

# 固体水素薄膜 膜厚計測システムの製作

電子物性工学科 白田耕蔵研究室

長江 美佳

## 1. 目的

我々白田研究室では凝縮系水素を用いた非線形光学の研究を行っている。凝縮系水素である固体水素は、最も簡単な分子からなる分子結晶であり、ラマン遷移のスペクトル線幅が非常に狭く、また、回転・振動状態が気相とほぼ同様に量子化されている。この固体水素の結晶として、薄膜を考える。固体水素薄膜は、気相からの吹きつけ法により作成される。セルの必要がないため、ウィンドウレスで結晶を評価することができる。また、容易に他の原子をドーピングできるので、固体水素の性質を活かした、固体水素をマトリックスとして用いる非線形光学研究も期待されている。本研究は、この固体水素薄膜の評価のひとつとして、膜厚の計測を考え、1Kという極低温下での薄膜の膜厚を、水晶振動子を用いて測定する膜厚計測システムの開発を目的として

## 2. 水晶振動子法

水晶振動子は、水晶板の両側に金属電極を取り付けたものであり、この電極に電圧を加えると、水晶の内部応力により、水晶板に歪みが生じ、電圧が発生する。(圧電効果) この過程を繰り返し、水晶振動子は、水晶の形状で決まる固有周波数で振動し始める。水晶振動子法とはこの固有周波数が水晶振動子の質量の増減に比例して変化することを利用したもので

水晶振動子に付着した膜厚の質量が水晶振動子の質量に比べて十分に小さいならば、単に水晶振動子の質量が増加したことと同様の効果が生じることを利用している。式に表すと①が成り立つ。

$$\frac{\Delta f}{f} = \frac{m}{Mq} \quad -①$$

$\Delta f$  : 水晶振動子の周波数変化

$f$  : 水晶の共振周波数

$m$  : 膜厚の質量

$Mq$  : 水晶振動子の質量

## 3. 測定回路

よく知られているように、発振回路の多くは3端子能動素子に3つのリアクタンスが接続されている。一般の膜厚計測器は、水晶振動子をリアクタンスとした水晶発振回路を用いて水晶の固有周波数を求めている。水晶発振回路は水晶振動子に並列に入った配線の静電容量を抑えるために、3端子能動素子はできるだけ水晶振動子の側に配置することが必要である。しかしながら固体水素薄膜を作成する1Kクライオスタット内では、ヘリウム温度域で絶縁体となり動作しないバイポーラトランジスタなどは用いることはできない。また、電界効果トランジスタは極低温での動作が確認されているが、トランジスタの発熱による周囲への影響を防ぐための適当な断熱装置の用意が必要になるなど、システムの複雑化が生じてしまう。以上の理由から、水晶発振

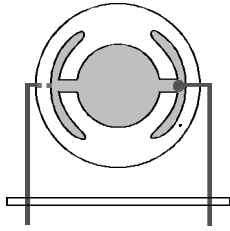
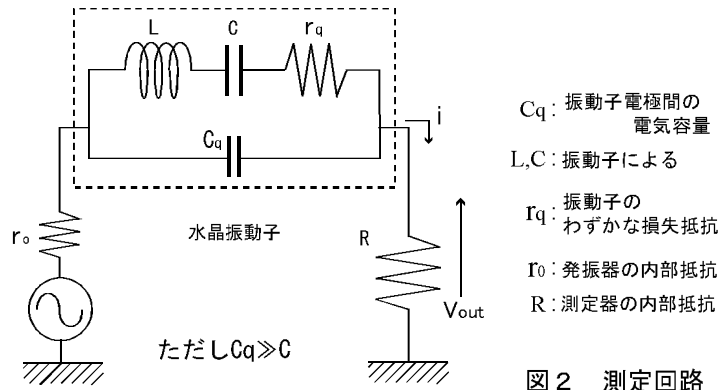


図1 水晶振動子



- $C_q$ : 振動子電極間の電気容量
- $L, C$ : 振動子による
- $r_q$ : 振動子のわずかな損失抵抗
- $r_0$ : 発振器の内部抵抗
- $R$ : 測定器の内部抵抗

