

電気電子工学実験第一「真空蒸着法による金属薄膜の作製及び抵抗測定」

田村茂雄 東京工業大学 技術部電気電子部門

1. はじめに

真空蒸着法とは成膜したい材料を加熱気化させて試料へ輸送し試料上で再凝縮させ薄膜を得る方法である。任意の試料上に金属薄膜を堆積させる手法でありデバイス作製方法のプロセスの一つとして広く利用されている。工学院電気電子系学部 2 学年の学生対象におこなっている電気電子工学実験第一では真空蒸着装置を使用してスライドガラスに Ag の薄膜を作製し得られた薄膜の抵抗測定を 2 探針測定と 4 探針測定で測定し比較、評価する学生実験をおこなっている。この実験は学生が初めて真空装置を扱う学生実験となるため真空蒸着や真空ポンプの動作原理、取扱い上の注意等について基本的な指導が必要となる。今回、真空蒸着装置を使用した学生実験について報告する。

2. 真空蒸着装置

実験に使用する真空蒸着装置の外観を図 1 に、構成を図 2 に示す。実験を始める前に真空装置の取扱いについて以下の説明、注意をおこなう。また、油回転ポンプ、油拡散ポンプを分解したものを教材として用意し動作原理の説明に使用している。

(1) **油回転ポンプ** ローターの回転により吸入、圧縮、排出気のサイクルで排気をおこなう。大気圧から動作可能で中低真空領域で動作する。低真空領域での連続運転はポンプの排気口から油煙が排出されるため大気圧からは徐々にバルブを開けスロー排気をおこなう。停止後は吸気側が減圧状態のままとなり、差圧によりポンプ内部の油が排気口から押されて、吸気口、吸気配管まで逆流してしまう。この逆流を防ぐために、ポンプ停止と同時に吸気側をリークさせ、大気圧とする必要がある。

(2) **油拡散ポンプ** 主排気をおこなう高真空領域で使用する油拡散ポンプはヒーターにより加熱された油蒸気のジェット流で気体分子を排気し、高温の油蒸気は空冷された本体の内壁で冷却還流される。図 3 に示す油拡散ポンプ(水冷型)を分解したものを利用して構造、排気原理を説明している。油拡散ポンプは補助ポンプが必要であり大気圧から排気できないのでベルジャー内の大気圧からの排気にはバイパスバルブ経由の油回転ポンプによる粗引きが必要となる。油拡散ポンプは従来水冷型を使用していたが、省エネの観点から空冷型に変更した。

(3) **真空度の測定** 低真空($\sim 0.1\text{Pa}$)ではガイスラー管の放電形状により確認する。高真空ではペニング真空計($0.1\sim 10^{-4}\text{Pa}$)を使用して測定する。

(4) **操作上の注意** 真空バルブの開閉状態の確認は誤操作を防ぐために時計方向(閉)にバルブを回しておこなう。ベルジャーが大気に近い圧力のときにメインバルブを開けてしまうと油蒸気はベルジャー内に侵入し汚染させてしまう。また高温の油が大気に触れ酸化して排気能力が著しく低下するため油の交換が必要となる。



