

複合成膜による低屈折率光学薄膜の作製の検討

Low-Refractive-Index Thin Films Fabricated by Electron Beam and Sputtering Evaporation

東海大院工<sup>1</sup>, ㈱シンクロン<sup>2</sup> <sup>○</sup>速水 舞<sup>1</sup>, 都野 義樹<sup>1</sup>, 室谷 裕志<sup>1</sup>, 松本 繁治<sup>2</sup>  
Grad. Sch. of Eng., Tokai Univ.<sup>1</sup>, SHINCROn CO., LTD.<sup>2</sup> <sup>○</sup>Mai Hayamizu<sup>1</sup>, Yoshiki Tsuno<sup>1</sup>, Hiroshi Murotani<sup>1</sup>, Shigeharu Matsumoto<sup>2</sup>  
E-mail: murotani@keyaki.cc.u-tokai.ac.jp

1.背景・目的

光学部品に利用されている反射防止膜は、超低屈折率の光学薄膜を最表層に用いることで入射角依存性を改善している。一般に、屈折率の低減には膜の密度を下げる方法がとられているが、従来の手法では十分な機械的強度が得られないため剥離や接触による潰れなどが発生する。先行研究<sup>1,2)</sup>では複合成膜手法を用いることで機械的強度が高く屈折率 1.35 の SiO<sub>2</sub> 光学薄膜の作製に成功したが、なぜ屈折率が下がり、機械的強度を得ることができるかについては解明中である。本研究では、SiO<sub>2</sub> 以外の材料を使用することで複合成膜手法のメカニズムを解明することを目的とした。

2.実験方法

複合成膜(EB(Electron Beam)法+スパッタリング法)を用いて N-BK7(SCHOTT 社製)光学ガラス基板上に低屈折率光学薄膜を成膜した。複合成膜装置の概念図を Fig. 1 に示す<sup>3)</sup>。さらに、低屈折率光学薄膜作製時の成膜条件を Table1 に示す。また、分光光度計(日本分光社製: V670)を用いて膜の分光透過スペクトルの測定を行うことで、屈折率を算出した。そして、膜の構造を SEM(Scanning Electron Microscope, 日立ハイテック社製: S-4800)を用いて観察した。さらに、機械的特性については密着性をクロスハッチ試験(ISO 9211-4)、硬度を鉛筆硬度試験(JIS K 5600-5-4)により評価した。

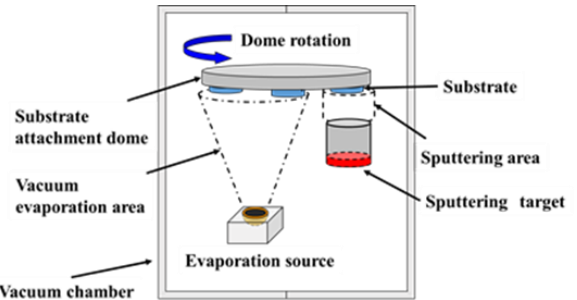


Fig. 1 Schematic diagram of the combination coating equipment

Table 1 Deposition parameters of simultaneous deposition

| MgF <sub>2</sub> composite film |                           | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> composite film |                                        |
|---------------------------------|---------------------------|-----------------------------------------------|----------------------------------------|
| EB                              | Sputtering                | EB                                            | Sputtering                             |
| Material: MgF <sub>2</sub>      | Target: Si                | Material: Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>      | Target: Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |
| EB current: 25mA                | RF power: 50, 200W        | EB current: 450mA                             | RF power: 50, 200W                     |
| O <sub>2</sub> gas: 0sccm       | O <sub>2</sub> gas: 1sccm | O <sub>2</sub> gas: 12sccm                    | O <sub>2</sub> gas: 30sccm             |
|                                 | Ar gas: 160sccm           |                                               | Ar gas: 120sccm                        |

3.結果および考察

今回の実験により作製された光学薄膜の屈折率は、MgF<sub>2</sub> 光学薄膜において 1.34、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 光学薄膜において

1.50 となり、一般的な成膜手法よりも低屈折の膜を作製することに成功した。また、複合成膜で成膜された低屈折率光学薄膜はポーラスな構造を示したことから、この構造により低屈折化が生じていると考えられる。屈折率から算出した膜の充填密度と機械的特性を評価した結果を Table2 に示す。Table2 より、SiO<sub>2</sub> 光学薄膜と Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 光学薄膜は、充填密度は同等であるが、MgF<sub>2</sub> 光学薄膜は充填密度が高いことがわかる。この要因として、MgF<sub>2</sub> は結晶性を持つことから膜の構造上の自由度が小さく、密度低下が起こりにくいことに起因していると考えられた。これより、結晶性を持つ材料では膜の低屈折化が阻害されることが考えられる。また、膜剥がれは生じなかったことから、密着性については従来報告されていた低屈折率光学薄膜よりも向上しており、実用上問題はないと言える。さらに、複合成膜手法による低屈折率光学薄膜は、超音波洗浄を行っても膜剥がれないことも確認された。

Table 2 Mechanical properties of thin film

| Material                       | RF power(W) | Refractive Index | Packing density (%) | Crosshatch test |
|--------------------------------|-------------|------------------|---------------------|-----------------|
| MgF <sub>2</sub>               | 50          | 1.34             | 89                  | 25/25           |
|                                | 200         | 1.36             | 95                  | 25/25           |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 50          | 1.50             | 79                  | 25/25           |
|                                | 200         | 1.55             | 87                  | 25/25           |

4.結論

複合成膜手法を用いることで、SiO<sub>2</sub> 光学薄膜の他に低屈折 MgF<sub>2</sub> 光学薄膜、低屈折率 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 光学薄膜の作製に成功した。また、非結晶性をもつ材料と比べ、結晶性をもつ材料は低屈折率化しにくいと考えられる。

5.謝辞

成膜に協力して頂いたファインクリスタル株式会社の清野氏、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森川氏に感謝致します。

6.参考文献

[1]田島直弥, 複合成膜により成膜された光学薄膜の光学特性及び機械的特性, 2017  
[2]N. Tajima, H. Murotani, S. Matsumoto, H. Honda, “Stress control in optical thin films by sputtering and electron beam evaporation”, Appl. Opt., Vol. 56, Issue 4, pp. C131-C135 (2017).  
[3]学校法人東海大学, ファインクリスタル株式会社, 株式会社シンクロン. 成膜方法. 特許第 5901571 号. 2016-03-18