

## 金属薄膜の真空蒸着と膜厚の光学的測定法

担当： 土方泰斗

直通 048-858-3822、内線 4529

e-mail : yasuto@opt.ees.saitama-u.ac.jp

1. 目的

真空蒸着装置（抵抗加熱型）を用いてガラス基板上に金属薄膜を蒸着し、繰り返し反射干渉法によりその膜厚を測定する。これらの実験を通じ、真空装置の取り扱いと膜厚の光学的測定法を理解する。

2. 原理2.1 真空蒸着法

真空蒸着法とは、真空中で薄膜材料を加熱蒸発させ、これを基板面に付着させるものである。従って、この方法に必要な装置は、真空装置（真空チャンバー、排気ポンプ）、蒸発源、基板である。基本的な真空蒸着装置の構成を図1に示す。薄膜材料を加熱蒸発させるには、抵抗加熱法、電子衝撃法、高周波誘導加熱法等があるが、ここでは抵抗加熱法を用いる。抵抗加熱法は、高融点の金属（W, Mo, Ta等）の箔または線を適当な形状に作って蒸発源とし、薄膜材料をその上に載せ通電加熱し、物質を蒸発させて行う。

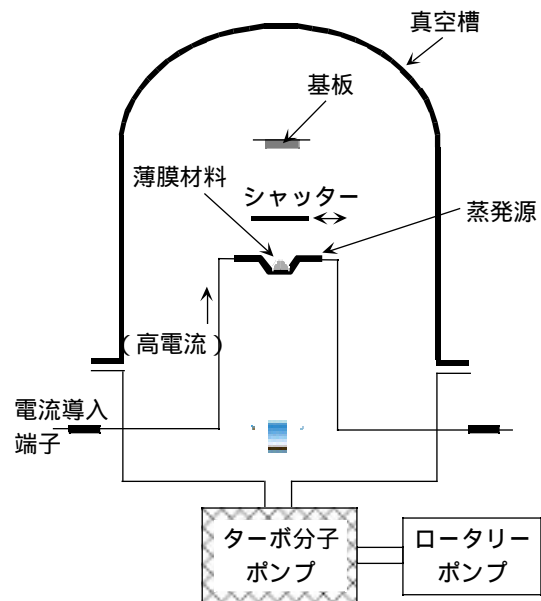


図1 真空蒸着装置の構成

本実験では排気系として、ロータリーポンプとターボ分子ポンプを使用する。ロータリーポンプは別名油回転ポンプと呼ばれ、油がローターと外壁の隙間をシールし、ローターの回転により外気の吸入・圧縮を行う。ターボ分子ポンプは高速で翼が回り、その翼が気体分子を叩いて排気する。ターボ分子ポンプの原理は扇風機と類似しているが、分子流領域で作動するため、ロータリーポンプを用いて予備排気及び二次排気を行わなくてはならない。

本実験は、水晶振動子膜厚計を用いて、成長中における膜厚の時間変化を計測する。水晶振動子は分子が付着して全体の重さが変わると、機械振動の共振周波数が低下する性質がある。そこで、振動子を基板付近に設置し、発振周波数の変化を読むことで膜厚を知ることが出来る。しかし、振動子の発振周波数は、振動子の温度にも依存して変化するので、温度を一定にするために水冷パイプ等の冷却装置を付置しなくてはならない。また、付着分子の重さと膜厚には必ずしも比例関係はないので注意が必要である。

## 2. 1 繰り返し反射干渉計

繰り返し反射干渉法(多重反射干渉法, MBI)は、鮮明な等高干渉縞を得る手段として極めて優れた方法であり、これを薄膜の膜厚測定に利用したものである。

図2に示すように、二つの平行な平面  $H_1, H_2$  に垂直に、波長  $\lambda$  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  $r_1, r_2$  及び  $t_1, t_2$  とし、 $H_1, H_2$  の間の距離を  $d$  とする。また、入射光を  $A_0 \exp(i\omega t)$  で表し、 $H_1$  に入射するものとする。透過光振幅  $A_t$  は、 $H_2$  から出てきた光の合計であるから、 $H_1, H_2$  間の走行による位相差を考慮して、

