

#### (4) 光機能性ガラス材料

##### (4)-1 薄膜型光導波路及び光ファイバ材料の開発

###### (4)-1-1 多層ガラスセラミックス光導波路基板の研究開発

福岡県産業・科学技術振興財団 因 浩之、九州大学 武部 博倫、森永 健次

(フェーズ I 期間：H10年3月～H10年12月)

###### (4)-1-1-1 研究概要

光導波路基板の構造を図4-1-1-1に示した。シリコンや石英等の基板上にコア膜および下部クラッドを構成するもので、コア膜の屈折率がクラッドに対して所定量高い。

光導波路基板に対しては光損失が極めて少ないことが要求されるため、基盤技術として透明性の高い石英ガラス膜の形成技術と膜厚の制御技術を確立することが不可欠である。

低コストガラス薄膜のプロセスを検討するために、サポート技術として高品位ガラス膜の標準製法として r f スパッタ法を採択した。本方法では球状介在物のない理想的なガラス膜の形成が可能である。ただし S i O<sub>2</sub> は反応性スパッタ過程により進行するため、高品位膜を得るためには条件の最適化が必要であり、特に大きな影響を及ぼす雰囲気の影響を中心に調査を行い、清浄な膜形成条件を検討するとともに成膜速度を明らかにした。

次に低コスト膜形成方法として石英超微粒子を用いたスラリー法を検討した。低コストで成膜するためには塗布法が有力であるが、再現性のある膜厚制御を行うためには、粘度の調整が必要である。同スラリーを用いて粘度の調整と膜厚制御性の検討を行い、膜の緻密化の検討を行った。

###### (4)-1-1-2 目的

日本国内外を問わず光ファイバ通信網が急速に整備されつつある。その中でファイバの分岐部等ではチップ状(導波路型)石英光波回路が注目されている。しかしチップ状光波回路のガラス膜部分は光ファイバの製造方法(バーナーを用いてガラス状物質をすす状に堆積させた後、加熱緻密化する方法)が使用されており、チップのような平面をもった部品では制御性、量産性において必ずしも適したプロセスとは言えない。本研究では低コスト、大面積化が可能な光導波路基板を開発する事を目的とした。

###### (4)-1-1-3 スパッタ法による高純度石英膜の形成

成膜実験に用いた r f マグネトロンスパッタ装置と標準成膜条件を図4-1-1-2に示した。本装置の総合高周波出力は500Wを有し、100nm/min以上の高速成膜も可能であり、10μmの導波路膜を形成する場合は10分程度で完了することができる。

A r 雰囲気中での S i O<sub>2</sub> のスパッタ反応機構は、A r イオンの衝突で一部 S i O になることが知られている。図4-1-1-3に高純度石英ターゲットを用いてスパッタ全圧2Pa、A r 100%雰囲気でのスパッタ条件により形成した膜の破断面写真を示した。球状介在物が含まれ、不均質な膜となっており、導波路基板の性能に大きな劣化を及ぼすことが予想される。

一方球状介在物の形成量は酸素ガスの導入により著しく影響を受けることが判明し、10%以上の酸素置換で不均質な球状介在物が見られなくなった。図4-1-1-4に酸素を10%添加した場合の膜の断面写真を示した。これより膜中に球状介在物は含まれず、均質で清浄な構造であることが確認された。また図4-1-1-5に種々の条件下での成膜速度の測定結果を示した。スパッタ全圧を調整することにより成膜速度が影響を受けることがわかり、球状介在物を形成しない範囲で目的に応じて条件を調整することが可能となった。

