Frequency shifts of quartz crystal units after adjusting frequencies

水晶振動子周波数調整後の周波数シフト

Tadahisa SHIONO and Masahiro SHIBAGAKI

Showa Shinku Co., Ltd.

2-27-2, Ohnodai, Sagamihara, Kanagawa 229, Japan

TEL:0427-54-1104 FAX:0427-58-0967

(Received 17, November 1994 Accepted 4, April 1995)

ABSTRACT

Quartz crystal units have been used widely for time and frequency control applications in many electronics devices. A frequency of quartz crystal unit is adjusted by depositing a metal (silver or gold), measuring its frequency change in the process. For the demand of high-frequency band use and high accuracy of products recently, it has become necessary to measure frequencies by the transmission method with controlling the deposition rate in the frequency adjuster equipment. However, 4 ppm frequency decrease of the crystal unit has occurred within 15 minutes after adjusting the frequency in the adjuster that vacuum had been performed by oil diffusion pumps. We found this frequency shift was the result from adsorption by oil molecules on the fresh depositing surface, not from thermal radiation out of the evaporation source.

Key words : Quartz crystal unit, Adsorption of oil molecular

1. はじめに

周波数制御部品として広く使用される水晶振動子は、一般的に温度特性の優れた厚みすべり振動を用いたAT cut水晶振動子が用いられる。厚みすべり振動の周波数変化量： Δf と堆積膜厚： T_f との関係^{1,2}は、水晶密度を ρ_q 、水晶中の伝播速度を V_q 、堆積物密度を ρ_f 、水晶振動子の周波数を f として

$$T_f = \frac{\rho_q \cdot V_q}{\rho_f} \cdot \frac{\Delta f}{f^2} \quad (1)$$

となる。そこで水晶振動子の製造工程では、ベースとなる電極膜を形成した後に1個づつ周波数を測定しながら真空蒸着によって電極の厚みを調整することにより指定値周波数に調整される。然しながら通信分野の伸長に伴い水晶振動子にも高周波・高精度化が強く要求され、そのため水晶振動子周波数調整装置には測定に伝送法を用い、又、蒸発源にレイト制御機能を付加することが必須となっている。このような水晶振動子周波数調整装置において、周波数調整後に真空中に放置している間に周波数が変化する現象が生じ、この現象について検討した。

2. 実験装置

実験に用いた周波数調整装置の概略図をFig. 1に示す。水晶振動子は、1本のキャリアに20個搭載されて搬送される。測定には π 回路を用いたネットワークアナライザー(HP-87510A)を用い、抵抗加熱蒸発源及びシャッターをコンピュータによって自動制御している。このときの蒸着速度は、蒸着時間を短縮するため蒸着開始時は1000 ppm/sec(24MHzで175 Å/sec)程度の蒸着速度から始め、調整精度を高めるために蒸着終了時には、数10 ppm/sec程度まで下げている。蒸着速度の切換え周波数は予め設定しておき、CWSイーフ(constant wave sweep)を用いた待ち受け法によって順次蒸発源のパワーを切替えている。このような制御法で1000 ppm(24MHzで175 Å)程度の調整量のと、蒸着時間2.5 sec、搬送、測定を含め1個5 secで±2 ppmの精度に仕上げる事が可能である。又、排気系には油拡散ポンプ(作動液 Lion-S)蒸発材にはAg(99.99%)を用いた。

Fig.1(a) Schematic diagram of experimental setup.

Fig.1(b) Deposition rate control.

3. 周波数調整後の周波数変化

水晶振動子周波数調整後の周波数変化の例をFig. 2 に示す。水晶振動子は基本波の25MHz である。周波数調整後、真空中に放置している間に周波数が変化し、約15分で飽和し、チャンバー温度25℃の場合約4ppm周波数が低くなる。ここでベントすることによって、さらに約2ppm周波数が下がるが、その後大気中に放置しても周波数は変化せず、再び排気することによって、ほぼベント前の周波数に戻る。このとき蒸着時の圧力 5×10^{-5} Torrと 1×10^{-6} Torrによる差はないが、圧力が同じ 1×10^{-6} Torrでもチャンバー温度が25℃より19℃と低いほうが周波数変化が小さい。

Fig.2 Frequency shifts after adjusting frequency.

