変化した場合の周波数温度特性を示す。また、図5においては、各線は膜厚に依存して減少する発振器の出力周波数毎（5.00MHz（new、薄膜なし）、4.903MHz、4.804MHz、4.694MHz）に表され、グラフのY軸は温度ドリフト周波数（Hz）を示す。なお、このように蒸着膜が形成された場合の水晶振動子の周波数温度特性が大きく変化する現象については、本発明者が度重なる実験により発見した事実である。

[0032] 水晶振動子に成膜材料のAlの薄膜が付着すると、水晶振動子の発振周波数が変化する。すなわち、薄膜の形成量に応じて周波数温度特性が右下がりの勾配を持つ。従来、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサ（センサヘッド）の温度に応じて周波数温度特性を補正することにより測定結果の精度を上げる例が開示されている。しかし、このように水晶振動子に薄膜が付着し

周波数温度特性が大きくなると、もはや温度に応じて補正を行ったとしても、周波数の補正範囲から外れてしまい、適切な測定を行うことができない。このため、従来の膜厚監視装置では十分な測定が行えなかった。

[0033] 図6は、A T - C u t 水晶振動子の表面に所定温度になるように熱衝撃を与えた場合の周波数の時間変化を示すグラフである。グラフのY軸は温度ドリフト周波数 (H z) を示す (図7～図9においても同様)。なお、A T - C u t 水晶振動子に与えた熱衝撃は、30Wのハロゲンランプによる輻射熱とした (図7、図9においても同様)。電子ビーム式蒸着装置では、A T - C u t 水晶振動子 ($\theta = 35^{\circ} 15'$) を用いた場合のシャッター開放時の輻射熱による周波数変化は、最大200Hz程度、水晶振動子の表面温度は50℃程度であることが実験的にわかった。このため、200Hzの変化、すなわち表面温度50℃に相当する状況を、出力30Wのハロゲンランプを用いて作った。

[0034] A T - C u t 水晶振動子を使用したセンサと発振器とを組み合わせした場合、シャッター機構によりシャッターが開かれると蒸発源の輻射熱によりセンサに熱衝撃が急激に付加される。これにより、発振器からの出力周波数は、周波数温度特性に従わず急激に上昇する。なお、「熱衝撃」の発生は、二酸化ケイ素でできている水晶振動子と、金や銀などの電極用金属材料の熱膨張率差による水晶振動子の内部応力が原因であることが、実験によりわかった。

[0035] 図7は、A T - C u t 水晶振動子の表面に所定温度になるように熱衝撃を与えた場合の周波数の時間変化を、形成された薄膜の膜厚 (発振周波数) で比較したグラフである。図7においては、各線は膜厚に依存して減少する発振器の出力周波数毎 (5.00MHz (new、薄膜なし)、4.970MHz、4.900MHz、4.845MHz、4.804MHz、4.743MHz、4.695MHz) に表される。

[0036] 水晶振動子に薄膜が形成されると、図7に示すようにA T - C u t 水晶振動子の発振周波数に応じて周波数変化がばらつくことがわかる。これにより

、周波数温度特性同様、補正が困難であり、成膜速度である蒸着レートの制御性や膜厚測定の精度の低下が発生してしまう。このため、周波数温度特性同様、薄膜が形成されていない状態で補正を行った場合であっても、薄膜が形成されるにつれてばらつきが発生し、正確な測定、制御ができない。

[0037] これに対し、SC-Cut水晶振動子を用いたセンサは、表面に薄膜が形成された場合であっても、周波数温度特性および熱衝撃による周波数の変化は影響を受けることなく、安定した膜厚測定、蒸着速度の制御を行うことができる。

[0038] 図8は、SC-Cut水晶振動子の周波数温度特性を、形成されたAl薄膜の膜厚（発振周波数）で比較したグラフである。図8においては、各線は膜厚に依存して減少する発振器の出力周波数毎（5.00MHz（new、薄膜なし）、4.90MHz、4.80MHz、4.70MHz）に表される。

[0039] 図9は、SC-Cut水晶振動子の表面に所定温度になるように熱衝撃を与えた場合の周波数の時間変化を、形成された薄膜の膜厚（発振周波数）で比較したグラフである。図9においては、各線は膜厚に依存して減少する発振器の出力周波数毎（5.00MHz（new、薄膜なし）、4.97MHz、4.90MHz、4.80MHz、4.70MHz）に表される。

