

カルコゲナイドガラスへのインプリント加工による 赤外デバイスの製作

滋賀県立大学 工学部 ガラス工学研究センター

山 田 逸 成

Fabrication of infrared device by direct imprinting process on chalcogenide glass

Yamada Itsunari

University of Shiga Prefecture Center for Glass Science and Technology, School of Engineering

1. はじめに

放射温度計測や防災・防犯のセキュリティシステム、そして夜間のドライビングをより安全にしてくれるナイトビジョンシステムなど、赤外線技術は幅広く利用されている。今後も日常の快適性や安全性、省エネルギー対策を背景に赤外線技術の要求は益々高まっていくと考えられる。人体を正確に検知するためには、黒体放射の式に基づき、人間の体温に相当する波長 $10\ \mu\text{m}$ 付近で使用可能な赤外線センサが用いられており、この波長域で優れた透過特性を持つ赤外透過材料、および赤外デバイスが求められている。樹脂材料や石英は可視域～近赤外域で透過性に富んでいるが、波長 $2\ \mu\text{m}$ 以上の赤外域では吸収帯を有するため、窓材料として使用することが困難である。それゆえ、ゲルマニウ

ム (Ge) やシリコン (Si) のような半導体材料や、フッ化バリウム (BaF_2) などのフッ化物、そして硫化亜鉛 (ZnS)、セレン化亜鉛 (ZnSe) などが良好な赤外透過特性を示すことから¹⁻⁶⁾、基板材料として赤外デバイスの作製に用いられるが、その一方で材料によって製造コストや耐候性、加工性に問題があり、デバイスとして高価になってしまうことが問題であった。本稿では、赤外透過性、そして成形性に優れ、毒性の低い Sb-Ge-Sn-S 系カルコゲナイドガラス (IIR-SF 1) へのインプリント加工技術によるサブ波長周期構造の形成、そして赤外用偏光子の作製について記述する。

2. Sb-Ge-Sn-S 系カルコゲナイドガラス⁷⁾

カルコゲン元素 (S, Se, Te) を主成分として含むガラスはカルコゲナイドガラスと呼ばれ、ヒ素 (As) やセレン (Se) のような有毒元素を含むものが多いことから扱いが困難であった。IIR-SF 1 は、硫黄 (S) を主体とした S

〒522-8533 滋賀県彦根市八坂町 2500

TEL 0749-28-9563

E-mail: yamada.i@e.usp.ac.jp

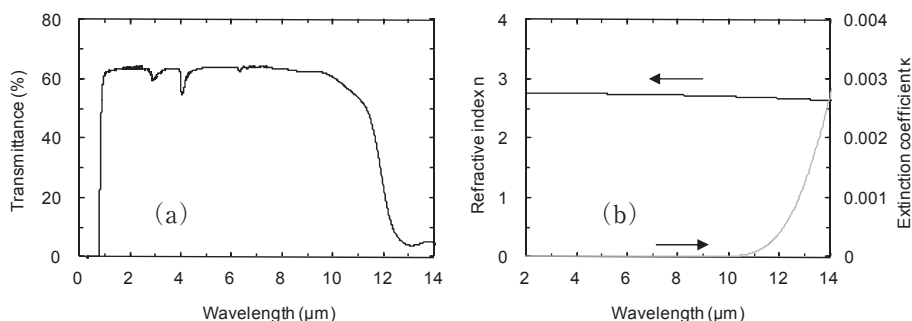


図1 (a) カルコゲナイドガラス (IIR-SF® 1) の透過スペクトル (基板厚 2 mm) と, (b) 屈折率 n と消衰係数 κ .