図 1 真空蒸着装置の外観

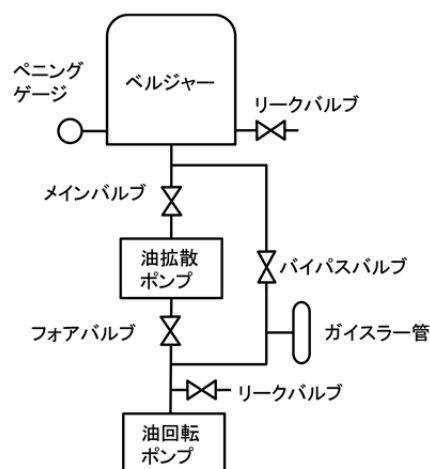


図 2 真空蒸着装置の構成

3. 真空蒸着の手順

- (1) **真空蒸着装置の起動** 油回転ポンプを ON にする. フォアバルブを開け油拡散ポンプの内部を排気しながら油拡散ポンプのヒーターを ON にする. 油が加熱されるまで約 20 分待つ.
- (2) **試料のセット** ベルジャー内の W フィラメントに Ag(99.9%)約 60mg をセットし, スライドガラスをステンシルマスクに乗せる.
- (3) **ベルジャーの粗引き** フォアバルブを閉じバイパスバルブを徐々に開けベルジャーを油回転ポンプで排気する.
- (4) **ベルジャーの本引き** ガイスラー管で真空を確認し, バイパスバルブを閉じフォアバルブを開ける. ペニング真空計の電源を ON にし, メインバルブを徐々に開け油拡散ポンプで本引きをおこなう.
- (5) **蒸着** 真空度がペニング真空計で $4 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 以下に到達したら蒸着電源を ON の後フィラメント電流を徐々に約 11A にする. Ag がすべて蒸発したことを確認してから蒸着電源を OFF にして 5 分待つ.
- (6) **試料の取出し** メインバルブを閉じて, リークバルブを開ける. スライドガラスを取出す.
- (7) **蒸着装置の停止操作** 油拡散ポンプのヒーター電源を OFF 後約 20 分間油回転ポンプで排気しながら冷却する. フォアバルブを閉め油回転ポンプの電源を OFF にする. 油回転ポンプの電源を OFF にしたときは必ず大気リークをおこなう.

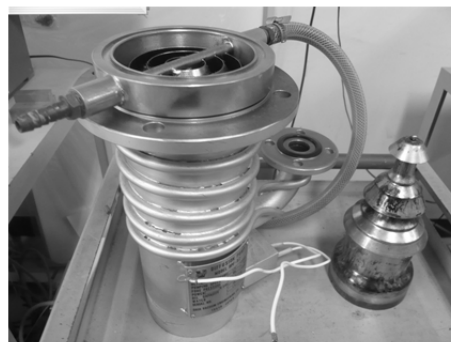


図 3 油拡散ポンプ(水冷型)

4. 真空蒸着により作製した Ag 薄膜の抵抗測定

- (1) **抵抗値の理論予測** 作製した Ag を蒸着した薄膜の形状を図 4 に示す. Ag が全方位に等方的に蒸発したと仮定すると次式により蒸着膜厚が得られる. Ag の膜厚 x , 質量 m , 密度 $\sigma [10.49 \text{g/cm}^3]$, フィラメントとスライドガラス間の距離 r [cm]とすると $m = 4\pi r^2 \cdot x \cdot \sigma$ となる.

Ag の抵抗率 $\rho [1.59 \times 10^{-6} \Omega \text{cm}]$ とすると Ag 薄膜の抵抗値は $R = l / (W \cdot x) \cdot \rho$ となる. $m = 60 \text{mg}, r = 7 \text{cm}$ のとき計算値は $R = 1.3 \Omega$ となる.

- (2) **抵抗測定** 約 1Ω の低抵抗を測定する方法として 2 探針測定と 4 探針測定をおこない比較検討する. 探針を測定用パッドに接触させる. 図 5, 図 6 の R_x を Ag の抵抗とする. 2 探針測定(図 5)では測定用の配線自体の抵抗 r_1, r_2 が測定値に測定誤差として含まれてしまう. 4 探針測定(図 6)では配線の抵抗 r_1, r_2 を回避することができ計算値に近い値となること

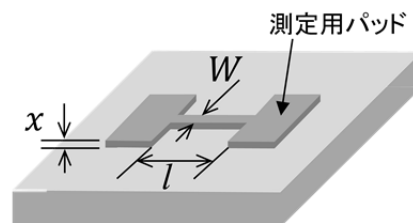


図 4 Ag を蒸着した試料

$l = 19.5 \text{ mm}, W = 3 \text{ mm}$

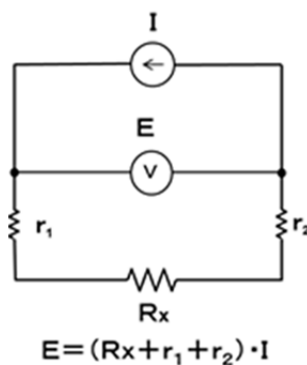


図 5 2 探針測定

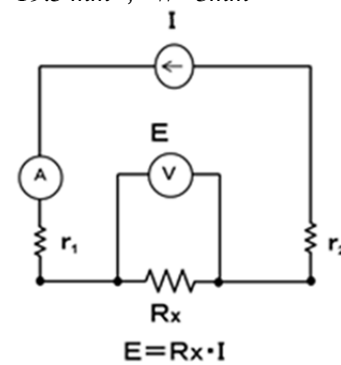


図 6 4 探針測定

を確認する. 実験の結果 2 探針測定では 2.28Ω , 4 探針測定では 1.60Ω となり計算値に近い値が得られている.

5. まとめ

真空ポンプの理解を深め興味を持たせるため油回転ポンプ, 油拡散ポンプやターボ分子ポンプを分解したものをを用いて構造, 排気原理を説明する教材として用いて理解に役立てている. 今後, 更に指導内容を工夫したい.