BT cut水晶は、AT cut水晶と異なり周波数温度特性が、負の2次曲線を有している。又、AT cut, BT cut とともに過渡的な温度変化に対して定常状態と異なる周波数変化を示すことが知られている。これは過渡的に正の温度変化が生じた場合、AT cut水晶では過渡的に高周波に周波数が変化し、BT cut水晶では逆に低周波に周波数が変化する³ ものである。そこでBT cut水晶とAT cut水晶との比較を行なった。結果をFig. 3 に示す。周波数は3次オーバートーンの75MHz であり、AT cut水晶振動子については、水晶の形状マウント方式の異なる3種類について示してある。AT cut BT cut何れの場合も時間とともに周波数が変化しており約15分で飽和している。

Fig.3 Cut angle dependence of frequency shifts.

調整量と周波数変化の関係をFig. 4 に示す。水晶振動子は3次オーバートーンの75MHz でありこの場合調整量1000 ppm が約 170 Åの膜厚に相当する。この程度の調整量の範囲では、調整量に対応して周波数変化量は、飽和傾向にあるが増大する。然しながら蒸着速度を1000ppm/sec から80 ppm/sec まで変化させても、周波数変化量は変化しない。このときの蒸発源の温度はそれぞれ1500k, 1300k に相当し輻射熱としては約2 倍の差がある。また温度特性の異なる基本波の場合も周波数変化量に差はない。

Fig.4 Relationship between plate back and ΔF .

以上のことからこのような周波数変化は蒸発源からの熱の影響ではなく、蒸着直後の電極表面に油分子が吸着しその重みによって周波数が下がると考え器壁のベーキングを行なった。ベーキングは50℃で3日間行い水晶振動子は、20MHzの基本波を用いた。ベーキング後4.5時間後(ベーキング前と同じ約25℃になったとき)で、周波数変化量は約1桁減少している。然しながら時間経過に伴い、再び周波数変化量は増大していく傾向がある。

Fig. 5 Effects of bakeout for frequency shifts.

4. 油分子の吸着

以上のことから周波数調整後の周波数変化は蒸発源からの輻射熱及び凝縮熱に依るものではなく蒸着直後の清浄な電極表面上に油分子が吸着するためと考えた。単位時間に入射する分子の量を n_i ($\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{min}$)、吸着する分子の量を n_1 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{min}$)、蒸発する分子の量を n ($\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{min}$)とし、電極表面に吸着している分子の量を N_1 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) とすると

$$n_1 = n_i - n. \quad (2)$$

となる。蒸発量 n が吸着量 N_1 に比例するとすると

$$n = N_1 / \tau \quad (3)$$

と表せる。ここで τ (min)は平均滞留時間である。

よって(2)式は、

$$\frac{dN_1}{dt} = n_i - \frac{N_1}{\tau} \quad (4)$$

となる。 $t = 0$ で吸着量 $N_1 = 0$ として(4)式を解くと

$$N_1 = \tau n_i - [1 - \exp(-t/\tau)] \quad (5)$$

となる。(5)式で求めた吸着量と水晶振動子の周波数変化より求めた吸着量を比較したのがFig. 6である。実測値は、それぞれベーキング直後及び数時間経過したものに相当す

る。 $\tau = 5$ min とし入射量 $n_i = 1.05 \times 10^{-2}$

($\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{min}$)及び 5.0×10^{-3} ($\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{min}$)とすると実測値と計算値はよく一致する。Lion-Sの蒸気圧 5×10^{-9} Torr、分子量407 とすると蒸発量は 2×10^{-2}

($\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{min}$)となり入射量と同オーダーである。またLion-Sの密度0.927 (g/cm^3)とすると、Lion-S単分子層の重さは 8×10^{-2} ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$)となり、これらは単分子層以下の吸着量であり、(3)式の仮定が十分成立すると考えられる。

Fig. 6 Comparison between the calculated (solid curve) and measured (dots) results of adsorption and time.

5. まとめ

水晶振動子周波数調整装置において周波数調整後に周波数が変化する現象が生じこれについて検討した。その結果調整後の周波数変化は蒸発源からの輻射熱及び凝縮熱に依るものではなく、蒸着直後の清浄な電極表面に油分子が吸着するためであることが判った。

References

1. G. Z. Sauerbrey, Phys. Verhandl., 8(1957)113.
2. G. Z. Sauerbrey, Z. Phys., 115(1959)206.
3. Elastic Wave Elements Handbook, ISBN4-274-03365-1 (Ohmsha, Ltd., Tokyo, 1991)p. 115

'94 SAS Intelligent Symposium