

実験教育を目的とした真空蒸着装置の改良

Improvement of the vacuum evaporator for the purpose of the experiment education

高木 淳[†], 大鐘 亮[†]

Atsushi TAKAGI, Ryo OGANE

Abstract A vacuum evaporator is a primary device of the vacuum technology. It is mainly used for film manufacture of metal and metal oxide and is industrially useful for a semiconductor and electronic device manufacture. We adopt a vacuum evaporator in the physical experiment class opened for sophomore students in sciences for vacuum technical education in Aichi Institute of Technology. We reconsidered this device from an educational point of view and improved it as the apparatus that is easy to use, secure and superior in maintainability.

1. はじめに

真空蒸着装置とは、真空中で金属や金属酸化物などを溶解、蒸発または昇華させて、基板の表面に蒸発または昇華した粒子（原子または分子）を付着させて薄膜を作製する装置である。特徴として、比較的装置の構造が簡単、成膜速度が速い、真空度を高くすることにより高純度の膜を作製することが可能なことなどが上げられる。

これらの特徴を活かして工業的には、眼鏡やカメラのレンズ表面の光学薄膜、ディスプレイを構成する電極、半導体膜、絶縁膜、また抵抗やコンデンサー、半導体集積回路などの電子部品など様々な分野で、真空蒸着装置が広く用いられている。

愛知工業大学では、工学部全専攻と情報科学部コンピューターシステム専攻の2年生に対し開講されている物理実験において、真空技術の習得と作製した薄膜の膜厚を測定することを目的に、真空蒸着装置を使用するテーマを設定している。他の物理実験テーマに比べて、装置が大掛かりであるため学生の関心度の高いテーマであるが、不用意な操作をすると、実験失敗だけでなく装置のオーバーホールを必要とする事態を招くおそれがある。また、高電圧や高温になっている箇所があるなど、指導する側としては、安全面でも気を使うテーマである。

これらのことから、本研究では、学生が本実験を安全にかつスムーズに実施でき、蒸着現象を適切に理解でき

るように、教育的見地から装置の見直し、改良を行った結果について報告する。

2. 真空蒸着装置の基本的構造と操作

図1に、物理実験で用いている真空蒸着装置の模式図を示す¹⁾。ベルジャー内に蒸着する試料と試料薄膜を付着させるガラス基板をセットし、内部を真空にして蒸着を行うが、そのための真空ポンプは回転ポンプと拡散ポンプを組み合わせて使う。回転ポンプは低い真空度で機能するが、高い真空度を実現することはできない。拡散ポンプは低い真空度では機能しないが、回転ポンプの補助で高い真空度を実現できる。これらの特性から、ベルジャー内を真空に引く時の基本的な過程とバルブ操作は次のようになる。

(1) 拡散ポンプを使用できる状態にするための準備を行う。まず回転ポンプを稼働させ、主バルブを閉じたままで、3方向バルブを拡散ポンプ側にして、拡散ポンプの電源を入れてポンプ内の油を加熱する。

(2) 次に、主バルブを閉じたままで、3方向バルブをベルジャー側にして、回転ポンプだけでベルジャー内の空気を引く。

(3) 最後に3方向バルブを拡散ポンプ側にして主バルブを開け、拡散ポンプと回転ポンプを直列にしてベルジャー内の空気をさらに引く。

[†] 愛知工業大学 基礎教育センター（豊田市）

装置には、バルブ操作だけでなく、各電源スイッチを入れるタイミングや冷却水の操作など、多数の操作手順が存在する。学生が、これらの操作を見通しもなく指導書の指示に従ってワンステップずつ実行すると、バルブ操作などを誤って実験の失敗につながることもある。したがって、それぞれの過程でのバルブ操作の意味と引かれる空気の流れを学生によく理解させてから実験を進めることが重要である。また、真空度の測定に過程 (1)、(2) ではガイスラー管、過程 (3) では電離真空計を用いる。これらの装置も使い方を間違えると破損することがあるので、注意を払う必要がある。

