

02/05/05

物理学実験

蒸着膜

実験日 6月26、27日、7月3、4日、6、11日

● 実験の目的

薄膜作成技術は古くから存在しているが、大学、企業を問わず広く薄膜育成装置が普及するようになっている。本実験では薄膜作成法の中でもっとも簡単であり、普及している方法である真空蒸着法による薄膜育成方法を身に付けることを目的とする。同時に薄膜育成を行なう上で不可欠な真空技術の習得も行い、かつ広く持ち入れている膜圧測定である繰り返し反射干渉法についても学ぶ。

● 真空技術

1、真空

油回転ポンプ

油回転ポンプは 10^{-3} Torr 台の真空に廃棄するための低真空ポンプである。このポンプの構造は中空円筒に吸入口と排出口が取り付けられ、ローターが円筒に内接しておかれている。ローターは円筒の中心を回転軸として、常に円筒に内接するように回転する。回転速度はだいたい 500rpm (revolutions per minute) 程度である。この円筒の上部から、運動方向が上下だけに固定された翼がばねで抑えられて入り込み、ローターと常に密着するようになっている。ローターが回転することによって、吸入された気体と圧縮された空気を分離している。排出口の出口には弁があり、吸入口から吸い込まれた気体は(a)、ローターとともに圧縮される。その際、油回転ポンプ油も一緒に排出口のほうに持ち上げられる(b)。そして 1 気圧以上に圧縮されると弁が開いて外に吐き出される (c)。

油の役割は重要である。もちろん潤滑や気密保持という役割もあるが、死容積を減らし、ポンプの圧縮率を上げる役割のほうが重要である。すなわちこれがないと、弁の下部の空間はローターで押されることがないため圧縮率が下がり、この空間中に常に 1 気圧近い圧力の空気が残ることになり、ローターの回転とともにそれがポンプ内に拡散して、吸入口からの気体の流入を防げるのである。

図に示した部分は全体が油に浸っている状態になっている。そして、固定翼のしゅう動部分やローターの回転軸の部分でわずかな隙間から常に内部に油が供給されるようになっている。そこで、例えばポンプの回転を停止しそのまま放置すると、油が内部にどんどん入り込み、ついには吸入口を上って真空装置に入り込む。そこで、油回転ポンプでは、回転を停止したらすぐに空気をポンプの中に入れて 1 気圧とし、油が吸入口から上に昇らないようにしなくてはならない。

油拡散ポンプ

油拡散ポンプは 10^{-6} Torr 台の真空に廃棄するための高真空ポンプである。その構造は図に示すように、円筒状の筒の内部に 3 段のノズルが取り付けられたものである。円筒の下部の油が下に取り付けられた電気炉で加熱されて蒸発し、1 Torr 台の圧力となり、3 個のノズルから排出口のほうへ向かって噴射される。吸入口から拡散してきた空気分子は、

この噴射された油の蒸気に巻き込まれるような形で排出口に向かって加速される。油の蒸気流の大部分は排出口に向かうが、一部は吸入口に向かうことに注意を要する。そのため、拡散ポンプの吸入口の部分には液体窒素トラップをつけて油蒸気を凝縮させ、その真空槽中の拡散を減らしている。噴射に用いる油は高温で多量の空気に触れると劣化しやすく、また常温でも長時間 1 気圧の空気に触れていると、空気中の水分などを吸収してポンプの性能を落とすので、特に必要のない限り、油拡散ポンプは停止状態では、吸入口と排出口とに必ずついているコックを必ず閉じて内部をなるべく良い真空に保つ。

3、真空計

ガイスラー管

ガイスラー管は正確には真空計といいがたいが、簡単に圧力の大きな様子を知ることができるので、広く用いられている。構造はガラス管内に 1 対のアルミニウム電極が取り付けられているもので、電極間に数千ボルトの程度の高電圧を加えたときに生じる放電の様子の変化からおおよその圧力を知ることができる。圧力が高すぎると放電は起きないが、100 Torr 程度から火花放電が起こり始め、おおよそ 0.1 Torr 以下では蛍光のみとなる。また放電の色から気体の種類を知ることができる。

ペニング真空計

ガイスラー管は 10^{-2} Torr 以下の真空度では電子がほとんど残留ガスに衝突しなくなるので圧力測定ができなくなる。しかし電子を磁場中に置けば、電子は螺旋運動するようになり飛行距離が増し、残留ガスに衝突する確率が増える。このときの放電電流は 10^{-3} Torr 以下ではほぼ圧力に比例することが知られている。ペニング真空計はこの放電電流を測定し間接的に圧力のおおよその値を知るものである。一般的には 2 ~ 3 kV の直流電流が加えられ数百 G の磁場中で用いられる。

● 実験 真空蒸着膜の作成

物理的方法によって薄膜を作るときは、抽象的な表現をすれば、薄膜を作ろうとする物質に、熱エネルギーか運動量を加え、原子、分子またはその少数個の集合に分解させ、すなわち広い意味で蒸発させ、別の場所で結合あるいは凝縮させる。

