

# ガラスの表面抵抗率測定技術あれこれ

日本板硝子テクノリサーチ株式会社

前中 正幸・小久保 百恵

## Measurements of Surface Resistivity of Glass

Masayuki Maenaka, Momoe Kokubo

*Nippon Sheet Glass Techno-Research Co, Ltd*

### Abstract

Surface resistivity of glass is very high and three terminals method is popular for its evaluation. Measurements of resistivity are very sensitive to treatment of the sample and its environment. For more accurate evaluation, some considerations for the conditions are necessary. The measuring conditions were studied in detail using sample heated in vacuum.

## 1. はじめに

近年の急速な情報電子分野の成長に伴い、物質の基本的な物性値である電気抵抗特性値を正確に得ることが重要視されている。中でも表面抵抗の測定では、測定装置の適正な選択もさることながら、測定試料の調整方法、測定方法、あるいは測定条件の設定によって測定値が大きく変化する場合が多い。特に絶縁体表面の電気抵抗は、表面の汚れや吸着層あるいは測定雰囲気によって大きく変化する。これは、電気が絶縁体表面に付着しているさまざまなイオンの運動で運ばれることに起因していると言われている。

一般的な表面抵抗の測定方法には、二端子法、三端子法、四端子法があるが、ここではガラスを中心とした固体絶縁体における表面抵抗の測定方法（三端子法）について述べる

(JIS C 2141 に準じる)。ガラスの表面抵抗率は、水分の表面吸着を除けば  $1E+15 \Omega/\square$  に達し非常に高抵抗レベルである。本文では、真空中で温度を上げ水分の表面吸着を除去して測定する方法並びに、表面抵抗率の温度依存性を評価出来る測定方法も重ねて紹介する。

## 2. 測定方法

一般的な測定方法は、表面抵抗値のレベルが  $1E+06 \Omega/\square$  以下の場合には、二端子法及び四端子法によりサンプル表面に直接測定プローブを接触させ計測する方法がとられている。しかし、絶縁サンプルの場合は高抵抗であるため、微小な漏れ電流を計測する必要があるため三端子法が用いられる。高抵抗になるほど微小電流の測定になるため、ノイズの影響等、測定環境に留意する必要がある。そこで、JIS C 2141 に準拠した測定方法を下記の通り改善し、 $1E+17 \Omega/\square$  レベルまで正確に測定できるようにした。

### 1) JIS C 2141 表面抵抗測定原理について

JISの方法は、図-1に示すようにサンプル表面及び裏面に導電性の銀ペーストを塗布した測定電極を作製し、大気中雰囲気中で温度 $25^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 湿度 $65\%\pm 5\%$ にコントロールされた測定条件のもとでM-H間に電圧をかけ漏れ電流を測定する。抵抗計の印加電圧は500Vを印加し、1分間チャージ後の表面抵抗を計測する。ガラスのような絶縁体の場合このような測定方法では、ガラス表面の主として $\text{H}_2\text{O}$ から成る吸着層を含んだ抵抗を計測することになり安定した計測ができない。

表面抵抗率を求めるには、更に電極サイズから決まる形状補正を行う。即ち、測定抵抗 $R_s(\Omega)$ より次式によって表面抵抗率 $(\Omega/\square)$ に換算する。

