

# 日立製作所の思い出

株式会社 日立製作所



# 日立製作所

## 研究所の名称変更

横浜研究所→生産技術研究所→横浜研究所



## 横浜研究所

日立製作所 横浜研究所 生産技術研究所 (戸塚区 吉田町)



# 生產技術研究所



**生產技術研究所**

**中棟**



# 生產技術研究所 新棟



**生產技術研究所**

**新棟**



戸塚駅から柏尾川を臨む



戸塚駅



戸塚駅



戸塚駅



日立製作所 生産技術研究所(横浜研究所)



日立生研部課長懇親会 身延山参拝記念 於 久遠寺 S59. 8. 26







職場の仲間たち



英語研修





# アメリカ 学会発表

## 於 ワシントンDC





学会(ACS)発表会場



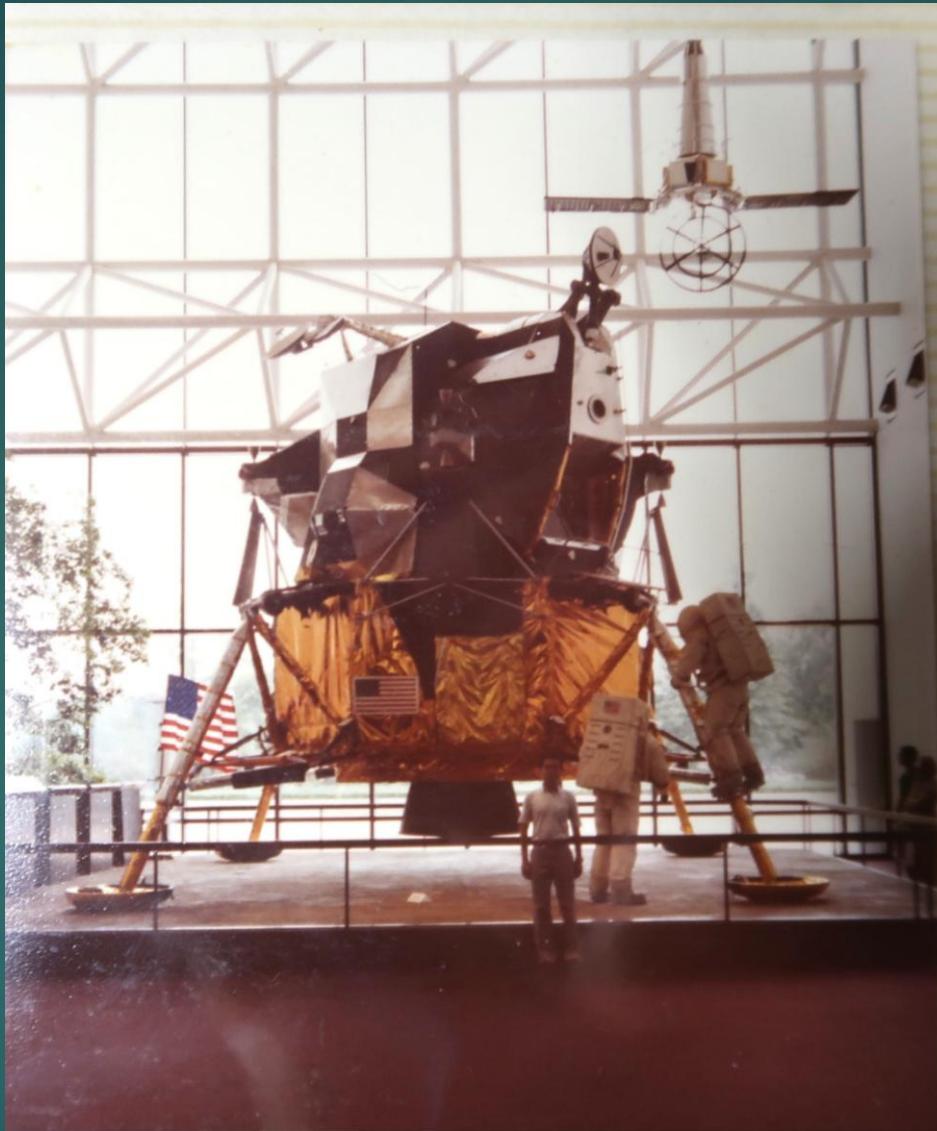
ワシントン 宿泊した巨大ホテル



ワシントン ホテルのロビー



ワシントン公園 遙かに国会議事堂



スミソニアン博物館 アポロ