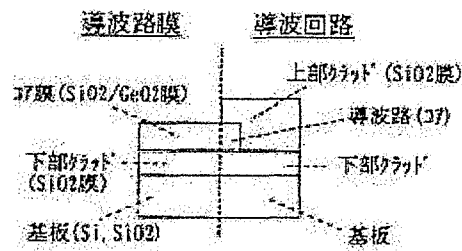
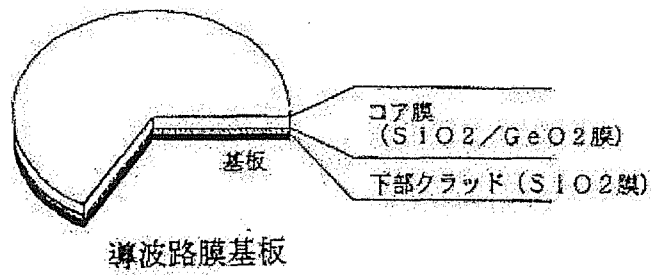
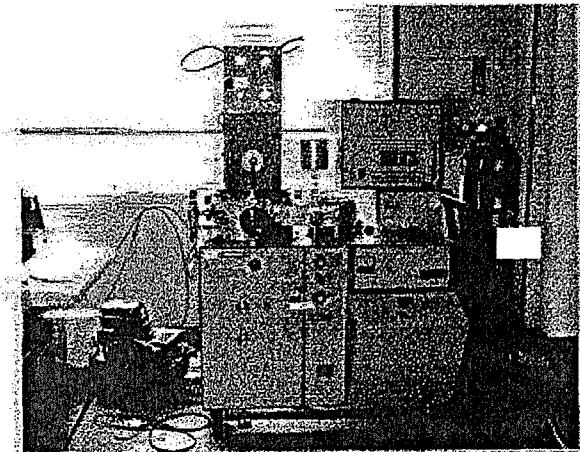


図4-1-1-1 光導波路膜基板の構造



標準スパッタリング条件

rfパワー:  $10.9 \times 10^{-4} \text{ W/m}^2$

ターゲット: 3インチ熔融石英ガラス  
(99.995%up)

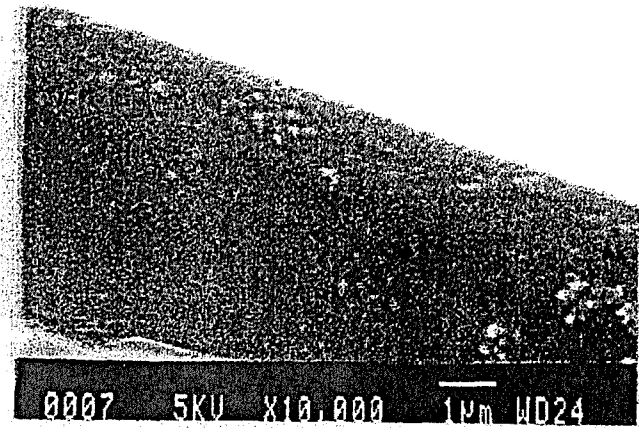
ターゲット温調: 水冷冷却

基板間距離: 40 mm

基板: Siウェハ-、スライドガラス  
(約2.5mm×7.5mm)