表面抵抗計算式  $P_s = \{Dm\pi/g\} * R_s$

ここで主電極の外径を $d$  cmとし、H電極の内径を $D$  cmとする。

$P_s$  : 表面抵抗率  $(\Omega/\square)$

$Dm$  : 平均直径  $= (d+D)/2$

$g$  : ギャップ幅  $= (D-d)/2$

$R_s$  : 測定抵抗値  $(\Omega)$

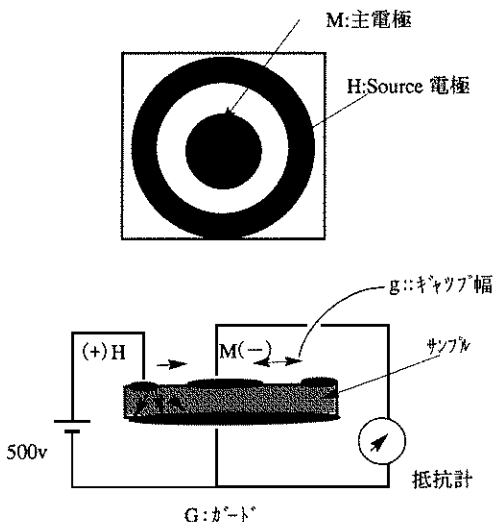


図-1 表面抵抗測定の実験原理図

以下に示す測定方法は、絶縁体であるガラスの表面吸着水分を可能な限り除去し、温度依存性を評価できるように改善した。

### 2) 新しい測定方法（真空中ハロゲンランプ加熱による測定方法）

真空蒸着装置内でサンプルを加熱するためには、図-2に示す通りハロゲンランプを使用した。サンプル表面の温度計測は、前もって表面抵抗計測部と温度計測モニター部の温度を計測し、補正曲線を作成し実際の温度を求めた。

図-2に示す通り真空チャンバー中でハロゲンランプにより直接加熱する。しかし、ハロゲンランプによって直接加熱すると、サンプル中央部と端部で温度差が大きくなるため拡散板を設け出来るだけ均一に加熱出来るようにした。抵抗測定用のM、H、Gリード端子は絶縁端子に接続し超絶縁抵抗計にて計測する。この場合絶縁端子自体の絶縁抵抗値が測定限界値となる。我々が試作した絶縁リード端子は $5\text{E}+15\Omega$ となり、ギャップ幅2mmで計測すると表面抵抗率は $1\text{E}+17\Omega/\square$ 以上に達する。又、M、Hリード端子から抵抗計までは誘導ノイズを防止するため金属網で覆いアースへ逃がした。

### 3. 測定条件

測定電極については、サンプル表面、裏面に金(Au)蒸着で電極を作製し測定した。なお、表面抵抗測定時の場合は、H端子からガラス内部に流れ込む電流はすべてGガード電極に流れ、H-Mの表面電流の中に計測されてはいけない。そのギャップ幅は、板厚味の2倍以上とされている。従って、絶縁体(ガラス)の場合は、出来るだけ表面へ流れ易くした方が測定精度がよいと考えられるため、測定電極のギャップ幅と安定した測定条件を得るため調査した内容を以下に述べる。

各種ギャップ幅と表面抵抗率の関係をソーダ石灰ガラスの(以下板ガラスと称する)Top面について計測した結果を図-4に示す。

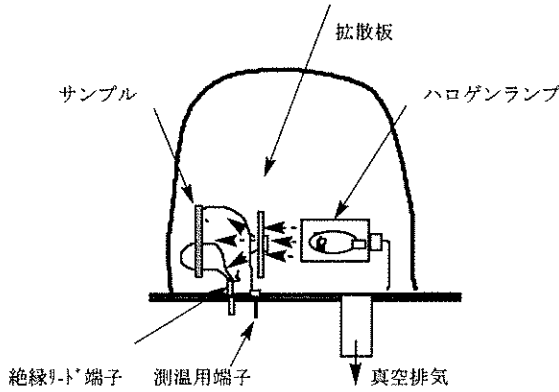
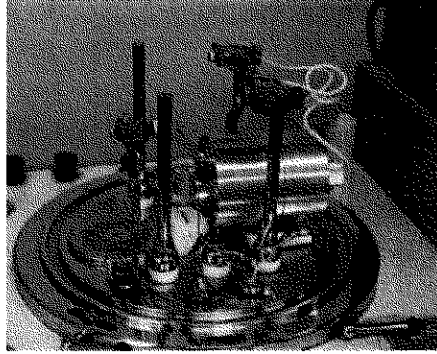


