

SAMCO[®]

NOW

VOL.3
1988・DEC.
Quarterly

発行所 株式会社サムコ国際研究所
京都市伏見区竹田中宮町33
☎(075)621-7841
発行者 辻 理
編集者 小泉、小川、白井、蓮沼
編集・企画協力 アドプロヴィジョン監

Qutb Minar

ニューデリーにある75.5メートルの石塔。
回教徒遺跡の初期のもので、12世紀末期に建てられた。

第7回サムコ薄膜技術セミナー

テーマ「オプトエレクトロニクスと薄膜技術」

9月の東京は雨と曇り空の毎日で、サムコのセミナーが開催された27日も小雨の降る天気でした。そんな中でも、多くの方に参加していただき、大好評のうちに閉講することができました。今回は、我国のオプトエレクトロニクス分野の第一線で活躍されている先生方5名の講師を迎え、熱のこもった講演が行われました。ご多忙中にもかかわらずご講演いただいた末松先生、枝広先生、竹田先生、新名先生に、そしてご参加いただいた皆様方に厚くお礼申し上げます。来年の第8回セミナーにもどうぞ期待下さい。

尚、講演要旨をご希望の方は、弊社広報係までお申し込み下さい。定価は1部1,000円です。

東京工業大学教授 末松安晴氏

「オプトエレクトロニクスと薄膜技術」

末松教授は、我国のオプトエレクトロニクス研究の草分け的存在である。内容は、光通信、光メモリ、光集積回路等の分野における薄膜技術についての解説で、中でも、現在ご研究されているDEICに関して光スイッチに関する報告や新タイプの半導体レーザーの構造について従来の活性層を超格子Film、ストライプ状の超格子Wireとした時、島状に分布させた超格子Boxとした時の発振特性についての発表は、量子効果を実例をもとに確認することができ、今後の半導体レーザーの将来性を占う点で大きな注目を集めた。

NTT光エレクトロニクス研究所

研究室長 枝広隆夫氏

「光ファイバと被覆技術」

光ファイバの基本的特性、光ファイバの特性に果たす被覆材料の役割について発表された。特に被覆材料は、ファイバの破断強度や静疲労特性を向上させ、温度変化や敷設時に加わる内部応力や側圧によるマイクロベンドの発生を押えて、光ファイバの特性を向上させる等重要な役割を持つと述べられた。これまでの被覆材料は有機材料によるもので、水の侵入によって経時的な強度低下が生じたが、最近では、セラミック系SiO₂、SiC、TiCの無機材料、被覆速度が著しく速い特長を持つα-カーボン膜を使用することが提案されていると報告、また被覆に今までにない特性や機能を持たせた新しい機能性光ファイバの可能性については、この分野の研究者から多くの質問があり、興味の深さが示された。

京都大学電気工学教室 竹田美和氏

「オプトエレクトロニクス用薄膜材料のマイクロ構造評価」

オプトエレクトロニクスでは、発光や受光の波長を希望の値に設計するために禁制帯幅を連続的に変化させる必要がある。これまでは、仮想結晶近似によりオプトデバイスを評価・設計していたが、デバイスの微細化によりヘテロ界面の原子尺度での構造がデバイス特性に影響を与えるに至り、マイクロ構造そのものをみる必要が出てきた。

そこで、その手段の一つとしてEXAFSによる原子間距離の測定があり、III-V族混晶半導体のマイクロ構造の測定・評価を蛍光EXAFSにより行ったところ、従来のX線回折法で考えられていたものとは全く異なる構造であることが明らかになってきたと発表され、基礎研究の重要性が再認識された。

三洋電機半導体研究所研究部長

新名達彦氏

「化合物半導体結晶成長技術の半導体レーザーへの応用」

代表的な半導体レーザー(LD)の結晶成長技術の現状について述べられ、最近では、各種の成長法を組み合わせるハイブリッド成長法により高機能LDの開発が行われていると報告された。LDの応用については、GaAlAs系汎用LD、GaInAsP、GaAlInPの使用による短波長LD、MOCVDによる高出力アレイ型LD、面発光LD、共通LD等の解説があった。光情報機器の性能向上にはLDの超高出力化、短波長化、OEIC化の研究開発、実用化が不可欠であると述べられ、メーカーとしての実戦的立場からの判りやすい解説は、大変有益なものと好評であった。



