

## 真空紫外 CVD を用いた光学素子基板の平坦化処理技術に関する研究

著者	川添 圭祐, 柳井 秀仁, 桑水流 康記, 小野 聡一郎, 長川 裕耶, 亀山 晃弘, 横谷 篤至
雑誌名	宮崎大學工学部紀要
巻	44
ページ	83-86
発行年	2015-07-31
URL	<a href="http://hdl.handle.net/10458/5568">http://hdl.handle.net/10458/5568</a>

# 真空紫外 CVD を用いた光学素子基板の平坦化処理技術に関する研究

川添 圭祐<sup>a)</sup>・柳井 秀仁<sup>a)</sup>・桑水流 康記<sup>a)</sup>・小野 総一郎<sup>b)</sup>  
長川 裕耶<sup>b)</sup>・亀山 晃弘<sup>c)</sup>・横谷 篤至<sup>d)</sup>

## Flattening Treatment of Substrate for Optical Components Using the Vacuum Ultraviolet CVD

Keisuke KAWAZOE, Hidenori YANAI, Yasunori KUWAZURU, Souichirou ONO,  
Yuya NAGAKAWA, Akihiro KAMEYAMA, Atushi YOKOTANI

### Abstract

In order to shorten the processing period for polishing of substrates for optical components, we have developed a technique of flattening treatment of the substrate utilizing the vacuum ultraviolet method. The flattening property and the laser damage resistance of the treated substrate have been evaluated. Substrate with scratches in one direction was used for the flattening treatment. As a result, scratches with widths less than 0.5  $\mu\text{m}$  were found to be covered smoothly after the 40 minute-deposition. Experiments to evaluate the laser damage resistance of the treated substrates were performed by the fourth harmonic and the second harmonic of Nd:YAG laser. The results indicated that the some of obtained values were high enough compared to the damage threshold of the dielectric multilayer films assuming to use for the high-reflectance mirrors. In the evaluation of laser damage resistance, it was found that a tendency of peeling of the film was due to differences in the absorption coefficient of the two laser wavelengths.

**Keywords:** Vacuum ultraviolet CVD, Deposition, Nd:YAG laser, Laser damage resistance

### 1. はじめに

レンズ、プリズム、反射鏡などの光学部品は、表面を平坦にするために研磨し、用途に合わせた高反射や部分反射、反射防止などのコーティング処理をすることで製造される。特に、極めて高い平坦性が必要となるレーザー用光学部品では、研磨の工程は極めて長いものとなる。

光学基板を作るためには、必要な材料を素材から切り出し、研磨を行う。研磨を行うには、粗い加工から精密な加工へ段階を追って、研磨対象の表面状態などの条件に適した研磨の方法で工程を進めていく必要がある。まず、切り出された光学基板の元となる材料は、おおよその寸法形状まで荒摺りされラッピングと呼ばれる工程を経て荒研ぎされ、さらに平坦な面を得るためには、ポリシングと呼ばれる精密な研磨工程で長時間かけて研磨される。この段階で肉眼で見えていわゆる鏡面になっており、用途によってはこれで十分な場合もある。しかし、レーザー用の基板などは、この段階の表面粗さでもまだ適していない。ここから先の段階になると、化学反応を用いたケミカルメカニカルポリシング(CMP)と呼ばれる研磨法を用いる。<sup>1)2)3)</sup>