-Sb-Sn-Ge 系ガラスであり, 広いガラス化範囲を有する組成系である。図1に示すように, 赤外線の透過範囲は1~11 μm , 屈折率は約2.7@10 μm , そして化学的耐久性は耐水性1級, 耐酸性1級 [JOGIS 06-2009: 光学ガラスの化学的耐久性の測定方法 (粉末法)] である。

一般的に屈伏温度は, 組成系にもよるが, ガラス転移温度より20~30°C 高い温度になることが知られている。IIR-SF 1のガラス転移温度は, 230°C であるため, 屈伏温度は250~260°C と予想される。なお, ガラス転移温度は, 示差走査熱量測定 (DSC) により測定した (リガク製, DSC 8320, 昇温速度: 5°C/min)。加熱により, 軟化変形することから, モールド成型により, 研磨では作製できない複雑な形状の素子を安価に量産することが可能である。

3. SiC モールドの作製とカルコゲナイドガラスへの成形

高い消光比を持つ偏光子を作製する上で, 使用波長よりも十分に短い周期を持つ金属格子構造を形成することが必要である。このような微細周期構造をインプリント加工によって形成する場合, モールドの作製が重要となる。モールド基板は, 高温下でも十分な硬度をもち, 耐熱性・加工性に優れた炭化シリコン (SiC) を使用した⁸⁻¹¹⁾。SiC 基板の表面にスパッタ法でタングステンシリサイド膜 (Tungsten Silicide; WSi 膜) を成膜し, その表面に塗布したフォトリソを格子構造にパターニングを行う。フォトリソへのパターニングには紫外レーザーによる二光束干渉露光法を用いた。得られたレジストパターンをマスクとして, SF_6 ガスで WSi 層を, そしてその WSi 格子をマスクとして CHF_3 ガスで SiC のドライエッチングを行っ

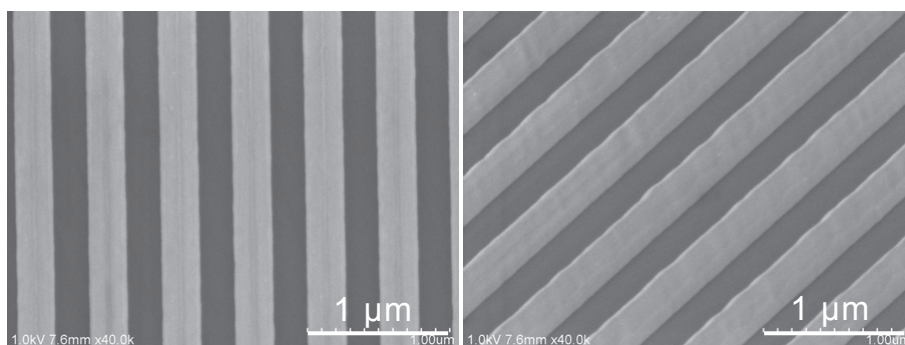


図2 二光束干渉露光法とドライエッチングで作製した SiC モールド表面の SEM 写真.

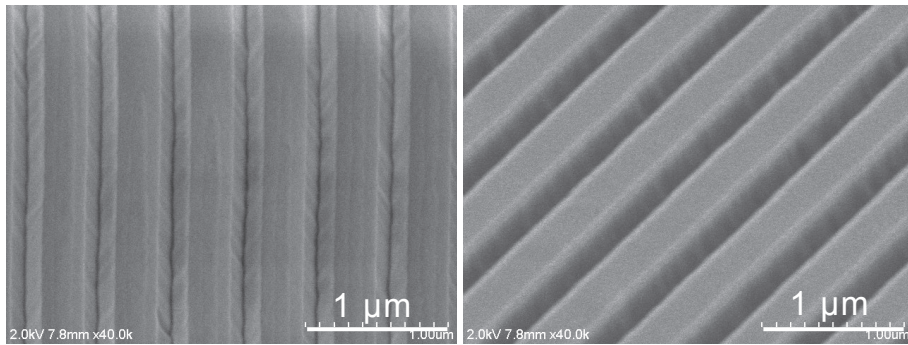


図3 図2で示したSiC モールドにより、インプリントされたカルコゲナイドガラスの表面 SEM 写真。

た。その試料表面の SEM 写真を図2に示す。周期 500 nm, 格子深さ 280 nm の格子構造を得ることができた。格子構造の形状は、インプリント時の離形工程においてガラスやモールドの破損や負担を抑えるため⁸⁾, 図2に示すように、尖鋭形状の構造に形成した。