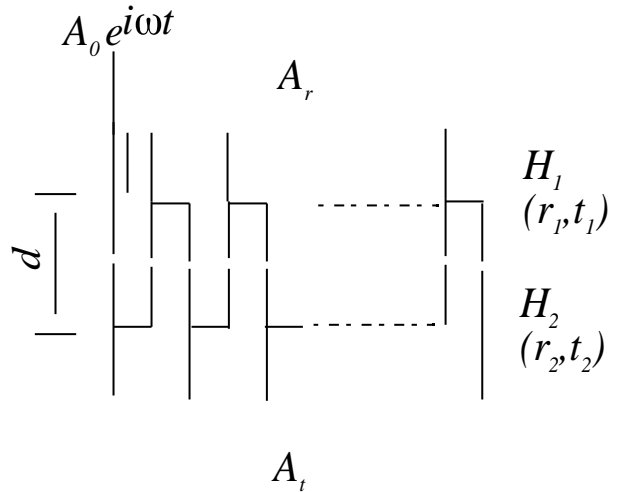


図2 繰り返し反射干渉計

$$A_t = A_0 (t_1 t_2) + (t_1 r_2 r_1 t_2) \exp -i \frac{4\pi d}{\lambda} + (t_1 r_2 r_1 r_2 r_1 t_2) \exp -i 2 \frac{4\pi d}{\lambda} + \dots$$

$$= A_0 (t_1 t_2) (r_1 r_2)^m \exp -im \frac{4\pi d}{\lambda} = A_0 (t_1 t_2) \frac{(1 - r_1 r_2 \cos \delta) - i (r_1 r_2 \sin \delta)}{1 - 2 r_1 r_2 \cos \delta + (r_1 r_2)^2} \quad (1)$$

ただし、 $\delta = 4\pi d / \lambda$ 、空隙の屈折率 = 1

従って、エネルギー透過率  $T = |A_t|^2 / |A_0|^2$  は、式 (1) から

$$T = \frac{t_1^2 t_2^2}{1 - 2 r_1 r_2 \cos \delta + (r_1 r_2)^2} \quad (2)$$

となる。同様にエネルギー反射率  $R = |A_r|^2 / |A_0|^2$  を求めると、

$$R = \frac{2 r_1 r_2 (1 - \cos \delta)}{1 - 2 r_1 r_2 \cos \delta + (r_1 r_2)^2} \quad (3)$$

で表される。従って、エネルギー反射率の最小値  $R_{min}$  は  $\delta = 2\pi m$  ( $m$ : 整数) すなわち  $d = m\lambda/2$  が条件となる。また、 $d = (m+1/2)\lambda/2$  であるとき最大値  $R_{max}$  をとる。 $H_2$  の反射率、透過率がそれぞれ  $r_2=1, t_2=0$  とすると、 $R_{min}$ ,  $R_{max}$  はそれぞれ、