[0040] 説明のために用いたSC-Cut水晶振動子は、水晶結晶軸X軸、Y軸、Z軸のうちZ軸周りの回転角度 θ が 34° 、X軸周りの回転角度 ϕ が $22^\circ 30'$ となるようにカットされたものである。

[0041] SC-Cut水晶振動子について、図8に示すように、薄膜が形成されていない場合（5.00MHz）と、薄膜が最も形成された場合（4.70MHz）とを比較すると、周波数は最大でも40Hz程度しか変化しない。これは、AT-Cut水晶振動子の周波数の変化に比べて1/10程度である。また、これは、膜厚が大きくなっても、すなわち成膜工程を複数回繰り返したとしても、水晶振動子の周波数温度特性が変化しないことを示す。

[0042] また、図9に示す熱衝撃に対する周波数の時間変化も同様に、最大でも4

0 Hz 程度しか周波数は変化せず、A T - C u t 水晶振動子と比べて変化が小さい。すなわち、S C - C u t 水晶振動子は周波数温度特性、熱衝撃による周波数変化共に膜厚によらずに変化が少なく、成膜工程が複数回繰り返された場合であっても、誤差の小さい測定を維持することができる。この結果、S C - C u t 水晶振動子をセンサに用いた膜厚監視装置は、好適な蒸着レート制御が可能である。

[0043] 次に、S C - C u t 水晶振動子のカット角の決定方法、すなわち膜厚監視装置用センサの製造方法について説明する。

[0044] S C - C u t 水晶振動子は上述した通り、膜厚に応じた周波数温度特性の変化および熱衝撃に対する周波数の変化が、A T - C u t 水晶振動子に比べて、膜厚に応じて変化しない。このため、成膜工程が繰り返され水晶振動子に薄膜が形成されたことにより、膜厚が徐々に大きくなった場合に、周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化を最少にするためには、薄膜が形成されていない場合の周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化を最少にすればよい。

[0045] 本実施形態においては、薄膜が形成されていない場合の周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化を最少にすることのできる S C - C u t 水晶振動子の θ および ϕ を求めることにより、膜厚監視装置用センサに適した S C - C u t 水晶振動子の構成を決定した。

[0046] 具体的には、水晶振動子の温度が 20 ~ 65 °C における周波数温度特性が ± 10 ppm 以下となる θ および ϕ を有する S C - C u t 水晶振動子とする（条件 1）。または、水晶振動子表面に 50 °C 以下の熱衝撃が加えられる前の周波数に対する、熱衝撃が水晶振動子の表面に加えられた場合（加えられた後）における周波数の変化が、 ± 10 ppm 以下となる θ および ϕ を有する S C - C u t 水晶振動子とする（条件 2）。なお、水晶振動子は、水晶結晶軸である直交座標系 X 軸、Y 軸、Z 軸において Z 軸周りに θ 回転し、X 軸周りに ϕ 回転したものとする。なお、水晶振動子は、上記条件 1 および 2 のいずれかを満たすものであっても、双方を満たすものであってもよい。

[0047] 具体的には、Z軸周りの回転角度 θ およびX軸周りの回転角度 ϕ をそれぞれ θ_1 および ϕ_1 と定義する。また、周波数温度特性に関し、水晶振動子が θ_1 および ϕ_1 を有する場合の基準温度と比較温度との周波数の差を ΔF_1 と定義する。次に、3組の $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を決定する。さらに、3組の $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を通る平面の式である第1式 $\theta_1 x + \phi_1 y + \Delta F_1 z = 0$ を求める。

[0048] また、 θ および ϕ を θ_2 および ϕ_2 と定義する。かつ、 θ_2 および ϕ_2 を有する水晶振動子の表面に所定温度の熱衝撃が加えられる前と加えられている間における周波数の差の最大値を ΔF_2 と定義する。次に、3組の $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を決定する。さらに、3組の $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を通る平面の式である第2式 $\theta_2 x + \phi_2 y + \Delta F_2 z = 0$ を求める。

[0049] 次に、第1式と第2式とにおいて、 $z = 0$ として連立させて x および y を求める。すなわち、周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化 ΔF_1 、 ΔF_2 が0である場合の θ および ϕ を求める。そして、求められた x および y に基づいてZ軸周りの回転角度 θ およびX軸周りの回転角度 ϕ を有するSC-Cut水晶振動子をセンサに組み込むことにより、膜厚監視装置用センサを製造する。