ワシントン スミソニアン博物館



# ワシントンモニュメント

ワシントン記念塔

Washington Monument



ワシントンモニュメントに上りました



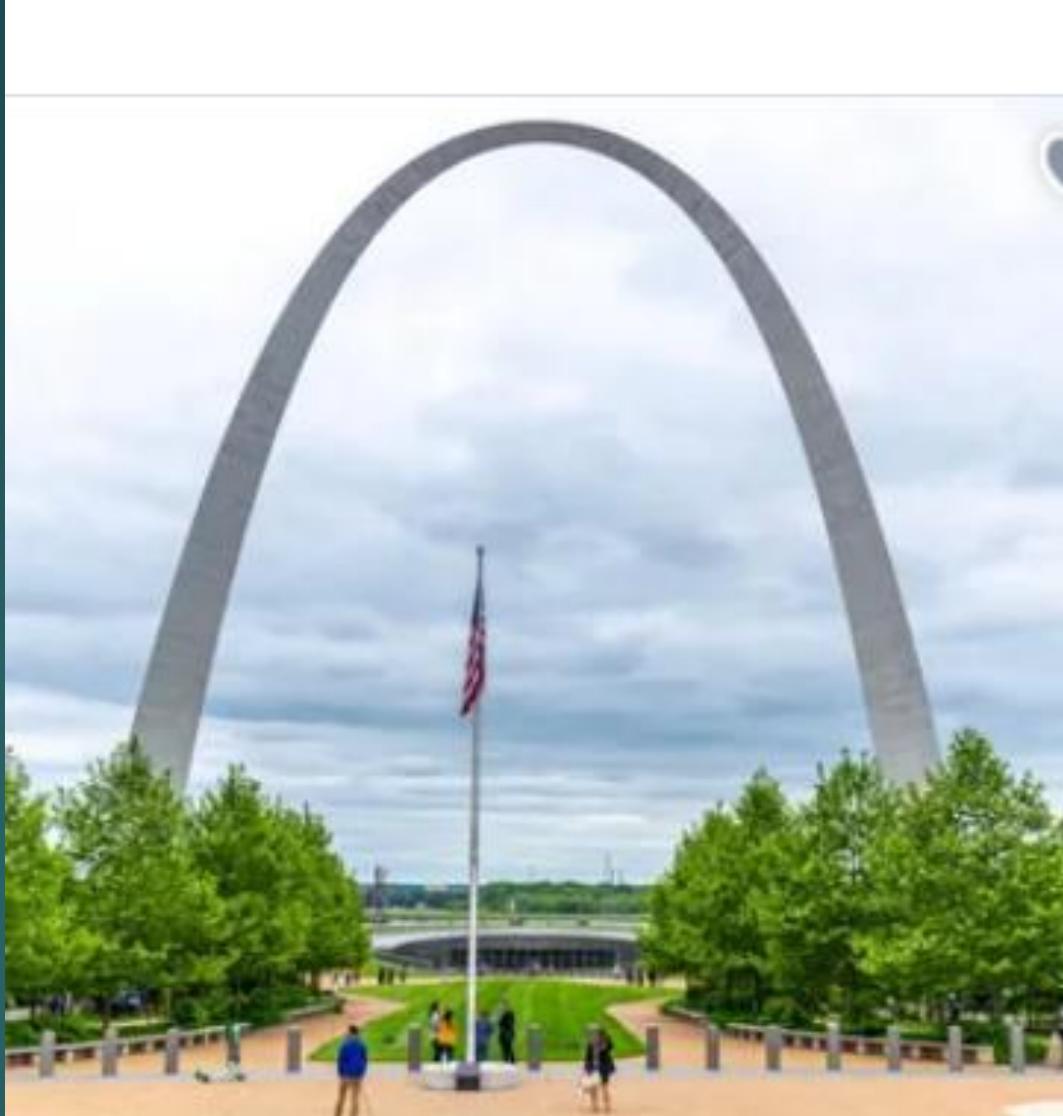
リンカーンメモリアル



**エンパイアステートビル**



ゲートウェイアーチ  
カージナルス フッシュ・スタジアム  
セントルイス



セントルイス・アーチ



ゲートウェイアーチ頂上展望台



ミシシッピー河 クルーズ



応用物理学会 学会発表 フラットディスプレー

# 高性能材料と新プロセス技術

特殊なポリウレタン材料と、新しいプロセス技術の採用により、低密度でしかも高強度の断熱サンディング構造体が、一工程で成形できるRIM(Reaction Injection Molding)技術を他社に先駆けて開発した。この技術はすでにルームエアコン部品に適用されており、著しい生産性の向上を実現するとともに、製品の断熱性能と信頼性の向上に貢献している。今後、各種断熱部品への適用拡大が期待される。

