

真空蒸着法（物理情報第三実験：馬場研究室）

担当：中野武雄（最終更新 2003-01-22）

現在さまざまな産業において、 $1\mu\text{m}$ 未満の薄い膜が利用されています。このような膜は、どのように作ったらいいでしょうか。材料のカタマリを削ったり、叩いて延ばしたりするのでは、ちょっと難しそうですね。通常このような膜を作るときには、一度材料を原子・分子の状態にまでバラバラにします。そしてその原子・分子を、下地の上に一様な厚さになるように降り積もらせる、ということを行います（この下地は「基板」と呼ばれます）。

今回の実験で用いる「真空蒸着法」という方法は、名前のとおり「真空中でものを蒸発させて基板に着ける」というものです。一方例えば、金属などを溶液に溶かし、材料の表面に析出させる方法は「メッキ」といいます。真空蒸着法とメッキにはそれぞれ長所・短所があり、いずれも工業的に広く用いられています。

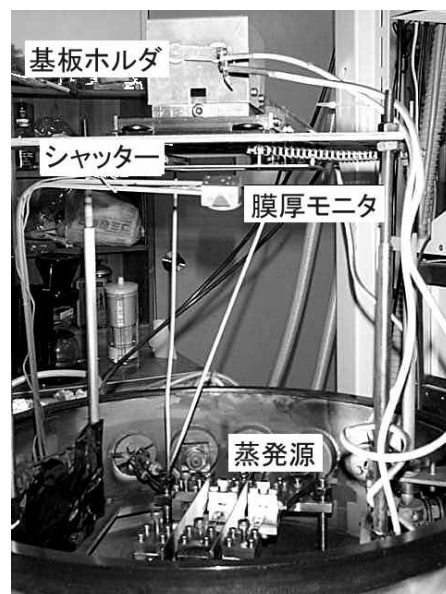
真空蒸着法の長所は、膜の厚さの微妙なコントロールができるという点にあります。蒸発源の温度を一定に保つことができれば蒸発量も一定になるので、基板をあらかじめ覆っておき、必要な時間だけ蒸発原子・分子にさらせば、望みの厚さの膜を作ることができます。また気体になった原子・分子は基本的に蒸発源からまっすぐ飛んでいくので、少し距離を離して基板を置けば、ほぼ厚さにムラのない膜を作ることができます。これらの性質は、例えば干渉フィルタなどで必要とされる、微妙な膜厚のコントロールに非常に都合が良いのです。

真空蒸着装置

真空蒸着法を行う装置は「真空蒸着装置」といいます。装置全体は、およそ $10^{-3} \sim 10^{-5}\text{Pa}$ (パスカル= N/m^2) 程度の圧力にまで真空排気ができるような容器に収められています。ところで大気圧は、天気予報でおなじみのおり 1013 hPa (ヘクトパスカル: ヘクトは 100 倍の意味) です。つまりおよそ 10^5Pa ですから、真空蒸着装置内部の圧力は、大気圧の 1 億 ~ 100 億分の 1 になるわけです。

真空容器にはいろいろな形状のものがありますが、今回用いるような釣り鐘型のものは、特に「ベルジャー」と呼ばれます。ベルジャーを開けた中身が右の写真です。蒸発源・膜厚モニター・シャッター・そして基板ホルダがあります。

蒸発源には、Mo などの融点の高い金属の板をちょっとへこませて皿状にした、「ポート」と呼ばれるものを使います。この上に蒸着したい材料をのせ、ポートに 50A 程度以上の大きな電流を流して 1000 以上に加熱し、上にのせたものを融かし、蒸発させるのです。



蒸発した材料の原子・分子は、四方八方へと飛んでいきます。これを受けるのが基板ですが、あまり蒸発源の近くに置くと、基板上で厚さにムラが出たり、蒸発源の温度による悪影響を受けたりするので、数 10cm 離すのが普通です。

