

# 反射防止構造の作製

## *Fabrication of an Antireflection Structured Surface*

福田 宏輝\*  
Hiroki Fukuda

(2006年6月2日 受理)

An antireflection structured (ARS) surface was fabricated on a fused silica substrate consisting of a micro-cone array with a period shorter than the wavelength of visible light. The array of fused silica is produced by a reactive ion-etching process using a micro-disk array of chromium thin film that is formed on the substrate by electron-beam lithography and lift-off processes. The array can be characterized by the period and the ratio of the height to the period (the aspect ratio). We describe a convenient process to fabricate the ARS surfaces for various periods and aspect ratios. The fabricated ARS surface with the period of  $0.35\ \mu\text{m}$  shows reflectance of less than 0.2% between 400–800 nm at the incident angle of  $90^\circ$ . In addition, an ARS surface on the grating, which has a period of  $20\ \mu\text{m}$  and a groove of  $1\ \mu\text{m}$ , was fabricated.

キーワード：反射防止構造, 回折格子, ドライエッチング, 合成石英, 光学素子

### 1. はじめに

ガラスやプラスチック等の光学材料の表面は、可視光線に対して約4%の反射率をもっている。この反射は、空気と材料との屈折率差に起因するものであり、空気-材料界面での急激な屈折率変化により生じている。そのため、光学素子では反射を抑える目的で、誘電体多層膜を用いた反射防止措置がとられている。この方法は、高屈折率と低屈折率の2種類の膜を交互に数層形成したもので、屈折率と膜厚を最適化することで各層からの反射が互いに打ち消し合うようにしたものである。しかし、この方法には反射率が波長や入射角度によって敏感に変化する特性があり、安定した無反射状態が得られにくいという問題がある。光学素子の形状作製とは別に素子表面への成膜プロセスを必要としており、作製コストを引き上げる要因の一つとなっている。光学材料にプラスチック材料を使う場合には、基材と膜との密着性の問題も存在する。

反射を抑える他の方法として、反射防止構造を用いた方法がある<sup>1-4)</sup>。反射防止構造は図1に示すような波長以下のサイズの円錐状構造が多数並んだものである。

この構造により、空気層から材料層へかけての平均的な屈折率変化がゆるやかとなり、その結果、空気-材料界面での急激な屈折率変化が無くなり、反射が抑えられる。この方法は広い波長域、入射角度域に対して有効性をもっており、また金型の段階から素子表面に形成しておくことで、一度の成型プロセスで反射防止効果をもった素子を作製できる点、基材と一体であるため密着性の問題が回避できる点、など大きなメリットを有している。これまで、このような微細構造を作製することは困難であったが、近年の半導体微細加工技術の進展により可能となってきており、反射防止構造を形状性良く安定的に作製する技術も開発されてきている<sup>5)</sup>。

しかし一方で、反射防止構造は微細構造であるため、一般的に成型は容易ではなく、周期が細かい程、アス

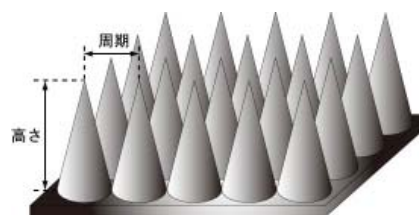


図1 反射防止構造の模式図

Schematic diagram of antireflection structured surface

\* 情報電子部 電子光材料系

ペクト比（高さ／周期）が大きい程，困難となる．有効な反射防止効果を得るためには，対象とする波長 $\lambda$ に対し，周期 $P$ は $P < \lambda/\sqrt{2}$ ，高さ $H$ は $H \cong \lambda$ ，を満たす必要がある．周期が細かいほど，高さが高いほど，反射防止効果は上がるが，同時に成形性は落ちることになる．そのため，反射防止構造を利用する際には，対象とする波長域，そこで求める反射率特性，および成型性を考慮に入れ，最適な周期とアスペクト比を選択する必要がある．しかし，通常このような微細加工プロセスにおいては，目的の形状を得るには複数の条件パラメータから最適な組み合わせを得る必要があり，一般的に多くの条件出し作業を必要とする．

