

フッ酸直接接合を用いた多層膜光学素子の作製

^{*1} ニューガラスフォーラム, ² 岡本硝子(株)
³ 産業技術総合研究所関西センター, ⁴ 京都大学

陳 路^{*1}・西村 啓道²・福味 幸平³・西井 準治³
平尾 一之⁴

Fabrication of multilayer thin film optical device by HF acid bonding

Lu Chen^{*1}, Hiromichi Nishimura², Kohei Fukumi³, Junji Nishii³
Kazuyuki Hirao⁴

^{*1}New Glass Forum

²Okamoto Glass, Co., Ltd.

³National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

⁴Kyoto University

1. 序論

誘電体光学多層膜フィルタは重要な光学素子として古くからカメラや眼鏡などに使われてきた。近年、光通信とディスプレイ産業の発展に伴い、更なる多層膜素子の高性能化が求められており、従来の多層膜製品の製造技術の進歩があり、百層を超えるフィルタやアレイ状のフィルタが開発されている。その作製プロセスでは、多層化に伴い成膜時の膜質の劣化や膜厚の制御誤差の増加が生じたり、アレイ化のための接着剤の経年変化が生じるため、歩留まりあるいは性能面で限界が見られた。これらの問題を解決するための検討が盛んに行われてきた。

ガラス材料を組み合わせた光学素子の作製には樹脂接着剤を用いた接合方法は広く利用されている。しかしながら樹脂の接着剤を使用した場合、厳しい使用環境での変色あるいは剥離が

大きな問題として顕在化してきた。有機系接着剤を使用しない直接接合方法¹が、高い組み立精度を実現し、耐熱と耐紫外線性能も達成できるものと期待できる。

Optical Contact¹⁾は光学ガラス材料の直接接合方法として知られており、ガラス同士の直接接合によく利用されてきた。しかし、光学多層膜での直接接合はあまり行われていない。一方、半導体産業の進歩に伴い、SOI (Silicon On Insulator) の製造を目的としたシリコンウエハの直接接合研究が進められた。これをきっかけに、SOIに留まらず様々な材料での直接接合の検討がなされるようになった²⁾。ガラス間の直接接合技術として、熔融接合、フッ酸接合、陽極接合法が挙げられる³⁻⁵⁾。この中でフッ酸接合法は石英ガラスの接合に使用されており、SiO₂層を介して、低い接合温度で高い接合強度を実現した方法である。

そこで我々はフッ酸による誘電体多層膜の直接接合法を検討し、多層膜構造とガラスの直接接合とその機能素子化を目指した。本稿にはフッ酸接合法の特徴、ガラス多層膜機能性素子の

*〒563-8577 大阪府池田市緑丘 1-8-31

産業技術総合研究所 関西センター内

TEL 072-751-7946

FAX 072-751-4027

E-mail: chen-kansai@aist.go.jp

作製およびその実用化について報告する。

2. 接合方法

イオンアシスト真空蒸着法により最表面 SiO_2 とする $\text{Ta}_2\text{O}_5/\text{SiO}_2$ の多層膜をガラス基板上に成膜し、接合用試料とした。試料を洗浄後、1% フッ酸溶液を試料に滴下した後、試料を重ね合せ、温度・圧力をかけて接合した。本研究では図1 (a) (b)に示すような2種の接合、すなわち膜面同士の接合と膜面とガラス基板の接合を行った。

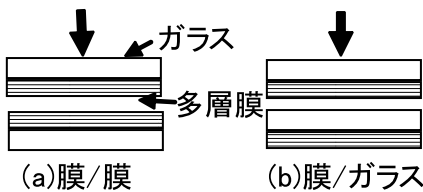


図1 接合の2パターン

接合強度は引張試験で評価した。接合した試料をエポキシ樹脂でフォースゲージの実験台に固定し、上から引張り、試料が界面から剥離する時の最大の引張力を接合強度とした。接合界面を走査電子顕微鏡 (SEM) あるいは透過型電子顕微鏡 (TEM) で観察した。接合試料の機能性を評価するため、透過あるいは反射特性を分光光度計により測定した。