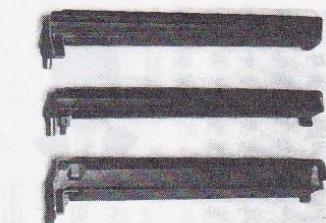
ポリウレタンRIMは、発泡剤、触媒等を配合した主剤と硬化剤の二液を高压衝突混

合し、密閉された型内で発泡硬化するプラスチック発泡体の成形法であり、図に示すような高密度表皮(スキン層)をもったサンディング構造体が一工程で成形できる特徴がある。

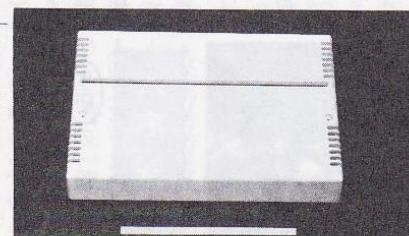
しかしRIMの実用化例はこれまで自動車のバンパーを中心とした高密度半硬質の分野に限られていた。低密度硬質RIM技術が発展しないの動性に優れた材料がなかったこと、表面性状の良い成形品

を得るためのプロセス技術が確立されていなかつたためで、これに対し当グループではポリウレタン発泡体のも優れた断熱性に着目し、低密度化RIMの研究を行なった。この結果、高強度、高耐熱を与える素材と、流动性を低下せずに反応を促進できる触媒を用いた新材料を開発すると同時に反応を促進できる触媒を用いた新材料を開発するところである。

## —担当者の話—



ルームエアコン用断熱部品



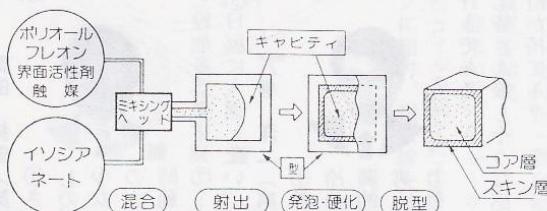
電算機端末ハウジング

RIM製品

# 新しいRIM技術の開発に成功

## —高強度で断熱性に優れた

## サンディング構造体—



RIMの成形原理

とともに、成形プロセスを工夫することにより表面性状向上する技術を確立した。得られた成形品は断熱性に優れており、強度は従来のRIM材料に比べ飛躍的に高い値を示す。この技術は、現在ルームエアコン用断熱部品に実用化中で、上記部品の生産性向上、断熱性、信頼性の向上に貢献している。引き続き、各種電

応の促進とスキン層のボイドレス化はその両立が難しく、最後までその解決に手間取ったが材料、プロセスの両面から化学屋と機械屋が一体となつて取り組むことにより解決することができた。今後は更に技術レベルの高い製品の開発を取り組む所存である。

(二・五G 後藤、日良、都竹、藁谷、飯田、中村)

## 特称発令さる

兵藤氏、栗根氏参事に

昭和五七年度特称昇格が五  
月一日付で発令され参事

名、参事補四名、副参事一  
名の方に昇格された。

兵藤良博(第一部主管研究

員)

栗根洋(主任研究員)

中川宣雄(

主任研究員)

山口博司(

主任研究員)

藤田毅(第二部二・三G  
研究員)

日良康夫(第二部一・五G  
研究員)

河野通長(開発部開一G技  
師)

岡安宏真(開発部開三G技  
師)

岩村亮二(加工技術セント  
ラル研究員)

落合雄二(加工技術セント  
ラル研究員)

佐藤了平(

主任研究員)

岸本宗久(信頼性センタ  
ル研究員)

佐伯良徳(試作課技術係主  
任)

事補

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

主査

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

主任研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工一G主任研究

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G主任研究

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工一G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

工二G研究員

栗根洋

池上昭

松本義雄

室岡秀保

大成尚

小泉光義

鈴持秋広

研究員)