$$R_{min} = r_1^2 + \frac{t_1^2 (t_1^2 - 2r_1 + 2r_1^2)}{(1 - r_1)^2}$$

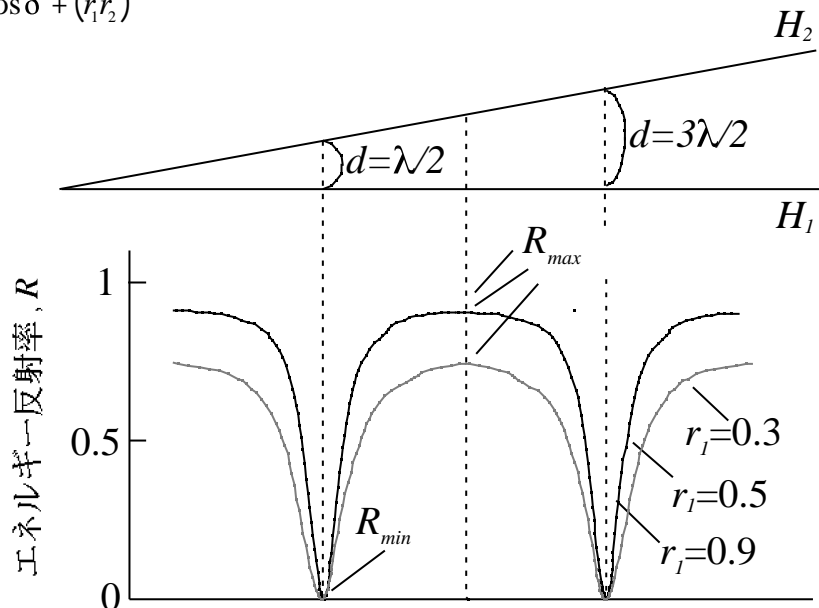


図3 MBI法における干渉縞の模式図

$$R_{\max} = r_1^2 + \frac{t_1^2(t_1^2 + 2r_1 + 2r_1^2)}{(1 + r_1)^2} \quad (4)$$

となる。式 (3) より、 $d$  を変化させて  $R$  の変化を求めると、図3のような干渉縞が得られることがわかる。また、 $r_1$  が大きくなるほど干渉縞の線幅は小さくなり、コントラストが向上するが、一方で像全体は暗くなる。ガラスなど反射率が低い基板の上の薄膜を測定するには、そのままでは  $r_1$  が小さすぎるため、反射率の高い膜をコーティングする必要がある。

実際の繰り返し反射干渉計による計測は、図4に示すように高反射誘電体ミラーを試料の上に乗せて行う。この時、測定対象膜の縞間隔  $a$  と、測定対象膜と半透膜の縞のずれ  $b$  には、以下の関係がある。

$$\tan\theta = \frac{\lambda/2}{a} = \frac{d}{b} \quad (5)$$

従って、 $a, b$  を実測し、光源の波長 (本実験では Hg 灯の  $\lambda=546$  nm 線を用いる) を代入して膜厚が求まる。



図4 階段構造における干渉縞のずれ

### 3. 実験の手順

#### 3.1 銀薄膜の作製

ここでの操作ミスは重大な打撃につながる。装置の状態はどうか、自分は今なにをすべきかを常に考え、集中して実験を行わなくてはならない。

##### 1) 基板の洗浄

1. ガラス基板に洗剤をつけ、指でごしごしとこする。最初はぬるぬるしているが、そのうち摩擦抵抗が強くなり、「ギュッ、ギュッ」という鈍い音がしてくるはず。指を怪我しないよう気をつけること
2. 超音波洗浄機の中にアルコール入りのビーカーを入れ、ビーカー中にガラス基板を入れて約5分間洗浄する
3. ドライヤーで十分乾かし、汚れないよう気をつけて保管しておく。今後は手袋をして、素手で基板を触らない

