

抵抗加熱蒸着装置 (酸化物用)

分析計測分野

kikibun@cc.okayama-u.ac.jp

目次

- はじめに・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1
- 操作の流れ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・1
- 準備と初期点検・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
- 装置の起動と試料のセット・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・2
- 真空排気・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3
- 蒸着・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3
- 試料の取り出し・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・4
- 装置の停止・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・5
- 参考成膜データ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・6
- 図一覧・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・7

抵抗加熱蒸着装置(酸化物用)

取り扱いマニュアル

はじめに

本装置を用いると、高真空中($10^{-2} \sim 10^{-3}$ Pa)において酸素ガスを導入しながら酸化物材料(主に SiO_x)を抵抗加熱により蒸発させることで、薄膜を作製することができます。

【注意事項】

1. 高圧電源を使用しますので、取り扱いには十分注意してください。
2. ベルジャー（真空槽）内は絶対に素手で触らないようにしてください。
3. ピンセットや薬さじ、六角レンチなどは、汚染を避けるために蒸着装置専用のものを使用してください。
4. ベーキング機能は、ベルジャー内に窒素導入できないため使用できません(2016年6月時点)。
5. 真空槽内等をクリーンに保ち安定して運用するため、定期的にメンテナンスを行ってください。
6. 使用状況をログノートに記録してください。

操作の流れ

1. 準備・初期点検
 2. 装置の起動と試料のセット
 3. 真空排気
 4. 蒸着
 5. 試料の取り出し
 6. 装置の停止
- 参考成膜データ
図1～図5

準備と初期点検

- 装置の使用許可を取ります。
- 装置が停止状態であることを確認します。
- 装置のログノートをチェックし、前回使用した人が異常等のメモをしていないか確認します。使用者は、成膜条件だけでなく異常など気の付いたことを必ずログノートに記入してください。

***** 以上で準備と初期点検は終了しました。 *****

装置の起動と試料のセット

- 装置横の配電盤内にある抵抗加熱蒸着装置（酸化物用）のブレーカーを ON にし、使用開始時間を装置のログノートに記録します。
- 装置前面のメイン電源 SW（図 1）を ON にし、パイロットランプが点灯することを確認します。
- 装置前面の膜厚計の電源 SW（図 1）を ON にし、[XTAL]ボタンを押すことで、クリスタルライフ 23%以下であることを確認し、その値を装置のログノートに記録します。
（注）23%に達している場合はクリスタルの交換が必要ですので、ただちに実験を中止し、管理者に連絡します。
- ベルジャー正面のリークバルブ（図 2）を OPEN にし、ベルジャー内を大気圧にします。
- 装置前面の真空計（図 1）が 5.0×10^4 Pa 以上または or（測定範囲外）を示し、ベルジャーが持ち上げられる状態になるまで待ちます。
- 装置前面の通電 SW（図 1）が OFF であることを確認します。
（注）この確認を怠ると、ベルジャー内の電極に感電し重大な事故につながる恐れがあります。
- ベルジャー後部の各種配線や冷却水チューブにテンションがかからないように注意しながら、クレーン（図 2）を時計回りに回し、ガイドバーを越えない高さまでベルジャーをゆっくりと持ち上げます。
- 汚染を避けるために、必要に応じてベルジャー内にアルミホイルを敷きます。
- 蒸着専用の六角レンチを使用して、チムニーフィラメントボートを所定の位置に確実にセットします（図 3）。フィラメントには大電流が流れるので、くれぐれも慎重かつ確実にセットします。
- フィラメントの 2 つの充填穴の蓋を外して、薬さじに少し程度の SiO_x を入れます（図 3）。
（注）充填穴内に古い SiO_x ソースが固まっていないか確認します。赤茶色のさらさらした状態であれば正常です。固化している場合は崩し、変色している場合は除去します。
- サンプルシャッター（図 2）を動かし、熱電対を引き抜いた後、サンプルホルダーをホルダー受けからスライドさせて抜き取ります。
- 試料をサンプルホルダーにセットし、ホルダー受けにスライドインした後、熱電対を差し込みます。
- ベルジャー内に忘れ物がないかを確認した後、ベルジャー後部の各種配線や冷却水チューブにテンションがかからないように注意しながら、クレーン（図 2）のロックを解除、反時計回りに回すことで、ベルジャーをゆっくりと下ろします。