3. フッ酸接合での接合強度

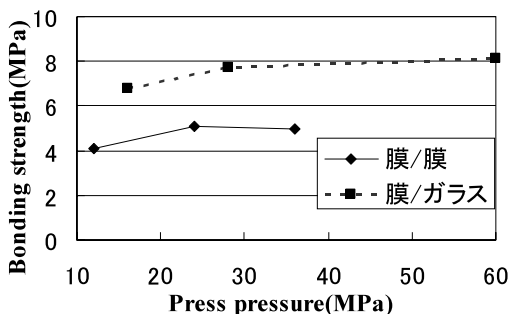


図2 接合強度の接合圧力依存性

まず、 $5 \times 5 \times 1$ mm の24層多層膜試料を用いて接合した試料における接合強度の評価結果

を報告する。

図2にフッ酸接合により接合した多層膜試料の接合強度と接合時のプレス圧力 (接合温度 160°C) の関係を示す。圧力が増すに伴い、接合強度も増加する傾向が見られた。膜面同士を接合し、高い接合強度を得るには20 MPa以上の圧力が必要であることが分かった。その圧力範囲で5 MPa以上の接合強度に到達した。多層膜をつけたガラス試料の表面には応力によるそりがあり、このような高い圧力は二つの接合面でのそりを打ち消し平らにし、試料面をナノレベルに接触させるために必要である。一方、膜とガラスの接合は膜と膜の接合と比べて、そりの悪影響が少ないので6 MPa以上の高い接合強度が得られた。

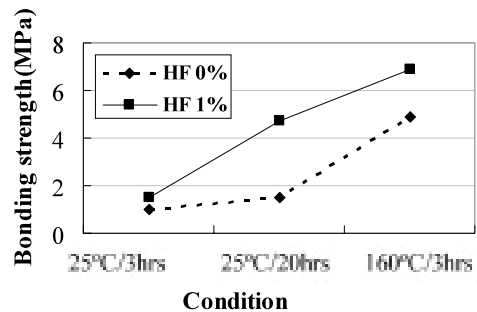


図3 フッ酸使用時と未使用時の接合強度比較

図3に1%のフッ酸および水を用いて、膜/ガラスを接合した際の接合強度を比較した。フッ酸を使用することでより高い接合強度が得られた。

膜/膜の接合にはフッ酸を使用しないと接合できないことが分かっている。そった多層膜同士を接合するにはそりの応力に耐えられる高い接合強度が必要であることを示す。即ちフッ酸接合方法は低い接合温度で高い接合強度を達成でき、多層膜の接合に適している。

4. 膜と膜の接合による多層膜構造の作製

対称な膜構成をもつ47層エッジフィルタを設計し、設計の1/2の膜層数 (24層) からなる2枚の多層膜試料を図1(a)のように膜面同

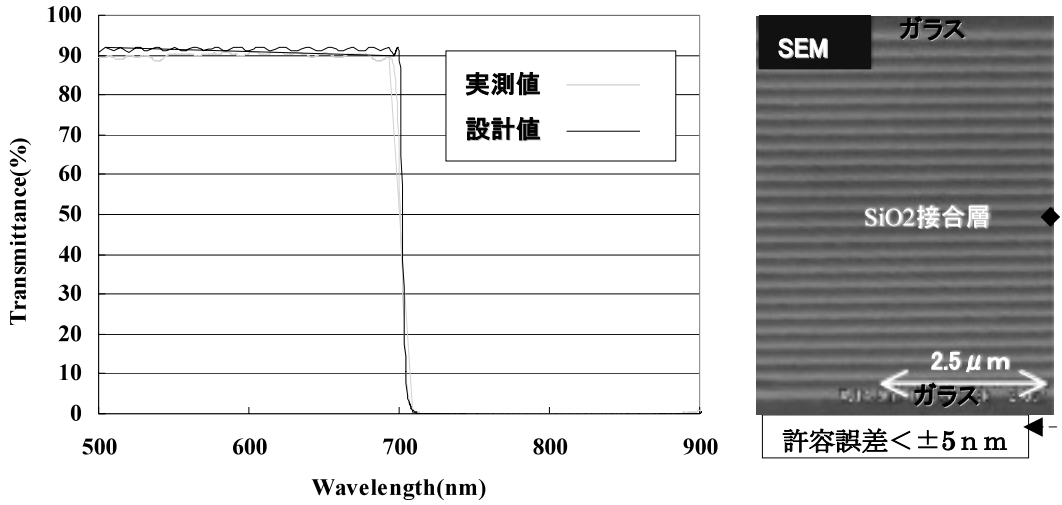


図4 47層多層膜接合構造体の光学特性と断面SEM写真

士で接合し、47層多層膜がガラスの中にあるフィルタを作製した。図4にフッ酸接合法によって作製したエッジフィルタ多層膜構造の透過特性と断面SEM写真を示す。多層膜構造の透過特性をシミュレーションした結果、SiO₂接合層の膜厚誤差は10nm以内に抑えなければならない。試作品の測定値と設計値がほぼ一致するので、設計通りの透過特性を達成することができた。よって、フッ酸接合技術で接合層の膜厚を正確に制御できたと考えられる。右のSEM写真で真中の層が接合層であり、隣接す