図-2 測定チャンパー概略図

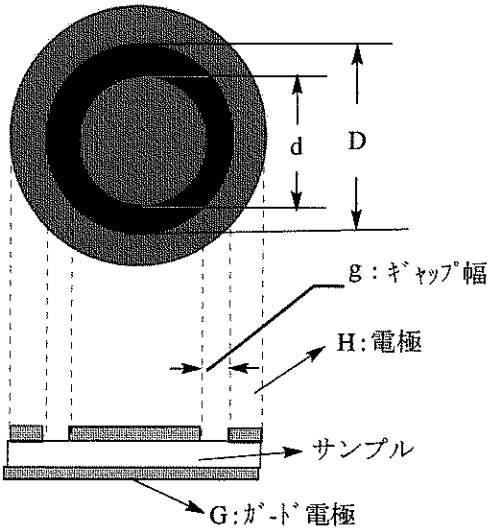


図-3 測定電極の概要

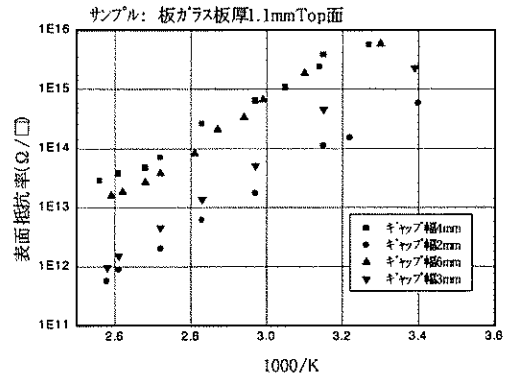


図-4 ギャップ幅の違いと表面抵抗率の関係

ギャップ幅の違いによりかなり表面抵抗率が異なることがわかる。板厚が1.1mmの板ガラスの場合ギャップ幅が板厚の2~3倍以上になると時々抵抗計の指針が(-)に振れ計測できなくなる。この原因は、板厚に対してギャップ

幅が3倍以上になると、表面に流れる電流より、内部（体積方向）へ流れる電流の方がはるかに多いため、一度なんらかのきっかけで体積方向に流れるパスが出来ると、表面方向へ流れなくなり測定できなくなる。

従って、板ガラスを安定的に計測するためには、板厚の2~3倍のギャップ幅で測定することが適切である。また、薄膜付きガラスの表面抵抗を計測する場合には、基板ガラスより低抵抗の場合には問題ないが、高抵抗又は同レベルの場合、表面方向に流れる漏れ電流以外に、基板ガラスの体積方向の電流が計測されていないか確認測定する必要がある。ちなみに、板厚が1.1 mmの板ガラスの場合は、ギャップ幅2~3 mmが最も安定して測定出来る。

念のため、ギャップ幅が板厚より多少狭い場合についても確認測定を実施した。通常は板厚よりギャップ間距離を大きくしておく、H電極から内部に流れる電流は全てガード(G)に流れ込み、表面電流の中に測定されない結線になっている。従って、ギャップ幅がどの程度狭くなると測定値に問題が出るかを見極めた。この結果、板厚2.8 mmの板ガラスをギャップ幅2.0 mmにて測定すると図-5に示す通り、やや体積方向の電流を計測しているものの、測定誤差範囲であり特に大きな測定誤差にならないことが判明した。