また，レンズや回折格子をはじめ光学素子は一般的に凹凸のある表面を有しており，表面に反射防止構造を作製する場合，レジストの塗布むら，電子ビーム描画装置の焦点深度の不足，凹凸の影響によるエッチング特性の変化，などの問題が生じる可能性がある．

そのため，少ない条件パラメータで良好にアスペクト比と周期を制御できるか否か，凹凸表面にも作製できるか否か，が反射防止構造の利用価値を決める上で重要な要素となっている．そこで，可視光領域（波長：0.4-0.8  $\mu\text{m}$ ）に対して用いられる周期 0.2-0.4  $\mu\text{m}$  の反射防止構造のうち，特に周期 0.25  $\mu\text{m}$  と 0.35  $\mu\text{m}$  に注目し，その作製条件を検討した．本報ではその結果について報告する．

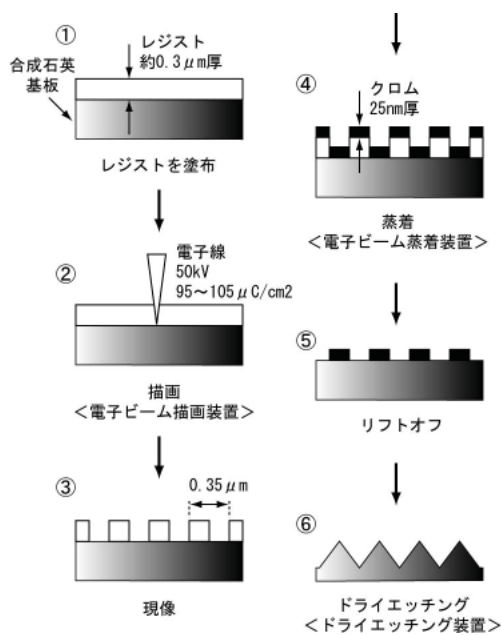


図2 反射防止構造（周期 0.35  $\mu\text{m}$ ）の作製プロセス

Fabrication procedure of the antireflection structured surface with period of 0.35  $\mu\text{m}$

## 2. 反射防止構造の作製

### (1) 反射防止構造の作製プロセス

周期 0.35  $\mu\text{m}$  でアスペクト比 2.5 の反射防止構造の作製プロセスについて示す．なお，この周期の反射防止構造は，DVD に用いられている波長 650 nm のレーザーダイオードからの光に対して反射防止として機能する．基板材料として合成石英基板を用いた．作製プロセスを図2に示す．①合成石英基板上に ZEP520（日本ゼオン製，ポジ型電子線レジスト）を厚さ約 0.3  $\mu\text{m}$  塗布する．次いで，②電子ビーム描画装置を用いてレジスト上に周期 0.35  $\mu\text{m}$  で正方形パターンを描画する（加速電圧 50 kV、電流値 750 pA）．ここで，正方形パターンの一辺の長さは，周期 0.35  $\mu\text{m}$  の 40 % の 0.14  $\mu\text{m}$  に設定した．レジスト感度の再現性の問題もあるが，最適な電子線照射量は 95-105  $\mu\text{C}/\text{cm}^2$  の範囲である．次いで，③現像することで描画した箇所のレジストを溶解除去，④電子ビーム蒸着装置によりクロムを厚さ 25 nm 蒸着，⑤レジストを剥離液で除去（リフト・オフ）することでクロムによる逆パターンを形成する．最後に，⑥クロム・パターンをマスクとして石英のドライエッチングを行い反射防止構造を作製する．電子ビーム描画装置として日本電子株式会社製 JBX-5000SI を，電子ビーム蒸着装置として株式会社アルバック製 MUE-ECO-EB を，ドライエッチング装置として株式会社アルバック製 NLD-800 を用いた．

