

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 28 日現在

機関番号：24201

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23760052

研究課題名(和文)カルコゲナイドガラスへのインプリント加工による高性能赤外デバイス製作に関する研究

研究課題名(英文)Fabrication of high-performance devices using imprinting onto chalcogenide glasses

研究代表者

山田 逸成 (Itsunari, Yamada)

滋賀県立大学・工学部・准教授

研究者番号：40586210

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円、(間接経費) 1,110,000円

研究成果の概要(和文)：低毒性カルコゲナイドガラスへのインプリント加工、およびAlの蒸着により、赤外用偏光子の作製を行った。インプリント加工に用いるモールドは、容易に離型できるように周期500nmの先鋭状の格子を形成した。インプリント後、斜め蒸着法によりAl格子(130nm厚)を形成した。作製した偏光子は、5～9μmの波長域でTM偏光透過率60%、消光比20dB以上の性能を得ることができた。

研究成果の概要(英文)：A mid-infrared wire-grid polarizer with a 500-nm pitch was fabricated on a low toxic chalcogenide glass (Sb-Ge-Sn-S system) by the thermal imprinting of periodic grating followed by the thermal evaporation of Al metal. After imprinting, deposition of Al on the grating at oblique angle produced a wire-grid polarizer. The fabricated polarizer showed polarization with TM transmittance greater than 60% wavelengths and an extinction ratio greater than 20 dB at 5-9 μm wavelengths.

研究分野：赤外線デバイス

科研費の分科・細目：応用光学・量子光工学

キーワード：ワイヤグリッド偏光子 赤外線 カルコゲナイドガラス インプリント加工

1. 研究開始当初の背景

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 μm 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 μm 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、Ge や Si のような半導体材料や、BaF₂ 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、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。

2. 研究の目的

本研究では、工程数の低減化・赤外素子の低コスト化を目的として赤外透過性、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-SF1) への直接インプリント加工技術によるサブ波長周期構造の形成、そして赤外用ワイヤグリッド偏光子の作製を行うことを目的とする。

3. 研究の方法

- 偏光子に求められる一般的な特性として、
- 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)
- 高い透過率
- 広い波長域
- コンパクトさ
- 高い耐久性

が挙げられる。全ての項目に対して満たす赤外用偏光子は存在しないが、～の項目に対し、バランス良く特徴を持ち合わせている図1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。

高い偏光特性をもつワイヤグリッド偏光子を得るためには、使用波長よりも十分に短い周期をも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、高温でも十分な硬度をもち、加工性に優れた炭化ケイ素 (SiC) を使用した。作製プロセスを図2に示す。モールド作製にはタンゲステンシリサイド膜 (Tungsten Silicide; WSi 膜) を成膜したモールド基板の上にフォトレジストを塗布し、二光束干渉露光・現像により、

格子パターンを形成する。ドライエッチングにより、WSi 格子を形成し、その格子をマスクとして SiC の表面に格子構造を形成した。この基板をモールドとして、カルコゲナイドガラスへのインプリント加工を行った。使用した五鈴精工硝子(株)製のカルコゲナイドガラス (IIR-SF®1) はヒ素やセレンのような有毒元素を含まず (Sb-Ge-Sn-S 系) 透明波長域 0.85~11 μm、屈折率 2.7 (波長 10 μm) といった特徴を有している。253°C に加熱した状態で炭素膜を成膜したモールド基板をカルコゲナイドガラスにした。転写したカルコゲナイドガラスの表面に Al を斜め蒸着により、Al 格子を形成し、光学評価を行った。

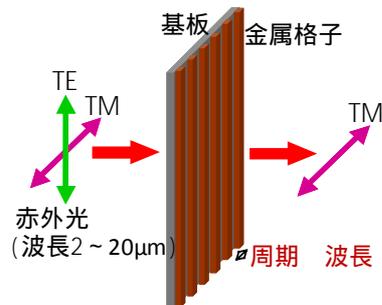


図1 ワイヤグリッド偏光子。

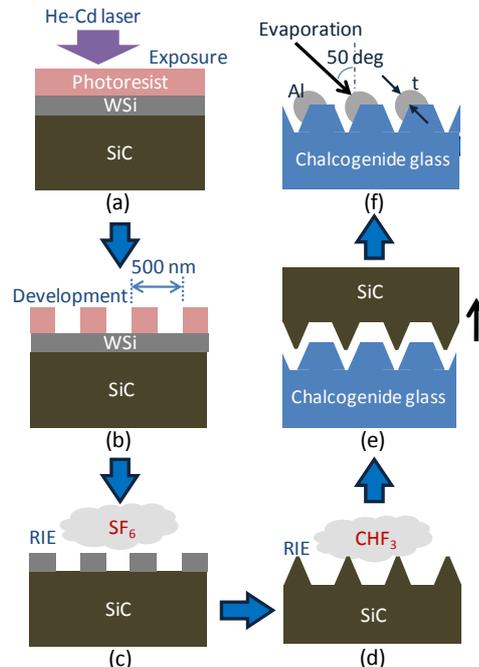


図2 作製プロセス。

4. 研究成果

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。前述したように使用した SiC は、高温下でも十分な硬度をもち、耐熱性・加工性に優れていることからモールド基板として適している。この SiC 基板の表面にスパッタ