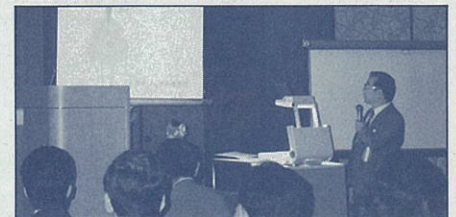
▲「オプトエレクトロニクスと薄膜技術」



▲「光ファイバと被覆技術」



▲「オプトエレクトロニクス用薄膜材料のマイクロ構造評価」



▲「化合物半導体結晶成長技術の半導体レーザーへの応用」

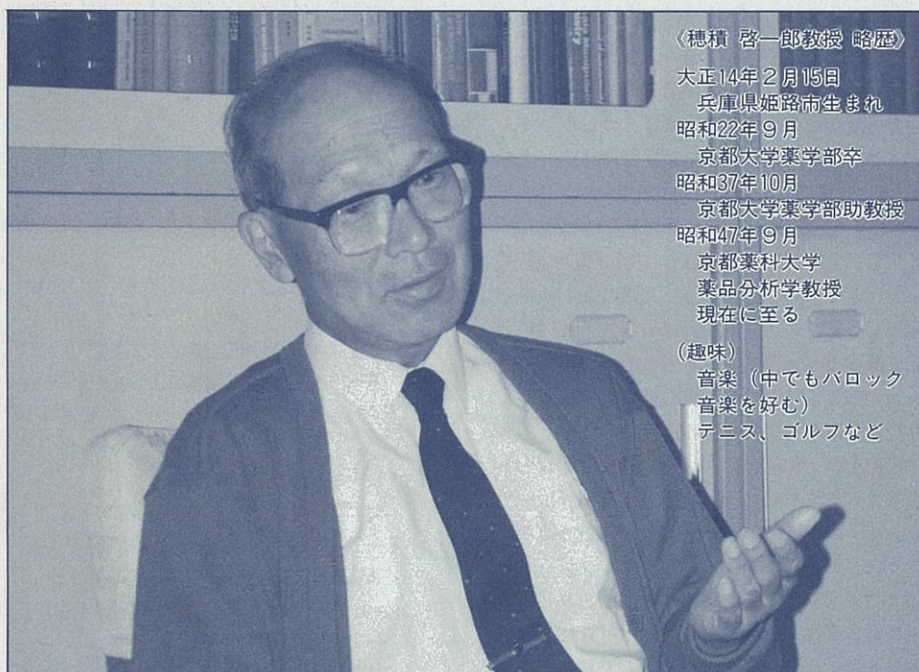


▲サムコオプトフィルムズ研究所 Wood 氏による「α-カーボンおよびダイヤモンド薄膜のオプトエレクトロニクスへの応用」は、本紙Technical Reportに詳細を掲載しておりますので、ご参照下さい。

Samco-Interview

プラズマの魅力。化学とエレクトロニクスの エキサイティングな融合!!

今月は、20年間プラズマ化学の研究をなさり、多面的にプラズマ化学の可能性を追求されている京都薬科大学穂積教授をお訪ねしました。



〈穂積 啓一郎教授 略歴〉

大正14年2月15日
兵庫県姫路市生まれ
昭和22年9月
京都大学薬学部卒
昭和37年10月
京都大学薬学部助教授
昭和47年9月
京都薬科大学
薬品分析学教授
現在に至る

