

材料計測学

①-③: 組織・構造, ④-⑥: 化学組成・結合状態

⑦: 熱特性 ⑧⑨⑩: 機械特性 ⑪: 非破壊検査

⑫: その他(電気計測、真空計測)



動画12

担当: 鎌田

●電気抵抗測定

Ⅱ -4,5 自動計測の基礎 I・Ⅱ

Ⅱ -6 超伝導体の評価

$$V = IR \rightarrow R = V/I$$

直流4端子法

電流を反転して測定



正確な抵抗測定は？

テスター×

●薄膜工学

I -M2 スパッタ膜の熱処理

Ⅱ -10 真空蒸着法による有機薄膜の作製

真空度を測る・・・真空ゲージ

真空を作る・・・真空ポンプ

薄膜の厚さを測る・・・膜厚計



Ⅱ-4,5 自動計測の基礎 I・Ⅱ

1. 目的 G P - I B 制御方式の自動計測用プログラムの作成及びそのオペレーションを通じて、パソコンを用いた自動計測に関する理解を深める。具体的には、物質の電気抵抗の温度依存性を測定し、そのデータを電子ファイルに保存する、というプログラムを完成させる。

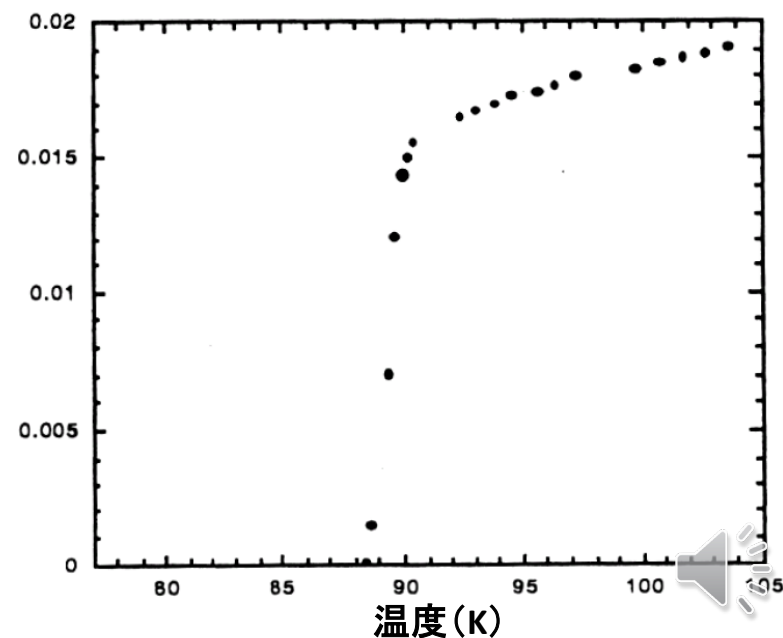
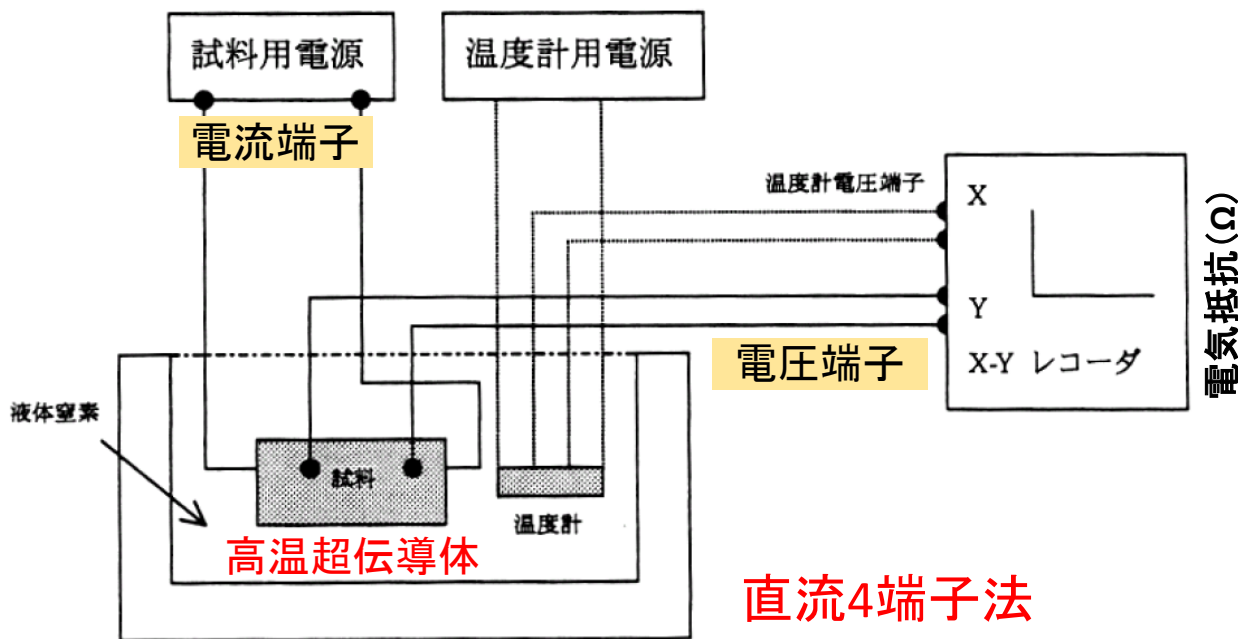
4. 実験手順 (1) 課題Aに対応する測定回路を組み立てる。接触抵抗を除去するため、**直流4端子法**を用いる。具体的には、試料の内側に電圧端子、外側に電流端子をそれぞれ設ける

直流4端子法?