蒸発源と基板の間には、「シャッター」と呼ばれる可動型の仕切り板を置きます。これによって、基板に向かう蒸発原子・分子の流れを制御できます。シャッターの蒸発源側には、「膜厚モニタ」という計測器が置かれるのが普通です。この膜厚モニタで、蒸発原子・分子が一定の割合で飛んできていることを確認し、シャッターを必要な時間だけ開けて、目的とする厚さの膜を作るのです。

この装置では、基板ホルダの上にハロゲンランプが置かれていて、基板の加熱もできるようになっています。基板の温度を変えると、降ってきた原子・分子の基板上での運動の様子が変わり、膜の性質に影響します。ただし今回の実験では、時間の都合上特に加熱は行わずに実験をします。

なぜ真空にするのか？～気体分子運動論～

なぜ真空蒸着法には「真空」が必要なのでしょう？これには大きく 2 つの理由があります。ひとつは、「蒸発源から飛び出した原子・分子が基板に届くまでに、気体分子によって散らされないようにしたいから」です。もうひとつは「基板に衝突する気体分子の個数を、膜にしたい原子・分子の個数よりも少なくしたいから」です。これらを順番に考えていきましょう。

まず、ここで「真空」と呼んでいる状態が、一体どの程度のものなのかということから考えてみましょう。気体の状態方程式は覚えているでしょうか。圧力を P (Pa)、体積を V (m^3)、温度を T (K)、モル数を M 、そして気体定数 $R=8.31$ (J/mol·K) とすると、

$$PV = MRT \quad (1)$$

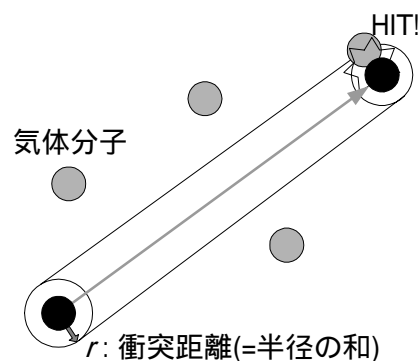
が状態方程式でした。

10^{-3} Pa という圧力で、温度が 296 K (=23) のとき、 $1m^3$ 中の分子の個数 n を求めてみましょう。1mol は分子の数にして 6.02×10^{23} 個になるのでしたね。答えは $n=2.44 \times 10^{17}$ 個になるはずですが、地球上にいる人類の人数がいま 5×10^9 人くらいですから、一人一人が 5 千万円を持ちよった時の総金額が 2.5×10^{17} 円くらい、ということです。ちょっと想像できる数字ではないですね。ただし分子同士の衝突頻度は、必ずしも膨大な大きさにはなりません。分子の大きさは非常に小さいので、数の多さとキャンセルするからです。

蒸発源から飛び出した原子(または分子)が基板に到着するまでに、これらの気体分子と衝突する頻度はどのくらいになるかを実際に考えてみましょう。蒸発源から飛び出した原子と気体分子が衝突するには、中心間の距離がそれぞれの半径の和よりも小さくなる必要があります。大体原子の大きさは、直径が 0.2~0.3 nm くらいです。簡単のため、気体分子の大きさも大体このくらいだとして、蒸発原子と気体分子の中心間の距離 r が 0.3 nm 以下になったときに衝突が起こると仮定しましょう(中心間の距離が二つの原子の半径の和より小さくなると衝突が起こります)。蒸発原子が $\ell = 1m$ 進んだとき、衝突が起こる回数 N は

$$N = \pi r^2 \ell n = \pi \times (0.3 \times 10^{-9} [m])^2 \times 1 [m] \times 2.44 \times 10^{17} [\text{個}/m^3] = 0.07 [\text{回}] \quad (2)$$