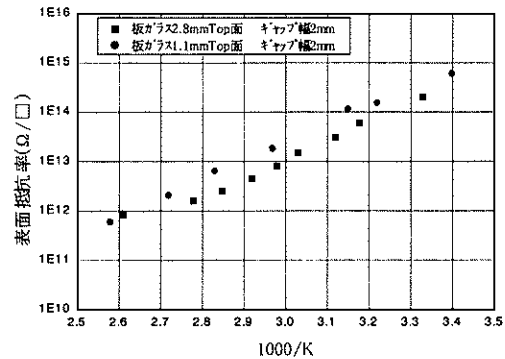


図-5 板厚より狭いギャップ幅の表面抵抗率

#### 4. 調査結果

1) 同一サンプルでの繰り返し測定精度把握  
厚味1.1 mmの板ガラス Top面における繰り返し測定精度を図-6に示す。測定条件は、ギャップ幅2 mmで真空中at 23°CにおけるN=5回の評価である。繰り返し測定の標準偏差は測定値の約13%である。

2) 表面抵抗と体積抵抗が分離計測されるか？

板厚1.1 mmの板ガラスについて同一端子サイズ（ギャップ幅2 mm）における表面抵抗と体積抵抗の差を把握したところ、体積抵抗率の方が1E+02 Ω程度低いことが判った。このことは、体積方向と表面方向へ流れる電流を分離して計測出来ていることを示している。（図-7

| 測定回数 | 表面抵抗率 (Ω/□) |
|------|-------------|
| n=1  | 6.3E+14     |
| n=2  | 5.8E+14     |
| n=3  | 4.9E+14     |
| n=4  | 6.3E+14     |
| n=5  | 7.3E+14     |
| 平均値  | 6.1E+14     |
| 標準偏差 | 0.8E+14     |

図-6 繰り返し測定精度

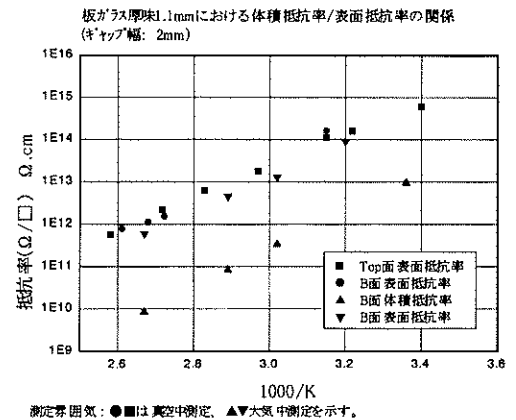


図-7 表面抵抗率と体積抵抗率の比較

参照)。

3) 表面抵抗の計測深さ領域の把握

これまでの検討により、体積抵抗率とは確実に分離計測されていることが判った。しかし、実際に計測されている表面抵抗率の測定深さを把握する必要がある。特にガラス上に成膜された絶縁膜で表面抵抗率がガラスより高い場合、計測されている深さ領域がポイントになる。このことを確認するため、ガラス上に400 Å成膜されたSiO<sub>2</sub>膜を測定し、基板ガラスの体積方向の抵抗が分離計測されているか確認した。

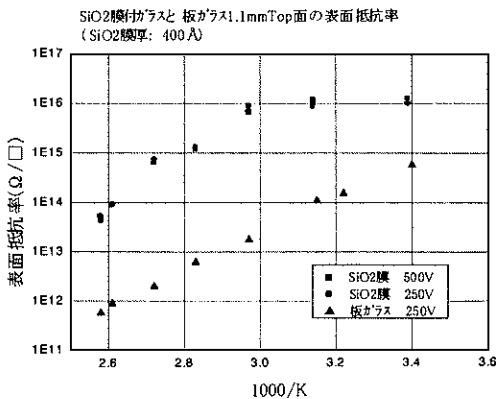
今回測定したSiO<sub>2</sub>膜厚は400 Åである。1.1 mm板ガラスと比較すると、SiO<sub>2</sub>膜の表面抵抗率は、板ガラスよりかなり高抵抗であり確実に測定できている。その証拠に基板温度が60°C (1000/k=3.0以上) 以下では、温度上昇に対して表面抵抗率はほぼ一定であり、SiO<sub>2</sub>膜のみが計測され、基板ガラスの表面抵抗率を検出していることはない。しかし、基板温度が60°Cを越えると基板ガラスのアルカリイオンの拡散の影響を受け、急に温度依存性が現れることから一部ガラス表面部分の抵抗を含んでいると考えられる。従って、SiO<sub>2</sub>膜の正確な表面抵抗率は、室温付近の抵抗値1E+16(Ω/□)と考える。さらに、抵抗計の印可電圧を250