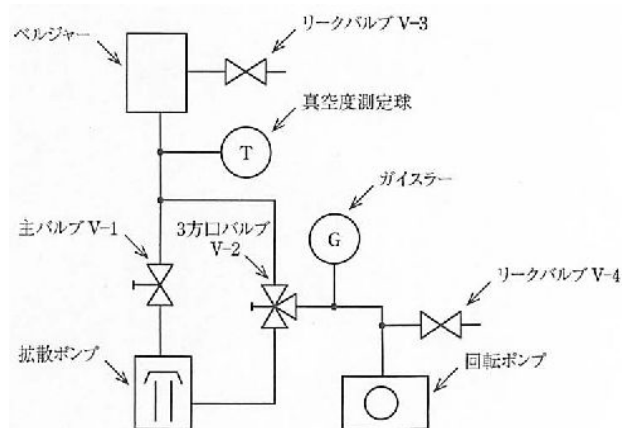


図 1 真空蒸着装置の模式図¹⁾

3. 従来装置の問題点と改良箇所

上記したように、真空蒸着装置を初めて使う学生は、バルブ操作などに注意しながら実験を進める必要がある。指導教員もまた、学生が誤った操作をしないように、注意しながら実験を指導する。ただ、実験装置は最大 5 台稼働するので、指導教員がすべてに目を配るには限界がある。

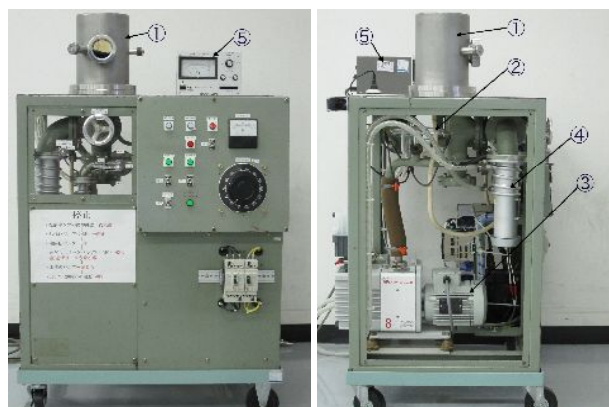
したがって、たびたび学生の誤ったバルブ操作などにより、実験がやり直しとなったり、ひどい場合は、拡散ポンプの油がベルジャー内に逆流して、装置全体をオーバーホールしなければならないことがある。

そこで、学生がスムーズに実験できるように、また指導教員が適切に説明できるように、従来装置の見直しを行った。また、従来装置は、教育的な観点や安全面、装置のメンテナンス性など改良すべき点がいくつかあった。今回これらを検討し、改良装置を試作した。

3・1 従来装置の外観と各箇所の説明

図 2 に従来装置の正面および側面からの外観を示す。正面外観 (1) より、電源パネル、バルブ類が確認でき、側面外観 (2) より、真空ポンプや各部を連結するパイプ

やホース類が確認される。



(1) 正面外観

(2) 側面外観

図 2 従来装置の外観

①がベルジャーである。ベルジャーは金属(鉄)製で、容器内を確認するための小窓が付いている。このベルジャー内のフィラメント上に試料(Bi粒)と試料台にガラス基板をセットして所定の真空度(10^{-3} Pa程度)まで空気を排気した後、蒸着を行う。蒸着はスライダックを用いてフィラメントに 100 A 以上の高電流を流し、ジュール熱によって試料を加熱することにより行う。

少し見にくいですが、冷却水を通すホースの奥に見える②が、ガイスラー管である。ガイスラー管は、感応コイルやネオトランスなどによって、数千から数万ボルトの高い電圧をかけると、低圧において放電を起こして管中の気体(空気)に特有の色の光を発する。精密な圧力は知り得ないが、その色によって 10^{-2} Pa程度までの真空度の見当をつけることができる。ガイスラー管はガラス製である。図 3 に放電するガイスラー管を示す。放電状態を放置すると、ガイスラー管の電極板が溶融してしまうので、真空度を確認した後、ガイスラー管のスイッチを忘れないように切る必要がある。



図 3 ガイスラー管の放電

その他、③が回転ポンプ、④が拡散ポンプである。先にも述べたが、回転ポンプは大気圧から用いることができるが、低真空度しか得られず、蒸着条件に必要な真空度を得るためには拡散ポンプを併用する必要がある。ただし、拡散ポンプを使うためには、 10^{-2} Pa程度の真空度のもとポンプ内の油を予め加熱しておく必要がある。また、⑤は 10^{-2} Pa以下の真空度を測定するための電離真空計であり、これによりベルジャー内の具体的な気圧を測定できる。

3・2 ベルジャーの材質変更

上記したように、ベルジャーには小窓が付いているが、図4(1)に示すように、蒸着時に試料が発光するまでベルジャー内部は暗くて試料の状態等を確認することはできない。このため、蒸着前に何らかの原因により、セットした試料やガラス基板がフィラメントや試料台から落下しても確認できず、学生は、蒸着後ベルジャーを取り外して初めて実験の失敗を知ることになる。当然、容器内を再度真空に引いて、実験をやり直すことになるので、学生の落胆も大きい。