[0050] さらに、周波数温度特性および熱衝撃による周波数の変化が $\pm 10 \text{ ppm}$ 以下となるような θ および ϕ の範囲についても、第1式と第2式とに基づいて求める。これにより、周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化が好適となる θ および ϕ を求めることができ、高温環境下での温度による周波数変動を抑え測定精度に優れた水晶振動子を有する膜厚監視装置用センサを製造することができる。

[0051] 以下、具体例を用いて説明する。SC-Cut水晶振動子の発振周波数は 5 MHz とする。

[0052] 上記第1式 $\theta_1 x + \phi_1 y + \Delta F_1 z = 0$ を求めるため、以下の通り3組の $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を得た。 θ_1 および ϕ_1 については、基準とした $\theta = 34^\circ$ 、 $\phi = 22^\circ 30'$ を中心に任意に数値を選択した。 ΔF_1 については、各 θ

θ_1 および ϕ_1 を有する SC-Cut 水晶振動子を用いて測定することにより得た。 ΔF_1 は、基準温度 20°C に対する比較温度 65°C の周波数変化 ($20 \sim 65^\circ\text{C}$ における周波数変化) とした。

$$\begin{aligned} [0053] \quad (\theta_1, \phi_1, \Delta F_1) = & (33^\circ 50', 24^\circ 45', -70), \\ & (33^\circ 50', 25^\circ 25', -82), \\ & (34^\circ 00', 25^\circ 25', -147) \end{aligned}$$

上記3点を通る平面の式は、以下の通りとなった。

[0054] [数1]

$$-40.687x - 2.004y - 0.111389z + 1418.37 = 0 \quad (1)$$

[0055] また、上記第2式 $\theta_2 x + \phi_2 y + \Delta F_2 z = 0$ を求めるため、以下の通り3組の $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を得た。 θ_2 および ϕ_2 は、 θ_1 および ϕ_1 と同一の値とした。 ΔF_2 については、各 θ_2 および ϕ_2 からなる SC-Cut 水晶振動子を用いて測定することにより得た。30Wのハロゲンランプの輻射熱を熱衝撃として用い、水晶振動子の表面温度が 50°C となるように設定された。すなわち、 ΔF_2 は、 50°C 以下の熱衝撃が水晶振動子の表面に加えられる前の周波数に対する、熱衝撃が水晶振動子の表面に加えられた場合における周波数変化である。

$$\begin{aligned} [0056] \quad (\theta_2, \phi_2, \Delta F_2) = & (33^\circ 50', 24^\circ 45', -33), \\ & (33^\circ 50', 25^\circ 25', -51), \\ & (34^\circ 00', 25^\circ 25', -63) \end{aligned}$$

上記3点を通る平面の式は、以下の通りとなった。

[0057] [数2]

$$-8.004x - 3.006y - 0.111389z + 341.52 = 0 \quad (2)$$

[0058] 次に、 $z = 0$ である場合の x および y を求める。すなわち、周波数変化 ΔF_1 、 ΔF_2 が0となる場合の θ および ϕ を求める。この結果、 $(\theta, \phi) = (33^\circ 41', 23^\circ 57')$ が得られた。

[0059] 次に、周波数温度特性が $\pm 10 \text{ ppm}$ 、および熱衝撃による周波数変化が $\pm 10 \text{ ppm}$ となる θ および ϕ の範囲を求める。5 MHzの水晶振動子の場合、これらを $\pm 10 \text{ ppm}$ とするためには、 ΔF_1 および ΔF_2 が $\pm 50 \text{ Hz}$ であればよい。このため、 ΔF_1 および ΔF_2 が以下の組み合わせとなる場合の θ および ϕ を、上記式(1)および式(2)から求める。結果は以下の通りである。

[0060] $(\Delta F_1, \Delta F_2) = (50, 50)$ の場合、 $(\theta, \phi) = (33^\circ 38', 24^\circ 57')$

$(\Delta F_1, \Delta F_2) = (50, -50)$ の場合、 $(\theta, \phi) = (33^\circ 25', 29^\circ 17')$

$(\Delta F_1, \Delta F_2) = (-50, 50)$ の場合、 $(\theta, \phi) = (33^\circ 56', 18^\circ 36')$

$(\Delta F_1, \Delta F_2) = (-50, -50)$ の場合、 $(\theta, \phi) = (33^\circ 44', 22^\circ 52')$