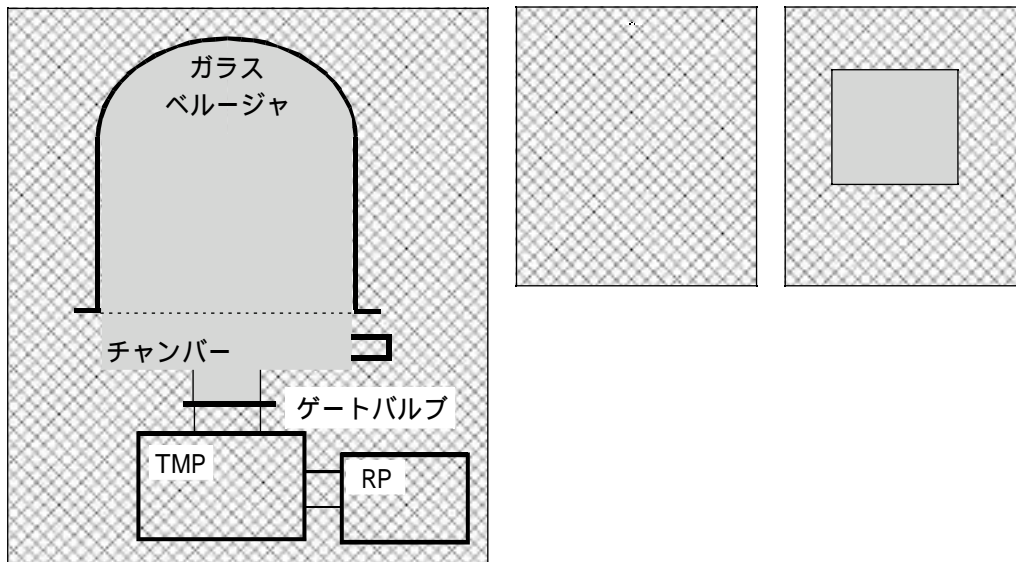


図5 真空系統図 (ハッチ：大気圧、グレー：低真空 (数 torr)、無色：高真空 ( $10^{-5}$  torr 以下))

## 2) 真空引き

初期の真空系の状態を図5 (a) に示す。今後、この状態図の変化を常に頭の中でイメージしながら作業を進めること (真空度は人間の目ではわからない！)。

1. リーク弁を開け、チャンバー内を大気圧にする (図5 (b))
2. ゲートバルブを開く
3. ガラスベルージャを開ける (絶対に破損しないよう注意！！)
4. 銀の残量を確認してガラス基板を置き、ガラスベルージャを閉めてリークバルブも閉める
5. 電磁リーク、ロータリーポンプ (以下 RP) の順で電源を入れ、排気音が静かになるのを待つ (現在の状態：図5 (c))
6. 真空計の電源を入れ、表示が1torr以下になったらターボ分子ポンプ (以下 TMP) をオン
7. 真空計が  $1 \times 10^{-5}$  torr 以下になるのを待つ (30分はかかる)

課題1) 時間 (分) に対するチャンバ内圧力 (単位：Paまたはmbar) のグラフを作成せよ

## 3) 銀薄膜蒸着

1. 現在、図5 (d) の状態であることを確認せよ
2. 水晶振動子膜厚計のつまみをXTALに合わせて発振出力を記録しておく。次につまみをRANGE=30kHzにして、周波数offsetつまみを調整して出力を0に合わせる。
3. 蒸発源電源のスイッチを入れ、少しずつ電圧を上げていく。電流値が追従して上昇するのを確認しながら行う
4. 電流値が45A程度に上がったならシャッターを開く。ストップウォッチで時間を測る

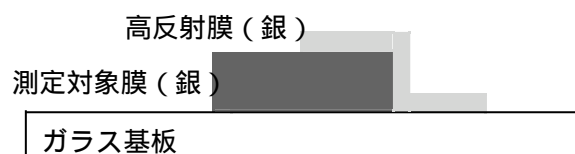


図6 試料の断面図

5. 膜厚計が0.5kHz変化するごとに時間を記録し、5～15分間(任意)蒸着する。蒸着終了後、シャッターを閉め、ゆっくりと蒸発源電源の電圧を下げる。電流導入端子が冷えるまで(手で触れる程度)待つ
6. 真空計の電源を切ってからゲートバルブを閉め、TMPをオフにする。回転が止まるまで、最低5分は待つ

\*ここからの作業は、高反射率膜を重ねて蒸着するための作業である(図6参照)

7. チャンバーを大気リークし、ガラスベルージャを開け、基板をずらして配置する。そして、ガラスベルージャとリーク弁を閉める
8. 現在図5 (e) の状態である。RPのスイッチを切り、続いて真空計と電磁リークのスイッチを切り、図5 (b) の状態に戻す。その後、ゲートバルブを開ける
9. 作業2)の5.-7.、3)の1.-2.を繰り返し行う。
10. 電流値が45A程度に上がったならガラス基板を目視し、基板越しの景色が見えなくなるまで蒸着する。見えなくなったらすぐさまシャッターを閉じ、ゆっくりと蒸発源電源の電圧を下げる。水晶振動子のつまみをOFFにする
11. 3)の6.と同じ作業を行う。そして、チャンバーを大気リークし、ガラスベルージャを開け、基板を取り出す。

課題2)蒸着時間と膜厚計の周波数変化を示せ(作業3)の3., 4.の結果を用いる)