〈趣味〉

音楽(中でもバロック
音楽を好む)
テニス、ゴルフなど

プラズマ重合技術の出現。

—— 始められた頃の状況と今までの動きについてお話ししていただけますか。

穂積 当時はまだプラズマ化学という術語はなかったのです。最初の文献は1962年で、私が始めたのはそれから2、3年後のことです。その後半導体集積回路のフォトレジストの除去に使われ始め、それまでの湿式法に比べガスを利用するので回路の損傷がなく、大成功を収めました。その時以来、電子工業がプラズマ利用に乗り出し、シリコン基板のプラズマエッチングでLSI製造技術を獲得しました。一方化学者達はまもなく高分子材料の表面処理に応用し、表面をプラズマ気体で処理すると親水性や接着性が向上し、高分子材料の付加価値の向上に役立ようになりました。例えば医用高分子である輸血用パイプや心臓ペースメーカー等は人体になじみにくく、血液が固まったり、拒否反応を起こしたりするので、表面を生体になじみやすい性質に変える必要があります。こうして高分子材料への道が開け、プラスチック業界、繊維業界が非常に興味を持つようになったのです。しかし、プラズマの応用面としてはだいたいこんなところで行き止まった時、プラズマ重合という新技術が出ました。これは、ケネディ時代の宇宙計画と関係があります。宇宙船内で生活水をどうするかという問題で、廃水を全てる過して真水に作り直す逆浸透膜の開発のためプラズマ重合が対象になったのです。結局、これは宇宙計画には間に合わず、廃水は船外に捨てたのですが、有機ガスを使って気相から高周波プラズマによって固体材料上に薄膜を作るという新しい技術が誕生したのです。固体表面に欠陥のない有機高分子膜をコーティングし、材料とは性質の違う膜で完全に覆うという薄膜テクノロジーは、非常に魅力的なこれか

プラズマ灰化法との出会い!

—— 先生のご研究内容について少しお話していただけますか?

穂積 ここは分析化学の研究室で、私は機器分析学の講義をやっています。しかし研究内容は、プラズマ化学一般、このうち低温灰化法やプラズマ重合法によるセンサー膜の開発に力を入れています。この他にもいろいろな利用領域がありますから、プラズマ化学の可能性を多面的に追究しています。例えば、医薬品関連では製剤、粉体、注射器等の医用材料、殺菌等にもプラズマ化学が利用できますから、分析のみにとらわれずにやっています。

—— プラズマ化学の研究は20年とお聞きしていますが、P化学を始められたきっかけは?

穂積 そうですね。そのくらいになります

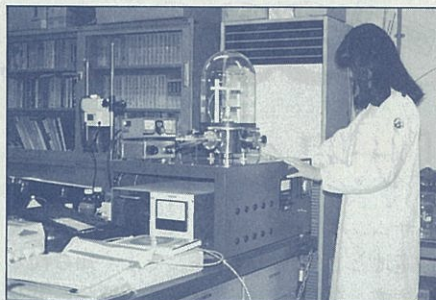
ね。元々有機微量分析という有機物中の構成元素、つまり炭素、水素、窒素、酸素、ハロゲンの精密定量分析をずいぶん長い間やっていたのですが、一段落がついたところで他の元素、例えば金属元素、遷移元素の分析をやり始めたのです。有機物中の金属元素を定量する場合、試料から有機質を除くことが必要ですが、同時に目的元素を残さなければなりません。その方法として①燃やして灰にする、②ケルダール分解法という硫酸による分解法を用いるの2つがありましたが、①は高熱で揮発した成分が減るため正確な測定ができない、②は試薬である硫酸が大量に残るため分析の妨げになる等の問題があって困っていたのです。そんな中でタイミングよく原子状酸素を使うプラズマ灰化法が出てきました。その頃、機械も手に入らず装置を製作したのがプラズマ化学をやり始めたきっかけでした。



らの領域でしょう。というのも①材料の選択が自由であること、例えば繊維、プラスチック、コンタクトレンズ、医用高分子等無数の材料がある、②コーティングするモノマーの化学構造によって表面性質が自由に変えられる、③目的・用途が豊富であるからです。これらプラズマの多彩な性格や応用を究める一連の技術は間もなくプラズマ化学という術語を普及させました。