図2 測定回路

回路ではなく、能動素子を用いずに水晶の共振特性を活かして水晶振動子の固有周波数を求める測定回路を考えることにする。

図2が実験に用いた測定回路である。電極を見た水晶振動子の等価回路は点線内のように表すことができる。 $r_q$ はごくわずかであるので、点線内は $L, C, C_q$ からなる共振回路となり、 $C_q$ は $C$ に比べて非常に大きいのでこの回路全体のインピーダンスは

$$Z = (r_0 + r_q + R) + j\omega L + \frac{1}{j\omega C} \quad -②$$

となる。よって電流 $i$ は共振周波数

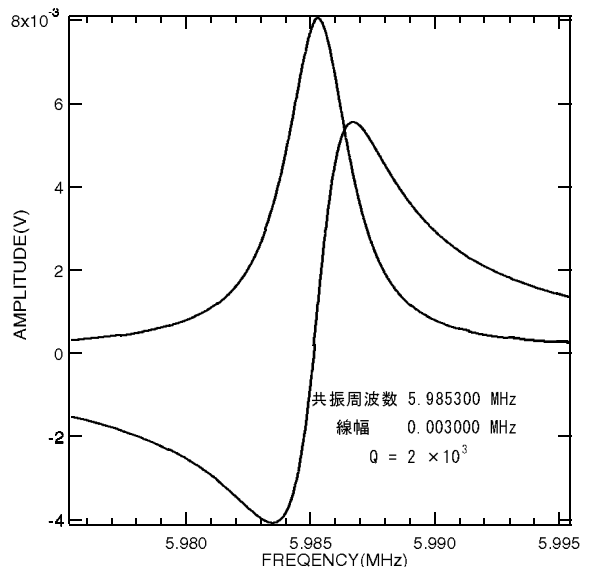
$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad -③$$

で最大となり、 $V_{out}$ が最大となる。この水晶振動子の共振周波数(固有周波数)の変化を求めることで、膜厚の計測が可能となる。

この回路を用いたシステムのブロックダイアグラムを図3に示す。ファンクションジェネレーターで水晶振動子に交流電圧をかけ、その周波数を変化させる。水晶振動子からの信号と、ファンクションジェネレーターからのリファレンスをPSD(位相敏

感検波)を用いて、水晶振動子からの信号の直流の同位相成分と90度ずれた成分を検出し、データ収集器で集計解析する。ファンクションジェネレーターとデータ収集器はGPIBにより、パソコンで制御することができる。

グラフ1に水晶振動子にかけた電圧の周波数を変化させたときの出力の変化を示す。共振周波数は5.98530MHz、線幅は0.00300MHz、Q値は $2 \times 10^3$ となっている。



グラフ1 振幅と周波数の関係

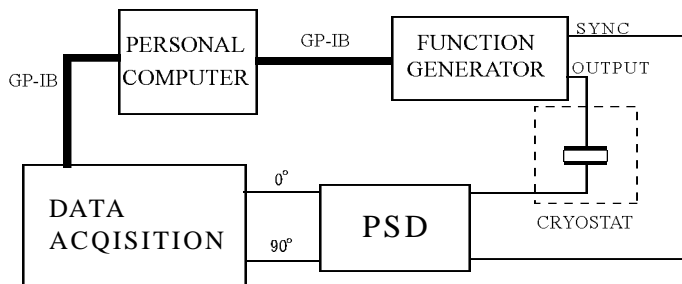


図3 システムのブロックダイアグラム

#### 4. プログラム

ファンクションジェネレーターとデータ収集器を制御するためのプログラムを作成した。その概要を説明する。

中心周波数  $F_0$  を指定すると、 $F_0$  を中心として、周波数を掃引し、10Hz刻みに、出力を検出する。データ収集器が最大電圧  $V_{max}$  を選出し、その時の  $F_1$  を中心周波数として再び周波数を掃引する。(図4) このループを繰り返していくことにより、出力のピークすなわち水晶振動子の共振周波数を発見し、その変化を追尾していくことができる。そして式④

$$\Delta L = - \frac{N}{F^2} \frac{\rho}{\rho_f} \Delta F \quad \text{---④}$$

$\Delta L$ : 膜厚の変化     $\rho$ : 水晶の密度  
 $\Delta F$ : 周波数変化     $\rho_f$ : 物質の密度  
 $F$ : 固有振動数     $N$ : 周波数定数

より、何も付着していないときの水晶振

子の固有振動数と薄膜が付着し変化した共振周波数との差  $\Delta f$  から、膜厚を求めることができ、膜厚の変化を観測することができる。

プログラム言語は LabVIEW を使用している。ファンクションジェネレーター、データ収集器の動作はすべてパソコンの画面上で操作できるようになっている。画面上には膜厚のグラフが表示され、膜厚がどのような変化をしているか見ることができる。また、計測データは自動的にファイルに記録することができるようになっている。

#### 5. 実験と結果

システムの動作を確認するために、実際に常温の  $H_2O$  薄膜の膜厚測定を行った。実験装置を図5に示す。水晶振動子を実験装置上部に固定し、 $H_2O$  の入った容器を振動子の真下に設置する。 $H_2O$  を3種類のパターンでそれぞれデータを取り、データ

