

# 赤外線領域用 Ce 化合物光学薄膜の成膜手法の検討

## Research of the deposition method by Ce-containing compound Optical thin film for infrared region

東海大院工<sup>1</sup>, ○馬場 拓朗<sup>1</sup>, 成田 彩希<sup>1</sup>, 室谷 裕志<sup>1</sup>

Grad. Sch. Of Eng., Tokai Univ.<sup>1</sup>, °Takuro Baba<sup>1</sup>, Saki Narita<sup>1</sup>, Hiroshi Murotani<sup>1</sup>

E-mail: murotani@keyaki.cc.u-tokai.ac.jp

### 1. 背景・目的

近年, 赤外線を用いた車載センサーの需要が増加している。これらの車載センサーでは, 人からの赤外線放射が大きい10 $\mu$ m帯域の赤外線を用いるものもある。また, この赤外線領域での光学薄膜の低屈折率材料<sup>1)</sup>として ZnSe や ZnS が使用されているが, 製造過程において有毒ガスが発生してしまう問題点が残る。そこで, Ce 化合物材料に注目した。CeO<sub>2</sub>は赤外線領域の低屈折率材料で透明であり有害物質を発生させないが, 成膜レートを安定させるのが困難である<sup>2)</sup>。また, CeF<sub>3</sub>は同じく赤外線領域で低屈折率かつ吸収が少ない材料で高密着かつ成膜レートが安定している。しかし, CeF<sub>3</sub>材料のスパッタリングでは密着性は良いが, 物質が分解し光学吸収が発生する。従って, Ce 化合物における成膜手法の検討を目的とした。

### 2. 実験方法

高周波スパッタリング法及び EB(Electron Beam)法を用いて, N-BK7 光学ガラス基板(SCHOTT 社製)及び Si 基板上に CeF<sub>3</sub> 膜, CeO<sub>2</sub> 膜の成膜を行った。スパッタリング法での成膜条件を Table 1, EB 法での成膜条件を Table 2 に示す。分光光度計(日本分光社製:V-670), フーリエ変換分光光度計(日本分光社製:FT/IR-4200)を用いて光学的特性の評価を行った。X 線回折装置(フィリップス社製:X'Pert MRD)を用いて膜の結晶構造の評価を行った。膜の構造は, 走査型電子顕微鏡(SEM:Scanning Electron Microscope, 日立ハイテック社製:S-4800)を用いて観察を行った。また, 鉛筆硬度試験, クロスハッチ試験(ISO9211-4)を用いて機械的特性の評価を行った。

Table 1 Film deposition conditions by sputtering

material	CeF <sub>3</sub>		CeO <sub>2</sub>
Sputtering power (W)	50	100	200
O <sub>2</sub> gas flow rate (sccm)	10		40
Substrate temperature (°C)	100		200

Table 2 Film deposition conditions by EB

material	CeF <sub>3</sub>	CeO <sub>2</sub>	
EB power (mA)	90	120	
O <sub>2</sub> gas flow rate (sccm)	10	16	25
Substrate temperature (°C)	100		200

### 3. 実験結果・考察

XRD 測定結果を Fig.1 に示した。Fig.1 より, 全てのサンプルが CeO<sub>2</sub> 膜であることが確認できる。この結

果は, スパッタリング法, EB 法を用いた CeF<sub>3</sub> 材料の成膜では, 成膜過程に CeF<sub>3</sub> 膜物質の分解が起きたと考えられる。また, クロスハッチ試験, 鉛筆硬度試験の結果を Table 3 に示した。スパッタリング法を用いて成膜したサンプルは全てにおいて機械的特性に優れた膜を作製できた。EB 法を用いて成膜を行ったサンプルは CeO<sub>2</sub> 材料で成膜した膜に比べて, CeF<sub>3</sub> 材料で成膜を行った膜の方が硬度は高くなった。

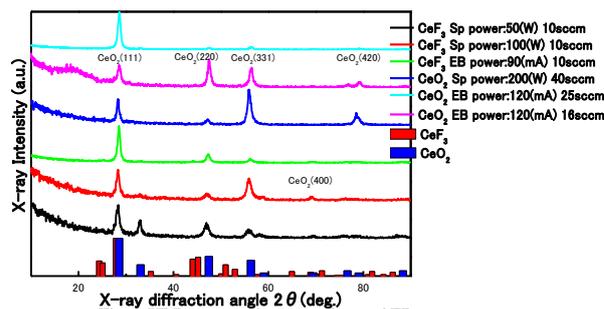


Fig. 1 XRD patterns by sputtering and EB.

Table 3 Mechanical characteristics by sputtering and EB

Film formation method	Sputtering			EB		
	CeF <sub>3</sub>		CeO <sub>2</sub>	CeF <sub>3</sub>	CeO <sub>2</sub>	
Material	CeF <sub>3</sub>	CeO <sub>2</sub>	CeO <sub>2</sub>	CeF <sub>3</sub>	CeO <sub>2</sub>	
Power capacity	50W	100W	200W	90mA	120mA	
Ar gas flow rate (sccm)	10		40	10	16	25
Crosshatch test [Peeled area/Test area]	0/25	0/25	0/25	0/25	0/25	0/25
Pencil method	9H	9H	9H	2H	6B	H

### 4. 結論

スパッタリング成膜において, 成膜材料に関わらず機械的特性の良い膜を作製することが出来る。EB 成膜では CeF<sub>3</sub> 材料を用いた方が, 硬度の高い膜を作製することが出来る。

### 謝辞

成膜に協力していただいたファイナクリスタル株式会社の買手氏に感謝致します。測定に協力して頂いた東海大学研究推進部技術共同管理室の宮本氏, 森川氏に感謝致します。

### 参考文献

- 1) H. Angus Macleod, “光学薄膜原論 Thin-Film Optical Filters ; 4th Edition”, PP.544-545, 2013.
- 2) 成田 彩希, 室谷 裕志, 天野 辰次, 岡 茂樹, “CeO<sub>2</sub> 光学薄膜の成膜手法の検討(III)”, 第 64 回応用物理学会春季学術講演会, 2017.