

抵抗加熱蒸着装置

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・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・4
- 参考成膜データ・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・5
- 図一覧・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・6

抵抗加熱蒸着装置

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($10^{-4} \sim 10^{-5}$ Pa)において金属材料など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(2015年12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4

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。
- ベルジャー右横のリークバルブ (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。
- 必要に応じて、ベルジャーが汚れないように試料台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、タングステンフィラメン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。
- 蒸着源をフィラメントから溢れないようにセットします (図 3)。

蒸着源量の目安

Cr	フィラメントの半分以下を目安に補充する。
Au	膜厚 100 nm 対して 0.2 g 程度

- サンプルシャッター (図 2) を動かし、試料を中央の試料台にセットします。
- フィラメント観測用の鏡の位置を確認・調整します。
- 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

- ベルジャー右横のリークバルブ (図 2) を CLOSE にします。
- 装置前面のロータリーポンプ (RP) 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

Cr	電流値 : 38A 蒸着レート : 0.5~1 Å/sec
Au	電流値 : 32A 蒸着レート : 0.5~1 Å/sec

- 装置前面のフィラメント SW (図 1) を押すことでフィラメントを選択します。
- 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 20A 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、数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。
- 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。
- 成膜条件 (蒸着源、電流値、蒸着レート、膜厚、蒸着時間) を装置のログノートに記録します。
- 他の蒸着源で蒸着する場合は、【蒸着】の所定の箇所から、同じ操作を繰り返します。
- 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。
 - ロータリーポンプ (RP) 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、試料を取り出します。
- 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

- ベルジャー右横のリークバルブ (図 2) を CLOSE にします。
- 装置前面のロータリーポンプ (RP) 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。
- ロータリーポンプ (RP) 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

[Cr/Au 抵抗加熱蒸着条件 (2015. September by A. Ishikawa 初運転時)]

- 基板 : ガラス基板 (25 x 25 mm²)
- ターゲット : Cr (フィラメントに半分ほど充填)
: Au (0.35g をフィラメントに充填)
- Back Ground Pressure (BGP) : Cr: 1.5×10^{-4} Pa
: Au: 3.7×10^{-4} Pa
- 電流 : Cr: 38 A
: Au: 32 A
- 成膜時間 : Cr: 1 分 40 秒
: Au: 13 分 40 秒
- 膜厚 : Cr: 0.05 kÅ @ 0.5 Å/sec
: Au: 0.5 kÅ @ 0.5 Å/sec