***** 以上で装置の起動と試料のセットは終了しました。 *****

真空排気

- ベルジャー正面のリークバルブ (図 2) を CLOSE にします。
- 装置前面のドライポンプ (DRY.P) SW (図 1) を ON にします。
- 5 分後を目安に、真空度が 5×10^1 Pa 以下になっていることを確認します。
- 膜厚計のレート表示が揺らいでいないことを確認します。
(注) レート表示が揺らいでいる場合は、クリスタル表面に塵がのっている可能性がありますので、クリスタル表面をブローアークリーンするなどの対処をしてください。
- 装置前面のターボ分子ポンプ (TMP) SW (図 1) を ON にします。
- 5 分後を目安に、真空度が 10^{-3} Pa 前半、TMP 回転数が 833Hz であることを確認します。

***** 以上で真空排気は終了しました。 *****

蒸着

- 2~3 時間後を目安に、真空度が 1×10^{-4} Pa 以下であることを確認します。
- 水道水蛇口を開けて冷却水を供給し、各部水漏れがないことを確認します。
- 装置前面の断水警報 SW (図 1) を ON にし、リセット SW (図 1) を押すことで警報を止めます。
- 装置前面のベーキングヒータ冷却水 SW (図 1) を ON にします。
- 膜厚計の設定値を [PROG → FILM 1,2,3 の選択 → ▲▼で設定確認 → FILM にカーソルを戻す → PROG] で確認・セットします。
- 膜厚計シャッターを OPEN にします。
- サンプルシャッターが CLOSE であることを確認します。
- 装置のログノートなどをチェックし、蒸着源に対する目標の電流値と蒸着レートを確認します。

電流値と蒸着レートを目安

SiO _x	電流値：200~300A (@電圧値：1.0~2.0V) 蒸着レート：1~10Å/sec @酸素分圧 5.0×10^{-2} Pa
------------------	---

- 装置前面の電流調節つまみ (図 1) が最小 (反時計回り) であることを確認後、通電 SW (図 1) を ON にします。
- 装置前面の電流計 (図 1) が 120A (@ 0.5V) を表示するまで電流調節つまみ (図 1) をゆっくりと時計回りに回します。
- フィラメントがわずかに赤くなる (図 4) 一方で、膜厚計のレート表示がゼロであることを確認し、10 分を目安に真空度が安定するまで蒸着源のガス出しをします。
- ベルジャー右横のバリアブルリークバルブ (図 2) および酸素ポンベの2 次バルブ (図 5) が閉じていることを確認し、1 次バルブ (図 5) を開けた後、1 次圧力および 2 次圧力 (図 5) を確認します。
(注) 酸素ポンベの圧力調整バルブ (図 5) が閉じている場合は、0.05 MPa 程度の2 次圧力 (図 5) が得られるまでゆっくりと開けます。
- 酸素ポンベの2 次バルブ (図 5) を開けた後、装置前面の真空計 (図 1) が変化しないことを確認します。

- ベルジャー右横のバリアブルリークバルブ (図 2) を 5.0×10^{-2} Pa 程度の真空度が得られるまでゆっくりと開けた後、真空度が安定するまで待ちます。
(注) 1.0 Pa 以上に真空度を上げてはいけません。以後の蒸着中に酸素分圧が変化しても、調整してはいけません。
- 電流計 (図 1) が目標の電流値を表示するまで電流調節つまみ (図 1) をゆっくりと複数回に分けて時計回りに回します。
- 目標の蒸着レートに安定後、膜厚計シャッターを CLOSE にします。
(注) 膜厚計クリスタルの消耗を防ぐため、蒸着中は可能な限り膜厚計シャッターを閉じ、蒸着レートと蒸着時間の関係を使って膜厚制御を行ってください。
- サンプルシャッター (図 2) を OPEN にすると同時に、膜厚計の [ZERO] を押して蒸着を開始します。必要に応じて、膜厚計を使って蒸着レートを確認し電流調節つまみ (図 1) を微調整します。
(注) フィラメントが切れるなどの緊急時には、通電 SW (図 1) を OFF にし、ただちに実験を中止し、管理者に連絡します。
- 目標の膜厚に達したらサンプルシャッターを閉じます。
- 電流調節つまみ (図 1) を最小まで反時計回りにゆっくりと回した後、通電 SW (図 1) を OFF にします。
- ベルジャー右横のバリアブルリークバルブ (図 2) を閉め、酸素ポンベの 2 次バルブ (図 5) を閉めた後、1 次バルブ (図 5) を閉めます。
(注) 酸素ポンベの圧力調整バルブ (図 5) は、0.05 MPa 程度の 2 次圧力 (図 5) にしておきます。
- 成膜条件 (電流値、電圧値、蒸着レート、膜厚、蒸着時間、サンプル温度等) を装置のログノートに記録します。
- 膜厚計の [XTAL] ボタンを押すことで、クリスタルライフ 23% 以下であることを確認し、その値を装置のログノートに記録し、膜厚計の電源 SW (図 1) を OFF にします。
(注) 23% に達している場合はクリスタルの交換が必要ですので、ただちに実験を中止し、管理者に連絡します。