[0061] これにより、周波数変化が $\pm 10 \text{ ppm}$ 以下となる θ および ϕ の範囲は

$$(\theta, \phi) = (33^\circ 40' \pm 16', 24^\circ 00' \pm 6')$$

となる。また、 $(\theta, \phi) = (33^\circ 40', 24^\circ 00')$ の場合、SC-Cut水晶振動子の温度ドリフト周波数を最小値にすることができる。

[0062] このように、本実施形態における膜厚監視装置用センサ、それを備えた膜厚監視装置、および膜厚監視装置用センサの製造方法により製造された膜厚監視装置用センサは、薄膜が形成されても周波数温度特性の変化および熱衝撃による周波数変化が小さいというSC-Cut水晶振動子の性質を利用したことにより、高温環境下での温度による周波数変動を抑え精度の高い膜厚測定および蒸発レート制御が可能となる。

[0063] また、本実施形態における膜厚監視装置用センサの製造方法においては、薄膜が形成されていないSC-Cut水晶振動子において周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化に優れた θ および ϕ を近似して求めた。これにより、薄膜が形成された場合においても、形成されていない場合と同様に精

度の高い膜厚測定および蒸発レート制御を実現することができる。

[0064] また、以下の図10～図12に示すように、SC-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置は、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサヘッドを備える膜厚監視装置に比べて精度よく制御が可能である。

[0065] 図10は、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置と、SC-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置とで、水晶振動子の発振周波数の時間変化を比較したグラフである。

[0066] 図11は、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置と、SC-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置とで、蒸着レートの時間変化を比較したグラフである。

[0067] 図12は、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置と、SC-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置とで、電源出力の時間変化を比較したグラフである。

[0068] 図10～図12は閉状態のシャッターを250s経過した時点で開状態にして低レート成膜を行った例である。AT-Cut水晶振動子を使ったセンサの場合、電源の出力が徐々に増加することにより、シャッターが閉状態の場合であっても水晶振動子に輻射熱による温度ドリフトが発生する。さらに、シャッターが開状態となると、熱衝撃により水晶振動子の発振周波数が高い方にシフトする。一方、SC-Cut水晶振動子を使ったセンサの場合、同じ条件であっても温度ドリフト、熱衝撃の影響はほとんどないことがわかる。

[0069] このように、SC-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置は、周波数変化、蒸着レート変化、電源出力変化において、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサを備える膜厚監視装置より高温環境下での温度による影響などを受けることなく膜厚監視および成膜工程の制御が可能である。

[0070] なお、本実施形態における膜厚監視装置用センサ3およびそれを備えた膜厚監視装置2は、真空蒸着装置1を例に説明したが、スパッタリング装置や

、CVD装置に適用してもよい。

[0071] 図13は、本実施形態における膜厚監視装置を適用したスパッタ装置の概略的な構成図である。

[0072] スパッタ装置21は、真空槽31内に基板32と、成膜材料の組成に応じて形成されたターゲット電極33とを対向配置する。真空槽31内においては、高周波電源34により所定電力を投入しグロー放電させることにより、プラズマ雰囲気35が形成される。スパッタ装置21は、プラズマ雰囲気35中で電離した希ガスのイオンをターゲットに向けて加速させて衝突させ、これにより生じたスパッタ粒子（ターゲット原子）を飛散させて基板表面に付着、堆積させる。これにより、スパッタ装置21は薄膜を形成する。

[0073] このようなスパッタ装置21は、図1に示す真空蒸着装置1と同様、センサ36、発振器37、および膜厚計38を備えた膜厚監視装置22を備える。また、高周波電源34とターゲット電極33との間のインピーダンスの整合を図るためのインピーダンス整合器39も設けられる。

[0074] このようなスパッタ装置21や、CVD装置は、プラズマに曝されるため高温であり、水冷が必要となる。しかし、本発明に係るSC-Cut水晶振動子を備えたセンサは、AT-Cut水晶振動子に比べて高温領域における温度による周波数偏差が少ないことが特徴である。また、このセンサは、AT-Cut水晶振動子を用いたセンサに比べて温度ドリフトの発生が少ない。このため、本発明に係るセンサは、スパッタ装置21やCVD装置にもセンサ36として好適に用いることができる。

[0075] なお、SC-Cut水晶振動子は、成膜工程において用いられた後に、形成された薄膜および電極が剥がされ、再度電極が成膜されることにより再利用することができる。

