複合成膜手法による低屈折率 TiO_2 光学薄膜の作製

Fabrication of TiO_2 Optical Thin Film with Low Refractive Index by Combination Deposition

東海大院総合理工 [1], 東海大工 [2] ㈱シンクロン [3] °速水 舞 [1], 室谷 裕志 [2] 松本 繁治 [3]
Grad. Sch. of Sci. and Tech., Tokai Univ.[1], Grad. Sch. of Eng., Tokai Univ.[2], SHINCRON CO., LTD.[3],
°Mai Hayamizu[1], Hiroshi Murotani[2], Shigeharu Matsumoto[3]
E-mail: murotani@keyaki.cc.u-tokai.ac.jp

1. 背景・目的

TiO_2 は光触媒作用があり，親水膜としても利用されている．しかし，屈折率が 2.1～2.4 と高いために光学的な利用においては反射率が高くなる点が問題である．そのため，低屈折率化が望まれている．従来手法によって作製された低屈折率膜は機械的強度が不十分であり，超音波洗浄による剥離や接触による潰れなどが発生し実用化には限界があった．本研究室で開発した複合成膜手法を用いることで，機械的強度が高く屈折率を 1.46 から 1.35 以下に低屈折率化した SiO_2 膜の作製に成功している[1,2]．複合成膜手法では，スパッタリングと電子ビーム蒸着を同一真空容器内で行う事で両手法の利点を併せ持った薄膜を作製することが可能である．本研究では，複合成膜手法による TiO_2 光学薄膜の低屈折率化について検討する．また，成膜条件を検討して，TiO_2 薄膜の結晶性の制御についても検討する．

2. 実験方法

EB (Electron Beam vacuum deposition)法および複合成膜 (EB 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 TiO_2 光学薄膜を作製した．各試料の成膜条件を Table1 に示す．蒸着材料には TiO_{1-7} (Merck 社製)を用い，スパッタリングターゲットには TiO_2 (USTRON 社製)を使用した．なお，成膜レートは 0.8Å，基板温度は 300℃，総物理膜厚は 500nm である．また，膜の分光透過スペクトルから屈折率を算出した．そして，X 線回折装置(XRD, X' Pert PRO MRD, Philips)によって薄膜の結晶構造解析を行った．さらにクロスハッチ試験(ISO 9211-4)で膜の密着性を評価した．

Table 1 Deposition parameters of combination deposition

Deposition method	EB deposition: EB		Sputtering: Sp		
	Beam current (mA)	O_2 (sccm)	Sputtering power (W)	O_2 (sccm)	Ar (sccm)
EB	480	30			
EB+Sp.	480	20	0	20	200
EB+Sp.	480	35	1000	35	200

3. 結果および考察

今回の実験で作製した TiO_2 薄膜の屈折率を Table 2 に示す.複合成膜手法において従来手法で作製された薄膜よりも低屈折率の薄膜の作製に成功した．また，基板温度を統一してスパッタリング出力のみを変化させたところ, EB で作製した薄膜よりも結晶性が低下したことが確認された．これは，スパッタリング領域から蒸着領域に漏洩したガスが成膜粒子に影響を及ぼした可能性が考えられる．スパッタリング出力 0W では，従来の低屈折率化技術と同様に密着性はほとんど得られなかった．このことからスパッタリングが密着性に寄与していることが分かった．これは，先行研究の SiO_2 膜の低屈折率化における結果と同様である[1].

Table 2 Optical and mechanical properties of TiO_2 films

Deposition method	Sputtering Power (W)	Refractive index	Packing density (%)	Cross hatch test (residual number)
EB		2.11	88	25/25
EB+Sp.	0	1.77	74	2/25
EB+Sp.	1000	1.80	75	25/25

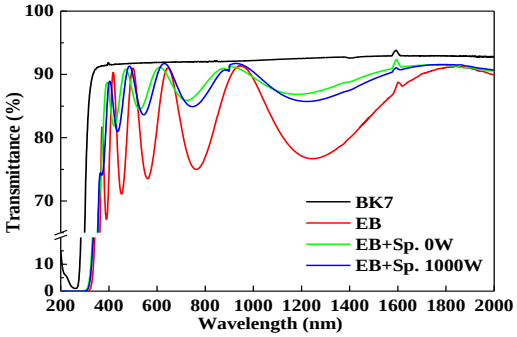

Fig. 1 Transmittance spectra of each film

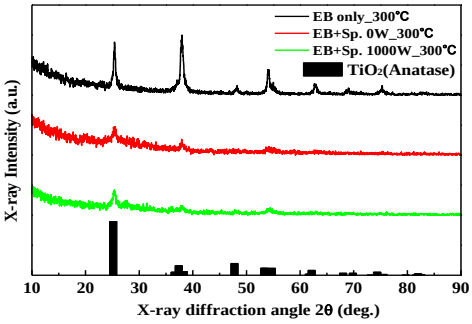

Fig. 2 X-ray diffraction spectra of each film

4. 結論

複合成膜手法を用いて TiO_2 光学薄膜の低屈折率化に成功した．また，複合成膜手法によって作製された TiO_2 膜は, EB で作製した薄膜よりも結晶性が低下した．

5. 謝辞

測定にご協力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]速水舞，都野義樹，室谷裕志，松本繁治，複合成膜による低屈折率光学薄膜の作製の検討，第66回応用物理学会春季学術講演会公演予稿集, 2019.
[2] 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.