#### 4) 終了作業

1. ガラスベルージャをアルコールをつけたキムワイプできれいに掃除する。ガラスベルージャとリーク弁を閉め、図5 (e) であることを確認する。
2. RPのスイッチを切り、続いて電磁リークのスイッチを切り、図5 (b) の状態に戻す。その後、ゲートバルブを開く
3. 作業2)の5.-6.を行い、真空計が $10^{-5}$ torr 台になるのを待つ
4. ゲートバルブを閉め、TMPのストップさせる。TMPの回転が止まるまで、最低5分は待つ。ゲートバルブを閉めると真空度が落ちるため、現在図5 (c) のゲートバルブが閉じている状態である
5. 真空計と電磁リークをオフにし、図5 (a) の状態に戻す

### 3. 2 膜厚測定

#### 1) 試料のセッティング

1. スターターのスイッチをオンにし、ファンの回転音を確認する
2. 膜厚計本体の高圧水銀灯をオンにし、青緑色の発光を確認する(紫外光を含むので間近で長時間目視しないこと)

\*なお、ランプが暖まらないと発光が始まらないので、むやみにランプのスイッチを切らないこと

3. 試料を試料台に置き、その上にオプティカルフラット(誘電体ミラー)を乗せる。配置は図7の通り

4. 試料クランプの高さを微調節し、縞が直線且つ測定膜と高反射膜の境界線に垂直になるようにする縞間隔と縞のずれを測定する

5. 全員の測定が終了したらランプを切り、冷えるまでファンを回して、最後にスターターを切る

## 2) 膜厚算出法

図4右図中の  $a, b$  及び膜厚  $d$ 、波長  $\lambda$  の関係は、式

(5) より以下のように表される

$$d = \frac{b}{a} \frac{\lambda}{2} \quad (6)$$

また、測定点  $a, b$  は、複数得られるはずである。これらの測定点を全て測定し、平均して最終的な膜厚  $d$  を求める。

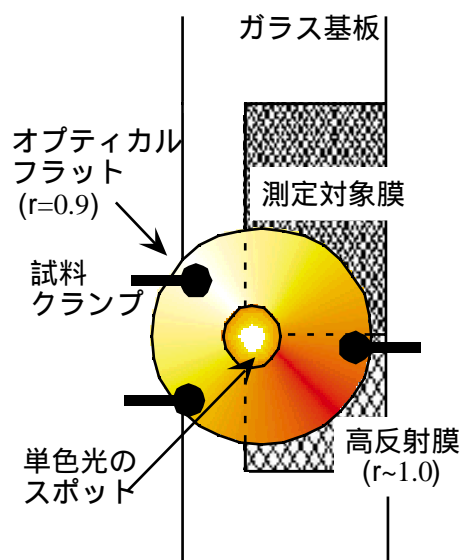


図7 試料の配置

## 4. 問題

必須1) 水晶振動子膜厚計を校正せよ。また、本実験の膜成長速度を求めよ

必須2) 1ページ目の下線部 に関連して、本実験では比例関係になっていたかどうかを答えよ。また、その理由も付して述べること

\* 以下は選択問題 (一人につき1問解答し、一班で全問解答せよ)

1) 本実験で用いた膜厚計の膜厚分解能はどの程度であるか (ヒント: 測定点  $a, b$  の点数に着目する)

2) 高反射膜を薄膜とガラスの上にコーティングするのは、干渉縞のコントラスト向上の他にもう一つの理由がある。考えてみよ (ヒント: 光の位相を考えよ)

3) 薄い銀薄膜 (100nm 以下) が青く見えるのはなぜか

4) 今回用いた真空計は、「ピラニー真空計」と「ペニング真空計」のコンビネーションゲージである。これらの特徴、動作原理について調べよ

5) 本実験での蒸着時における気体分子の平均自由行程 (mean free path) を算出せよ

予備1) 式 (3) を導出せよ

## 参考文献

1) 薄膜の基本技術 [第2版]: 金原粲 著、東京大学出版

2) 薄膜 [第5刷]: 吉田貞史 著、培風館

3) 薄膜・光デバイス: 吉田貞史、矢嶋弘義 著、東京大学出版