次に，図2の⑥のドライエッチング工程について詳しく説明する．エッチングは，使用ガス  $\text{C}_4\text{F}_8$ ，流量 25  $\text{sccm}^{*1}$ ，圧力 0.4 Pa，アンテナ・パワー 1500 W，バイアス・パワー 300 W で行った．作製した素子の電子顕微鏡（SEM）写真を図3に示す．図3の①は，図2の⑤の段階でのクロム・パターンを真上から観察したものである．図3の①より，直径約 0.2  $\mu\text{m}$  の丸パターンが周期 0.35  $\mu\text{m}$  で配列していることがわかる．ここで，描画パターンは一辺 0.14  $\mu\text{m}$  の正方形であったが，電子線の後方散乱に伴う近接効果により円形形状となっている．②～⑤はエッチング開始後それぞれ 30 秒後，60 秒後，90 秒後，110 秒後の素子の断面の SEM 写真である．②より，30 秒後においては，クロム・パターンに保護されていない箇所の基板がエッチングされており，エッチングされた側壁の形状は少し順テーパ状となっていることがわかる．これは，エッチングガスに堆積性の高い  $\text{C}_4\text{F}_8$  を用いたことによる．③より，60

\*1)  $\text{sccm}$  : standard cubic centimeters per minute

1 分間あたりに流れる気体の流量を標準状態（0  $^{\circ}\text{C}$ ，1 atm）における体積（単位： $\text{cm}^3$ ）で表したもの

秒後においては、更にエッチングが進行し、また側壁形状が順テーパ状となっていることから、隣接する円錐の底辺同士がほぼ接する状態となっていることがわかる。一方、クロム・パターンの直径が小さくなり（マスクの後退）、それに伴い下地の基板のエッチングが進

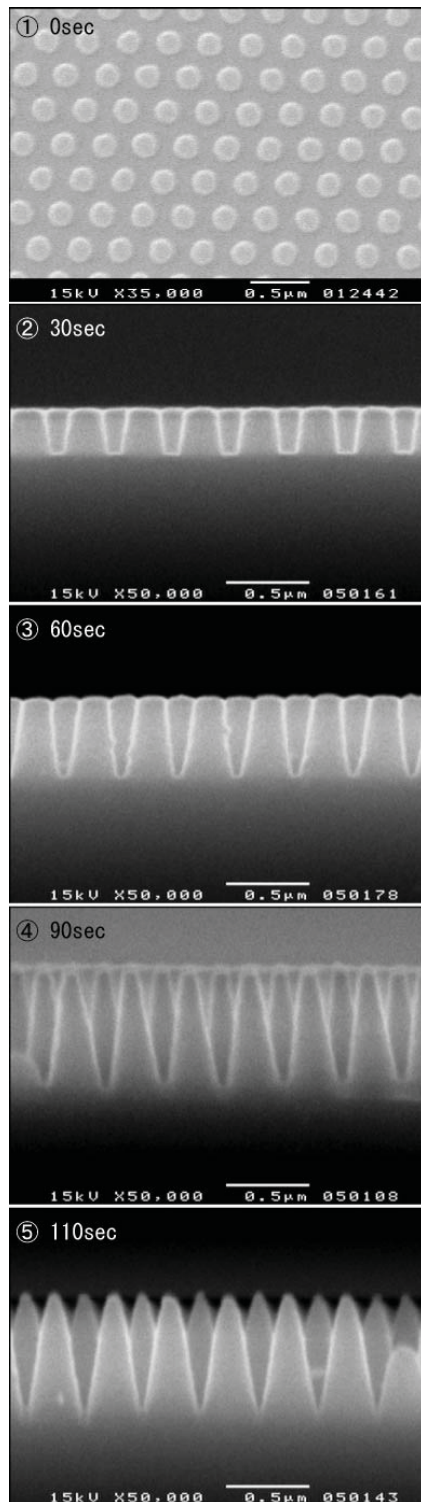


図3 各エッチング時間における反射防止構造（周期  $0.35 \mu\text{m}$ ）の断面の電子顕微鏡写真

Scanning electron micrographs of the cross section of the antireflection structured surfaces with period of  $0.35 \mu\text{m}$  at various etching times