課題B 100 mA の電流を試料に流し、電気抵抗を求める。浮遊起電力の効果を打ち消すため、**電流を反転したときの電圧も測定し、両者の平均値から抵抗を算出**する。

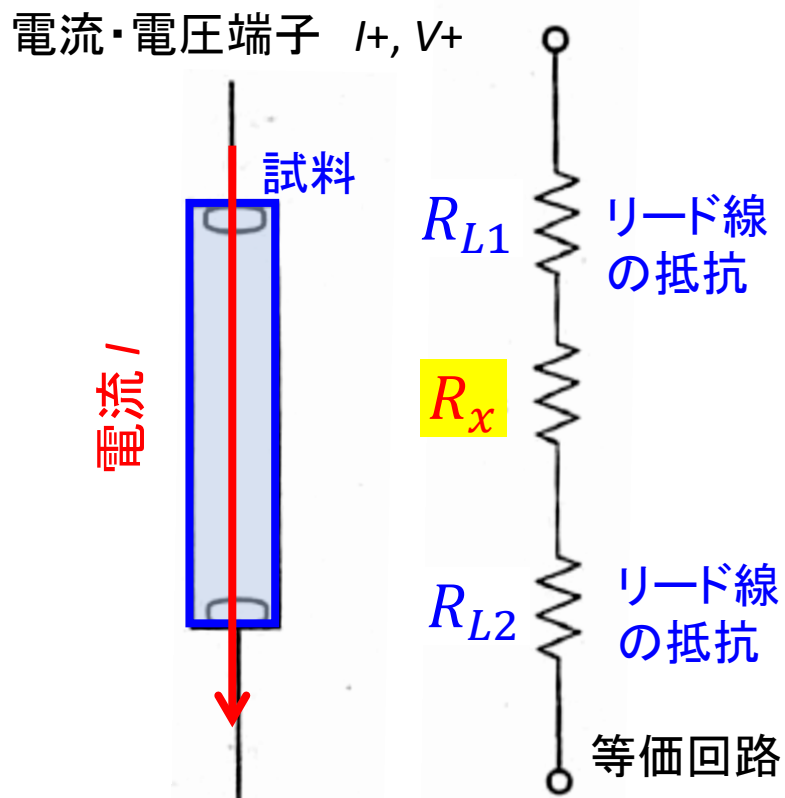
→なぜ反転?