る真空蒸着で作製した層と区別できず、欠陥のない接合層が得られた。

図5に同じ方法によって作製した63層バンドパスフィルタ多層膜構造の透過特性と断面SEM写真を示す。接合によってフィルタの層数を増やし、パスバンドの急峻な立ち上がりを実現した。この多層膜構造で接合層の許容誤差は20nmであり、設計通りの透過特性が得られたと推定された。

この接合方法によって、従来の真空蒸着では困難とされる層数の多い多層膜構造を作製可能

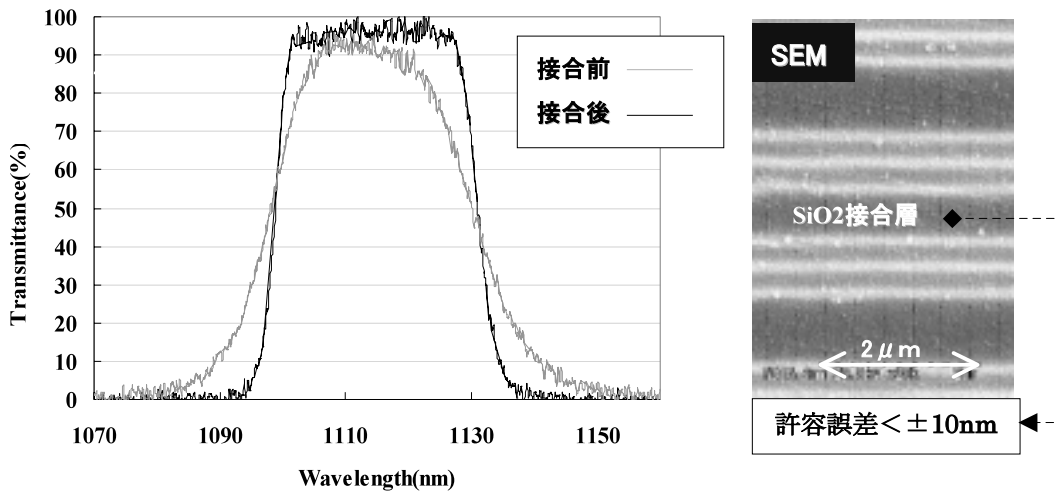


図5 63層多層膜接合構造体の光学特性と断面SEM写真

と考えられる。

4. 膜とガラスの接合による多層膜の集積化

図6にSiO₂膜とガラスを接合した領域の断面形態を示す。SEM写真で接合層での欠陥が観察されず、TEM写真では膜とガラスの接合界面で原子レベルの融合が見られた。フッ酸接合で高品質な接合を実現できることが示された。

多層膜を集積化する1例としてR, G, Bの3波長を合波または分波するフィルタアレイを試作した。素子の模式図および作製プロセスを図7に示す。この素子は図7(C)に示すようにR, G, B波長を反射する多層膜ミラーをガラスの中に45°斜めに積層し、入射する光をR, G, Bの順に分離するものである。作製手順としては、まず真空蒸着法で作った3種の多層膜フィルタを、R, G, Bの順に膜面と基板ガラス面で接合し(A)、一つのガラスブロックにした後、45度にカットする(B)ことにより、フィ

ルタアレイ(C)を作製したものである。

図8に作製した多層膜フィルタアレイの写真と実測した透過特性を示した。このフィルタアレイはほぼ設計通りの合成分波特性を示した。透過率のロスはガラス表面反射によるものである。さらに、接合したフィルタを450℃、20時間熱処理した後も、外観および透過特性に変化はなく、従来の有機接着剤を使用したものにはない、優れた耐熱性が確認された。

このようにフッ酸接合法を用いることにより、優れた耐久性を有する偏光分離素子、ビームスプリタなどの機能性素子も作製できる。

5. まとめ

フッ酸接合法は多層膜の直接接合を可能にし、低い接合温度で高い接合強度と高品質の接合界面を得ることができる。この方法を用い、多層膜干渉フィルタとRGBフィルタアレイの作製に成功した。接合層の膜厚制御精度は10nm以内に可能であった。本接合法はより信頼