V/500 V変化させ両者測定したが、計測領域は同じであった。

4) 高抵抗絶縁膜の測定限界レベルについて

合成石英ガラスについてギャップ幅2 mmにて計測し、文献値レベルの表面抵抗率が得られるか確認した。図-9に示す通り、高抵抗で計測抵抗値は1.5E+15 Ωに達する。抵抗率に計算すると6E+16 Ω/□にもおよび文献値と良く一致し信頼できる。このレベルは当社測定装置での測定限界レベルであり、誘導・帯電及び漏れ電流が微妙に影響することになる。抵抗率の温度依存性については、ガラス中のアルカリイオンの拡散がないため真空中で温度を上げても表面抵抗率は一定である。

さらにSiN膜/石英(膜厚:350 nm)について、ギャップ幅6 mmにて真空中加熱測定を実施したが、サンプルの測定抵抗値が5E+15 Ω近くに達し測定限界レベルであるため計測不可能である。この程度の高い抵抗レベルになると印可電圧時間が長くなるにつれ、サンプル表面に電荷が蓄積され抵抗値が徐々に高抵抗側に推移する。6分以上印可すると表面方向より、体積方向に流れ出し抵抗計のメーターが(-)に振れる。一方、ギャップ幅を2 mmにして再測定した結果を図-9に示す。SiN膜の表面抵抗率は1.5E+1(Ω/□)になる。このレベルは合成石英よりわずかに低いためSiN膜



注) (ギャップ幅2 mm). 250 V/500 V表示は抵抗計の印過電圧を示す。

図-8 計測深さ領域の把握

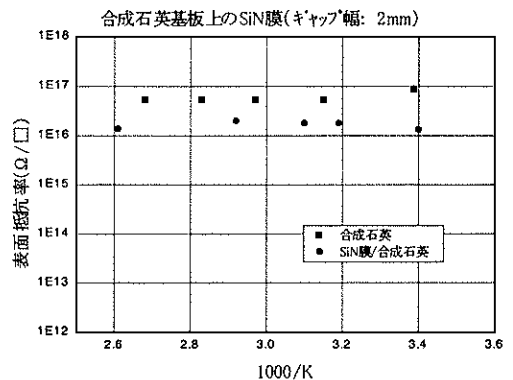
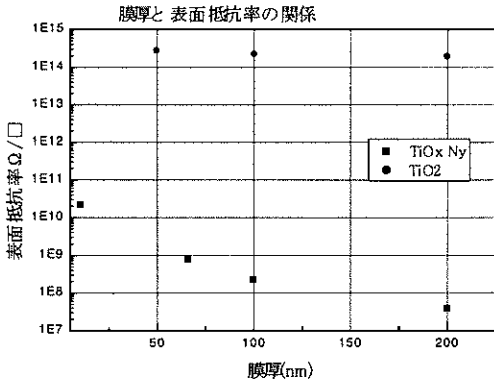


図-9 合成石英上のSiN膜



測定雰囲気：真空中 at 23°C

図-10 膜厚と表面抵抗率の関係

のみ計測出来ていると推定される。尚、基板温度を上げてても抵抗率は一定である。

#### 5) ガラス上の絶縁膜厚みと表面抵抗率の関係

板ガラス基板上の2種の絶縁抵抗膜について膜厚/表面抵抗率の関係を測定した。絶縁膜の表面抵抗レベルは、板ガラスより低抵抗の膜を選んだ。図-10に示す通り膜厚が厚くなるにつれ、表面抵抗率は低抵抗側に推移している。板ガラスの抵抗率は  $1E+15 \Omega/\square$  レベルであることから考えると、絶縁膜のみが測定されていると推定される。