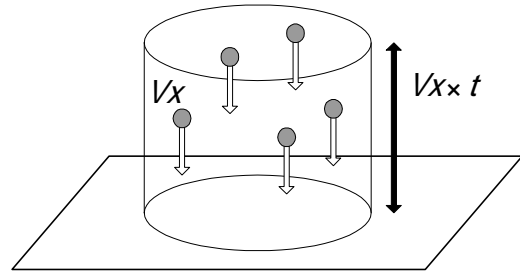
となります。 $\ell = 30$ cm なら 0.02 回くらいですね。これをもうちょっとわかりやすく言うと、100 個の蒸発原子・分子に対して、気体に衝突して向きが変わってしまうものは 2 個くらい、ということです。つまり、圧力が 10^{-3} Pa という環境では、実は蒸発源から飛び出した原子や分子のほとんどは、そのまま基板に到達することができるのです。



次に第二の点、「基板に当たる気体分子の個数」を考えましょう。気体分子の速度ベクトルは様々な大きさ・方向を取りますが、基板に向かう成分が v_x (m/s) であるような分子を考えてみてください。これが1秒間の間に基板に到達するためには、それが基板から距離 v_x (m) 以内にいないといけないことがわかります。この v_x をいろいろに変えて、その全てを足しあわせてあげると、結局1秒間に基板の 1m^2 あたりに衝突する気体分子の個数 J (個/ $\text{m}^2 \cdot \text{s}$) は、

$$J = \frac{1}{4} n [\text{個}/\text{m}^3] \times \bar{v} [\text{m}/\text{s}] \quad (3)$$

となることがわかっています。 \bar{v} は気体分子の平均の速さで、ほぼその温度での音速に等しい値になります。したがって例えば 300 m/s という値を入れると、 10^{-3} Pa に対しては、 1.83×10^{19} 個/ $\text{m}^2 \cdot \text{s}$ という値が得られます。



原子の直径は 0.3 nm 程度でした。この原子を表面に敷き詰めると、 1 m^2 の表面にはだいたい 1×10^{19} 個くらいの原子が並んでいることになります。つまり、 10^{-3} Pa の環境下では、1秒間に、表面の原子数にほぼ等しい個数の気体分子が衝突してくることになります。衝突した気体分子すべてが膜に取り込まれるわけではありませんが、でも衝突数が少ないに越したことはないので、圧力は低いほうが好ましいのです。

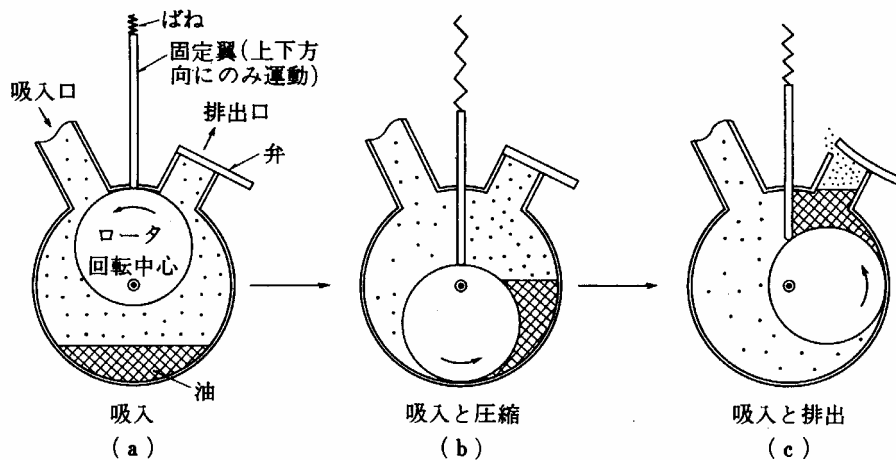
通常の高真空蒸着では、おおよそ1秒間に 1 nm 以下程度の厚さを積むように調節することが多いです。基板に当たる蒸発原子・分子の個数と気体分子の個数との比が、真空度によってどのように変わるか、計算してみるといいでしょう。

どうやって真空にするのか？

真空にするためには、真空ポンプという装置を用います。大気圧から蒸着に必要な $10^{-3} \sim 10^{-4}\text{ Pa}$ まで一気に引けるようなポンプがあれば理想的なのですが、なかなかそうも行かないので、例えば今回用いる装置では、ロータリーポンプと油拡散ポンプという二つのポンプを組み合わせることで真空排気を行います。ここではそれぞれの原理について簡単に説明しておきます。