Ⅱ-6 超伝導体の評価



(a) 二端子法 (例) テスター

試料に2本のリード線をつけ
電流を流して両端の電圧を測定



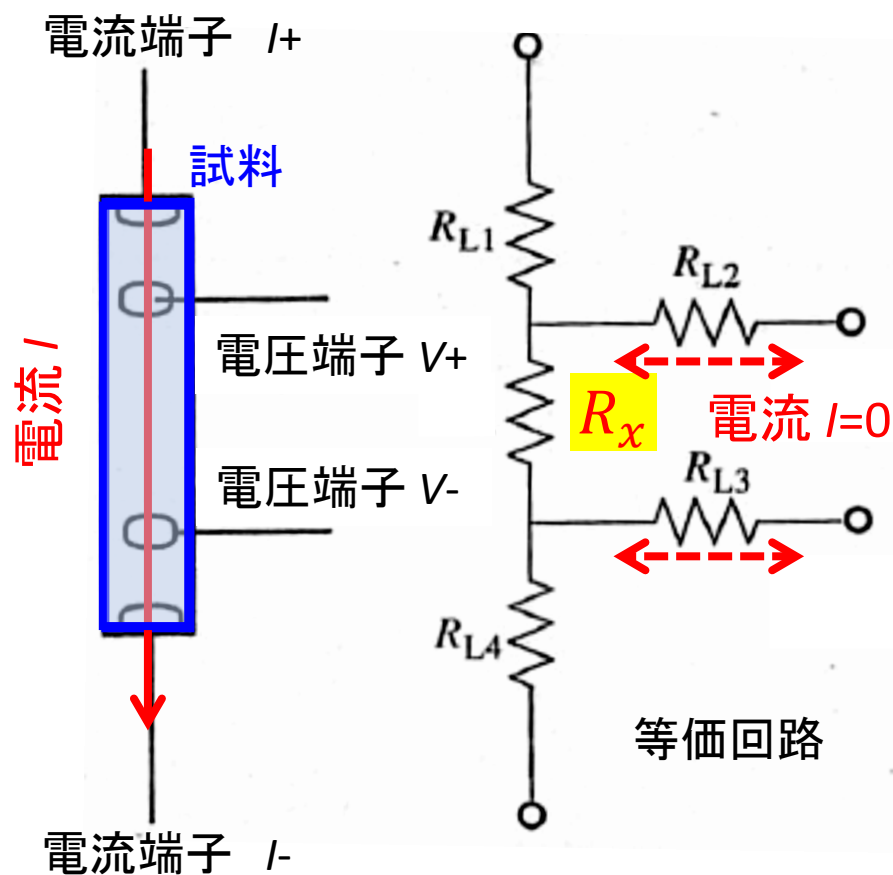
電流・電圧端子 $I-$, $V-$

$$V = IR \rightarrow R = V/I$$

$$R = R_{L1} + R_x + R_{L2}$$

(b) 四端子法 …… 学生実験

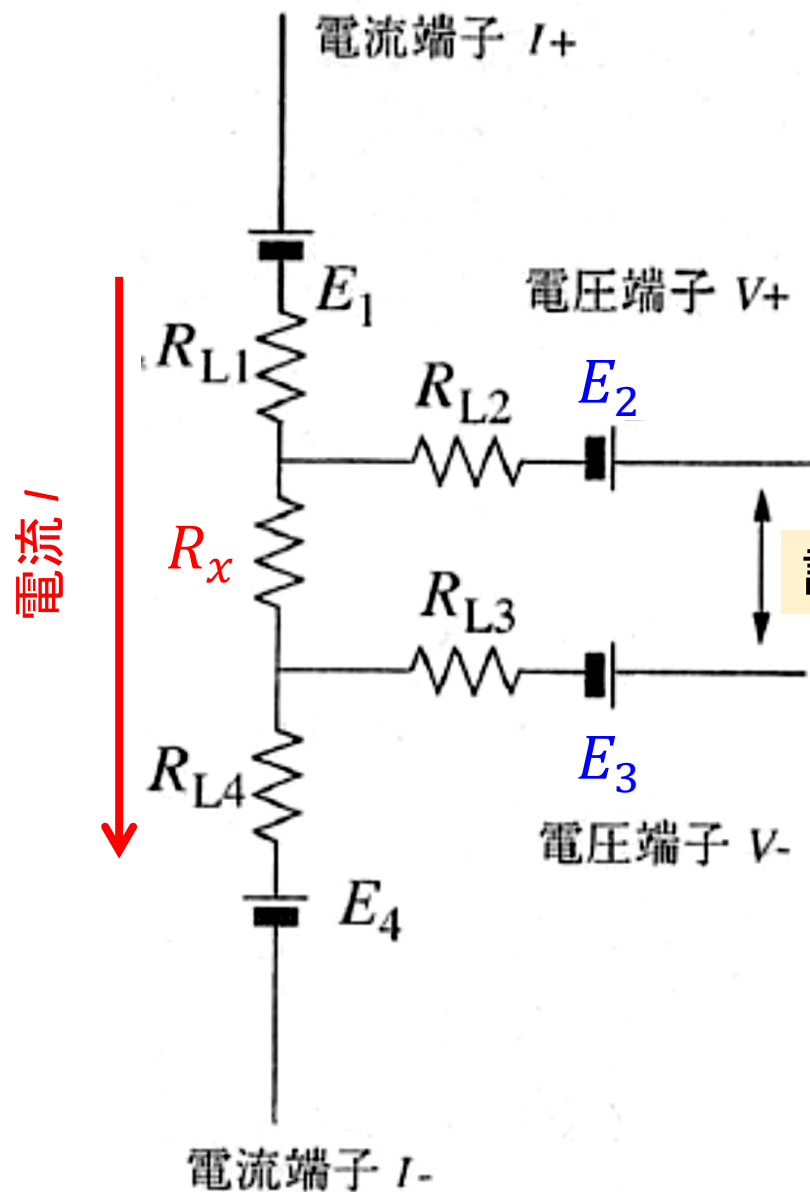
4本のリード線をつけ、電流端子と電圧端子を分離



$$R = R_x$$



●なぜ電流を反転？



試料から計測器までの間の、異種金属の接合部で温度差に依存して熱起電力が発生

試料からのリード線を同じようにして計測器に接続しても、コネクタなどの接触面の状態や試料への電極のつけ方で、起電力に差が生じることがある

(例) 試料に電流 I を流したときの
電圧端子で計測される電圧は

$$V(I) = R_x I + \underbrace{E_2 - E_3}$$

真の値からのズレ

発生する起電力は試料に流す電流の向きに依らないので、電流の向きを反転して電圧値の差の平均をとれば熱起電力を消すことができる

$$V(-I) = -R_x I + E_2 - E_3$$

$$[V(I) - V(-I)]/2 = R_x I$$

What is a vacuum?

真空とは？ 何も無い？



現代物理学：完全な無（絶対無）は存在しない
（何も無いはずの真空から電子と陽電子のペアが出現）

真空の定義：
日本工業規格(JIS)
通常の大気圧より低い
圧力の気体で満たされた
空間内の状態

気体分子があるが少ない



真空度

圧力:

$$P = \frac{F}{A} = \frac{\text{力}[N]}{\text{面積}[m^2]} = [Pa]$$

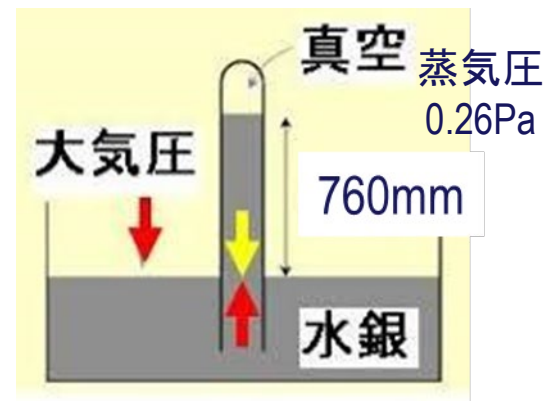
1気圧 = 760 Torr (mmHg) = 1013hPa \doteq 0.1MPa

h ヘクト: 10^2

M メガ: 10^5

区分		圧力 (Pa)	平均自由行程 (m)
大気圧	---	101,325 (0.1MPa)	$6.8 \times 10^{-8} \doteq 70\text{nm}$
低真空	LV	30,000 ~ 100	$10^{-8} \sim 10^{-4}$
中真空	MV	100 ~ 10^{-1}	$10^{-4} \sim 10^{-1}$
高真空	HV	$10^{-1} \sim 10^{-5}$	$10^{-1} \sim 10^3$
超高真空	UHV	$10^{-5} \sim 10^{-10}$	$10^3 \sim 10^8$ (1 ~ 10^5km)

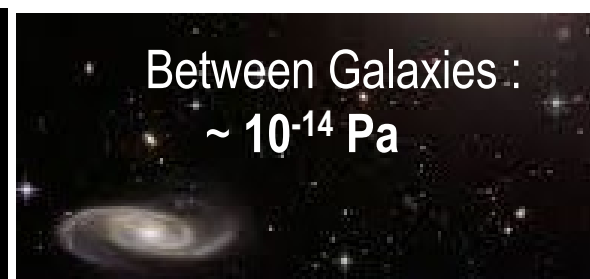
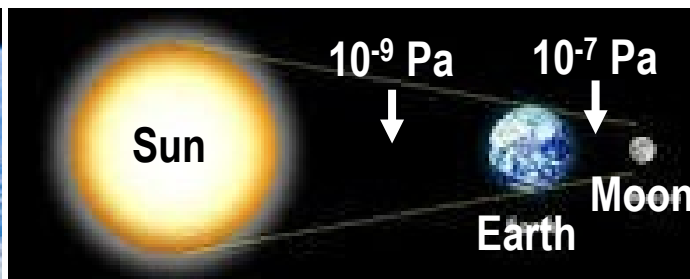
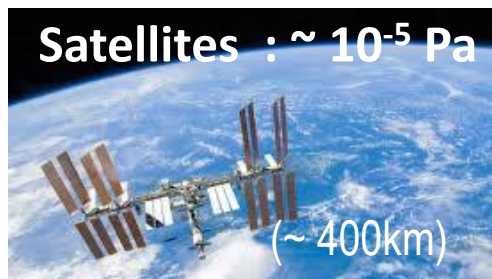
トリチェリの実験(1643年)