作製した SiC モールドによるカルコゲナイドガラスへのインプリント加工を行った。ガラス成形にはランプ加熱方式の市販のプレス機を用いている。モールド表面の酸化を防止するために成形室内を窒素置換した後、ガラスの屈伏点 (At) 近傍まで加熱し、1 Pa 程度の真空下でプレスする。屈伏点近傍 (高い粘度域) でインプリントを行う理由は、高温域で生じやすいガラスとモールドとの融着を抑えるためである。したがって、モールド形状、離型膜の最適化およびモールドと融着しにくいガラス組成の開発が、高い周期構造を得るうえで非常に重要とされている。本実験でも屈伏点近傍と推測される 253℃ に加熱した状態で、炭素膜を成膜した SiC モールドをカルコゲナイドガラスに 3.8 MPa, 90 秒間押し当てた。図3に示すように、破損することなく、均一に転写することができた。

4. 赤外用偏光子の作製

一般的に偏光子に求められる特性として、

①高い消光比 (透過する偏光と遮光される偏光

との比が大きいこと)

②高い透過率

③広い波長域

④コンパクトさ

⑤高い耐久性

が挙げられる^{12,13)}。全ての項目を満たす赤外用偏光子は存在しないが、①～④の項目に対し、バランス良く特徴を持ち合わせている図4に示すようなワイヤグリッド偏光子が赤外域で多用される。一般的に赤外用のワイヤグリッド偏光子は、前述した赤外透過基板表面に波長 (2～20 μm) よりも十分に狭い数百 nm 周期の金属格子を形成したものである。金属格子に入射した光は、金属格子に垂直な偏光は透過するが、平行な場合には、金属格子に存在する伝導電子が

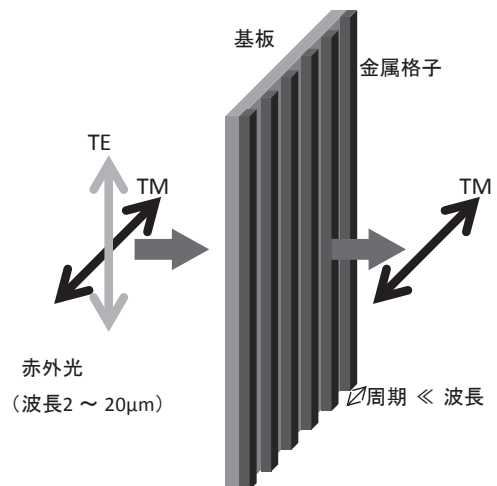


図4 ワイヤグリッド偏光子。

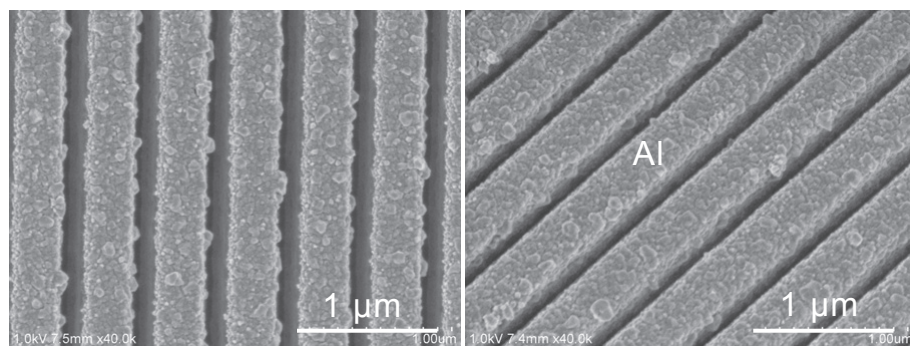


図5 図3の試料表面にAlの斜め蒸着を行った試料のSEM写真.

格子の長さ方向に振動するため、吸収（ジュール熱に変化）・反射され、透過しない¹³⁾。この性質を利用して、ワイヤグリッド偏光子は透過型偏光子として用いられている。この偏光子は構造上、半導体プロセスである露光・現像・エッチングの工程を要するため、低コスト化が困難であった。カルコゲナイドガラス基板への直接インプリント加工技術を構築することができれば、工程数の低減化・低コスト化が可能になる。カルコゲナイドガラスへの直接インプリント加工技術を利用して赤外用ワイヤグリッド偏光子の作製を試みたのは筆者らが初めてである^{14, 15)}。