—— サムコのプラズマ装置を利用してどのような研究をされていますか？

穂積 先に述べたような酸素プラズマによる低温灰化を分析の目的で用いていることに加え、①医用高分子材料の表面に酸素や窒素を含む官能基を入れて生体になじみやすくする研究、②医薬品製剤にコーティングをして溶解制御膜をつけ、いわゆる徐放化する研究、③クロマト分離材料表面のコーティングによって分離効率を高める研究、④プラズマ重合法による各種のセンサー膜の開発、目下はアンモニアセンサーの改良と固定化酵素膜に力を入れています。②では、プラズマ重合の膜には人体に害がないのか、医薬品そのものがプラズマで壊れないのかという問題がありますが、膜の量は薬に対して極微量でありプラズマ重合物は橋かけが多いので水に溶けず、人体に吸収されることはありませんから、比較的楽観しています。④のアンモニアセンサーは、従来テフロン膜がアンモニアを透過させて膜の内側の水をアルカリ性に変化するのをPHメーターで検出するのですが、下水等のアンモニアを測定する場合、メチルアミンやエチルアミン等アンモニアよりもテフロンを透過しやすい有機アミンがあり、これが妨害となってアンモニアの正確な測定ができません。そこで代わりにテトラフルオロエチレンのプラズマ重合膜を用いると、橋かけの多いこの膜には分子サイズの大きい有機アミン等は通らなくなります。これによって有機アミンの妨害の少ないアンモニアセンサーができるのです。また、固定化酵素膜は多孔性のメンブランフィルターに酵素を浸み込ませ、フィルターの両面に親水性のアルコール系のプラズマ重合膜をかぶせ、酸素電極につけるものです。例えば血液中のグルコースを測定する場合、グルコースのみを酸化する酵素（グルコースオキシダーゼ）を浸み込ませておくと、グルコースは膜内に入り酵素によって酸化さ



れるので周囲の酸素濃度が減り、酸素センサーが感知するしくみになります。このようにしてグルコースの濃度を測ることができます。この方法が割合うまくいったので、次は尿素を分解するウレアーゼを使って、同様のセンサーを研究しています。酵素は生き物ですが、プラズマ重合膜内で生き続け、寿命は2ヶ月程度です。

プラズマ化学の将来性は無限

—— プラズマ化学の将来展望についてはいかがですか？

穂積 将来性は無限と言ってもよいでしょう。半導体以外に例えば繊維、プラスチック、金属材料、粉体、食品、化成品、電子機器類等、表面のデリケートなものを扱う分野で、今後10年のうちに大きく伸びるであろうと思います。最初のアイデアはアメリカから出て来ましたが、仕上げたのは日本で、プラズマ化学に携っている人口も、日本がトップです。

—— プラズマの魅力とはどんな点でしょうか？

穂積 化学反応の原動力として電子エネルギーを使っていることです。私はエレクトロニクスがとても好きですので、プラズマという化学とエレクトロニクスの融合の世界は、大変エキサイティングなものでした。恐らくこんなにうまく化学とエレクトロニクスが密着して成果を挙げた科学はかつてなかったと考えています。

—— 最後に、サムコについて一言お願いします。

穂積 この領域は刻々と変化していくものですから基礎、応用面における情報・動きに素早く対応するということが必要でしょう。今までは研究開発型の企業として成功されてきましたが、今後は定着部門と先行部門との複合の技術集団を作って同業他社と一味違う知識集約型の中堅企業を目指して下さい。

A·la·carte

SAMCO **さんぽ**ing

「伏見の銘酒」

サムコ本社がある伏見は、日本酒の代表的産地として灘の酒と並んでよく知られています。なじみのある銘柄が40種余りズラリと並び、それぞれに特色のある味を楽しませてくれます。伏見での酒造りはそれほど古くなく、秀吉が伏見城を築き、伏見の町が城下町になってからだと言われています。そんな伏見の酒の中で、創業三百年という最古の歴史を誇り、今も手造りの酒を受け継がれている清酒「月の桂」の増田徳兵衛商店の増田氏に色々お聞きしました。