行していることがわかる。このマスクの後退は、クロム・パターンが中心部分より端部分においてより早くエッチングされることに起因している。④より、90秒後においては、クロム・パターンはほぼ消失直前の状態になっており、隣接する円錐の底辺同士が完全に接し、またマスクの後退と側面形状のテーパがうまくバランスし、全体としてなめらかな円錐形状が形成されていることがわかる。⑤より、110秒後においては、クロム・パターンの消失に伴い、最終的に先端の尖ったアスペクト比約2.5の反射防止構造が形成されている。

## (2) 他のアスペクト比の素子の作製

次に、周期  $0.35 \mu\text{m}$  のより低アスペクト比構造の作製について示す。2-(1)で示したアスペクト比2.5の構造を作製する際の条件で、ドライエッチング時間を110秒から更に増やし（オーバーエッチング）作製した素子の断面のSEM写真を図4に示す。図4の①より、150秒後においてアスペクト比約1.5、②より、240秒後においてアスペクト比約1の反射防止構造が形成されていることがわかる。つまり、アスペクト比2.5の状態からオーバーエッチングを行うことにより、反射防止構造の形状を保ったままで、低アスペクト化できていることがわかる。なお、更に時間を増やすことで、より低アスペクト化を進めることが可能であることも確認している。このように、今回の作製条件では、時間制御を行うことにより、1~2.5の間でアスペクト比を連続的に制御可能であることが確認できた。

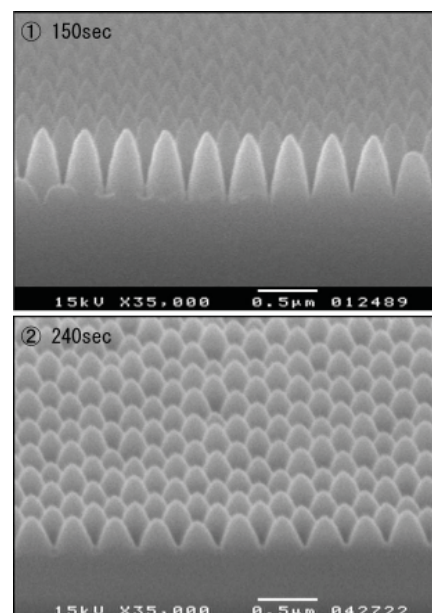


図4 各エッチング時間における反射防止構造（周期  $0.35 \mu\text{m}$ ）の断面の電子顕微鏡写真

Scanning electron micrographs of the cross section of the antireflection structured surfaces with period of  $0.35 \mu\text{m}$  at various etching times



### (3) 他の周期の素子の作製

次に、周期  $0.25 \mu\text{m}$  でアスペクト比 2.5 の反射防止構造の作製について示す。なお、この周期の反射防止構造は、可視光全域に対して反射防止として機能する。2-(1) で示した周期  $0.35 \mu\text{m}$  の構造を作製する際と同じプロセスで、描画する正方形パターンの周期を  $0.25 \mu\text{m}$ 、一辺の長さを周期の 40% である  $0.10 \mu\text{m}$  に変更して作製を行った。ドライエッチングを 75 秒行い作製した素子の断面の SEM 写真を図 5 に示す。周期  $0.25 \mu\text{m}$ 、アスペクト比約 2.5 の反射防止構造が形成されていることがわかる。つまり、描画パターンを変更するだけで、周期  $0.35 \mu\text{m}$  の場合と同じ作製プロセスで周期  $0.25 \mu\text{m}$  の場合も作製可能であることがわかる。なお、2-(2) において周期  $0.35 \mu\text{m}$  の場合で示したのと同様の方法で、周期  $0.25 \mu\text{m}$  に対しても 1~2.5 の範囲でアスペクト比を制御可能であることも確認している。