成物

岡 齋 (22研)  
菊地 廣 ("")  
▽銅の表面処理剤  
岡 齋 (22研)

永山 瞳 (信2研)  
池田 稔 (31研)  
▽ウェハ位置決め装置  
▽高機能組立ロボット技術

奥平弘明 (22研)  
岡 齋 (22研)  
▽コンピュータ用光ディスク  
轉写技術

田中 勇 ("")  
渡部 真貴雄 ("")  
岡 齊 ("")  
▽高密度多層セラミック基板  
用メッキプロセスの開発

富沢 明 ("")  
岡 齊 (22研)  
▽高対熱T/Cパッケージと局  
所加熱法の開発

杉本浩一 (13研)  
毛利峻治 ("")  
荒川信一 ("")  
坂上志之 ("")  
的場秀彰 ("")  
磯部光庸 (14研)  
二宮隆典 (34研)  
赤岩正康 (開1設)  
▽大容量メモリ試験設備の開  
発

青木信彦 (信3研)  
今井啓二 ("")  
堀野 寛 ("")  
川口郁夫 ("")  
新居崎信也 ("")  
笠井重徳 ("")  
山口和夫 ("")  
林 良彦 ("")  
押田良忠 (31研)  
芝 正孝 ("")  
牧平 坦 (34研)  
川合恒男 ("")  
▽R I M技術の軽量断熱構造  
体への適用・実用化

後藤昌生 (工1研)  
日良康夫 ("")  
藁谷研一 ("")  
飯田 誠 ("")  
都竹 進 (23研)  
横野 中 (信2研)  
▽高速高感度レーザーラマン分  
析装置の開発

奥平弘明 (22研)  
岡 齊 (22研)  
▽ウェハ平坦化および平坦度  
検出技術

見坊行雄 (31研)  
中川泰夫 (34研)  
吉村和士 ("")  
▽ペレット外観自動検査装置  
の開発

田中 勇 ("")  
渡部 真貴雄 ("")  
小林敏男 ("")  
須藤亮一 ("")  
三輪広明 ("")  
横野 中 (信2研)  
▽半導体シリコンウェハ精密  
加工技術

藤沢政泰 (工3研)  
中村孝雄 ("")  
赤松 潔 ("")  
▽プリント基板部品挿入機  
(H I S E R T III・IV) の  
開発

川名 武 (12研)  
浅野敏郎 (14研)  
前田俊二 (34研)  
▽N C複合加工機における異  
種部品連続生産方式

田中 昇 (11研)  
土屋 昇 ("")  
矢野 健 (開2設)  
成機

大橋敏二郎 (12研)  
森 佳治 (21研)  
大島良正 (34研)  
▽原子炉一次冷却水用導電率  
計測装置の開発

平塚 豊 (24研)  
岡本 明 ("")  
▽ウェットエッチ終点検出技  
術とその装置

佐藤 黙 ("")  
秋元文之 (技術計算室)  
▽試作課業務の機械化  
の確立

横塚浩一 (試作課)  
岩田俊雄 ("")  
南雲庄司 ("")  
渡部謙三 ("")  
新田峰子 ("")  
▽M I - 一八〇導入と運営体制

24研  
工2研  
22研  
信4研  
試作課

宇都幸雄 (31研)

▽900MH & 小形厚膜V C  
Oの開発

川本和民 (信1研)

▽新居崎信也 (信3研)

佐々木繁 (信1研)