「現在では技術の進歩で一年中日本酒を楽しむことができますが、本来、酒には四

季、いわゆる旬があって、季節性というものを一番に酒造りをしています。私のところでは今だに手造りで、厳冬の冷たい空気の時期のみに仕込みをしています。また、個性ある酒造りということで、日本初の試みなのですが、生酒の中でも最も短期間に行けるにがり酒の開発から10年もの間瓶の中でねかした10年古酒というもので、「古き伝統の中にも新しきものあり」という展開もあるのです。」と伝統と個性ある酒造りの見事な調和について話されています。今年、フランスのボジョレーヌーボーに合わせて11月に蔵出しされる新酒の仕込みがもう始まっていました。弊社の中にも新酒が出るのをまだかまだかと待っている人がいますが、あの何とも言えない季節の味わいを皆様も一度試されてはいかがでしょうか？これからも、特色ある伏見の銘酒について紹介していきたいと考えています。



海外レポート

海外代理店だより

今回は、インド、ニューデリーにある代理店 Vico Scientific Sales Private Ltd. の社長 Ved Prakash 氏から、インドでのサムコ製品の評判についてのレポートです。

サムコという名前は、この4年間でインドの科学者、研究者に知れ渡り、大変な人気を得ています。サムコのCVD装置は、その性能、使い易さ、価格で他のメーカーを大きく引き離し、国立研究所、民間エレクト



▲Ved Prakash 社長

トロニクスメーカー等多くのユーザーを獲得しています。

現在もいくつかの商談が進行中で、必ず成立すると確信しています。昨年いただいた最優秀代理店の栄誉に答えて、今後もサムコ製品の販売促進に努めたいと思います。

アモルファスカーボン膜の作成とその応用 (技術開発室)

はじめに

アモルファスカーボン膜やダイヤモンドライク膜(DLC)は主にオプトエレクトロニクスデバイスやそれらの関連の光学製品の表面の保護、絶縁、無反射化等に用いられている。アモルファスカーボン膜は既に太陽電池、航空機用の赤外線光学器、複写機の光検出器、光ファイバー、レーザー光学機器そして光ストレージディスク等に用いられている。また、アモルファスカーボン膜の利用にあたって膜のストレスや基板への接着性の改善に多くの研究がなされている。

以下は小型のプラズマCVD装置を使って、硬くて付着性のある不透明なアモルファスカーボン膜をシリコン基板上にて堆積した結果である。得られた膜は、ESCAによる表面分析では膜中に電極や反応器からのスパッタリング効果による金属汚染は認められなかった。膜は、ピッカース硬度2000~3000(kg/mm)で高速成膜が可能で、剝離テストや付着性テストにも十分耐えることが判った。

1. アモルファスカーボン薄膜の作成

図1はa-C:H膜(水素化アモルファスカーボン)の堆積に使用されたサムコ製プラズマデポジション装置モデルPD-10をSelf-Bias方式に改造し、使用したものの構成図である。3インチシリコンウェハはシャワーヘッド陽極の下部の陰極の上に置く前にモデルUV-1ドライストリッパーにより270°Cにて20分間クリーニングし、表1の条件下で実験を行った。

表1.

Table 1. a-C:H Deposition Conditions

RF Power	: 200 ~ 300 Watts
Pressure	: 0.2 ~ 0.3 Torr
Sub. Temp.	: ~ 350°C
Monomer	: Hydrocarbon (C ₁ -C ₈)
Depo. Time	: 5 min.
Depo. Rate	: 800 ~ 860 Å/min.