## 3. 反射防止構造付き回折格子の作製

### (1) 反射防止構造付き回折格子の作製プロセス

幅  $10 \mu\text{m}$ 、深さ  $0.20 \mu\text{m}$  の溝が周期  $20 \mu\text{m}$  で並んだ構造の回折格子上への反射防止構造の作製について示す。なお、この回折格子は波長  $650 \text{ nm}$  のレーザーダイオードからの光を所定の強度比の -1 次光, 0 次光, 1 次光に分ける機能を有しており、3 ビーム法を用いた DVD 用ピックアップ光学系における回折格子への利用を想定している。回折格子上に作製する反射防止構造の仕様は、周期  $0.35 \mu\text{m}$  でアスペクト比 1.5 とした。

作製プロセスを図 6 に示す。作製は、まず回折格子を作製 (①~⑤) し、次いで回折格子上に反射防止構造を作製 (⑥~⑪) する手順で行った。

まず、回折格子の作製について説明する。①合成石英基板上に ZEP520 (日本ゼオン製、ポジ型電子線レジスト) を厚さ約  $0.3 \mu\text{m}$  塗布する。次いで、②電子ビーム描画装置を用いてレジスト上に回折格子パターンを描画する (加速電圧  $50 \text{ kV}$ 、電流値  $1500 \text{ pA}$ 、電子線照射量  $100 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ )。次いで、③現像することで描画した箇所のレジストを溶解除去、④レジストをマスクにして石英のドライエッチングを行い、⑤残ったレジストを溶剤で除去する。電子ビーム描画装置、ドライエッチング装置はともに 2-(1) で説明したものと同じ装置を用いた。エッチング条件は、使用ガス / 流量  $\text{CF}_4 / \text{CH}_2\text{F}_2 / \text{O}_2 = 90 / 11 / 5 \text{ sccm}$ 、圧力  $0.4 \text{ Pa}$ 、アンテナ・パワー  $1500 \text{ W}$ 、バイアス・パワー  $100 \text{ W}$  を用いた。エッチング速度は約  $0.5 \mu\text{m}/\text{min}$  であり、およそ  $24 \text{ sec}$  で  $0.20 \mu\text{m}$  の深さに到達する。作製した回折格子の断面の

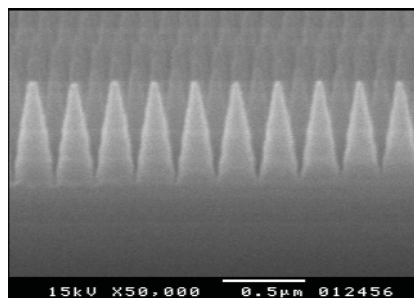


図 5 反射防止構造 (周期  $0.25 \mu\text{m}$ ) の断面の電子顕微鏡写真

Scanning electron micrograph of the cross section of the antireflection structured surface with period of  $0.25 \mu\text{m}$