ロータリーポンプ

ロータリーポンプは、モーターの力で気体を力学的に圧縮するものです。もっとも良く用いられているセンコ型の例を図に示します。ローターは周囲の壁と接しながら回転し、吸入口から吸い込んだ



気体を圧縮して排気側に送り込みます。排気側は1気圧ですから、吸気側の圧力をどこまで下げられるかは、まずこの体積の圧縮比に依存します。

実際のロータリーポンプでは、この仕組みを二段直列につなぐことによって、 10^6 程度の圧縮比を得ています。すなわち 10^{-1} Pa程度までの排気ができるようになっています。この圧力以下になると、空気漏れのシールや潤滑剤としての役割を担っている油の表面から蒸発する分子の量が無視できなくなるため、ロータリーポンプではこれ以下の圧力領域までの排気は困難になっています。

油拡散ポンプ

油拡散ポンプは、シリコンを多く含む油を加熱・蒸発させてジェット噴射を作り出し、その勢いで環境にある気体分子をたたき落として圧縮する、という原理になっています。底面のヒーターで加熱された油から蒸発した油分子は、煙突をのぼり、ノズルでもって下向きの噴射となります。側面は水冷パイプで冷やされているので、そこに到着した油分子は液体に戻り、壁面を滴れていつて底面に戻ります。

油の分子は、気体分子に比べるととても大きく重いので、例えば街道を走るトラックの集団にサッカーボールを投げ込んだときのように、気体分子は油分子の進行方向に跳ね飛ばされます。これにより気体分子は下の方にたまっていく(=圧力が上がる)ので、これをロータリーポンプで排気してあげるわけです。

この装置に使う油は、ロータリーポンプの油よりも室温での蒸気圧がずっと小さいので、排気できる圧力もロータリーポンプより低くできます。およそ 10^{-3} Pa程度の圧力が容易に得られます。また拡散ポンプの上に、液体窒素(-196℃)で冷やしたパネルを置くことで、ベルギーの方へ向かう油分子をさらに抑えることができます。今回用いる装置の到達圧力は 10^{-5} Pa程度ですが、うまく設計された油拡散ポンプでは、 10^{-8} Paまでの真空度が得られることもあります。

もっと勉強したい人に

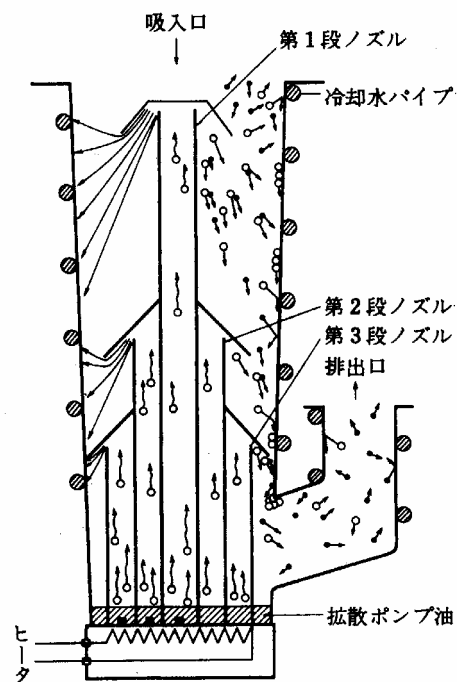
真空や薄膜について興味を持った人には、以下の本をおすすめします。いずれも気軽に読める本ですので、勉強に疲れたときにどうぞ。

- 麻蒔立男「真空のはなし 第二版」日刊工業新聞社
- 武井 厚 編「身近な機能膜のはなし ドライブロセステクノロジー」日刊工業新聞社

あるいはもうちょっと本格的に勉強してみたい場合には、

- 金原 粲「薄膜の基本技術 第二版」東京大学出版会
- 堀越源一「真空技術 第三版」東京大学出版会

などが良いでしょう。



金原 粲「薄膜の基本技術 第二版」
(東京大学出版会) p.20 より