ポリイミドフィルムへの TaAl-N 薄膜の形成* ～広領域真空センサ応用への可能性の検討～

岡野夕紀子*1・田尻 修一*1・青園 隆司*1

岡本 昭夫*2・小川倉一*3・美馬 宏司*4

Deposition of TaAl-N Thin Film on the Polyimide Film —Discussion for the New Vacuum Sensor in a Wide Range—

Yukiko OKANO, Shuichi TAJIRI, Takashi AOZONO,
Akio OKAMOTO, Soichi OGAWA and Hiroshi MIMA

*1Okano Works, Ltd. 16-8 Taima-cho, Neyagawa, Osaka, 572-0078

*2Technology Research Institute of Osaka Prefecture 2-7-1 Ayumino, Izumi, Osaka, 594-1157

*3Osaka Industrial Promotion Organization 50-5 Aramoto-kita, Higashi-osaka, Osaka, 577-0011

*4Osaka City University 3-3-138 Sugimoto, Sumiyoshi, Osaka, 558-8585

(Received November 10, 2005, Accepted January 14, 2006)

The temperature dependence of the electrical resistivity of TaAl-N thin film was investigated and the characteristics of the thin film was applied to measure a pressure over a wide range in vacuum. The thin films, having been prepared by reacted DC magnetron sputtering method and deposited on the polyimide sheet, have characteristics that make them suitable for using as the thermo-conductive vacuum sensor; a large effective sensing area, a small heat capacity, and a large temperature coefficient of the resistivity (TCR) compared to a metal wire. The thin films was found sensitive to pressure change in the range of 10^{-4} to 10^5 Pa.

1. はじめに

白金細線を用いたピラニ真空計に代表される熱伝導型真空計は、測定可能範囲が狭いため様々な改善がなされている。筆者らは、導電性窒化タンタルに半導体性質を有する窒化アルミニウムを反応性プラズマスパッタ法により作製した抵抗温度係数の大きなセンサ材料 TaAl-N 薄膜を開発¹⁾し、その材料を用いた熱伝導型真空度センサを試作して評価を行った²⁾。薄膜化による感応部分の熱容量低減、熱交換の有効面積拡大により、高感度・高速応答性を有した熱伝導型真空計の可能性を見出した³⁾。

本報告では基板として Si ウェハに比べて熱伝導率が数百分の一と小さいポリイミドフィルムを用いた。ポリイミドフィルムを用いることによりセンサ全体での熱容量が1/4程度へ低減し、高感度・高速応答性ならびに広い測定範囲において高精度な計測の可能性が期待できる。このポリイミド上へ成膜した TaAl-N 薄膜を用いて、真空計としての適用について可能性を検討した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 薄膜形成

薄膜形成は反応性 DC マグネトロンスパッタ法にて行った。スパッタ条件を Table 1 に示す。基板としてポリイミドフィルムを用い、基板温度は100℃とした。アルゴンガス

Table 1 Deposition condition of the TaAl-N thin film

Sputtering method	The reacted DC magnetron sputtering method
Ar/N ₂ gas floating rate	3.1/2.9 (sccm)
Temperature of substrate	100℃
Total pressure	1.2×10^{-1} Pa
Thickness	300 nm

Fig. 1 Cross-section diagram of the TaAl-N film sensor.

と窒素ガスの流量比率は3.1/2.9 sccm、スパッタ時圧力は 1.2×10^{-1} Pa、センサ膜の厚みは300 nm、センサ有効面積は 1×2 mm とした。Fig. 1 にセンサ断面図の一例を示す。

2.2 電気特性

2.2.1 センサ抵抗の温度依存性

温度を室温から220℃の範囲で上昇させながらセンサ抵抗の変化を調べ、抵抗温度係数 (TCR) を算出した。

2.2.2 出力電圧の圧力依存性

前報告²⁾で用いた定温度型ブリッジ回路において、センサ両端での電圧を出力電圧として、その圧力依存性を 10^{-4} ~ 10^5 Pa の範囲で測定した。評価ガスは乾燥窒素とし、圧力の確認は電離真空計 ($\sim 10^{-2}$ Pa)、スピニングロータ真空計

* 平成17年11月10日 第46回真空に関する連合講演会で発表

*1 榊岡野製作所 (〒572-0078 寝屋川市太間町16-8)

*2 大阪府立産業技術総合研究所 (〒594-1157 和泉市あゆみ野 2-7-1)

*3 財大阪産業振興機構 (〒577-0011 東大阪市荒本北50-5)

*4 大阪市立大学 (〒558-8585 大阪市住吉区杉本 3-3-138)

Fig. 2 Temperature dependence of the TaAl-N film sensor resistance.