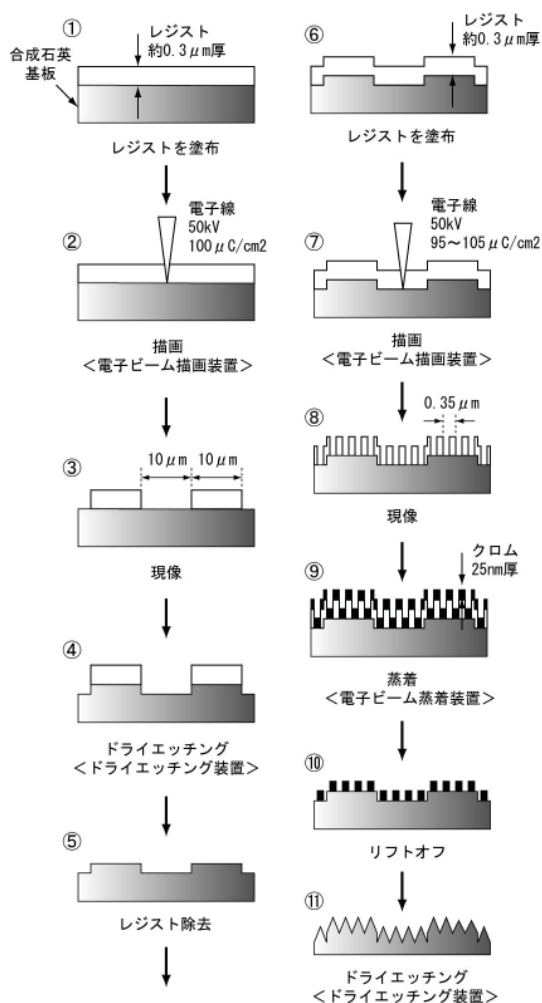


図 6 反射防止構造 (周期  $0.35 \mu\text{m}$ ) 付き回折格子の作製プロセス

Fabrication procedure of the grating with the antireflection structured surface with period of  $0.35 \mu\text{m}$

SEM 写真を図 7 に示す。周期  $20 \mu\text{m}$ 、溝幅  $10 \mu\text{m}$  の回折格子が良好に作製できている。

次に、反射防止構造の作製は、図 6 の⑥~⑪に示す通り 2-(1) で説明したものと同じ条件で行った。エッチングを 125 秒間行い作製した素子の断面の SEM 写真を

図8に、反射防止構造の垂直入射での反射率を図9に示す。図8より、回折格子の凹部凸部ともに、アスペクト比約1.5の反射防止構造が良好に作製できていることがわかる。また、図9より、可視光全域にわたり約0.2%以下の反射率特性が得られており、元の基板の反射率約3.7%に対して大幅に反射率が低減されていることがわかる。

## (2) より深い回折格子への反射防止構造の作製

以上、格子深さ0.20  $\mu\text{m}$ の回折格子に対し作製を行ったが、一般的により深い回折格子が必要となることもある。そこで、3-(1)で示した作製プロセスで対応可能な格子深さを調べるため、3-(1)と同じ仕様の回折格子で格子深さを0.5  $\mu\text{m}$ 、1.0  $\mu\text{m}$ 、2.0  $\mu\text{m}$ と段階的に変えた格子を作製し、格子への反射防止構造の作製可能性について検証を行った。

図10にレジスト・パターンを形成した回折格子(図6の⑧の段階)の断面のSEM写真を示す。レジストの膜厚は回折格子の凸部(特に凸部端)で薄く、凹部(特に凹部端)で厚くなっており、この傾向は格子深さが深くなる程顕著になっていることがわかる。次に、図11にクロム・パターンを形成した回折格子(図6の⑩の段階)のSEM写真を示す。格子深さ0.5  $\mu\text{m}$ 、1.0  $\mu\text{m}$ では問題なく全面にクロム・パターンが形成できているが、2.0  $\mu\text{m}$ では凸部の端でリフト・オフ不良が生じている。リフト・オフを行うには「レジスト膜厚 > Cr膜厚」であることが必要であるが、凸部端はレジスト膜厚が薄く、2.0  $\mu\text{m}$ ではこの条件を満たさなくなっているものと考えられる。図12に反射防止構造を作製した回折格子(図6の⑪の段階)の断面のSEM写真を示す。格子深さ0.5  $\mu\text{m}$ 、1.0  $\mu\text{m}$ では問題なく全面に良好な反射防止構造を作製できているが、2.0  $\mu\text{m}$ では、図11からも予想される通り、凸部の端で作製不良が生じていることがわかる。以上より、周期20  $\mu\text{m}$ 、溝幅10  $\mu\text{m}$ の仕様の回折格子では、少なくとも格子深さ1.0  $\mu\text{m}$ に対してまで反射防止構造が作製可能であることが確認できた。なお、3-(1)で説明した用途の回折格子に対して求められる格子深さは通常0.5  $\mu\text{m}$ 以下であり、今回の作製条件でこの用途のほとんどの回折格子に対して反射防止構造が作製可能であることがわかった。