符号の説明

- [0076] 1 真空蒸着装置
3、36 膜厚監視装置用センサ
2、22 膜厚監視装置

- 1 0、3 1 真空槽
- 1 1 蒸発源
- 1 5、3 7 発振器
- 1 6、3 8 膜厚計
- 1 7 蒸発源用電源
- 2 1 スパッタ装置
- 3 2 基板
- 3 3 ターゲット電極
- 3 4 高周波電源
- 3 5 プラズマ雰囲気
- 3 9 インピーダンス整合器

請求の範囲

- [請求項1] 水晶結晶軸である直交座標系X軸、Y軸、Z軸においてZ軸周りに θ 回転し、X軸周りに ϕ 回転した水晶板を有し、水晶振動子の温度が $10 \sim 170^{\circ}\text{C}$ における周波数偏差が $\pm 20 \text{ ppm}$ 以下となる前記 θ および ϕ を有するSC-Cut水晶振動子と、
- 前記水晶振動子を保持し、前記水晶振動子を冷却する冷却手段を有しないセンサヘッドとを備えた膜厚監視装置用センサ。
- [請求項2] 前記水晶振動子は、前記水晶振動子の温度が $20 \sim 65^{\circ}\text{C}$ における周波数偏差が $\pm 10 \text{ ppm}$ 以下となる前記 θ および ϕ を有する請求項1記載の膜厚監視装置用センサ。
- [請求項3] 前記水晶振動子は、 50°C 以下の熱衝撃が前記水晶振動子の表面に加えられる前の周波数に対する、前記熱衝撃が前記水晶振動子の表面に加えられた場合における周波数の変化が、 $\pm 10 \text{ ppm}$ 以下となる前記 θ および ϕ を有する請求項2記載の膜厚監視装置用センサ。
- [請求項4] 前記 θ は $33^{\circ} 40' \pm 16'$ であり、前記 ϕ は $24^{\circ} 00' \pm 6^{\circ}$ である請求項1～3のいずれか1項記載の膜厚監視装置用センサ。
- [請求項5] 前記 θ は $33^{\circ} 40'$ であり、前記 ϕ は $24^{\circ} 00'$ である請求項4記載の膜厚監視装置用センサ。
- [請求項6] 前記請求項1～5のいずれか一項の膜厚監視装置用センサを備えた膜厚監視装置。
- [請求項7] 水晶結晶軸である直交座標系X軸、Y軸、Z軸においてZ軸周りに θ 回転し、X軸周りに ϕ 回転した水晶板を有するSC-Cut水晶振動子と、前記水晶振動子を保持するセンサヘッドと、を備える膜厚監視装置用センサの製造方法において、
- 前記 θ および前記 ϕ を θ_1 および ϕ_1 とし、かつ前記水晶板が前記 θ_1 および ϕ_1 を有する場合の基準温度と比較温度との周波数の差を ΔF_1 と定義して、3組の $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を決定し、3組の前記 $(\theta_1, \phi_1, \Delta F_1)$ を通る平面の式である第1式 $\theta_1 x + \phi_1 y +$

$\Delta F_1 z = 0$ を求める工程と、

前記 θ および前記 ϕ を θ_2 および ϕ_2 とし、かつ前記水晶板が前記 θ_2 および ϕ_2 を有する場合の前記水晶振動子の表面に所定温度の熱衝撃が加えられる前と加えられている間における周波数の差の最大値を ΔF_2 と定義して3組の $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を決定し、3組の前記 $(\theta_2, \phi_2, \Delta F_2)$ を通る平面の式である第2式 $\theta_2 x + \phi_2 y + \Delta F_2 z = 0$ を求める工程と、

前記第1式と前記第2式とにおいて $z = 0$ として連立させて x および y を求める工程と、

求められた前記 x および y をそれぞれ θ および ϕ とした水晶板を有する水晶振動子を前記センサヘッドに組み込む工程と、を備える膜厚監視装置用センサの製造方法。

[請求項8]

周波数温度特性および熱衝撃による周波数変化が $\pm 10 \text{ ppm}$ 以下となるような前記 θ および ϕ の範囲を前記第1式と第2式とに基づいて求める工程と、

求められた前記 θ および ϕ の範囲内の前記 θ および ϕ を有する水晶板を有する水晶振動子を前記センサヘッドに組み込む工程と、をさらに備えた請求項7記載の膜厚監視装置用センサの製造方法。