▽コンピュータ用光ディスク  
轉写技術田中 勇 ("")  
渡部 真貴雄 ("")  
岡 齊 ("")  
▽高密度多層セラミック基板  
用メッキプロセスの開発富沢 明 ("")  
岡 齊 (22研)▽高対熱T/Cパッケージと局  
所加熱法の開発坂口 勝 ("")  
大島宗夫 ("")  
村田 夏 ("")  
▽高速ウェーブ放電加工技術の  
開発大島宗夫 ("")  
坂口 勝 ("")  
村田 夏 ("")  
▽画像処理ソフトウェアモジ  
ユールの蓄積と活用鈴木靖夫 (工3研)  
鈴木高道 (企画室)▽V T R磁気ヘッドコア巻線  
機の開発山口泰広 (32研)  
鈴木高道 (企画室)▽フレキシブル巻組線要素技  
術鈴木靖夫 (工3研)  
鈴木高道 (企画室)▽プリント基板部品挿入機  
(H I S E R T III・IV) の  
開発中村孝雄 ("")  
赤松 潔 ("")  
▽半導体シリコンウェハ精密  
加工技術藤沢政泰 (工3研)  
中村孝雄 ("")  
赤松 潔 ("")  
▽V T R磁気ヘッドコア巻線  
機の開発川名 武 (12研)  
浅野敏郎 (14研)  
前田俊二 (34研)  
▽プリント基板部品挿入機  
(H I S E R T III・IV) の  
開発和才清隆 (開1設)  
川名 武 (12研)▽フレキシブル巻組線要素技  
術鈴木靖夫 (工3研)  
鈴木高道 (企画室)▽フレキシブル巻組線要素技  
術川名 武 (12研)  
矢野 清 (開1設)▽フレキシブル巻組線要素技  
術鈴木靖夫 (工3研)  
鈴木高道 (企画室)▽フレキシブル巻組線要素技  
術川名 武 (12研)  
矢野 清 (開1設)▽フレキシブル巻組線要素技  
術鈴木靖夫 (工3研)  
鈴木高道 (企画室)▽フレキシブル巻組線要素技  
術川名 武 (12研)  
矢野 清 (開1設)▽フレキシブル巻組線要素技  
術鈴木靖夫 (工3研)  
鈴木高道 (企画室)▽フレキシブル巻組線要素技  
術

金田愛三 (工1研)

矢野 健 (開2設)

高須捷彦 (総務課)

石平和雄 ("")

渡辺 真 (技師長)

▽奨励賞

伏見 智 ("")

吉村和士 ("")

広井高志 ("")

齊藤哲谷 ("")

一ノ瀬敏彰 ("")

浜田利満 ("")

シャーロット・リン

中川泰夫 (34研)

▽優秀賞

中島良雄 (企画室)

松山治彦 (23研)

藤田保宏 (開1設)

▽努力賞

西 隆之 (組合)

小川恒雄 ("")

和才清隆 (開1設)

川名 武 (12研)

▽努力賞

荒井良尚 (11研)

江口欣也 (24研)

浜田利満 (34研)

佐々木繁 (信1研)

▽優秀展示賞

前田幸男 (工3研)

岩田俊雄 (試作課)

田中大志朗 (総務課)

佐々木繁 (信1研)

▽優秀賞

リーダム

松山治彦 (23研)

▽優秀賞

中村省三 (工1研)

漆原 武 (開2設)

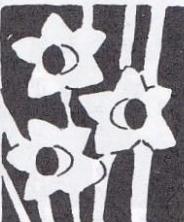
M I 運動関係

## 事業所事務賞

## 事業所ノウハウ賞

## M I 運動関係

## 安全衛生関係



形注や、にてい内ブレ  
・目惑材

# 日本材料学会 「技術賞」を受賞

飯田 誠氏

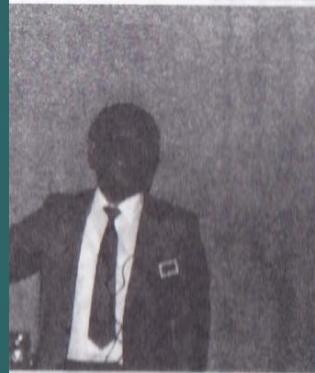
後藤 昌生氏

横野 中氏

日塵 唐宋用

薦谷 研一

稻垣 晃（第三部31研究室  
研究員）  
佐野秀造（第三部32研究室  
研究員）



## 特許講演会を開催

関し、工学的・工業技術的に貢献度の高い技術に対して贈られるものである。

授賞対象技術は、「高強度・高耐熱硬質ポリウレタンの反応射出成形技術の開発と低密度発泡構造体への適用」と題するものである。

この技術においては、反応射出成形、いわゆるRIMによる低密度発泡構造体について、その特性に関する理論的展開と詳細な基礎実験に基づき、最適な力学特性を付与するための構造設計指針ならび等三社に技術供与されている。