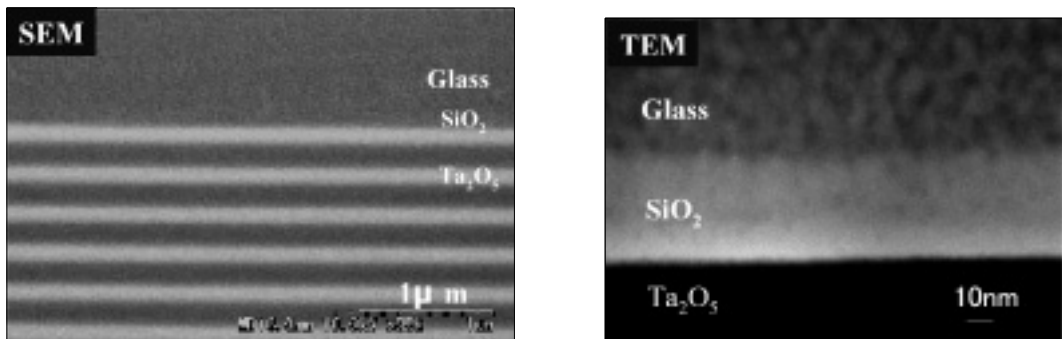


図6 膜とガラスの接合エリアの断面SEMとTEM写真

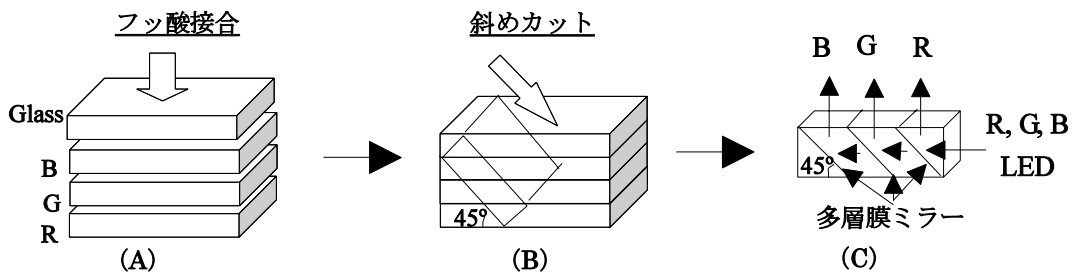


図7 多層膜フィルタアレイの作製プロセス

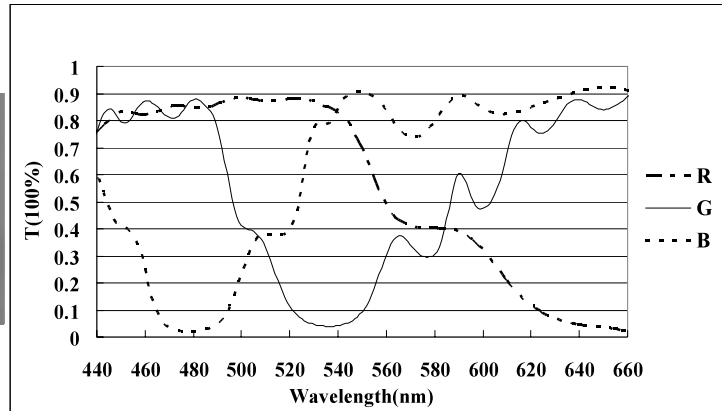
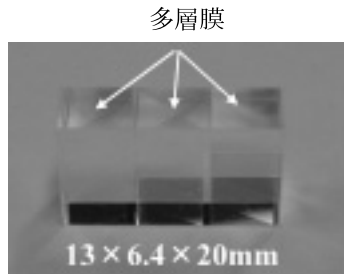


図8 多層膜フィルタアレイの試作品写真と透過特性

性の高い樹脂レス接合として、誘電体多層膜の膜層数を倍増させる手段、及び多層膜構造をアレイ化させる手段として有効であることが分かった。さらに様々な他の機能性素子への応用が期待できる。

謝辞

本研究は、ナノテクノロジープログラム（ナノマテリアル・プロセス技術）「ナノガラス技術」の一環として新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）からの委託を受けて行われた。

参考文献

1. R. N. Smartt and J. V. Ramsay, *J. Sci. Instrum.*, 41, pp. 514, (1964).
2. Q.-Y. Tong, *B* 87, pp. 323-328. (2001).
3. P. W. Barth, *Sensors and Actuators A*, 23, pp. 919-926, (1990).
4. H. Nakanishi, T. Nishimoto, R. Nakamura, A. Yotsumoto, T. Yoshida and S. Shoji, *Sensors and Actuators A*, 79, pp. 237-244. (2000).
5. Thomas M. H. Lee, Debbie H. Y. Lee, Connie Y. N. Liaw, Alex I. K. Lao and I-Ming Hsing, *Sensors and Actuators A*, 86, pp. 103-107, (2000).