上述の研磨工程はいずれも凹凸のある材料表面部分を除去することで行われる。これを踏まえて、ガラス基板の

研磨からミラーなどのコーティングを行うまでの様子を模式的に図 1 に示した。図 1(a)は、表面が荒れているガラス基板の表面の荒れを研磨することで削り取り平坦にしている様子を示している。(b)は基板表面に凸部のみがある場合、(c)は基板表面に微小な谷状の傷がある場合である。(b)の様な凸部のある場合、研磨で山の部分だけを削り取ればいいが、(c)の様に谷になっている部分は、その深さまで基板の無傷の部分の削り取っていかなくてはならない。実は現実問題として、特別谷が多くなっても、(a)の様に荒摺りや砂かけ、ポリシングなどの研磨工程が進んでいくと表面に引っかき痕が残り、必ず(c)の状態になる。このとき、他の部分はずでに多大な労力をかけて平面に近くなっているが、それをさらに少しずつ削ることが必要になる。そのため、たとえ少ない窪みでも削り取る面積、体積は大きく極めて長い時間を要しこの分野での重要な問題となっている。また、現在の光学基板製造技術では、欠損した基板の一部を元通りにすることはできないため、欠損箇所が一カ所でも残った場合や作業ミスなどにより途中で一カ所でも引っかき傷ができてしまった場合、研磨の工程ははじめからやり直しとなる。しかし、(d)のように欠損した箇所を基板と同材質のもので埋め込むような技術があれば、これらの問題は一気に解消する。そこで、本研究室で長年にわたって研究されてきた真空紫外 CVD 法<sup>4)</sup>をこれに利用できると考えた。

a)電気電子工学専攻大学院生

b)電気電子工学科学部生

c)電子物理工学科助教

d)電子物理工学科教授

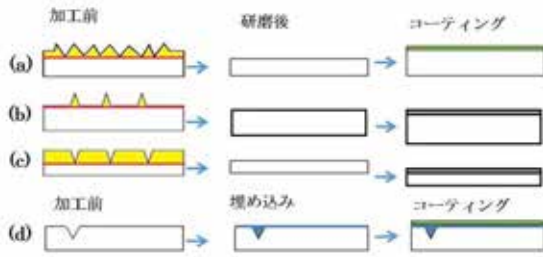


図1. 研磨過程.

本研究室で開発された真空紫外 CVD 法では、真空紫外光を原料が吸収することによっておこる光化学反応を利用し、原料がテトラメチルシクロテトラシロキサン(TMCTS) の場合には  $\text{SiO}_2$  薄膜ができる。<sup>4)</sup> これを用いて傷の付いたガラス基板上に  $\text{SiO}_2$  薄膜を生成すれば埋め込みを観察できると考えた。

本研究では、実際に一方向につけた基板上的傷を埋め込みその特性を調査すること、処理後の耐レーザー損傷性を評価しレーザー用光学基板としての使用の可能性の検討することを目的として実験を行った。

## 2 埋め込み実験

### 2.1 埋め込み実験装置及び実験方法

図2に成膜装置図を示す。光源には、 $\text{Xe}_2^*$  エキシマランプ( $\lambda = 172 \text{ nm}$ ,  $E = 7.2 \text{ eV}$ )、ランプ照射用の窓には  $\text{MgF}_2$  窓を使用した。図中バルブ1側から真空引きを行い、試料容器とチャンバーとの間に設けたバルブ2の開け閉めで導入する材料の流量を調整した。原料は TMCTS を用いた。サンプル基板として、ガラス基板に粒度#1000、#1500のサンドペーパーを用いて一方向に傷をつけたものを使用した。傷を付けたガラス基板は、蒸留水に界面活性剤を混ぜたものに浸け、超音波洗浄機で洗浄し、傷作成時の汚染物質を極力除去した。基板は成膜時間による傷幅の変化を観察するため、紙のマスクを用いた。基板をサンプル台に乗せて、チャンバー内の真空度を  $1 \text{ Pa}$  まで排気し、ポンプで真空引きを行いつつ原料を流して真空度を  $100 \text{ Pa}$  に保ち、0~40 min 真空紫外光を照射した。その後 SEM、AFM を使用し観察した。

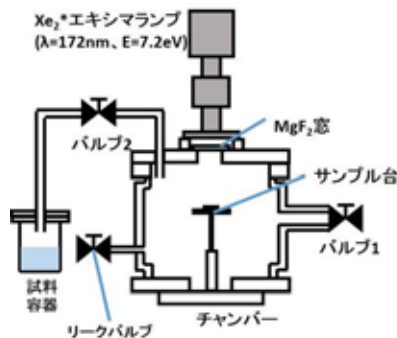


図2. 成膜装置.