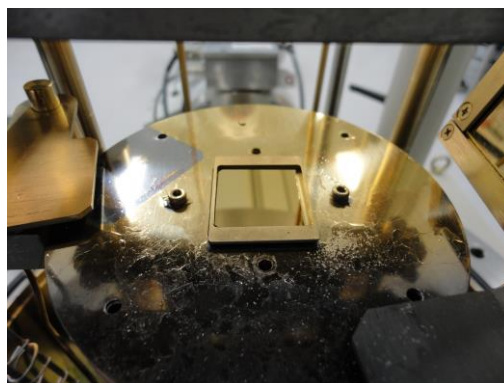


図 S1 Cr/Au 蒸着後の基板表面

図1～図4

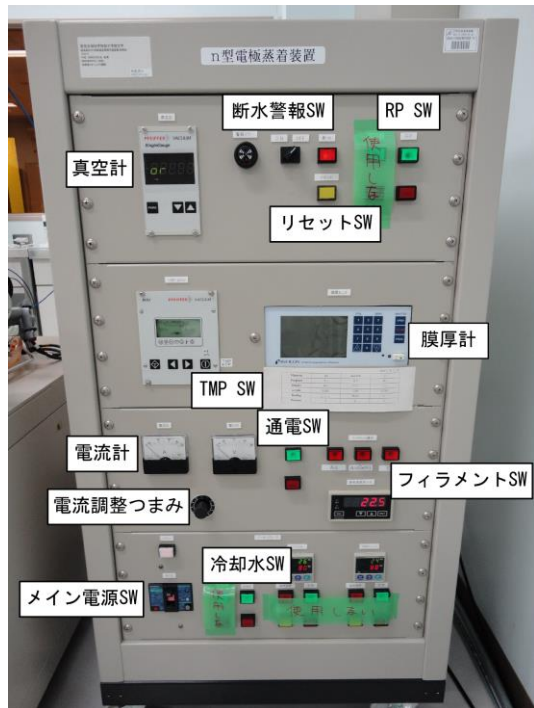


図1 装置前面の操作パネル

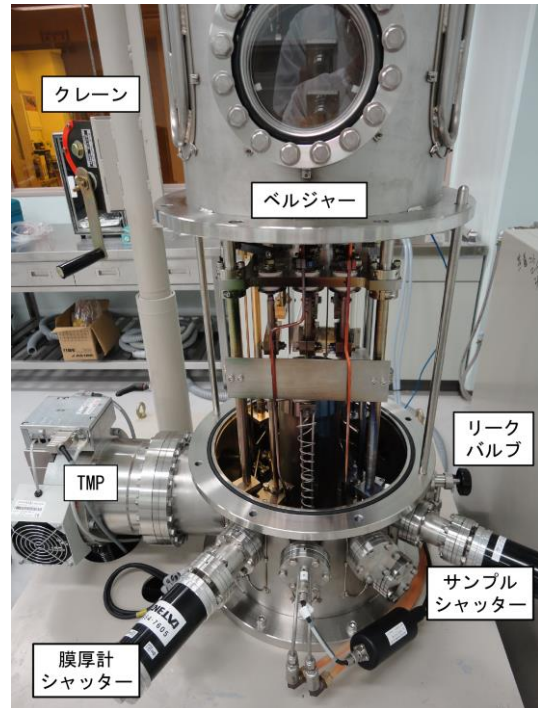


図2 ベルジャーの周辺

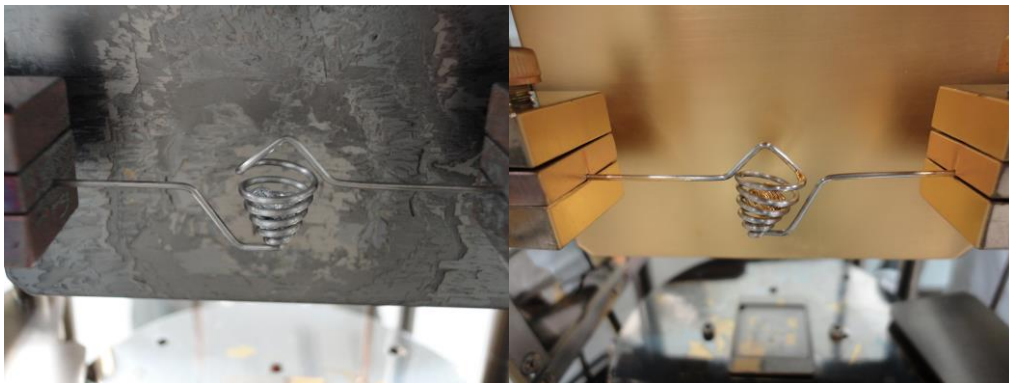


図3 フィラメントと蒸着源のセット方法
(左：Cr グラニュール、右：金ワイヤー)

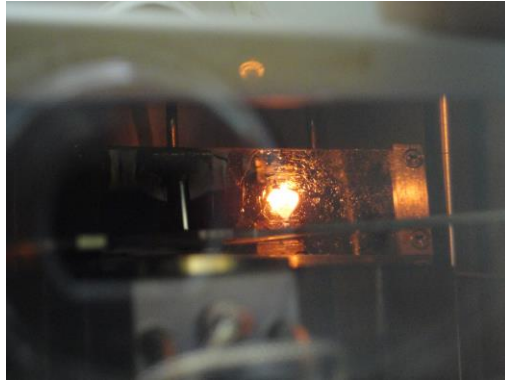


図4 20 A 通電中のフィラメントの色相