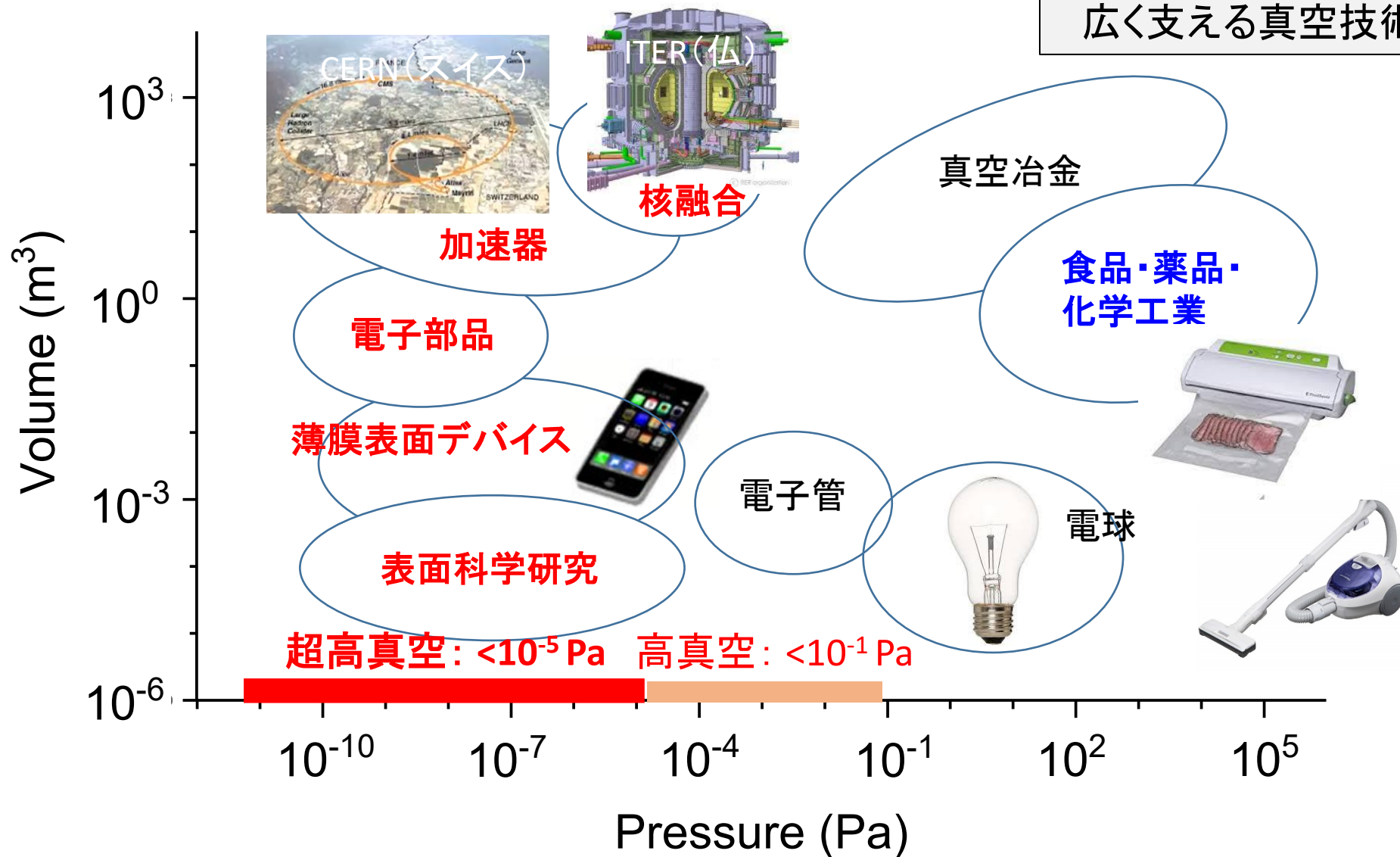
髪の毛の太さの約1/1000

分子・原子が衝突する距離

10^{-8}Pa : 700km
盛岡-名古屋



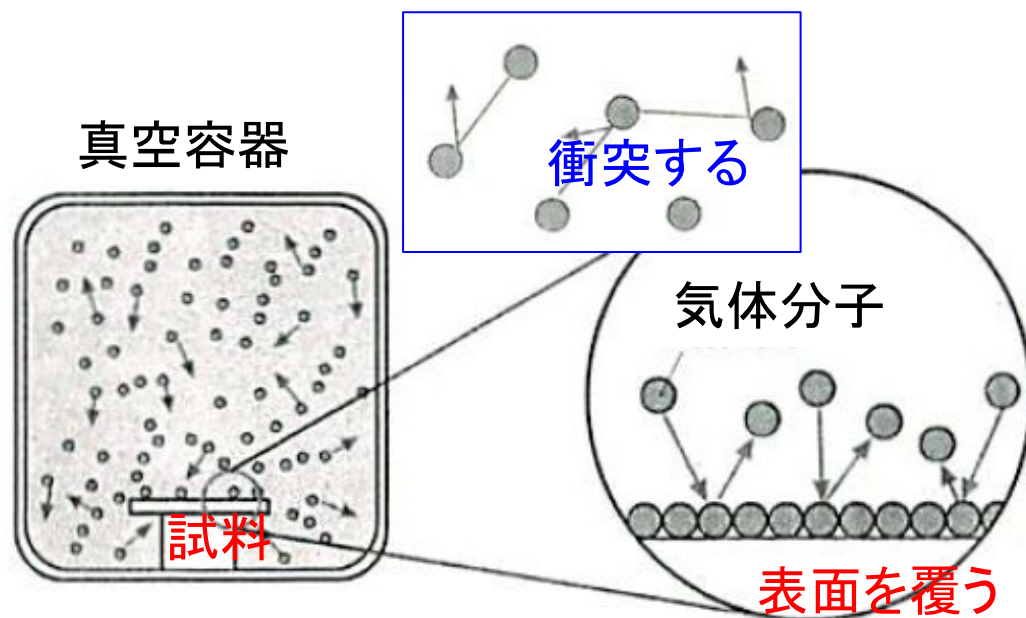
基礎科学から生産まで
広く支える真空技術



Ⅱ-10 真空蒸着法による有機薄膜の作製

●真空環境を用いる理由:

- (a)基板の清浄表面の維持
- (b)蒸発原子・分子が基板へ輸送する途中での、気相分子との衝突防止
- (c)不純物として膜への混入を防止、酸素や水による機器・蒸発原料の損傷



圧力	衝突距離 (平均自由行程)	単分子層 形成時間
大気圧	70 nm 髪の毛の約1/1000	3×10^{-9} 秒
高真空 10^{-4} Pa	70 m	3秒間
超高真空 10^{-8} Pa	700km 盛岡-名古屋	8時間

(25°C、窒素)