### 2.2 埋め込み実験結果

図3に同じ傷の成膜前、成膜後の AFM 画像を示す。ガラス基板に成膜すると、どの傷も幅が狭くなり埋まっていたが深さはあまり変わらないことがわかる。このことから、傷幅が狭くなることで傷が消えてゆくことが分かった。図4に成膜による埋め込みの様子を観察した画像を示す。左から未成膜、成膜時間20分、成膜時間40分である。40分では傷が完全に埋まっている様子が観察できた。図5に成膜時間と傷幅の関係をグラフにまとめた。グラフから、どの傷も似たような速度( $125 \text{ nm/min}$ )で埋まっていることが分かった。  $0.5 \mu\text{m}$  以下の幅の傷であれば40分で完全に埋めてしまえることが分かった。

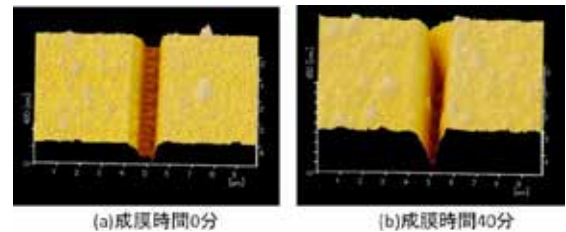


図3. 成膜前後の AFM 画像.

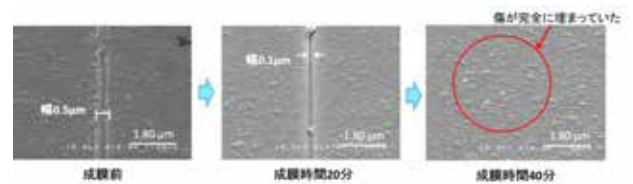


図4. 成膜による埋め込みの様子.

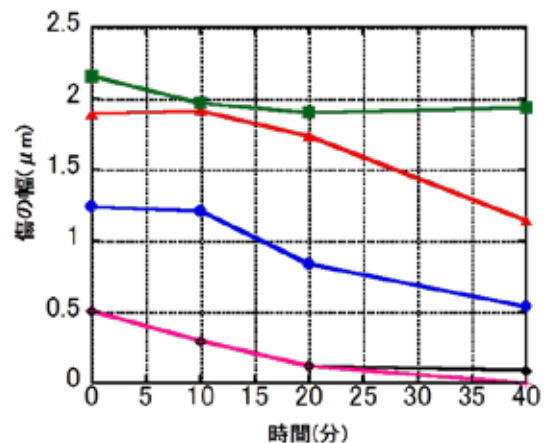


図5. 成膜時間と傷幅のグラフ.

### 3 耐レーザー損傷性の評価

#### 3.1 レーザー照射実験装置及び実験方法

レーザー照射のためのサンプルは、成膜部と未成膜部を観察しやすくするために、図 6 ようにグリッド状のマスクを使って成膜した。図 6 のグリッドは予備実験で使用したもので、実際に実験に使用したグリッドは、開口部  $43\ \mu\text{m} \times 43\ \mu\text{m}$  のものである。図 7 にレーザー照射実験の装置を示す。Nd:YAG レーザーの第 4 高調波(パルス幅 8 ns, 波長 266 nm, ビーム径 4 mm, エネルギー 5 mJ) と第 2 高調波(パルス幅 8 ns, 波長 532 nm, ビーム径 6 mm, エネルギー 19 mJ)を用いた。エネルギー密度を調整するために、サンプルとレンズ間の距離を調整し、集光してサンプルに 1 shot 照射した。その後 SEM で観察した。

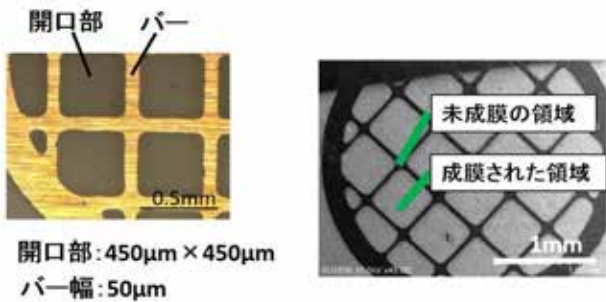


図 6. グリッドへの成膜.

