アンテナ発振非接触圧電センサによる薄膜の形態変化モニタリング手法の開発

Development of monitoring method for morphology change of metal thin film using antenna transmission non-contact piezoelectric sensor

○白岩 裕一郎，橋里 駿，中村 暢伴*，荻 博次，平尾 雅彦（阪大基礎工）
○Yuichiro Shiraiwa, Shun Hashizato, Nobutomo Nakamura*, Hirotsugu Ogi, Masahiko Hirao
(Osaka Univ.)
E-mail: nobutomo@me.es.osaka-u.ac.jp

基板上に成膜される金属薄膜の初期成長過程は一般的に島状成長モードを示す．これは基板上に島状の結晶粒がいくつも形成され，成長した島同士が接触することで連続な薄膜を形成するものである．この初期成長過程を観察し形態変化の瞬間を捉える技術の開発は，膜成長に対する理解を深めるとともに工業界への貢献が期待される．

例えば Pd を用いた水素検出器センサがある．これは Pd が水素を吸収して膨張する性質を利用しており，島状の Pd 粒子が膨張して隣接する粒子との間隔が小さくなる，あるいは接触することで電気抵抗が変化する様子を観察する[1]．このセンサでは Pd の成膜時に粒子間距離を適切に調整する必要がある．また液晶パネルや太陽光発電用パネルには透明導電膜が求められるが，この候補として連続膜が形成された直後に金属薄膜の成膜を止め，高い透過性と電気伝導性を確保しようとする試みもある．いずれも，島状から連続膜への形態変化を正確にモニタリングする技術が必要になる．

成膜中にリアルタイムに薄膜の状態を観察する手法はこれまでにも開発されている．抵抗計測法では基板に取り付けた電極間の抵抗変化から連続膜の形成を判別するが，成膜中に単調に減少する抵抗変化から形態変化を明確に捉えることは難しい．また基板に電極の加工をする必要がある．反射高速電子線回折(RHEED)は非接触で薄膜の結晶構造を捉えることができるが，形態変化の検出には適さない．

そこで本研究ではアンテナ発振超音波共鳴法を用いて，基板に加工を施さずに非接触で連続膜形成の瞬間を捉えられる新たな計測手法を開発したので，その詳細について発表する．この手法は，基板の裏側に設置した圧電体に振動電場を与えて共振させると，圧電体から発生した電場が基板上の金属から影響を受けて，その共振特性が変化することを利用しており，成膜中の共振特性をモニタリングすることで薄膜の形態変化を観察するものである．

Fig.1 に異なる板厚のガラス基板上に Ag を成膜した時の実験結果を示す．成膜後の膜厚と成膜時間からそれぞれの成膜速度を算出し成膜時間を膜厚に換算したものを横軸に示す．圧電体には $LiNbO_3$ を用いた．膜厚 7.5 nm 付近で共振周波数 f が急激に小さくなっているが，これは連続膜が形成されて薄膜の電気抵抗が大きく低下することで，圧電体の分極が抑制されたことに起因する．またこの時内部摩擦 Q^{-1} はピークを示している．複数の結晶粒群が連続膜になる直前，接近した結晶粒間ではトンネル効果によって電子が移動するため，圧電体から発生した振動電場のエネルギーがトンネル電流に消費されたことが原因と考えられる[2]．このように本手法を用いることで連続膜形成の瞬間を捉えることが可能になる．また Fig.1 に示すように板厚が約 1 mm のガラス基板上の薄膜についても検出可能であることを確認した．

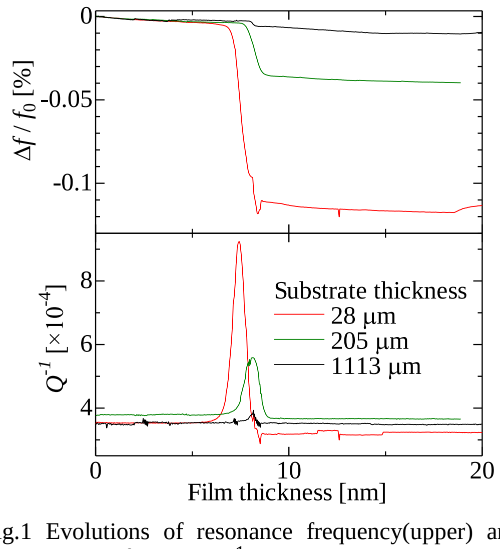

Fig.1 Evolutions of resonance frequency(upper) and internal friction Q^{-1}(lower) during deposition of Ag on glass substrates with different thicknesses.

[1] T. Kiefer, *et al.*, Appl. Phys. Lett. **97**, 121911 (2015).
[2] N. Nakamura, *et al.*, J. Appl. Phys. **118**, 085302 (2015).

© 2016年 応用物理学会