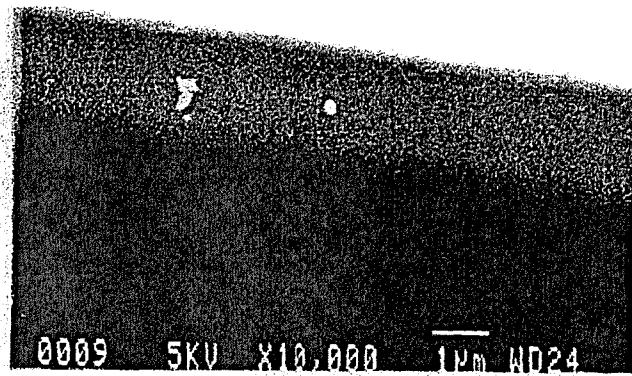
基板温調: 水冷

図4-1-1-2 rfマグネトロンスパッタ装置及び標準スパッタ条件



スパッタ全圧：2 Pa  
Ar 100%

図4-1-1-3 スパッタ形成膜の破断面SEM写真



スパッタ全圧：2 Pa  
Ar 90%、O<sub>2</sub> : 10%

図4-1-1-4 スパッタ形成膜の破断面SEM写真

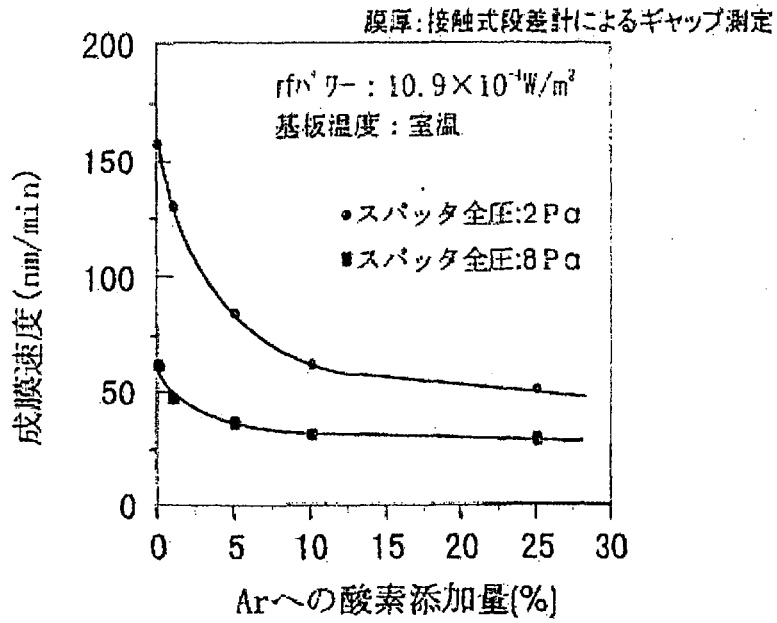


図4-1-1-51 雰囲気酸素置換量による成膜速度への影響

SiO<sub>2</sub>微粒子 [単分散]

固液比の調整

スラリー [粘度]

スピコーティング

成形膜 [膜厚]

焼成

焼成膜 [緻密化]