この過程でもし大気が蒸発中の物質と一緒に存在すると

- (1) 蒸発物質の直進が妨げられ、霧のような微粒子が形成されてしまい、一様で平らな薄膜の形成が難しくなる。
- (2) 空気分子が薄膜の中に入り込み不純物となる。
- (3) 空気中の活性な分子が薄膜物質と化合物を形成する。
- (4) 蒸発のための加熱装置や蒸発物質と空気分子とが反応して化合物を形成し、清浄な蒸発ができなくなる。
- (5) 蒸発物質を蒸発させるタングステンが酸化し、加熱装置として機能しない。

などの障害を生ずる。

そこで空気分子を薄膜作成のために、装置から排除する必要がある。以下にその実験方法を記す。

実験方法

真空蒸着とは真空中で製膜したい物質を何らかの方法で加熱、蒸発させ、その蒸気を適当な物質の表面に付着させて膜を作る方法である。この方法により作成した膜を蒸着膜という。また、膜を付着させる板を基板と呼ぶ。以下に製膜の手順を説明する。なお、真空装置は汚れを極端に嫌う。従って、実験前には必ず手を洗い、油による汚染を防ぐために、真空容器内を触るときは必ず手袋を着用した。

基板の準備

スライドガラスから試料台に乗せられる大きさの板(12mm×25mm)を切り出す。ダイヤモンドカッターを用いて傷を付けてから割った。次にアセトンを用いて切り出した板を良く拭き脱脂した。脱脂が終わった基板はこれ以降製膜が終わるまで直接手で触れなかった。

膜の厚さは蒸着膜の一部に段差をつけ、その段差の高さを測ることにより行なう。そのために基板を真空中で動かす必要がある。基板を試料台に乗せる際には、この基板を動かす爪の間に設置した。鉄製の爪がガラスを隔てて、磁石によって動くことを確認した。

ヒーターの準備

タングステン線(直径0.4mm)を鉛筆の先などになるべく密に巻きつけ、スパイラル上のヒーターを作った。ヒーターを真空容器内の電極間にねじ止めした。

試料

本実験ではアルミニウム、および銀の薄膜を作成する。上述のタングステンヒーターにアルミニウムまたは銀を適量入れる。試料も素手で扱ってはならない。

蒸着の手順

蒸着中に真空容器内をできるようにアセトンを用いて真空容器の内側に付着している金属をふき取った。アルコールを用いてゴムのパッキンを拭き、薄く真空グリースを塗った。以上の準備が終え、真空容器を閉じた。この段階で磁石によりシャッターおよびガラス基板を真空容器の外側から動かせることを確認した。左図は高真空装置の図である。油回転ポンプと油拡散ポンプを用いて真空引きを開始した。油拡散ポンプは吐き出し口の気体の圧力を 10^{-1} Torr 程度、低くしておく必要がある。だから油回転装置で排気してから油回転ポンプを用いて排気した。

真空度が 10^{-5} Torr に達したら蒸着を開始する。ヒーターを調節し、ヒーターに 5 A の電流を流した。この時、タングステンは灼熱し、真空度が悪化した。5 A で 1.0×10^{-5} Torr から 9.0×10^{-4} Torr に下がり、6 A にすると、さらに 6.0×10^{-4} Torr となった。

加熱直後は不純物も多く蒸発するため、初めはシャッターを閉めて電流を流し、30秒ほど待ってからシャッターを開け、基板に膜が付着することを確認した。膜が付着したらいったん電流をゼロにお年シャッターを閉じ、磁石を動かして基板をずらす。そして、再度同じ手順で蒸着を行った。2回蒸着することで、基板に段差を作った。

・ 膜厚測定

基板をずらして2回蒸着することにより、基板には上図のような段差ができています。この段差を繰り返し反射干渉法で膜厚を測定した。

繰り返し反射干渉法

繰り返し反射干渉法は鮮明な干渉光を得る手段としてきわめて優れた方法である。
以下にその原理を述べる。

図 5.6

上図に示すように、2つの平行な平面 H_1 、 H_2 に垂直に、波長（角振動数）の単色光が入射したとき、 H_1 、 H_2 を通る光の強度を計算する。 H_1 、 H_2 の反射率、透過率をそれぞれ、 R_1 、 R_2 および、 T_1 、 T_2 とし、また H_1 、 H_2 の間の距離を d とする。入射光 $A_0 e^{i\omega t}$ は H_1 に入射するものとする。 H_1 を通って更に H_2 を通過する光はそのまま通過するもの、 H_1 、 H_2 で1回ずつ反射してから出るもの、2回ずつ反射してから出て行くもの……の合計になる。この何回も反射させた光を合成させることが、繰り返し反射干渉法の名前の由来である。この繰り返された反射によって干渉光の可視度が著しく増加する。