そこで、図4(2)に示すガラス製のベルジャーを作製した。これにより、内部の状態が一目で確認でき、上記した失敗による時間的ロスを低減することができると考える。ガラス製のため、金属製のベルジャーにはあった真空シールのためのOリング用の溝を付けることができなかったが、我々の実験程度で必要な真空度は問題なく得られることを確認した。



(1) 改良前

(2) 改良後

図4 改良前後のベルジャー

また、従来のベルジャーでは小窓が小さいため、蒸着時の様子も確認しにくかった。発光の状態を確認しながら試料薄膜作製を行うので、スライダックを操作する学生のみが小窓を覗く

ことになり、他の学生はベルジャー内部の様子を見づらい。ベルジャーをガラス製にしたことにより、学生全員で蒸着時の様子を観察できるようになり、教育的効果も向上すると考える。図5に蒸着時のガラス製ベルジャーの様子を示す。

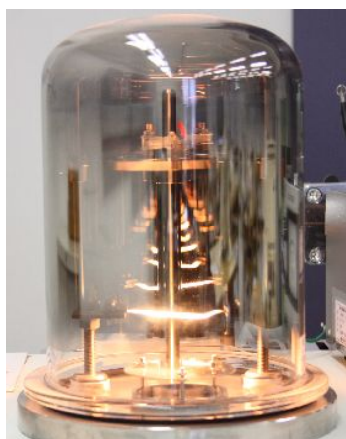


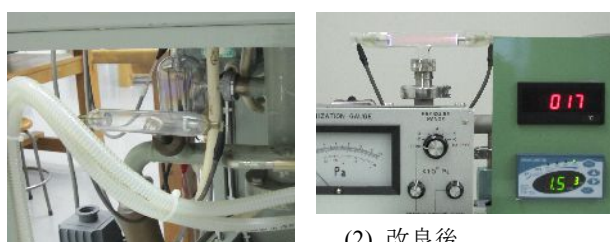
図5 蒸着時の様子

3・3 ガイスター管の位置変更など

従来装置のガイスター管は、配管の関係上、図6(1)に示したように、装置側面側から覗き込まないと確認できない位置にある。したがって学生は、正面パネルのガイスター管のスイッチを入れてガイスター管を放電させ、その後、装置側面側に回り真空度を確認することになる。作業性が悪いだけでなく、このことを一因として、学生が時々スイッチを切り忘れ、先に述べたガイスター管の電極板溶融というトラブルが発生していた。

そこで、まず配管を見直し、ガイスター管の位置を図6(2)のように、装置正面から確認できる装置上部の電離真空計近くに移設した。視認性の向上とともに、真空度測定機器を一カ所に集約することにより作業性が向上し、学生が実験をスムーズに進めることが期待できる。さらに先のトラブル発生を低減も期待できるが、学生がスイッチを切り忘れても、一定時間経過すると放電が切れるようにタイマー回路を設置した。これにより、ガイスター管破損を完全になくすことができる。

また、学生が不用意に高電圧のかかるガイスター管に触れて感電しないように、電極端子を絶縁体で覆った。合わせて、大気圧から低真空度まで測定可能なピラニー真空計を電離真空計右横に併設し、具体的な気圧を測定できるようにした。これにより、学生がガイスター管での放電状態と気圧との関係を観察できるようになり、学習効果も向上すると考える。



(1) 改良前

(2) 改良後

図6 ガイスター管の改良前後の位置

3・4 バルブ及び配管の規格変更

真空蒸着装置は、トラブルの有無にかかわらず、定期的なメンテナンスが必要である。メンテナンスは通常、授業が行われない学期末にまとめて実施するが、実験中のトラブルにより、授業期間中に実施しなければならないこともある。当然ながら、装置のメンテナンス性は、実験授業を円滑に進めていくために大変重要である。メンテナンスは、特にバルブや配管を分解する作業がポイントとなる。

従来装置は、バルブや配管に JIS 規格を用いていた。サイズがコンパクトで装置架台への収まりもいいが、

図 7 (1) に示すように、連結にボルト接続を使う。したがって、分解はボルトを全て外して行う必要があり、作業性が著しく悪かった。また、ボルト締め不良があると、真空漏れを起こすことがあり、組み付ける時に十分な注意を払う必要がある。これらのことから、真空関係の専門業者に外注を頼むこともしばしばであった。

そこで、改良装置のバルブ及び配管を ISO 規格に変更した。図 7 (2) からわかるように、接続にクランプを用いている。クランプの脱着は簡便であり、メンテナンスに関わる作業性は著しく向上する。



(1) 改良前 (JIS 規格) (2) 改良後 (ISO 規格)