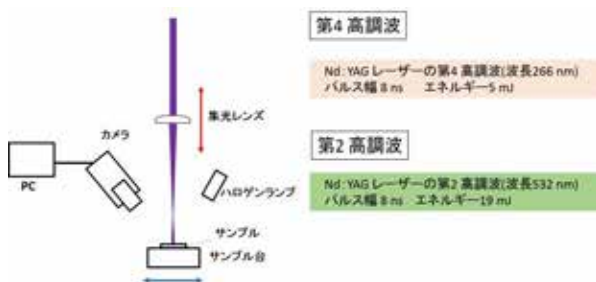


図 7. レーザー照射実験の装置.

#### 3.2 レーザー照射実験結果

図 8 に典型的な照射後の SEM 画像を示す。画像は左から未成膜部の傷、成膜部の傷、レーザー照射した成膜部の傷である。未成膜部と成膜部を比較すると、傷が埋まっている様子が観察できる。太い傷の内部には、ささくれ状の構造が見られ、これがあると、それらの傷上部の膜が極めて簡単に剥がれる観察結果も得られた。図 8 にみられるように、黄枠で囲った部分はゴミの影響ではがれたもので、今回の評価では無視した。赤枠で囲ったような無変化(●)、青枠で囲ったようなはがれたもの(×)を判別した。傷のせいではがれたのか、傷部にさらにゴミが付着したため剥がれたのか曖昧なものは▲とし、この結果をグラフにしたものを図 9 に示す。傷幅の増加に伴って損傷閾値は減少し、太い傷は細い傷よりはがれやすいことが分かった。

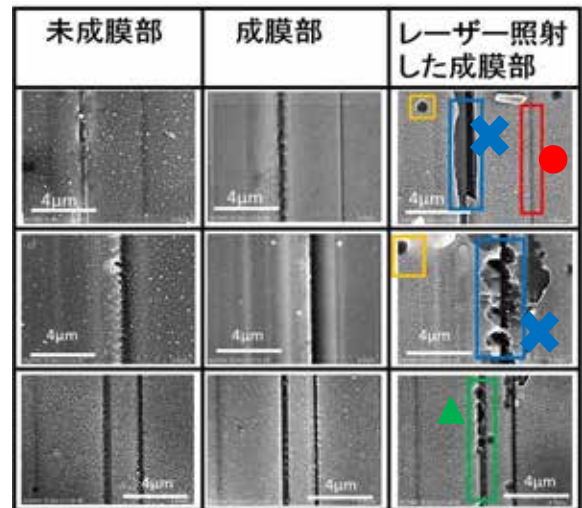


図 8. 傷の分類方法.

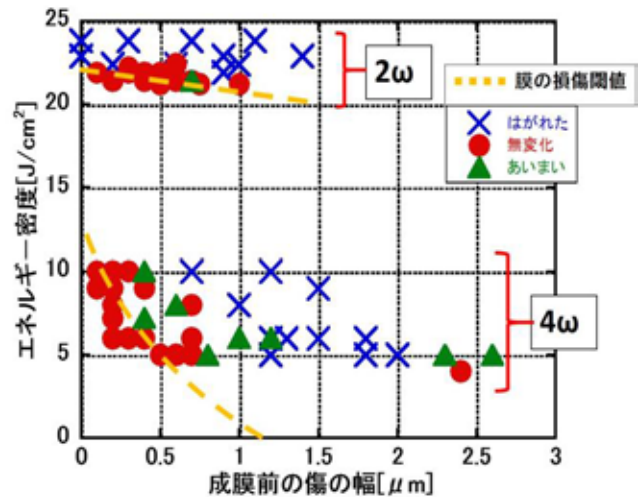


図 9. 損傷度合の分布グラフ.