***** 以上で蒸着は終了しました。 *****

試料の取り出し

- ターボ分子ポンプ (TMP) SW (図 1) を OFF にします。
- 1 時間後を目安に、TMP 回転数が 100Hz 以下であることを確認します。
- ドライポンプ (DRY.P) SW (図 1) を OFF にします。
- ベーキングヒータ冷却水 SW (図 1) を OFF にします。
- あらかじめ断水警報 SW (図 1) を OFF にした後、水道水蛇口を閉じます。
- リークバルブ (図 2) をゆっくりと OPEN にし、TMP 回転数が徐々に低下するのを確認しながらベルジャー内を大気圧にします。
- 真空計 (図 1) が 5.0×10^4 Pa 以上または or (測定範囲外) を示し、ベルジャーが持ち上げられる状態になるまで待ちます。
- 通電 SW (図 1) が OFF であることを確認します。
(注) この確認を怠ると、ベルジャー内の電極に感電し重大な事故につながる恐れがあります。

- ベルジャー後部の各種配線や冷却水チューブにテンションがかからないように注意しながら、クレーン (図2) を時計回りに回し、ガイドバーを越えない高さまでベルジャーをゆっくりと持ち上げます。
- サンプルシャッター (図2) を動かし、熱電対をサンプルホルダーから引き抜いた後、ホルダー受けからスライドさせて抜き取ります。
- サンプルホルダーから試料を取り外し、ホルダー受けにスライドインした後、熱電対を差し込みます。
- 他の試料に蒸着する場合は、【装置の起動と試料のセット】の所定の箇所から、同じ操作を繰り返します。
- 必要に応じて、蒸着専用の六角レンチを使用してフィラメントを取り外します。
- 必要に応じて、ベルジャー内をエタノール等でクリーニング（ゴム O リングは、有機溶媒で劣化するので除く）、専用の掃除機で吸うなどの清掃を行います。
- ベルジャー内に忘れ物がないかを確認した後、ベルジャー後部の各種配線や冷却水チューブにテンションがかからないように注意しながら、クレーン (図2) のロックを解除、反時計回りに回すことで、ベルジャーをゆっくりと下ろします。

***** 以上で試料の取り出しは終了しました。 *****

装置の停止

- ベルジャー正面のリークバルブ (図2) を CLOSE にします。
- 装置前面のドライポンプ (DRY.P) SW (図1) を ON にします。
- 5分後を目安に、真空度が 5×10^1 Pa 以下になっていることを確認します。
- ドライポンプ (DRY.P) SW (図1) を OFF にします。
- 装置前面のメイン電源 SW (図1) を OFF にします。
- 装置横の配電盤内にある抵抗加熱蒸着装置（酸化物用）のブレーカーを OFF にし、使用終了時間を装置のログノートに記録します。
- 再度、装置の異常や忘れ物がないかを確認してください。

***** 以上で装置は停止しました。 *****

***** お疲れ様でした。蒸着中の様子など、記録ノートに書ききれなかったことをみんなに話しましょう。 *****

参考成膜データ

[SiO_x 抵抗加熱蒸着条件 (2016. June by A. Ishikawa 初運転時)]

- 基板 : ITO 基板 (20 x 10 mm²)
- ターゲット : SiO (2つの充填穴にそれぞれ薬さじに少し程度充填)
- Back Ground Pressure (BGP) : 5.0 x 10⁻² Pa
- 電流 : 240 A @ 約 1.0 V
- 成膜時間 : 5分00秒
- 膜厚 : 1.41 kÅ @ 3.0 Å/sec

注) 蒸着膜の組成分析を行っていないため、本マニュアル内では SiO_x と表記してあります。

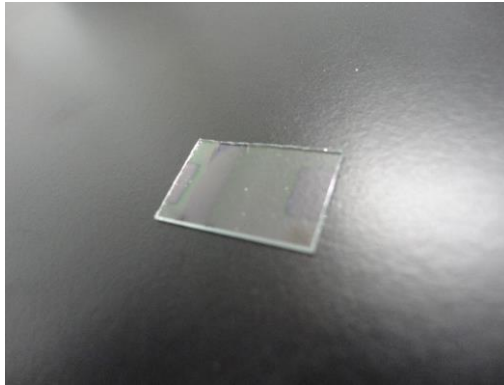


図 S1 SiO_x 蒸着後の基板表面
(蒸着膜の領域は光の干渉で薄青緑に着色)