さてこのことを式で表そう。 H_2 、 H_1 の1回ずつの反射による光路差は $2d$ 、反射のときの位相変化は、2回の反射でなくなることを考えると、透過光の振幅 A は

$$\begin{aligned} A &= A_0((t_1 \cdot t_2) + (t_1 \cdot r_2 \cdot r_1 \cdot t_2) \exp\left(-i \frac{4\pi d}{\lambda}\right) \\ &\quad + (t_1 \cdot r_2 \cdot r_1 \cdot r_2 \cdot r_1 \cdot t_2) \exp\left(-i 2 \frac{4\pi d}{\lambda}\right) + \dots) \\ &= A_0 \sum_{m=0}^{\infty} (t_1 \cdot t_2) (r_1 \cdot r_2)^m \exp\left(-i m \frac{4\pi d}{\lambda}\right) \\ &= A_0 (t_1 \cdot t_2) \left[\frac{(1 - r_1 r_2 \cos \varepsilon) - i (r_1 r_2 \sin \varepsilon)}{1 - 2 r_1 r_2 \cos \varepsilon + (r_1 r_2)^2} \right] \end{aligned}$$

ただし、

$$\varepsilon = \frac{4\pi d}{\lambda}$$

したがって、透過光の強度 $I = |A|^2$ は

$$I = \frac{A_0^2 t_1^2 t_2^2}{1 - 2 r_1 r_2 \cos \varepsilon + (r_1 r_2)^2}$$

となる。

I が最大値 I_{\max} になるときの d の値は、 $d = 2m$ (m : 整数) を満たす値、すなわち $d = m / 2$ 、最小値 I_{\min} になるときの d の値は、 $d = (m + 1 / 2) \cdot \lambda / 2$ であり、

$$I_{\max} = \frac{(A_0 t_1 t_2)^2}{(1 - r_1 r_2)^2} \quad (1)$$

$$I_{\min} = \frac{(A_0 t_1 t_2)^2}{(1 + r_1 r_2)^2} \quad (2)$$

である。

干渉光の観察の際、干渉光が観察しやすいかどうかを表す目安として、可視度という量がある。可視度を V とすると、

$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}} \quad (3)$$

で表される。

$r_1 = r_2 = r$ 、 $t_1 = t_2 = t$ とし、 H_1 、 H_2 は吸収がないものと考えと

$$r + t = 1$$

を仮定する。そうすると (1)(2)(3) はそれぞれ

$$I_{\max} = \frac{(A_0 t^2)^2}{(1 - r^2)^2} = A_0^2 \left(\frac{1 - r}{1 + r} \right)^2 \quad (4)$$

$$I_{\min} = \frac{(A_0 t^2)^2}{(1 + r^2)^2} = A_0^2 \frac{(1 - r)^4}{(1 + r^2)^2} \quad (5)$$

$$V = \frac{2r^2}{1 + r^4} \quad (6)$$

となる。 r の値の範囲は $0 < r < 1$ であり、この範囲の r に対して (4)(5)(6) からわかるように I_{\max} 、 I_{\min} は r の減少関数、 V は r の増加関数である。可視度を上げるためには、 r をなるべく 1 に近づけることが望ましいが、そうすると I_{\max} や I_{\min} が小さくなり、したがって干渉光全体が暗くなってその観察がやりにくくなる。そこで実情に応じた r の選択が必要になる。下図に I_{\max} 、 V の変化を示した。

次にこの繰り返し反射干渉法を膜厚測定にどのように利用するか述べる。

図(a)に示すように H_1 、 H_2 を少し傾けておいたとする。すると H_1 に入射した光のうち、 H_1 、 H_2 との間の距離 d が、 $d = m \cdot \lambda / 2$ を満たすところだけが光が干渉しあって透過光は強く、したがってそこには明稿が現れ、 $d = (m + 1/2) \cdot \lambda / 2$ を満たすところは暗稿が現れる。そこ以外は中間の明るさになるが H_1 、 H_2 の反射率 r を大きく採ることによって、明稿の鋭さが大きくなる。そのよう

すを図 (b) に示す。

次に H_1 が完全に平らでなく、上図 (a) に示すように高さ h の階段がある場合を考えると、階段のところでは明稿にずれが生じる。その状態が (b) に示した。このずれと階段の高さとの関係を求める。 H_1 と H_2 との間の角度を θ 、明稿と明稿との間の長さを a 、ずれの長さを b とおくと、図(a) (b) からわかるように

$$\tan\theta = \frac{\lambda/2}{a} = \frac{h}{b}$$
$$\therefore h = \frac{b}{a} \cdot \frac{\lambda}{2}$$

となる。つまり、稿間隔に対するずれの割合に半波長をかけたものが階段の高さになる。作成された薄膜はずらして2回蒸着することにより、すでに段差ができており、その高さは1回目または2回目に蒸着した膜厚に等しい、従って段差を測定することによって膜厚を知ることができる。

顕微鏡を用いて作成した蒸着膜の干渉光を観察し、段差の様子を次ページにスケッチした。また、作成した蒸着膜の膜厚を測定した。なお、本実験で用いた淡色光の波長は546 nmである。