●薄膜作製の方法

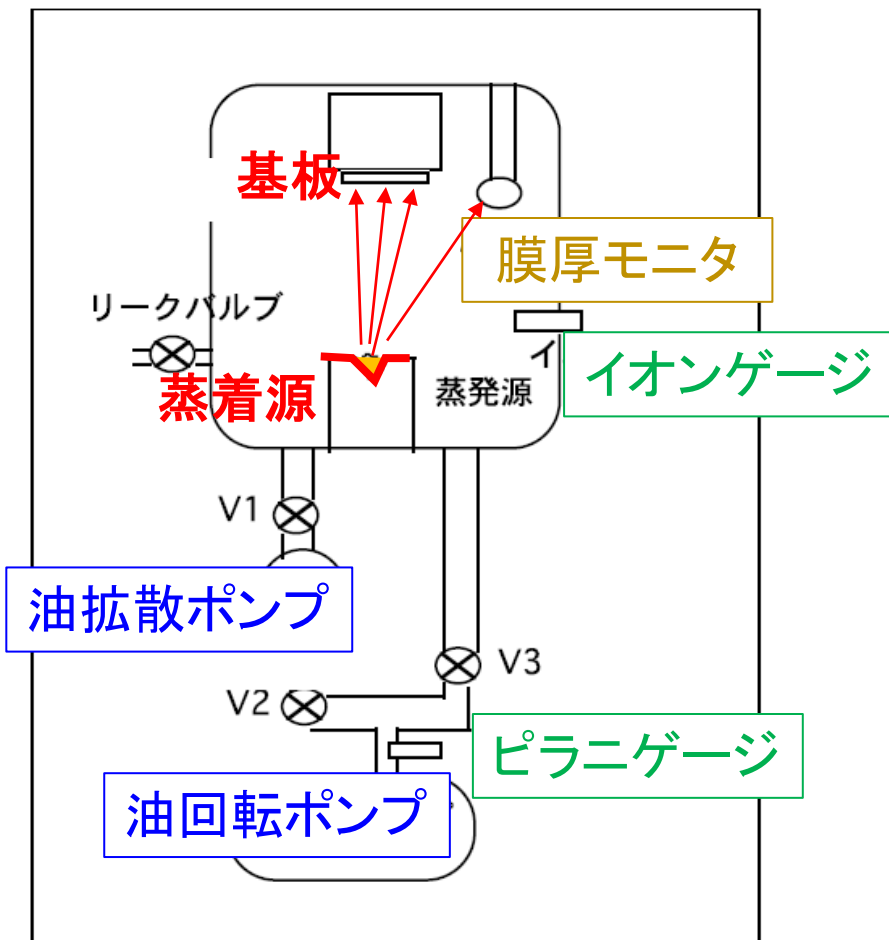
- ・物理気相成長 (Physical Vapor Deposition) ①真空蒸着法、②スパッタリング法
- ・化学気相成長 (Chemical V.D.) 化学反応を利用



Ⅱ-10 真空蒸着法による有機薄膜の作製

① 真空蒸着法

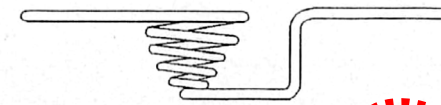
- ・ 10^{-4} Pa以上の高真空中で固体を加熱し、**蒸気を基板上に冷却凝縮**（蒸着）
- ・成膜条件と物質種で、膜質を制御可



● 抵抗加熱蒸着源 (a) ボート型

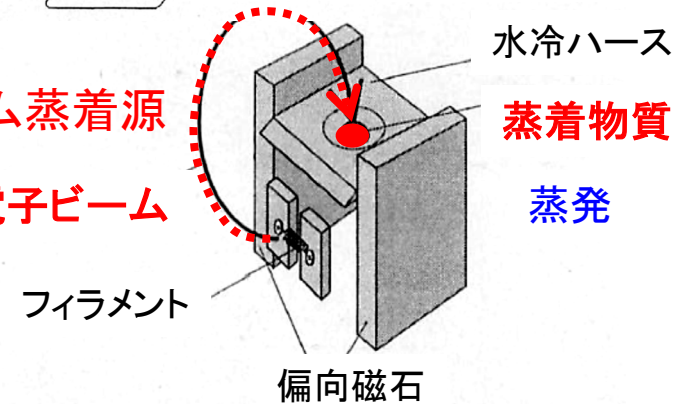


(b) スパイラル型



● 電子ビーム蒸着源

電子ビーム

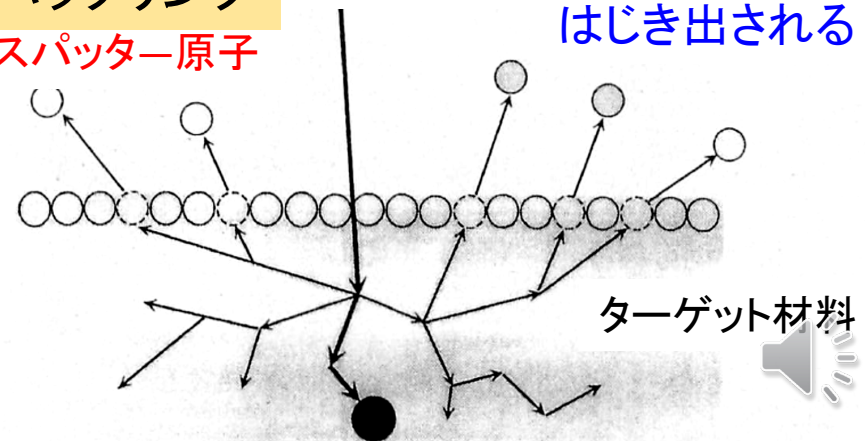


I-M2 スパッタ膜の熱処理

② スパッタリング 入射イオン (Ar)