法で WSi 膜を成膜し、その表面に塗布したフォトレジストを格子構造にパターニングを行う。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た。その試料表面の SEM 写真を図 3 に示す。周期 500nm、格子深さ 280nm 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大きな影響を与えることから、図 3 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、 $253^\circ C$ に加熱した状態で炭素膜を成膜したモールド基板をカルコゲナイドガラスに 3.8MPa、90 秒間押し当てた。図 4 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、周期 500nm、格子深さ 260nm の構造を形成することができた。

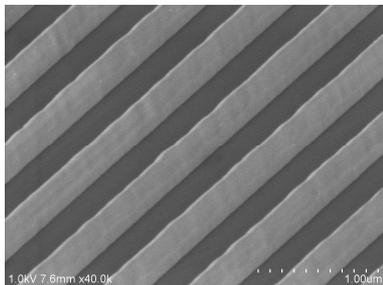


図 3 二光束干渉露光とドライエッチングで作製した SiC モールド表面写真 (周期 500nm)。

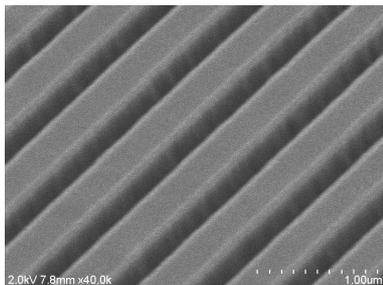


図 4 SiC モールドにより、インプリントされたカルコゲナイドガラスの表面 SEM 写真 (周期 500nm)。

図 4 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 の斜め蒸着を行い、Al 格子を形成した。その電子顕微鏡写真を図 5 に示す。この試料の偏光透過スペクトルを図 6 に示す。5~9 μm の波長域において、TM 偏光 (Al 格子に対して垂直方向の偏光) 透過率は 60%、消光比は 20dB (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 4 μm 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ことができると考えることができるが、使用したカルコゲナイドガラスの屈折率は 2.7 であり、表面反射損失が大きいため、TM 偏光透過率が最大で 60%程度しか得られなかった。その損失を抑えるため、図 7 に示すように、金属格子の裏面に反射防止となる構造を両面インプリント加工により、形成を試みた。成形に用いたモールドを図 8、9 に示す。反射防止構造の転写に使用するモールドは深溝を要するため、加工性に優れたグラッシーカーボン (GC) を使用した。図 8 に示す SiC モールドは周期 500nm、深さ 230nm であった。一方、GC モールドの構造は周期 3 μm 、深さ 1.94 μm の格子構造を形成することができた (図 9)。これらのモールドを使用して、両面一括成形し、Al を蒸着した試料の表面 SEM 写真を図 10、11 に示す。図 10 に示すように格子厚 100nm の Al を成膜した結果、均一な Al 格子を形成することができた。裏面はモールドと同様周期 3 μm 、深さは 1.55 μm の構造を形成することができた (図 11)。

この試料の偏光透過スペクトルを図 12 に示す。図 12 に示すように高い偏光特性が得られ、波長 9.5 μm において基板の透過率に対し 10%以上高めることができた。

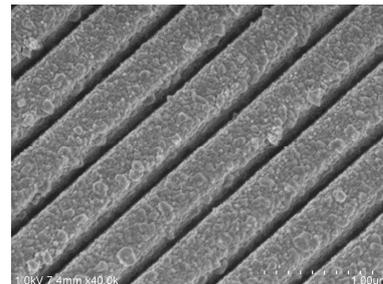


図 5 図 4 の試料表面に Al の斜め蒸着を行った試料の SEM 写真 (周期 500nm)。

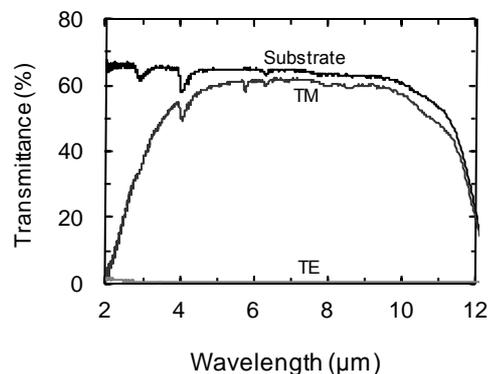


図 6 作製した試料の偏光スペクトルと基板の透過スペクトル。図中の TM と TE は金属格子に対して垂直、または平行な偏光方向の透過スペクトルを示している。

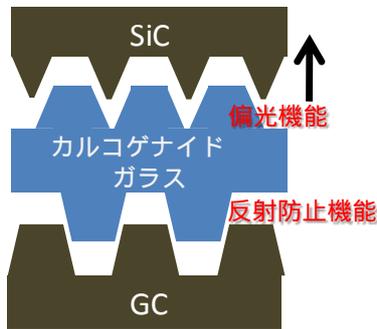


図7 両面インプリント加工 .