## 4. まとめ

反射防止構造の作製について、少ない条件パラメータで良好にアスペクト比、周期を制御できるか否か、凹凸表面を有する素子上にも平面上と同様に作製できるか否かについて、可視光領域(波長: 0.4~0.8  $\mu\text{m}$ )に

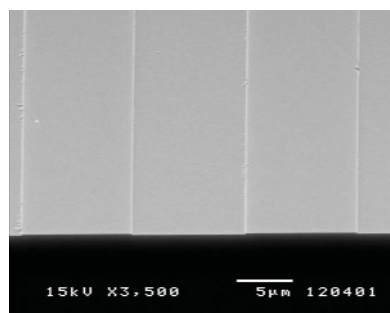


図7 回折格子の断面の電子顕微鏡写真

Scanning electron micrograph of the cross section of the grating

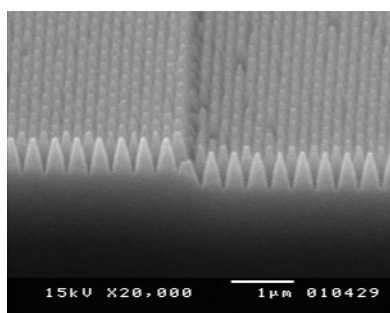


図8 反射防止構造を作製した回折格子の断面の電子顕微鏡写真

Scanning electron micrograph of the cross section of the grating with the antireflection structured surface

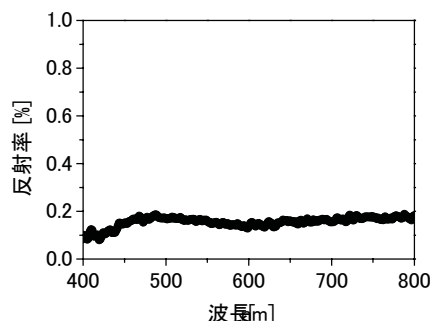


図9 反射防止構造の反射率

Reflectivity of the antireflection structured surface

対して用いられる周期0.2~0.4  $\mu\text{m}$ の反射防止構造のうち、特に周期0.25  $\mu\text{m}$ と0.35  $\mu\text{m}$ に注目し検証を行った。その結果、今回行った作製条件において、エッチング時間を制御することでアスペクト比(今回は1~2.5の範囲)を制御可能であること、また描画パターンのサイズを変更することで、異なる周期(今回は0.35  $\mu\text{m}$ と0.25  $\mu\text{m}$ )に対しても同一のプロセスで作製可能であることが確認でき、極めて容易にアスペクト比と周期を制御可能であることがわかった。また、周期20  $\mu\text{m}$ 、溝幅10  $\mu\text{m}$ で、格子深さ1.0  $\mu\text{m}$ の段差を有する回折格子に対しても反射防止構造が作製可能であることが確

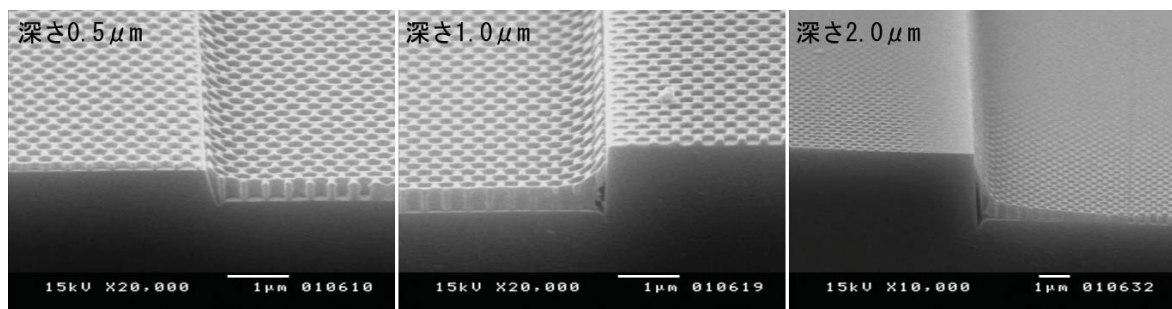


図 10 レジスト・パターンを形成した回折格子の断面の電子顕微鏡写真  
Scanning electron micrographs of the cross section of the grating with the patterned resist