スパッター原子

はじき出される

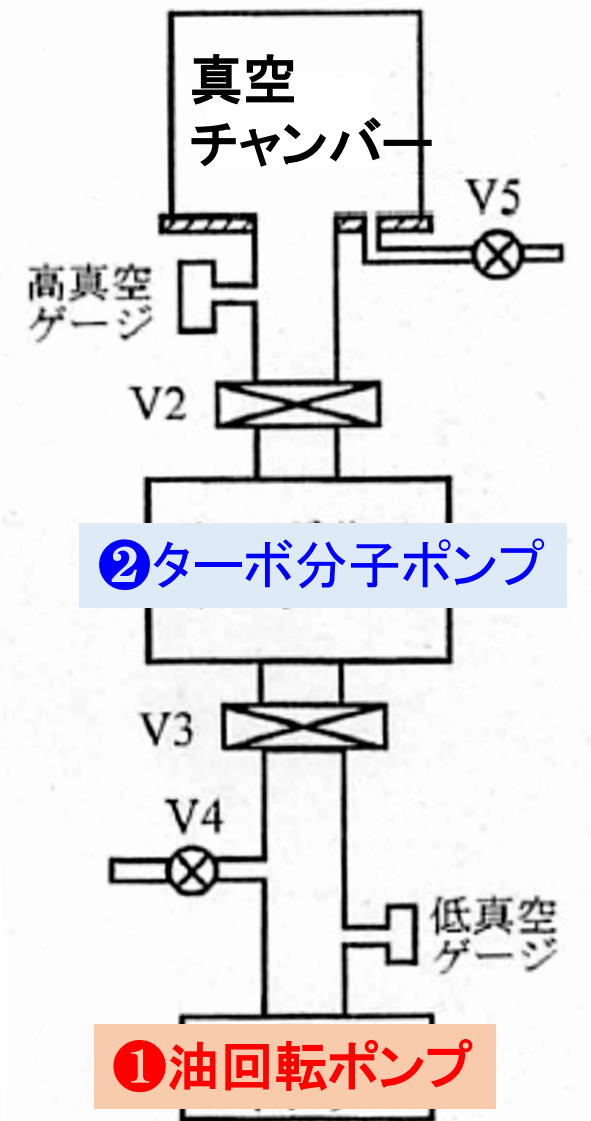
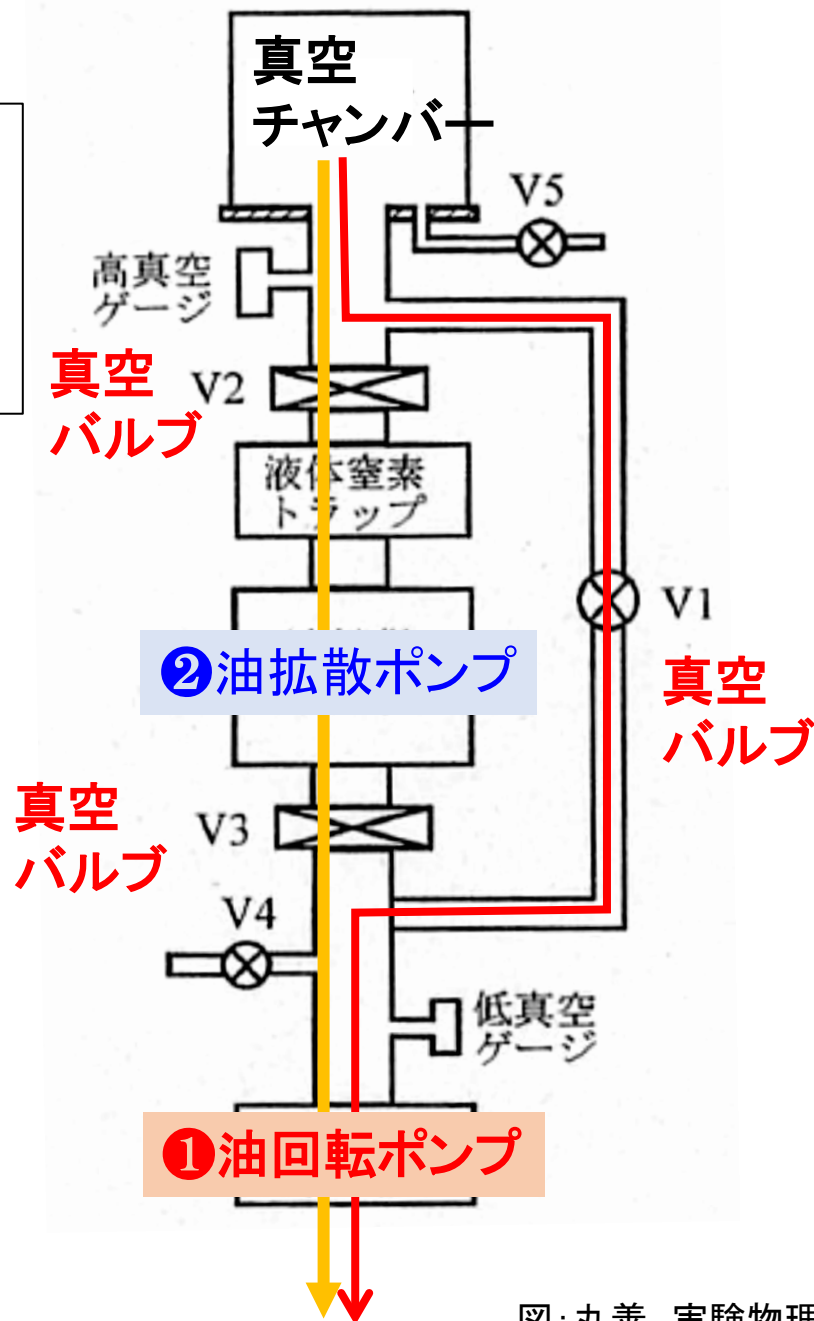


●真空引き

手順

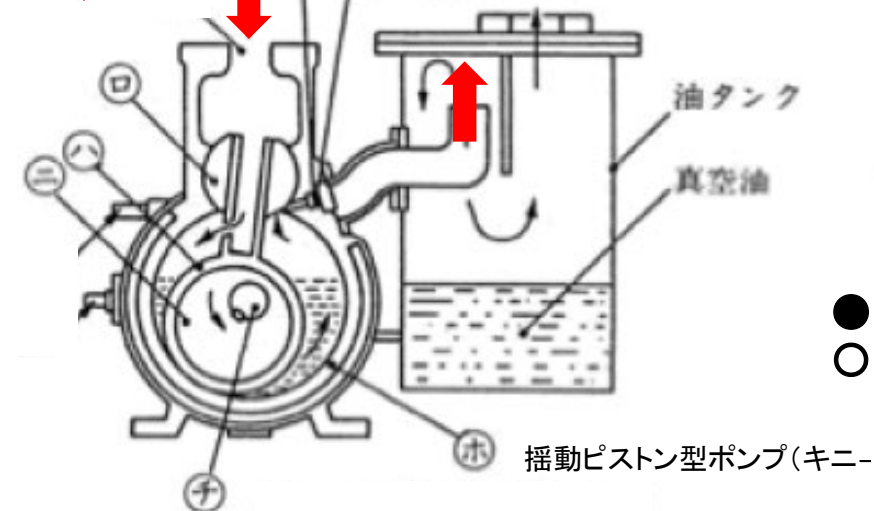
①粗引き

②本引き
(高真空引き)