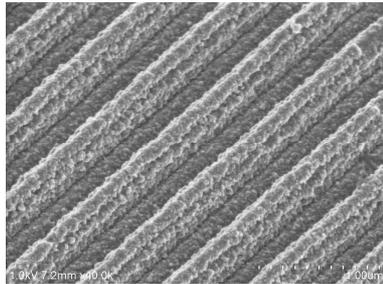


図8 SiC モールド (周期 500nm) .

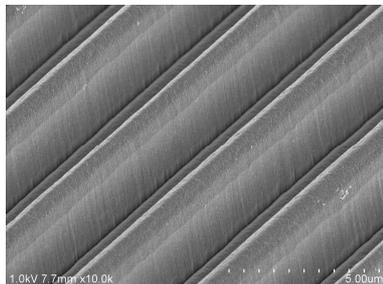


図9 GC モールド (周期 3μm) .

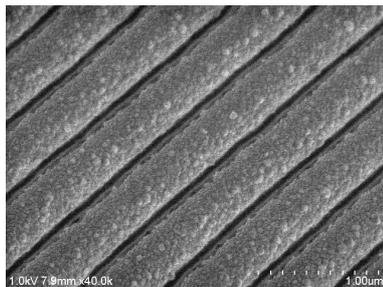


図10 成形したカルコゲガラスに Al を蒸着した表面写真 (周期 500nm) .

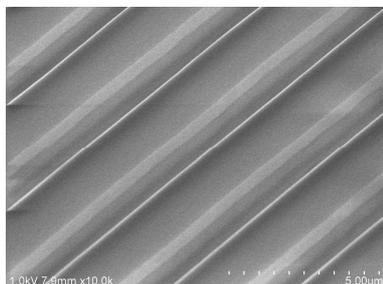


図11 Al 格子の裏面の表面写真 (周期 3μm) .

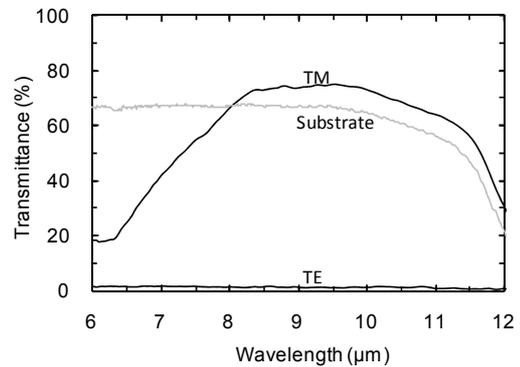


図12 基板と両面インプリント加工した試料の透過スペクトル .

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, および赤外用ワイヤグリッド偏光子の作製を行った. 紫外レーザーを使用した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を行うことができた. 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. また, 両面インプリント加工より, 反射防止構造を付加した偏光子の作製も行うことができた. 今後, 両面インプリント加工技術を活用することにより, 複合機能を持つ赤外デバイスの作製ができると考えている.

6 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計6件)

1. I. Yamada, N. Yamashita, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii, "Design and fabrication of an achromatic infrared wave plate with Sb-Ge-Sn-S system chalcogenide glass", *Appl. Opt.*, vol. 52, pp. 1377-1382 (2013).
2. I. Yamada, N. Yamashita, K. Tani, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii, "Infrared wire-grid polarizer with antireflection structure by imprinting on both sides", *Appl. Phys. Express*, vol. 5, 082502 (2012).
3. I. Yamada, N. Yamashita, K. Tani, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii, "Fabrication of achromatic infrared wave plate by direct imprinting process on chalcogenide glass", *Appl. Phys. Express*, vol. 5, 072601 (2012).
4. I. Yamada, N. Yamashita, K. Tani, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii, "Infrared polarizer fabrication by imprinting on Sb-Ge-Sn-S chalcogenide Glass", *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 51, 012201 (2012).
5. I. Yamada, N. Yamashita, K. Tani, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii, "Fabrication of a mid-IR wire-grid polarizer

by direct imprinting on chalcogenide glass", *Opt. Lett.*, vol. 36, pp. 3882–3884 (2011).