Table 2 Effect of temperature on TCR of the film sensor

Temp (°C)	TCR ppm/°C
70	-9700
120	-9000
150	-8300
200	-2800

(10^{-2} ~1 Pa), 隔膜真空計 (1 Pa~) をそれぞれ用いた。

3. 結果と検討

3.1 センサ抵抗の温度依存性

Fig. 2 に各温度での抵抗値を示す。センサ抵抗値は温度が上昇するにつれて低下し、半導体的挙動を示した。Table 2 に抵抗値から算出した代表的な温度での TCR 値を示す。TCR の値はセンサ温度70℃から200℃の範囲で-9700~-2800 ppm/℃に変化することがわかった。

3.2 出力電圧の圧力依存性

この薄膜では TCR が高温になると減少していくが、センサ膜の温度を金属薄膜より高い TCR を示す150℃ (TCR 値-8300 ppm/℃) となるように設定温度を調整して 10^{-4} Pa から大気圧 (10^5 Pa) までの圧力範囲における出力電圧の圧力依存性を調べた。Fig. 3 に結果を示す。3-a は全体図、3-b は 10^{-1} Pa 以下の高真空領域ならびに 3-c は 10^3 Pa 以上の大気圧近傍の拡大図である。出力電圧は10 Pa~ 10^3 Pa の範囲で急激に変化した。また、従来の熱伝導型真空計では測定が困難な領域である 10^{-1} Pa 近くでも出力電圧に変化が見られ、この圧力範囲で十分測定が可能であることがわかった。また、大気圧近傍でも出力電圧変化が検出可能であった。

しかしながら設定温度が150℃では、 10^{-2} Pa 以下での電圧変化が小さいため、150℃より TCR 値の高い70℃にて同様に測定を行った。結果を Fig. 4 に示す。出力電圧変化率を次式で定義し、 10^{-3} Pa での圧力に対する出力電圧変化率 (単位 [Pa $^{-1}$]) を計算すると、150℃で0.048 Pa $^{-1}$ に対し70℃では0.094 Pa $^{-1}$ へと増大した。

Fig. 3 Pressure dependence of output voltage (a; from 10^{-4} to 10^5 Pa; b; lower 10^{-1} Pa; c; upper 10^3 Pa). Setting temperature of the sensor is 150℃.

Fig. 4 Pressure dependence of output voltage (lower 10^{-2} Pa; setting temperature of the sensor at 70℃, 150℃).

出力電圧変化率

$$= \frac{1}{V(P=10^{-3})} \times \frac{\{V(P=10^{-2}) - V(P=10^{-4})\}}{10^{-2} - 10^{-4}} \quad [\text{単位 Pa}^{-1}]$$

このようにポリイミドフィルムを基板に用いたセンサにおいては、 10^{-1} Pa 以下および 10^3 Pa 以上でも出力電圧に変化が見られた。また、センサ温度を150℃から70℃に下げることにより、 10^{-2} Pa 近傍においてもさらに電圧変化を大きく検出できることがわかった。

4. ま と め

反応性スパッタ法によりポリイミドフィルム基板上に形成した TaAl-N 薄膜を用いて、熱伝導型真空計として適用が可能かどうか検討の結果、以下のことが明らかになった。

1. Si 基板上と同様に成膜可能であることを確認した。電気的特性として、センサ抵抗値は温度上昇と共に低下し、TCR 値は70℃から200℃の温度範囲で-9700から-2800 ppm/℃まで変化した。

2. 設定温度150℃において、 10^{-1} Pa 近傍ならびに 10^3 Pa 以上でも出力電圧に変化が見られた。

3. TCR 値が150℃と比べ高い70℃では150℃の場合よりも出力電圧変化率が増大した。

これらの結果から抵抗温度係数が大きいという特徴を生かした薄膜を、熱伝導率の小さいポリイミドフィルム上に形成

してセンサ全体の熱容量を低減することで、 10^{-4} Pa から大気圧までの広領域にて高感度ならびに高精度の測定が可能な熱伝導型真空計の実現が可能であることが明らかになった。

〔文 献〕

- 1) 田尻修一 他：第43回真空に関する連合講演会予稿集 P. 279 (2002).
- 2) 田尻修一 他：第44回真空に関する連合講演会予稿集 P. 84 (2003).
- 3) 田尻修一 他：第45回真空に関する連合講演会予稿集 P. 108 (2004).