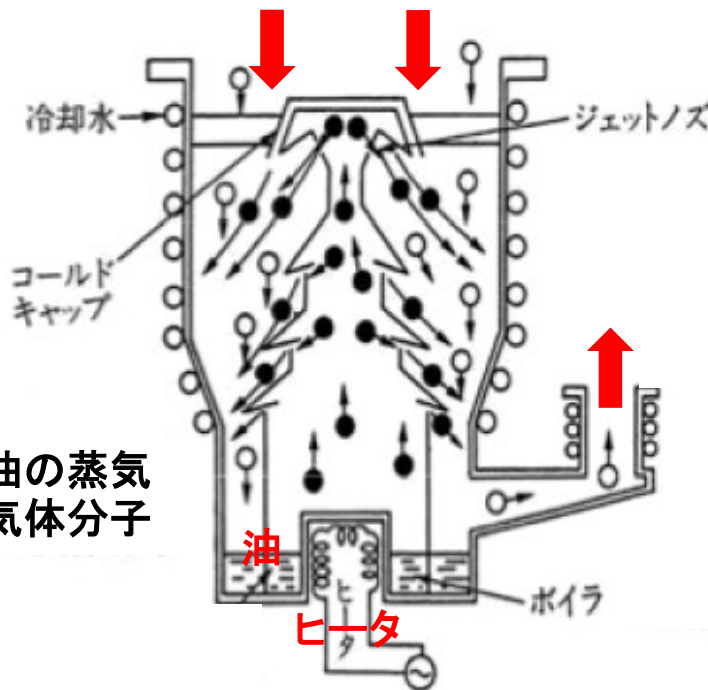


気体分子
の流れ

油回転ポンプ(RP)
大気圧 ~ 0.1 Pa

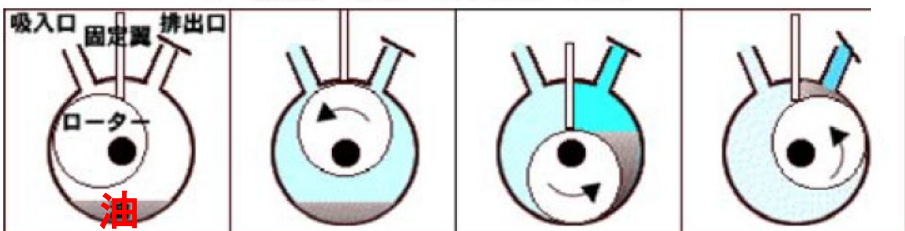


●油の蒸気
○気体分子

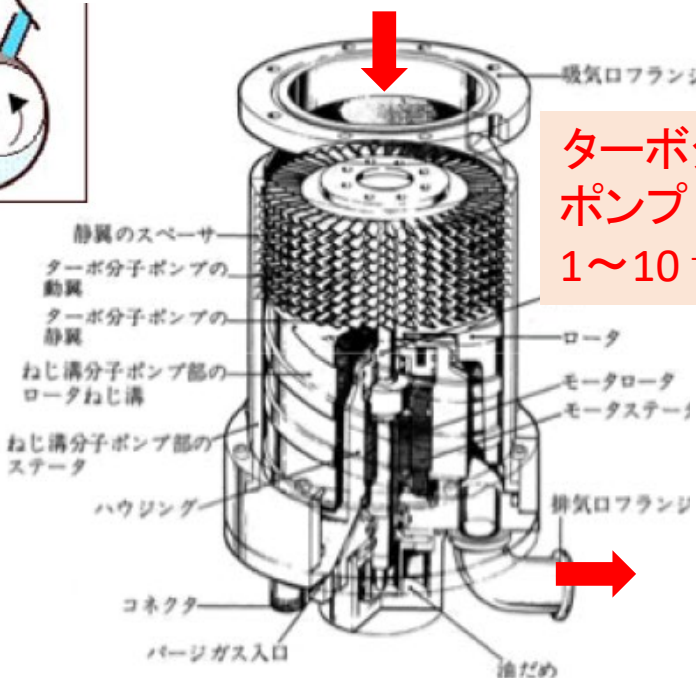


油拡散ポンプ(DP)
 $1 \sim 10^{-6}$ Pa

蒸発した油は、中心部の煙突を上り、ノズルから下向きに勢いよく噴出。
周囲にある気体分子は油分子に飛ばされ、下方に圧縮。RPで排気。

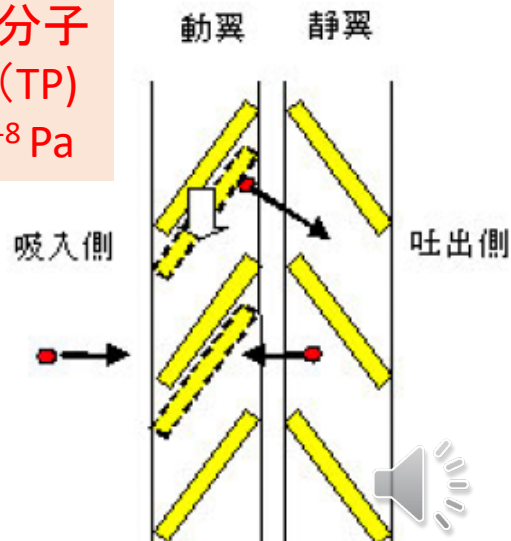


真空ポンプ油(蒸気圧:低、潤滑作用)で、ローターとシリンダーの間の潤滑や気密性が保たれている



ターボ分子ポンプ(TP)
 $1 \sim 10^{-8}$ Pa

動翼が高速回転



いろいろな真空計

①粗引き

②本引き
(高真空引き)

ブルドン管

①力学的圧力

ピラニ真空計

②気体の熱伝導

熱電対真空計

スピニングローター真空計

水晶摩擦真空計

シュルツゲージ

気体の摩擦効果を利用

電離真空計

三極管形真空計

熱陰極電離真空計

③気体中の電離現象
を利用

B-A真空計

エクストラクタ真空計

軸対称透過形真空計

ペニング真空計

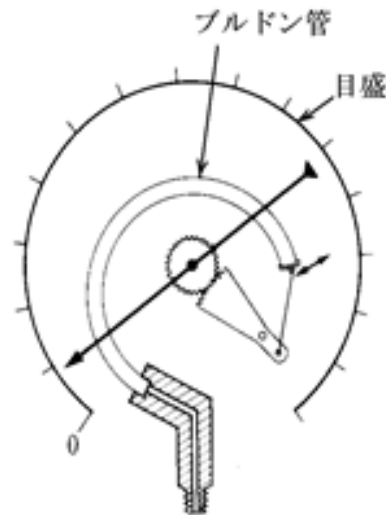
冷陰極電離真空計

マグネトロン真空計

超高真空: $<10^{-5}$ Pa

圧力 (Pa)

