

報告番号	※ 甲 第11072号
------	-------------

主 論 文 の 要 旨

論文題目 直流抵抗標準の高度化に関する研究

氏 名 大江 武彦

論 文 内 容 の 要 旨

計量標準・計測技術は、その国の産業力及び科学技術力を決定付ける重要な国家基盤である。また、秩序ある社会や、安心・安全な社会の構築においても必要不可欠である。本研究は、集積化量子ホール素子の開発およびマンガ窒化物やNiCr合金箔を用いた高安定な標準抵抗器の開発を通して直流抵抗標準を高度化し、日本のプレゼンス向上並びに科学技術・産業の発展へ貢献することを目的とした。

直流抵抗の一次標準（基準）には量子ホール効果が用いられている。これは、1980年にK. von Klitzingにより発見された量子効果であり、2次元電子系と呼ばれる薄い電子層に垂直に磁場を印加した際にホール抵抗が h/ie^2 （ h はプランク定数、 e は電荷素量、 i は正の整数）で量子化されるというものである。量子ホール効果は2次元電子系に本質的な現象であり、素子の寸法・形状・材料に依存せず普遍的な量子化抵抗値が得られる。ある温度以下では温度依存性もなく、プラトーと呼ばれるホール抵抗が量子化される磁場範囲においては磁場依存性もないなどの高い普遍性・再現性を有することから、1990年1月1日より世界中の標準研究所にて直流抵抗の一次標準として使用されてきた。

量子ホール効果により得られ、直流抵抗の一次標準として使用できる量子化抵抗値は、 $i=2$ もしくは4のプラトーであり、それぞれ12906.4035 Ω と6453.20175 Ω である。これを直並列に組み合わせることで10 k Ω などの10のべき乗の使いやすい量子化抵抗値を実現できる。これにより、測定系の簡素化、校正手順の短縮化および信頼性の確認が可能になるほか、ジョセフソン効果による量子化電圧、単一電子トンネリング効果などによる量子化電流を用いて量子力学的にオームの法則が成り立つかを確認する量子メトロロジートライアングル検証においても、アレー素子はあらゆる量子化抵抗値での検証が可能にし、検証の信頼性向上に寄与する。さらに、アレー素子は経年変化の無い普遍的な抵抗器であり、海外の標準研究所間で測定能力を比較する国際比較の際の仲介器として使用することで、国際比較の精度を向上し得る。それらの利点のため、アレー素子の開発に着手した。量子ホールアレー素子内に集積化されるすべての量子ホール素子は一次標準素子としてふさわしい性能を備える必要がある。そのため、単一の素子の特性評価や極低温におけるコンタクト抵抗の歩留まりの評価・向上を行い、10 k Ω 量子ホールアレー素子を作製・評価した。

量子ホール素子は優れた一次標準ではあるが、普段の校正業務には1 Ω 抵抗器群の抵抗値を使用し、室温のDCC（Direct Current Comparator, 直流電流比較器）ブリッジを用いた10:1 測定により値を拡張している。また校正事業者においては標準抵抗器を基準として用いており、室温で安定な標準抵抗器は必要不可欠である。そこでより安定な標準抵抗器の開発を目指し、マンガ窒化物やNiCr箔を用いた標準抵抗器の作製・評価を行った。標準抵抗用材料として、あらゆる環境変化に対して抵抗値変化が無い材料

が理想であり、温度係数や経年変化、銅に対する熱起電力について評価した。

量子ホールアレー素子の開発に向け、単一の量子ホール素子の作製・評価を行った。GaAs/AlGaAsヘテロ接合ウェハの層構造および2次元電子系へのコンタクト形成方法の最適化の結果、作製した単一量子ホール素子が、コンタクト抵抗が $1\ \Omega$ 程度以下、縦抵抗 R_{xx} がほぼゼロなど、一次標準素子に求められる条件を満たすことを確認し、オーストラリアを初めとする海外の標準研究所に量子ホール素子を供給した。次にアレー素子の作製に向け、2次元電子系への極低温におけるコンタクト抵抗の歩留まりを評価した。その結果、極低温でのコンタクト抵抗の歩留まりは約85%であった。この結果から計算された図1に示す集積化素子の歩留まりはほぼゼロ%であり、歩留まりの改善が不可欠であることが明らかとなった。2次元電子系へのコンタクト抵抗の歩留まりが悪化した要因として、GaAs/AlGaAsウェハの表面のコンタクト部周辺における侵食に注目した。SiO₂保護層を用いてGaAs/AlGaAsウェハの表面を保護することにより、極低温における2次元電子系へのコンタクト抵抗の歩留まりを約85%からほぼ100%に向上した。

また、層間絶縁膜についても絶縁抵抗の歩留まりを評価した。配線用金属の蒸着時に飛散する数 μm の金属の粒が、絶縁抵抗を悪化させる要因であることを明らかにし、厚膜のポリイミド絶縁層を用いることにより、配線間の絶縁抵抗についてもほぼ100%の歩留まりを得られることを示した。これらの結果を踏まえ、図1に示す16個のホールバーが集積化された $10\ \text{k}\Omega$ 量子ホールアレー素子を作製した。単一の量子ホール素子との精密比較測定の結果、作製したアレー素子の示す量子化抵抗値がその公称値に $0.01\ \mu\Omega/\Omega$ 以内で整合することを示した。