### 4. 考察

図 9 のグラフの結果から波長による膜の剥がれる機構について考察したものを図 10 に示す。赤の記号は、膜が剥がれる場合、黄色の記号は剥がれる場合があること、それぞれ図 9 グラフの×と▲を表している。表の小中大は、レーザーの照射フルエンスを表す。太い傷や細い傷が埋まっており、そこにレーザーを照射している様子である。

まず、第 2 高調波は基板をよく透過するので、ほとんどエネルギーを与えないが、第 4 高調波は基板に強く吸収される。フルエンスが小的时候をみると、第 2 高調波では、吸収が小さいため膜の剥離に影響しない。しかし、第 4 高調波では、吸収が大きいため表面付近にエネルギーがたまり、これが膜をはがす駆動力となると考えられる。このとき第 4 高調波の波長に対して大きい構造物である大きい傷は膜が剥がれる場合があり、同程度または小さい構造物の傷には影響しないと考えられる。

フルエンス中のように大きくなっていくと、大きい傷だけでなく小さい傷も膜が剥がれるようになる。

フルエンスがさらに大きくなると、大きい傷も小さい傷も膜が剥がれる。第2高調波は吸収だけでなく波長そのものが長いので、第4高調波にとって大きい傷も、第2高調波にとっては十分小さい傷として扱われ、影響しない。フルエンスが大きくなると、大きい傷は膜が剥がれる場合が出てくる。

このように膜の剥がれ方の違いには、波長による吸収の違いと、波長の長さに対しての構造物の大きさが関係していると考えられる。

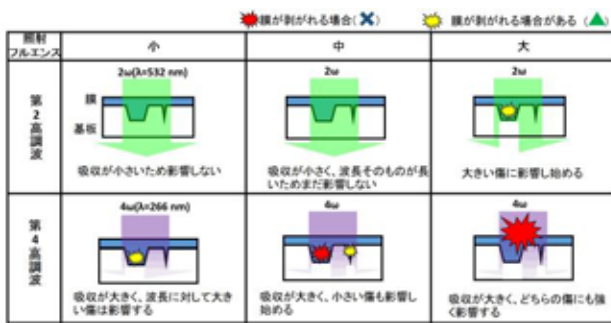


図 10. 波長と構造物の相互作用.

また、以上のような傾向および図9 に示した閾値から、使用したいレーザーのエネルギーに対して、どの程度の傷のついた基板なら、実用に供することができるかわかる。例えば、第4高調波の場合、 $0.5\ \mu\text{m}$ の傷がある基板ならば $5\ \text{J}/\text{cm}^2$ まで使用できることがわかった。

## 5. 結論

本研究では、光学部品に利用される、ある程度研磨された基板を真空紫外 CVD を用いて、その表面を埋め込むことで平坦化処理を行うことを目的として実験を行った。実験は、実際に一樣につけた基板上の傷を埋め込みと、その処理後の耐レーザー損傷性を測定した。

本研究で得られた結論を以下に総括する。

- $0.5\sim 2.2\ \mu\text{m}$  の傷は、本実験で幅が狭くなり傷が埋まっていることがわかった。AFM 測定の画像から、成膜された傷は、深さをあまり変えず幅が狭くなり埋まることわかった。
- 本実験で、成膜時間 40 分で傷が  $0.5\ \mu\text{m}$  の傷幅のものであれば、ほぼ完全に埋めてしまえることがわかった。
- $2\ \mu\text{m}$  以下の傷幅であれば、どのような幅の傷でも埋まる速度が一定であることがわかった。
- 膜の剥がれには、波長による膜の吸収の違いと波長の長さの両方が影響しており、吸収の違いは損傷閾値の高さ、波長の長さは波長ごとの傷幅依存性に影響する。これにより第4高調波に比べ第2高調波の方が損傷閾値は高く、第4高調波に比べ第2高調波の方が傷幅依存性は低いこ

とがわかった。

以上のことから、膜の埋め込み特性を知り、平坦化した基板の耐レーザー損傷性を調べることができた。

## 参考文献

- 1) 安永 暢男, 帯川 利之, 厨川 常本, 渡辺 純二, 渡辺 武弘, 森田 昇: 精密加工の基礎と実際, 日刊工業新聞社, 2012
- 2) 桑島 幹: 図解入門よくわかる最新レンズの基本と仕組み, 株式会社 秀和システム, 2005.
- 3) 吉田 正太郎: レンズとプリズム—その研磨の実際—, 地人書館, 1992.
- 4) 真下 正夫, 畑 朋延, 小島 勇夫: 図解・薄膜技術, 株式会社培風館, 1999.