図3に示したインプリント加工されたカルコゲナイドガラスの表面にAlの斜め蒸着を行

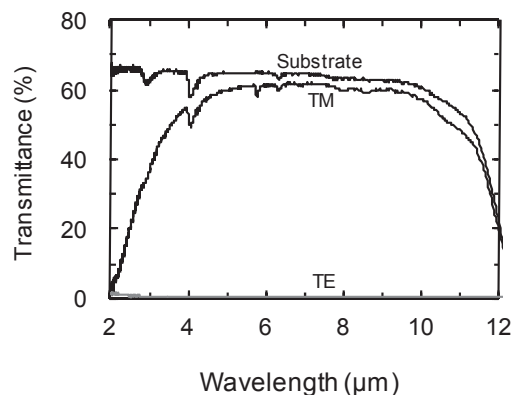


図6 作製した試料の偏光スペクトルと基板の透過スペクトル。図中のTMとTEは金属格子に対して垂直、または平行な偏光方向の透過スペクトルを示している。

い、Al格子を形成した。その写真を図5に示す。この試料の透過スペクトルを図6に示す。5~9μmの波長域において、TM偏光（格子に対して垂直方向の偏光）透過率は60%、消光比は20 dB (TE:TM=1:100) 以上であり、製品レベルに達する性能を得ることができた。波長4μm以下の短波長域における透過率の低下は、Al格子による回折損失によるものであり、より狭周期の格子構造を形成すれば改善されると推測される。

5. おわりに

カルコゲナイドガラスへのインプリント加工、およびワイヤグリッド偏光子への応用に関する最近の研究成果について述べた。二光束干渉露光法とドライエッチングを用いて、赤外光の波長よりも小さな周期の格子構造を有するSiCモールドを作製し、カルコゲナイドガラスへのインプリント加工に取り組んだ。さらに、Al蒸着を行うことにより、製品レベルの消光比を持つ赤外用偏光子を得ることに成功した。今後は、より酸素ガスで容易に加工することが可能なグラッシーカーボンをもールドとして用い、カルコゲナイドガラスへのインプリント加工を試みるほか、両面インプリント加工技術の構築による反射防止構造や位相制御構造などの機能の複合化ができれば、赤外デバイスのより一層の高機能化が期待できる。

謝辞

本研究は、北海道大学電子科学研究所の西井準治教授および龍谷大学理工学部の斉藤光徳教授、五鈴精工硝子株式会社の山下直人氏との共同研究によるものである。

参考文献

- 1) 赤外線技術研究会；赤外線工学－基礎と応用－，オーム社，99-101，(1991)．
- 2) 久野治義；赤外線工学，電子情報通信学会，87-92，(1994)．
- 3) I. Yamada, J. Nishii, and M. Saito ; Proc. SPIE, 6414, 64141 V (2007)．
- 4) I. Yamada, K. Kintaka, J. Nishii, S. Akioka, Y. Yamagishi, and M. Saito, Opt. Lett. , 33, 258 (2008)．
- 5) M. Saito, T. Yamamoto, I. Yamada, J. Nishii, S. Mihara, and M. Urano ; Jpn. J. Appl. Phys. , 49, 052503 (2010)．
- 6) <http://www.specac.com/products/infrared-polarizer>
- 7) <http://www.isuzuglass.com/development/iir.html>
- 8) T. Mori, K. Hasegawa, T. Hatano, H. Kasa, K. Kintaka, and J. Nishii ; Jpn. J. Appl. Phys. 47, 4746 (2008)．
- 9) T. Mori, Y. Kimoto, H. Kasa, K. Kintaka, N. Hotou, J. Nishii, and Y. Hirai ; Jpn. J. Appl. Phys. 48, 06 FH 20 (2009)．
- 10) K. Yamada, M. Umetani, T. Tamura, Y. Tanaka, H. Kasa, and J. Nishii ; Appl. Surf. Sci. , 255, 4267 (2009)．
- 11) 西井準治；ニューガラス，25, 32 (2010)．
- 12) 戸田伸一郎；光技術コンタクト，47, 238 (2009)．
- 13) 大井みさほ，光学素子の基礎と活用法，学会出版センター，112-119，(1996)．
- 14) I. Yamada, N. Yamashita, K. Tani, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii ; Opt. Lett. , 36, 3882 (2011)．
- 15) I. Yamada, N. Yamashita, K. Tani, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii ; Jpn. J. Appl. Phys. , 51, 012201 (2012)．