図4-1-1-6 スラリーを用いた膜形成プロセスのフロー図

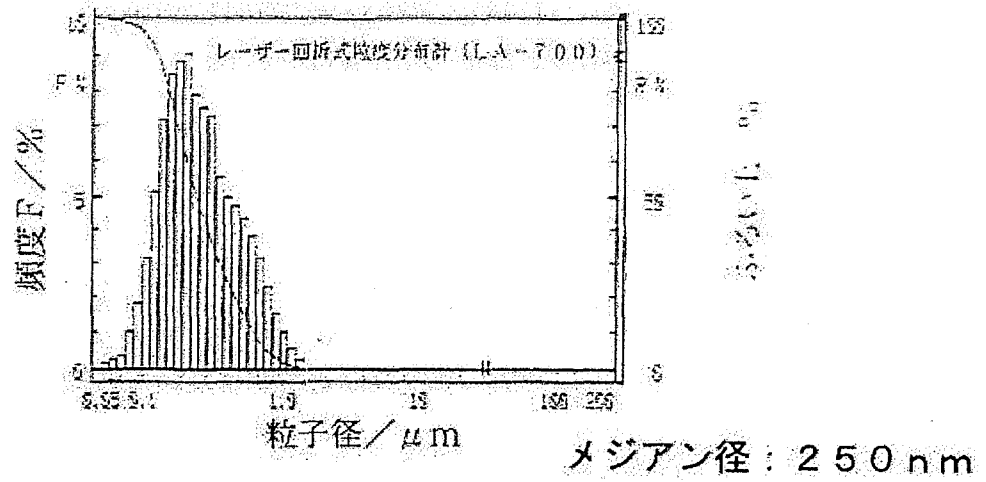


図4-1-1-7 球状石英超微粒子の粒度分布

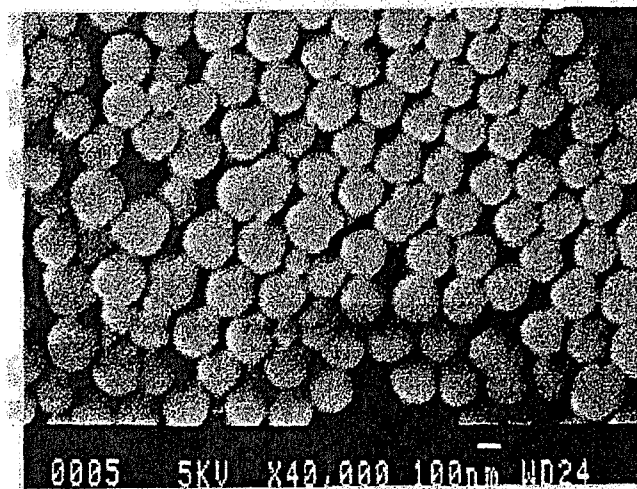


図4-1-1-8 球状石英超微粒子のSEM写真

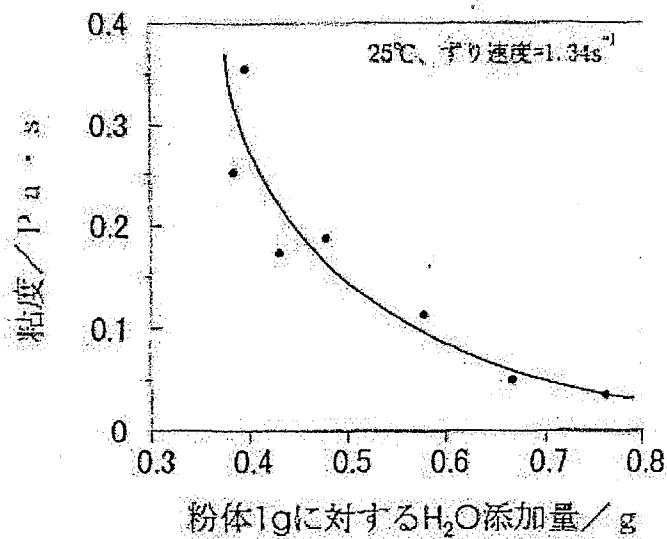
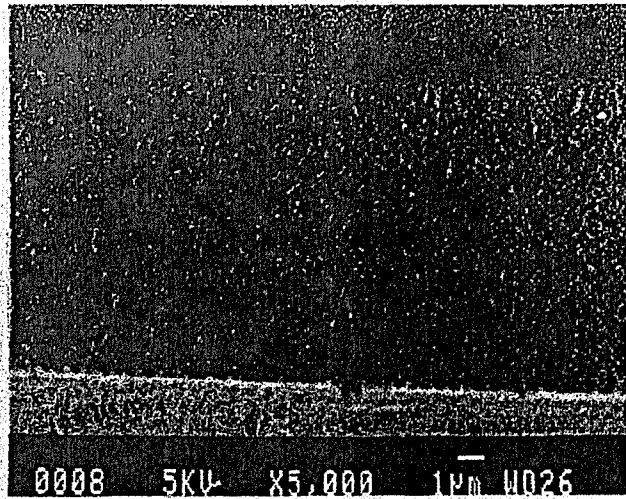
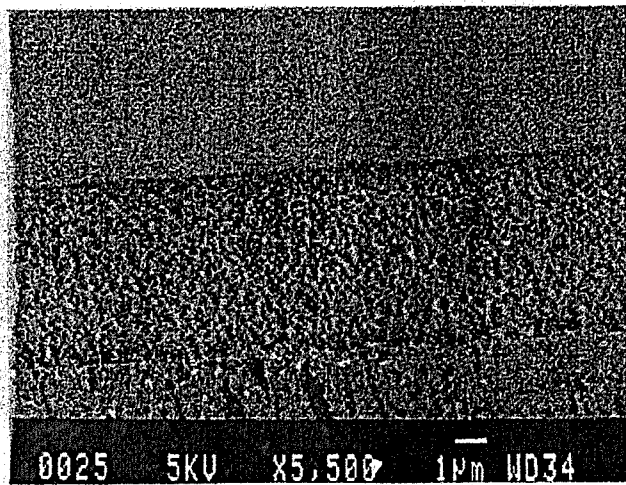


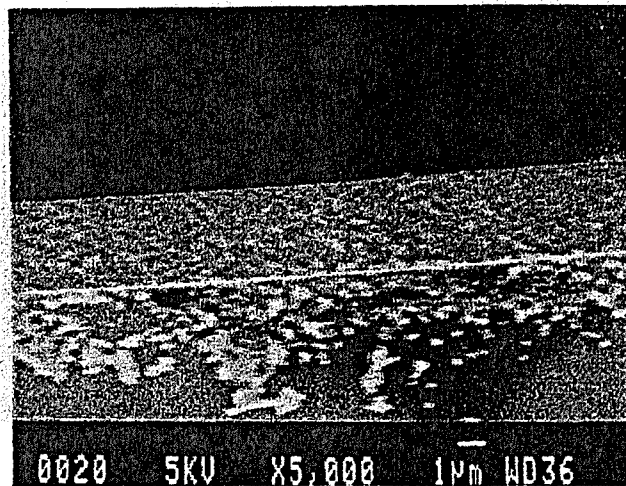
図4-1-1-9 固/液比調整時のスラリ一流動特性の変化



粘度 = 0.36 Pa · s      膜厚 = 13.8 µm



粘度 = 0.17 Pa · s      膜厚 = 6.9 µm



粘度 = 0.05 Pa · s      膜厚 = 3.4 µm

図4-1-1-10 粘度を調整したスラリーによる成形膜  
(破断面のSEM写真)