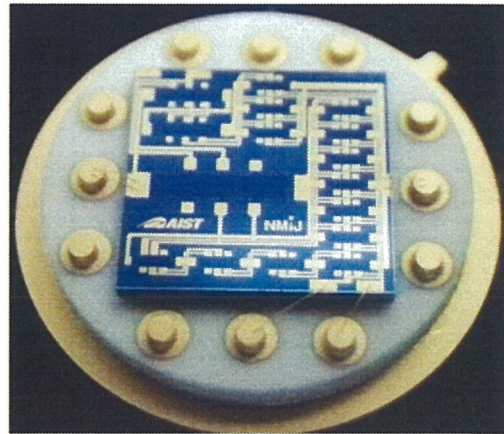


図 1. 16 素子 $10\text{-k}\Omega$ QHR アレー素子

標準抵抗器開発に関しては、常磁性領域で抵抗率-温度曲線が緩やかな極大を示す逆ペロプスカイト型マンガン窒化物 Mn_3AgN について、In、CuやMnおよびFeによる元素複合置換が二次温度係数 β を低減しつつピーク温度を制御する上で有効であることを示し、 $\text{Mn}_{3.03}\text{Ag}_{0.62}\text{Cu}_{0.19}\text{In}_{0.15}\text{N}$ により二次の温度係数 $\beta = -0.20\ (\mu\Omega/\Omega)/\text{K}^2$ 、および室温付近のピーク温度を得た。またマンガン窒化物焼結体を従来のバー形状から、電圧端子を追加した四端子形状に加工し、端子付けを行うことにより経年変化の歩留まりを改善し、最高で約 $1\ (\mu\Omega/\Omega)/\text{year}$ の経年変化を得た。4端子形状への加工は超音波加工機を用いた。作製した4端子形状の素子を図2に示す。作製した抵抗体の抵抗値は数十 $\text{m}\Omega$ であり、同様の公称値を持つ市販の標準抵抗器とほぼ同等の温度係数や経年変化特性を達成した。また、 Mn_3AgN の銅に対する熱起電力は、標準抵抗材料として使用されているマンガニンとほぼ同じ数 $\mu\text{V}/\text{K}$ であった。本材料は従来の標準抵抗用材料と比べて抵抗率が高くマンガニンの約5倍であり、小型化が見込めるなどの特徴を有しており、標準抵抗用材料として望ましい。

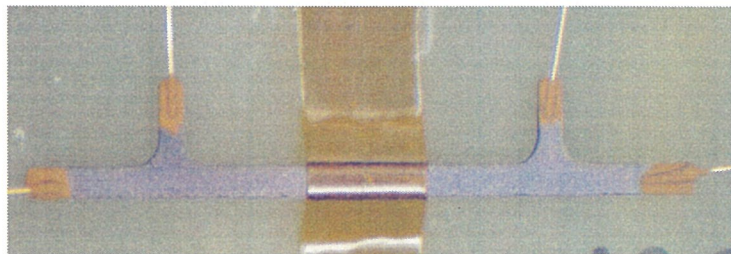


図 2. マンガン窒化物標準抵抗素子

エバノームなどに代表されるNiCr合金も、マンガニンなどのCuMn合金と共に標準抵抗材料として広く使用されている。NiCr合金箔を用いた標準抵抗器の性能向上に取り組

み、二次の温度係数 β が ± 0.01 ($\mu\Omega/\Omega$)/ K^2 以下で且つ室温付近にピーク温度を有する安定な $100\ \Omega$ 抵抗器を開発した。製造直後より経年変化は ± 0.1 ($\mu\Omega/\Omega$)/year以下であり、従来品に比べ体積を約1/20に小型化しながらより優れた性能を実現した。さらに複数の抵抗器を組み合わせるにより温度係数を最高で $\beta = -0.3$ ($n\Omega/\Omega$)/ K^2 まで向上した。組み合わせの際に用いる銅配線の温度係数を考慮した設計、また銅配線のトリミングにより、実装技術によるピーク温度の調整が可能であることも示した。開発した $100\ \Omega$ 抵抗器を用いて韓国・米国との3国間比較を行い、 $0.01\ \mu\Omega/\Omega$ 程度で標準研究所間の測定能力比較の際の仲介器として使用可能であることを実証した。

上記の研究成果のとおり、一次標準としての量子ホール素子およびアレー素子、さらに室温で安定な二次標準抵抗器を開発することにより直流抵抗の高度化を行った。 SiO_2 保護層により極低温における2次元電子系へのコンタクト抵抗の歩留まりはほぼ100%であり、絶縁抵抗の歩留まり結果からも、作製した集積化素子の高い信頼性が伺える。他国標準研究所への素子供給および集積化素子を用いた国際比較を通して、国際社会からの信頼を勝ち得る。本論文ではまた、マンガ窒化物やNiCr合金箔を用いた、二次標準抵抗器の開発を行い、良好な温度特性、経年変化を得た。これら標準抵抗器の性能向上は、計測事業者の標準体系の向上に寄与し、わが国の産業の国際競争力ならびに科学技術力の向上に貢献すると期待する。