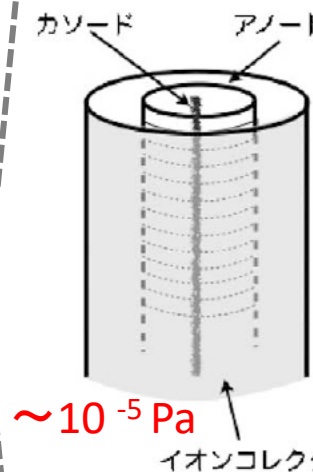




～100 Pa

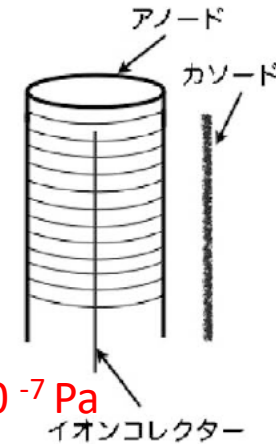
①ブルドン管真空計(弾性真空計)

楕円断面を有する中空間をコイル状に曲げて、片側を封じ、**コイル内外の圧力差に応じたコイルの伸縮を機械的に増幅して圧力を指示する差圧計**
大気圧を基準にして負圧を指示



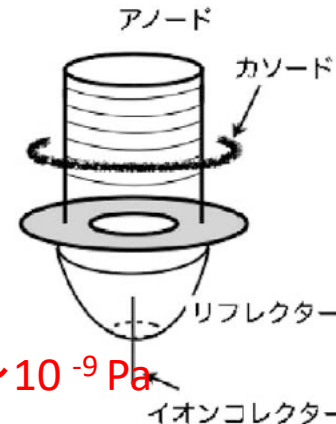
～10⁻⁵ Pa

三極管型真空計



～10⁻⁷ Pa

BA真空計



～10⁻⁹ Pa

エクストラクタ真空計

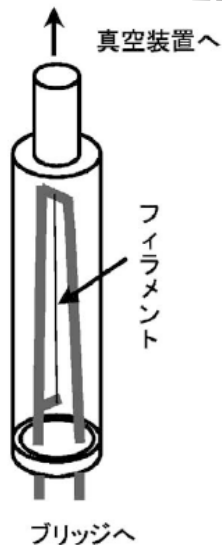
③熱陰極電離真空計

加熱したフィラメント(カソード)からの熱電子を加速して**気体分子に衝突させてイオン化**。生成したイオンをコレクターで集め、**イオン電流として測定**

(加速電子の衝突によりアノードで発生する軟X線がイオンコレクターに入射すると、光電子を放出イオン電流と区別できないオフセット電流発生)

②ピラニ真空計

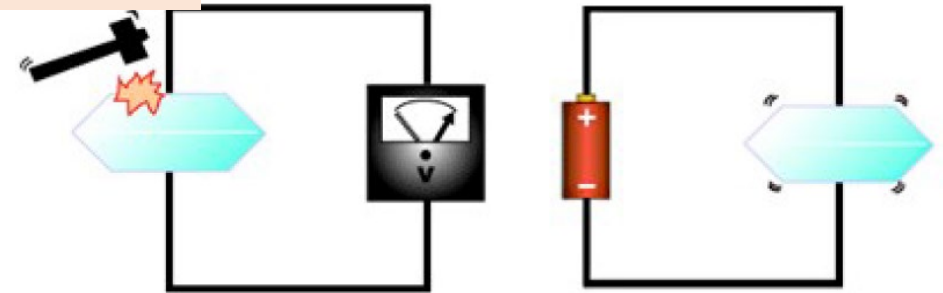
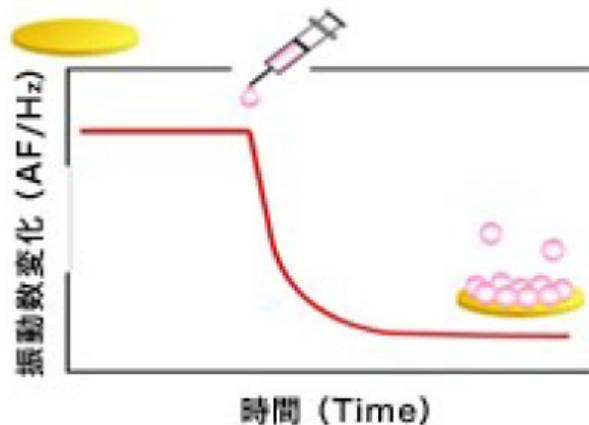
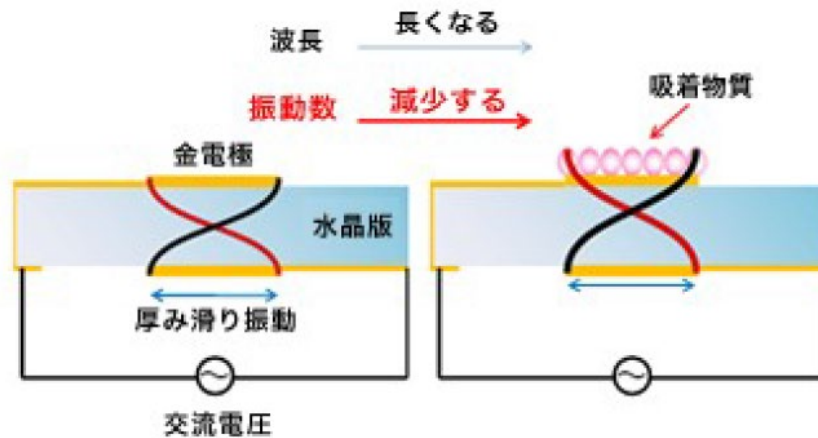
通電加熱した金属細線(W,Ptなど)の**気体の熱伝導による温度変化**を、その電気抵抗の変化として検知



ピラニ真空計

水晶振動子膜厚計・・・原子1層でも検知可能

薄い水晶板に交流電圧をかけ、共振させる
電極上に物質が付着すると、周波数が減少
(電極上での物質の質量変化による)



水晶の圧電効果と逆圧電効果

機械的圧力
→分極発生

電場をかける
→機械的ひずみ

Sauerbreyの式

$$\Delta F = - \frac{2F_0^2}{\sqrt{\rho_q \mu_q}} \frac{\Delta m}{A}$$

ΔF : 周波数変化量

Δm : 質量変化量

F_0 : 基本周波数

ρ_q : 水晶の密度

μ_q : 水晶のせん断応力

A : 金電極面積

$$\begin{array}{cc} \Delta F & \Delta m \\ -1 \text{ Hz} & = 0.62 \text{ ng cm}^{-2} \\ & (27 \text{ MHz センサー上}) \end{array}$$