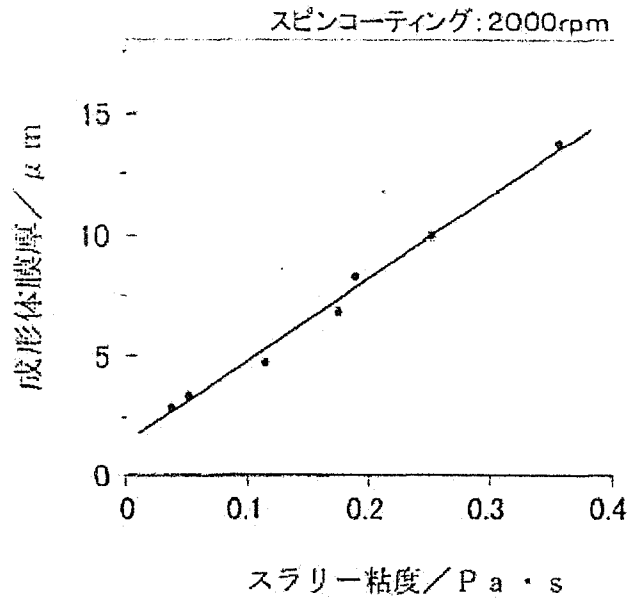


図4-1-1-11 スラリー法における粘度による成形膜厚の制御

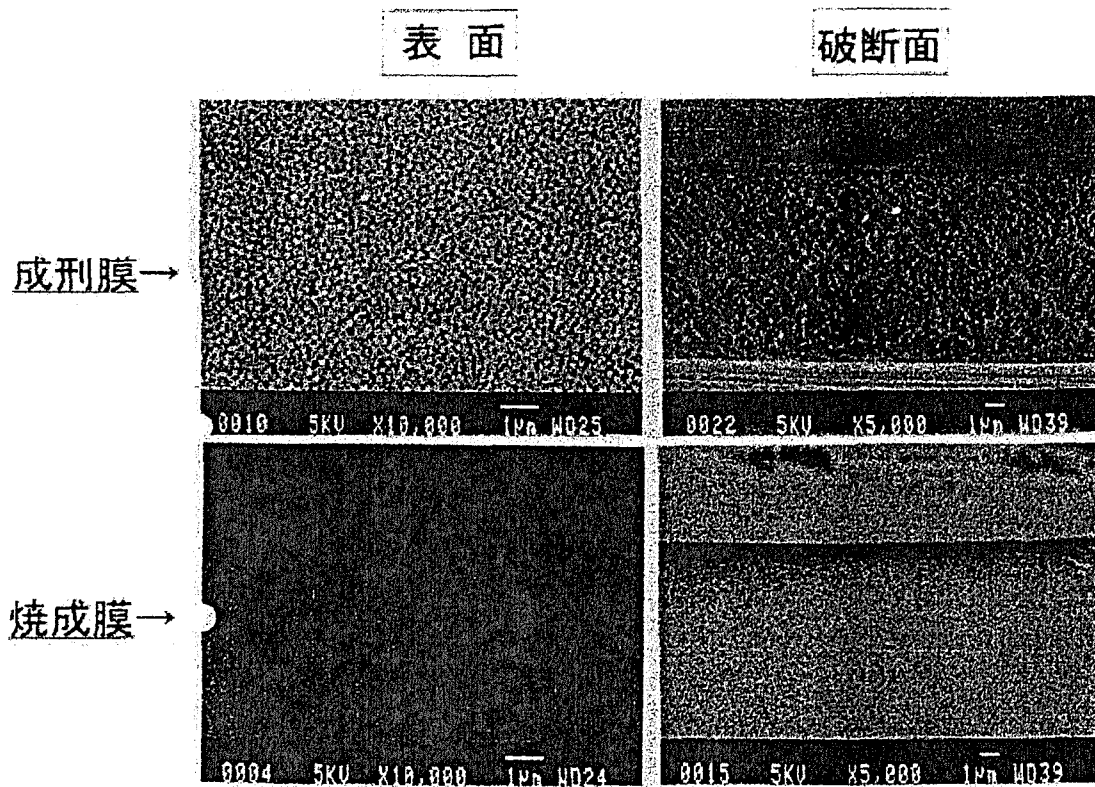


図4-1-1-12 スラリー法によるSiO<sub>2</sub>成形膜と焼成膜の微構造  
(破断面のSEM写真)