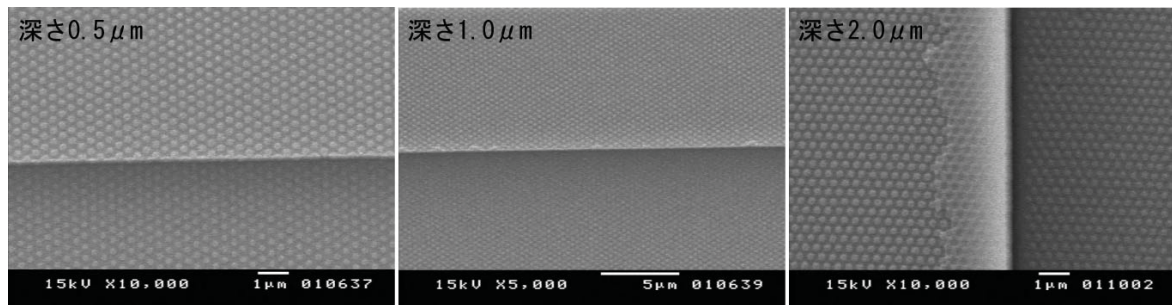


図 11 クロム・パターンを形成した回折格子の電子顕微鏡写真  
Scanning electron micrographs of the grating with the patterned chromium thin film

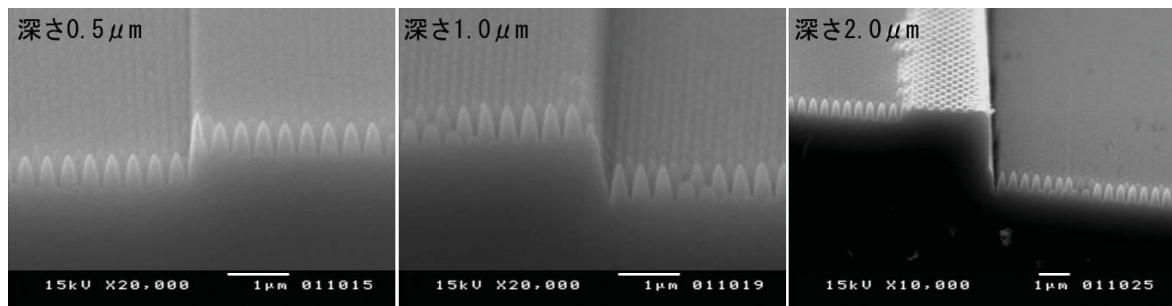


図 12 反射防止構造を作製した回折格子の断面の電子顕微鏡写真  
Scanning electron micrographs of the cross section of the grating with the antireflection structured surface

認でき、比較的大きな凹凸を有する表面上にも良好に  
反射防止構造が作製可能であることがわかった。

### 参考文献

- 1) S. J. Wilson and M. C. Hutley: Opt. Acta., **29** (1982) p.993
- 2) W. H. Southwell: J. Opt. Soc. Am., A **8** (1991) p.549
- 3) D. H. Raguin and G. M. Morris: Appl. Opt., **32** (1993) p.1154
- 4) D. H. Raguin and G. M. Morris: Appl. Opt. **32** (1993) p.2582
- 5) H. Toyota, K. Takahara, M. Okano, T. Yotsuya and H. Kikuta:  
Jpn. J. Appl. Phys., **40** (2001) L747