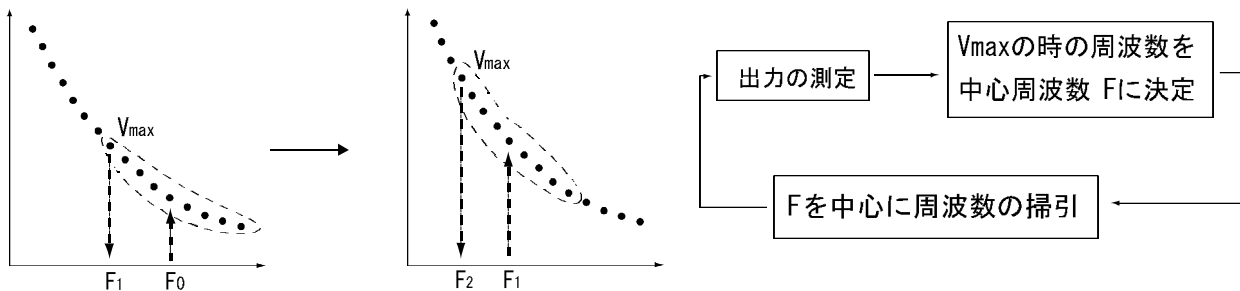


図4 プログラムの概念

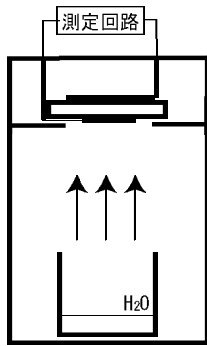
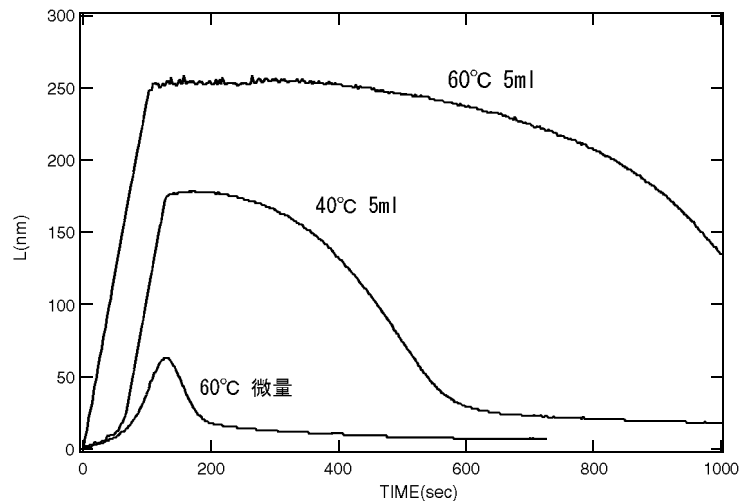


図5 実験装置



グラフ2 H<sub>2</sub>O薄膜の膜厚の時間変化

をグラフにしたものがグラフ2である。縦軸は薄膜の膜厚、横軸は時間を表している。グラフは上からH<sub>2</sub>Oが60度5ml、45度5ml、60度微量のデータである。システムは周波数掃引幅を80Hzで動作させた。

60度、40度5mlのグラフの測定直後に見られる直線部分は、H<sub>2</sub>Oの薄膜の付着速度が、システムの計測速度よりも速いため、システムがその最高速度でピークを追っていると思われる様子を見ることができる。そして後にシステムがピークを捕らえ、その変化を刻々計測していることがわかる。60度微量のグラフでは薄膜の付着速度がシステムの計測速度に比べて緩やかであるので、測定開始から、ピークを追尾しているのがわかる。

この実験から、薄膜の付着速度がシステムの計測速度の範囲内であればリアルタイムで膜厚の計測ができ、薄膜の作成状況を観測できることがわかった。また、高速で薄膜を作成した後の薄膜の膜厚の保持などにも利用できると思われる。固体水素薄膜の作成速度は2時間で20

μm程度を予定しており、薄膜の付着速度にして27.7nm/sである。現在のシステムの計測速度は、固体水素では28.94nm/sであるのでこのシステムは十分に固体水素薄膜の膜厚の付着状況を観測できる事がわかる。

## 6、まとめと今後の課題

水晶振動子の共振特性を利用した膜厚計測システムを製作し、常温でのH<sub>2</sub>O薄膜の膜厚を計測することにより、良好にシステムが動作していることを確認できた。

今後の課題として低温でのシステムの動作の確認があげられる。