図1～図5

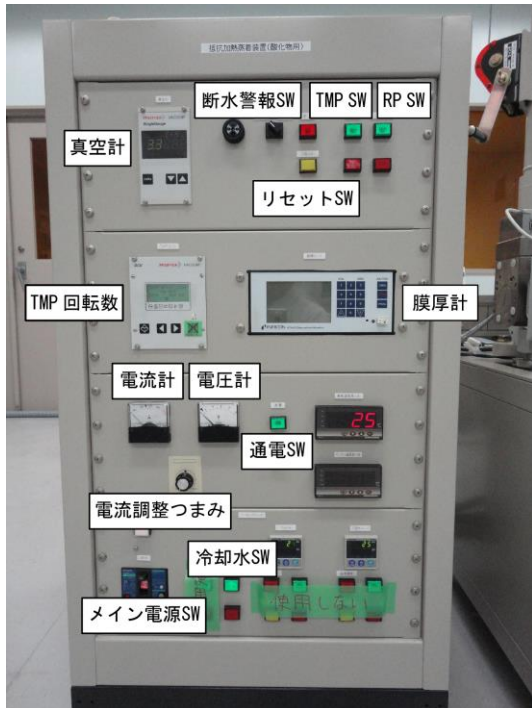


図1 装置前面の操作パネル

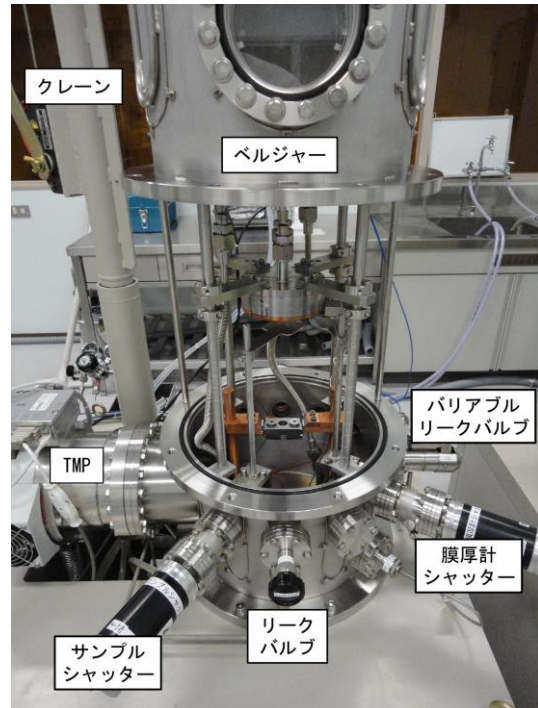


図2 ベルジャーの周辺

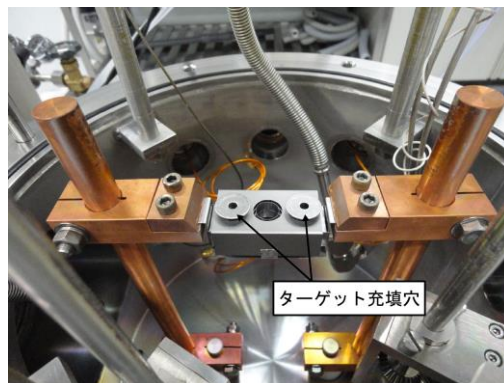


図3 フィラメントと蒸着源のセット方法

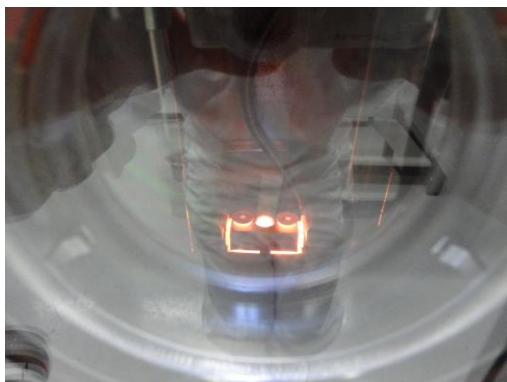


図5 200 A 通電中のフィラメントの色相

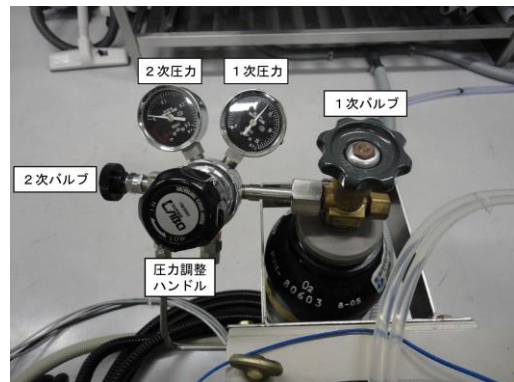


図4 酸素ポンプ周辺