6. I. Yamada, K. Fukumi, J. Nishii, and M. Saito, "Near-infrared polarizer with tungsten silicide wire grids", *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 50, 012502 (2011).

〔学会発表〕(計 12 件)

1. 横山遼, 山田逸成, 柳沢淳一, "干渉露光と陽極酸化による酸化チタン格子の形成と光学評価", 平成 25 年度応用物理学会九州支部学術講演会 30Ba-6 (2013 年 12 月, 長崎大学); 講演予稿集 p.44.
2. 石原吉朗, 山田逸成, 柳沢淳一, 山下直人, 谷邦彦, 柴西俊彦, 齊藤光徳, 福味幸平, 西井準治, "Sb-Ge-Sn-S 系カルコゲナイドガラスのインプリント加工による赤外用波長板の作製", 第 54 回ガラス及びフォトニクス材料討論会 PB-14(2013 年 11 月, 産業技術総合研究所 関西センター); 講演予稿集 pp. 62-63.
3. 横山遼, 山田逸成, 柳沢淳一, "チタンの陽極酸化を利用した反射型偏光波長フィルタの作製と評価", 第 22 回日本光学会年次学術講演会 14pP2 (2013 年 11 月, 奈良県新公会堂); 講演予稿集 14pP2.
4. T. Ishihara, I. Yamada, J. Yanagisawa, K. Koyama, T. Inoue, J. Nishii, and M. Saito, "Fabrication of silicone grating using a photoimprinted polymer mold and period control by mechanical distortion", *International Conference on Solid State Devices and Materials*, (Fukuoka, Japan, September 24-27, 2013).
5. 横山遼, 山田逸成, 柳沢淳一, "チタンの陽極酸化を利用した反射型偏光波長フィルタの作製", 第 74 回応用物理学会学術講演会 17a-P10-6 (2013 年 9 月, 同志社大学); 講演予稿集 03-017.
6. 石原隆明, 山田逸成, 柳沢淳一, "サブ波長周期構造を利用した反射型波長板の作製と評価", 第 74 回応用物理学会学術講演会 19a-C13-4 (2013 年 9 月, 同志社大学); 講演予稿集 03-035.
7. I. Yamada, N. Yamashita, T. Einishi, M. Saito, K. Fukumi, and J. Nishii, "Direct imprinting on chalcogenide glass and fabrication of infrared wire-grid polarizer", *SPIE Conference Integrated Photonics: Materials, Devices, and Applications II*, 8767 (Grenoble, France, April 24-26, 2013).
8. 石原隆明, 山田逸成, 柳沢淳一, "サブ波長周期構造を利用した反射型波長板", 第 21 回日本光学会年次学術講演会 23pP10

(2012 年 10 月, タワーホール船堀); 講演予稿集 23pP10.

9. 山田逸成, 山下直人, 谷邦彦, 柴西俊彦, 齊藤光徳, 福味幸平, 西井準治, "インプリント加工による Sb-Ge-Sn-S 系カルコゲナイドガラスへのサブ波長周期構造の形成とワイヤグリッド偏光子の製作", 第 53 回ガラス及びフォトニクス材料討論会 P1-18 (2012 年 10 月, 北海道大学); 講演予稿集 pp. 78-79.
10. 山田逸成, 山下直人, 谷邦彦, 柴西俊彦, 齊藤光徳, 福味幸平, 西井準治, "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用波長板の製作", 第 73 回応用物理学会学術講演会 13p-F3-4(2012 年 9 月, 愛媛大学); 講演予稿集 03-026.
11. I. Yamada, K. Fukumi, J. Nishii, and M. Saito, "Fabrication of near- or mid-infrared wire-grid polarizers with WSi wires", *SPIE Conference Micro-Optics*, 64141V (Brussels, Belgium, April 16–19, 2012).
12. 山田逸成, 山下直人, 谷邦彦, 柴西俊彦, 齊藤光徳, 福味幸平, 西井準治, "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用ワイヤグリッド偏光子の製作", 第 72 回応用物理学会学術講演会 30p-P12-4 (2011 年 8 月, 山形大学); 講演予稿集 03-020.

〔図書〕(計 1 件)

1. 山田逸成, 西井準治, "プラズモンノ材料開発の最前線と応用", 第 2 章 3 節 干渉露光法, pp. 78–86, CMC 出版, 2013 年 4 月.

〔産業財産権〕

取得状況 (計 1 件)

名称: ワイヤグリッド偏光子およびその製造方法

発明者: 山下直人, 谷邦彦, 山田逸成, 福味幸平

権利者: 五鈴精工硝子株式会社、独立行政法人産業技術総合研究所

番号: 特願 2011-158045

出願年月日: 2011.7.19

国内外の別: 国内