## 5. まとめ

今回の検討、改善の結果  $1E+16 \Omega/\square$  レベルの表面抵抗率が安定して計測できるようになった。主な結果をまとめると次のようになる。

(ガラスを主体としたバルクサンプルの場合)

- 1) 真空中雰囲気での測定は、真空チャンバリード端子の絶縁抵抗が測定限界抵抗となるため種々の試作絶縁端子を作製した結果  $5E+15 \Omega$  レベルが得られた。
- 2) 真空中におけるサンプル表面加熱方法は、ハロゲンランプによる加熱方法が最適であっ

た。この方法によると測定サンプル表面のコンタミ付着及び帯電・誘導現象もなく安定して測定できる。尚、加熱温度は約  $100^\circ\text{C}$  前後まで可能である。

- 3) 測定サンプル表面の洗浄方法については、表面の油等を医療用洗浄剤にて水洗し、その後エタノール超音波洗浄を施すことにより抵抗測定に影響がないことがわかった。
- 4) 測定サンプル表面温度は、CAカップルにて測定点外側を計測し実際の温度に補正する。
- 5) 測定時における電極端子ギャップ幅の選択は、ガラスの場合板厚味の約2倍程度が適切である。
- 6) バルクサンプルの表面抵抗率の真値を求めるには、適切なギャップ幅を見つけるため予備測定が必要である。予備測定は板厚味の2~4倍程度のギャップ幅を各々測定し、表面方向を流れていた電流が、体積方向へ流れたす手前(抵抗計のメーターが(-)に振れる手前)のギャップ幅における抵抗率が真の表面抵抗率である。
- 7) 表面抵抗率の計測深さを、 $\text{SiO}_2$  膜付きガラスにて確認すると約  $400 \text{ \AA}$  の領域が計測できている。

(ガラス上の絶縁膜の場合)

- 1) 合成石英基板上的  $\text{SiN}$  膜(膜厚  $350 \text{ nm}$ )も、石英と区別し測定できている。
- 2) 板ガラス上の絶縁膜についても、 $10 \text{ nm}$  厚さまで計測できている。又、膜厚の増加と共に表面抵抗も低抵抗側へ推移し、ガラス基板より抵抗の低い絶縁膜は精度良く測定できる。
- 3) ガラス基板上的高抵抗絶縁膜の測定は、真空中で加熱すると基板の方がアルカリイオンの拡散により抵抗が低くなり、基板ガラスを含んだ表面抵抗率になってしまうため、基本的に室温にて測定することが望ましい。逆に測定された抵抗値にガラス基板の抵抗が含まれているかどうかの判断には、加熱測定に

より確認することができる。

4) 絶縁膜測定時の印可電圧を 100 V~1000 V まで変化させても、測定深さ領域及び表面抵抗率は変わらない。

5) 絶縁膜測定時のギャップ幅を 2 mm/6 mm で比較すると、低抵抗膜の場合は測定のパラッキ程度で大きく変わらないが、高抵抗膜 ( $1E+14 \Omega/\square$ ) レベル以上の場合、再度ギャップ幅を板厚味の 2 倍程度まで狭くし確認測定すべきである。

(その他への応用)

ガラス等、絶縁膜表面の水分吸着量を比較評

価する場合、真空中と湿度コントロール雰囲気  
で表面抵抗率を計測することにより、簡易的に  
表面の水分吸着量を評価できる可能性がある。  
又、種々の表面組成の異なった材料について、  
水分吸着量を表面抵抗率の変化量にて評価する  
とその差は顕著であり、表面組成と水分吸着量  
の関係についても応用できると考えられる。

#### 参考文献

- 1) JIS C 2141 電気絶縁用セラミック材料試験方法  
物理測定技術第 4 巻 電気測定技術 朝倉書店.