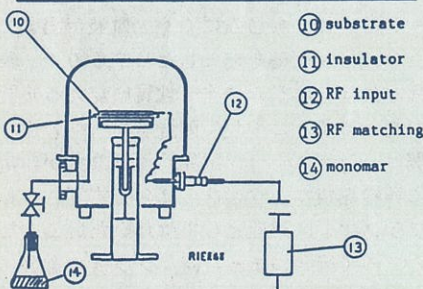


図1. SAMCO Plasma system (Self-Bias法)

堆積 a-C:H膜は、米軍規格NO.MIL-C-675Aの耐傷性テストにより試験された。測定の前荷は2700 g/cm²で、2.5cmのストロークで25回行った後の傷は目視及び顕微鏡下でも確認されなかった。膜の表面硬度をマイクロピッカース硬度計によって測定の結果、硬度はHv2000~3000 kg/mm²に達することが判った。また、スコッチテープによる剝離性テストでも膜は剝がれなかった。

図2は、0.2Torr、250°CそしてRF電力200Wにおけるa-C:H膜のESCAによる分解を示している。スペクトルには炭素(95at.%)そして酸素(5.2at.%)のみが表れている。結果からわかるように酸素は、堆積後の大気吸着により膜中に取り込まれたものと考えられる。水素はESCAでは測定できず、FTIRにより測定し、吸収スペクトルからCH₂、CHなど多量(10~20 atm%)の水素が膜中に含有していることが判明。我々はこの分析から電極表面やベルジャーからのスパッターによる汚染は極微量であると結論する。将来は、硬くて透明な膜が得られる堆積条件とともに、膜厚とともに増大する内部ストレスの低減法について、電気抵抗、耐化学性についても研究するつもりである。

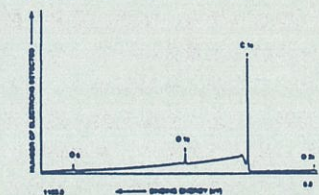


図2. ESCA spectrum for a-C:H film deposited at 0.2 Torr, 250°C, 300s

2. a-C:H膜の応用

①無反射保護膜のコーティング分野

・航空機の赤外検出器
a-C:H膜の化学的不活性と高耐傷性は砂や海水にさらすような苛酷な雰囲気に対応することができる。2000Åの膜は砂の浸食を減じ、耐傷性を10倍に上昇させる。それらは空気中で400°C以上、真空中で600~900°Cまで安定している。また、Zn Sn、ZnSeのような光学窓を雨や塵、そして化学的浸食から保護する能力を持っている。

・太陽電池

a-C:H太陽電池の変換効率を1/4波長の膜厚のa-C:H膜をその上にコーティングすることにより向上させることに成功している。

②非無反射コーティング分野

・ゼロックスの光検出器のコーティング
アモルファスシリコンカーバイドやアモルファスシリコンナイトライドに比べて外部活性種に対してより良い保護性があることが紹介されている。

・光ファイバー

緻密なa-C:Hコーティングはガラス光ファイバーの水蒸気と応力腐食による強度損失を減少するためのハーメチックコーティングに使われている。

・レーザー光学部品

オプティカルエレメントの透過率の改善で、中級パワー炭酸ガスレーザーの応用が報告されている。損傷しきい値は110~280MW/cm²(50 ns pulses)であり、低パワーレーザー応用もまたa-C:Hの保護膜が有効である。

・オプティカルデータストレージディスクのコーティング

オプティカルストレージ用Te被膜ガラスディスクを1000Åのカーボン膜のダイレクトイオンビーム蒸着によって保護することが報告されている。

③X線用窓

・エネルギー分散X線分光器と蛍光X線分光器の窓材のコーティング

SEMICON JAPAN '83

SEMICON

J a p a n

11月24日~26日 東京国際見本市会場 (晴海)

■弊社出展場所■ 新館2号館 No.2-111 (今年は南館から新館へ移動致しました。)

《出展機種》

●マルチチャンバーECR装置 - 新製品 - Model PDM-303ER

1台で複数のプロセス処理が可能。ECR方式の他各種 CVDプロセスを採用。

●UV&OZONE ストリッパー/クリーナー Model UV-300

●リアクティブイオンエッチング装置 Model RIE-10N

●バレル型プラズマ処理装置 Model PM-600