図 7 改良前後の配管

図 8 にクランプを外した配管の様子を示す。この規格の変更により、外部業者に頼むことなく、物理教室の実験技術職員がメンテナンスできるようになり、作業にかかる時間、コストともに大幅な低減が期待できる。



図 8 クランプを外した配管

3・5 その他の改良

試料薄膜を形成させるガラス基板は、図 9 (1) に示すように、穴の空いた試料台に設置される。蒸着時には、下方から蒸発した試料粒子が飛来し、穴の空いた部分に膜が形成される。

従来装置では、ベルジャー内を真空に引く間に、この穴からガラス基板が落下するトラブルが頻発していた。また先にも示したように、内部を確認できない金属製ベルジャーでは、落下に気づかず、蒸着作業を実施してベルジャーを外した後で初めて落下を確認することになる。

また、落下だけを気にして、ガラス基板を穴の空いた

部分に露出しないように設置すると、薄膜が形成される面積が小さくなり、後の膜厚測定に支障をきたすことになる。指導教員は、これらのことを学生に理解させながら、適切な位置にガラス基板を設置することを十分に説明しなければならない。

これら実験上のノウハウは、実験の本質である真空蒸着とは直接関係がないが、実験を滞りなく進める上で大変重要である。そこで、図 9 (1) に示すように、ガラス基板を、必ず決まった適切な位置に学生が常に設置するようガイドを設けた。さらにガラス基板が落下しないように、試料台に固定する治具を設けた。これらの改良により、学生が失敗することなく、実験を進めることができ、指導教員も説明の負担が軽減されると考える。



(1) 改良前

(2) 改良後

図 9 改良前後の試料台

さらに改良装置には、真空蒸着以外の真空実験を考慮して、図 10 に示すように、配管にジョイントを設けた。これにより、現状の物理実験だけでなく他の真空関連のデモンストレーションに拡張することも可能となり、改良した装置を、さらに教育的効果の高い装置へと改良することができる。



図 10 拡張性ある配管ジョイント

また、従来装置の電源パネル上のスイッチやランプ類の作動電圧は、回転ポンプ等の作動電圧が AC200V であることから、同じ AC200V のままであった。学生が直接手で触れる部分の電圧は低い方が安全上望ましいことから、改良装置では電源パネルのみ DC24V で作動するように作り替え、安全性の向上を図っている。

4. まとめと今後の検討課題

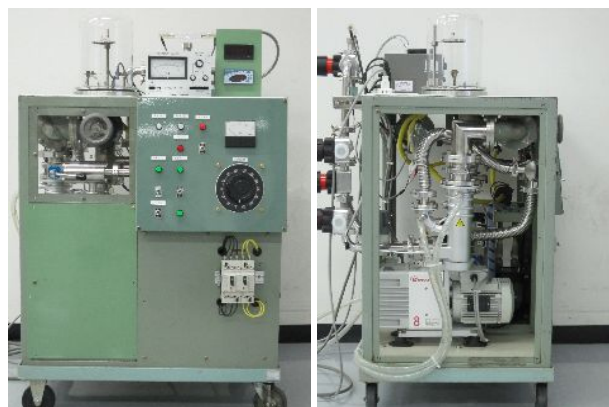
愛知工業大学の物理実験で、長年にわたり用いてきた従来の真空蒸着装置に対して、学生が操作する箇所や実

実験教育を目的とした真空蒸着装置の改良

験技術職員が修理する箇所などの見直しを行い、操作性、メンテナンス性および安全性の向上を目的として、教育的効果の高い新しい真空蒸着装置を試作した。

今回、従来装置の各箇所を改良した装置の正面および側面からの外観を図 11 に示す。側面外観 (2) より、従来装置の図 2 (2) に比べ、配管の様子が多少複雑になっていることがわかる。これは、架台を従来装置のまま、先に示した市販の ISO 規格のバルブや配管に変更したことによる。今後、これら ISO 規格の部品に適切なサイズや形状の架台を新たに設計し、さらに洗練された装置となるように検討していく予定である。

物理実験で実際に使用するには、最低 5 台の装置が必要であり、すべて揃えるにはコストがかかる。従来装置とすべて入れ替えるには、もう少し完成度を上げる必要があると考えている。当面は、今回試作した改良装置を、主にデモンストレーション用として用いて、従来装置と比較しながら実際の授業で学生や指導教員に使ってもらい、その改善効果を検証するとともに、さらなる改良を図っていきたいと考えている。



(1) 正面外観

(2) 側面外観

図 11 改良した真空蒸着装置の外観

参考文献

- 1) 愛知工業大学物理学教室編, 「物理実験指導書」, 学術図書出版社, p. 21, 2004. 3.

(受理 平成 28 年 3 月 19 日)