この技術は、軽量・断熱構造体の新しい応用分野を開くものとして斯界に貢献するところが大であると評価され、今回回の授賞に至ったものである。

なお、本技術は、旭化成のエアコン用断熱構造体、神戸の端末用ハウジングに実用されており、社外にも旭硝子㈱等三社に技術供与されている。

木  
占  
算

2003

9

No. 247



2003年所長方針

グローバル企業をめざした  
世界一の超モノづくり技術の追及

## 液晶表示装置用バックライト光学設計技術を開発 - i-engineeringを通じた技術外販に展開中 -

液晶表示装置用バックライトの3次元光学シミュレータを開発し、試作前に輝度分布最適化を行うことにより開発期間の短縮を可能とした。本技術は、**日立DD**において量産適用し、さらにi-engineeringを通じた外販を行っている。

液晶表示素子は、自らは発光せず偏光を利用した光シャッタ効果により画像を表示する。ノートPC等の高度な画質が要求される製品では、バックライト内蔵の透過型液晶表示装置が用いられている。液晶表示装置の高輝度化、広視野角化、高コントラスト化を実現するため光源であるバックライトの高輝度化に対する要求が高まっている。

これに対して**日立DD**では、1998年より従来の印刷ドットを形成した方式に比較して、輝度を30%程度向上させることができないマイクロドット式(スタンバ式)バックライトを商品化し、高輝度化の要求に対応した。**日立DD**では、光学設計とスタンバ加工を担当し開発に貢献した。マイクロドット方式は輝度が高いだけでなく、インクを用いないことから量産コスト削減やリサイクル性向上などの効果もあり、現在広く使われるようになっている。

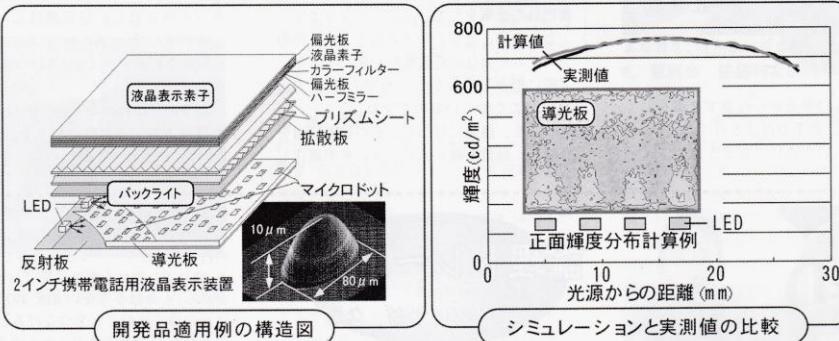
バックライトの開発過程においては、多数の試作を行い輝度分布の最適化を行っていた。しかし、多品種生産や製品投入サイクル短縮等の要求から、開発期間短縮が重要となり、試作前の輝度分布最適化を可能とするシミュレータを**日立DD**で開発した。本シミュレータは、光源特性、導光板形状、光反射用ドット密度分布(ホトマスク作成用のマイクロドット配列CADと連動)、プリズムシート等の周辺部材を入力設定し、モンテカルロ法を併用した光線追跡法によりバックライト全体のシミュレーションを行わせる事が可能である。シミュレーション結果は、5%程度の誤差で実測値と一致しておりシミュレータの有効性を確認した。

既存の光学シミュレータは、レンズ系や照明系などの計算を行う目的で開発されており、バックライトのシミュレーションは困難

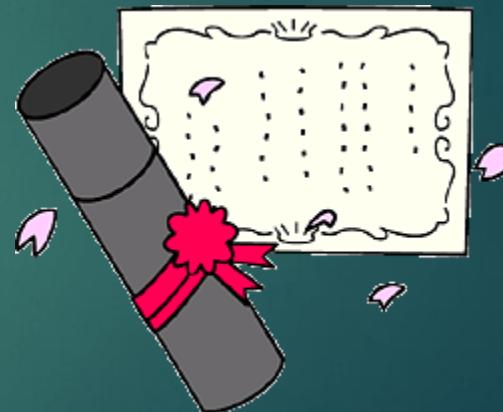


▲開発担当者：左から日良氏、谷口氏

である。本シミュレータは、実際にバックライト開発を行った経験にもとづいた実用的な設計ツールとなっている。**日立DD**などの関連会社3社においてノートPC、携帯電話の液晶表示装置用バックライトの設計に利用されている。また、依頼元である**日立DD**、**日立VD**と共同で日立製作所外販窓口であるi-engineeringを通じて、バックライト設計ツールとして外販中であり、既に数社に導入されている。



# 讲影盾

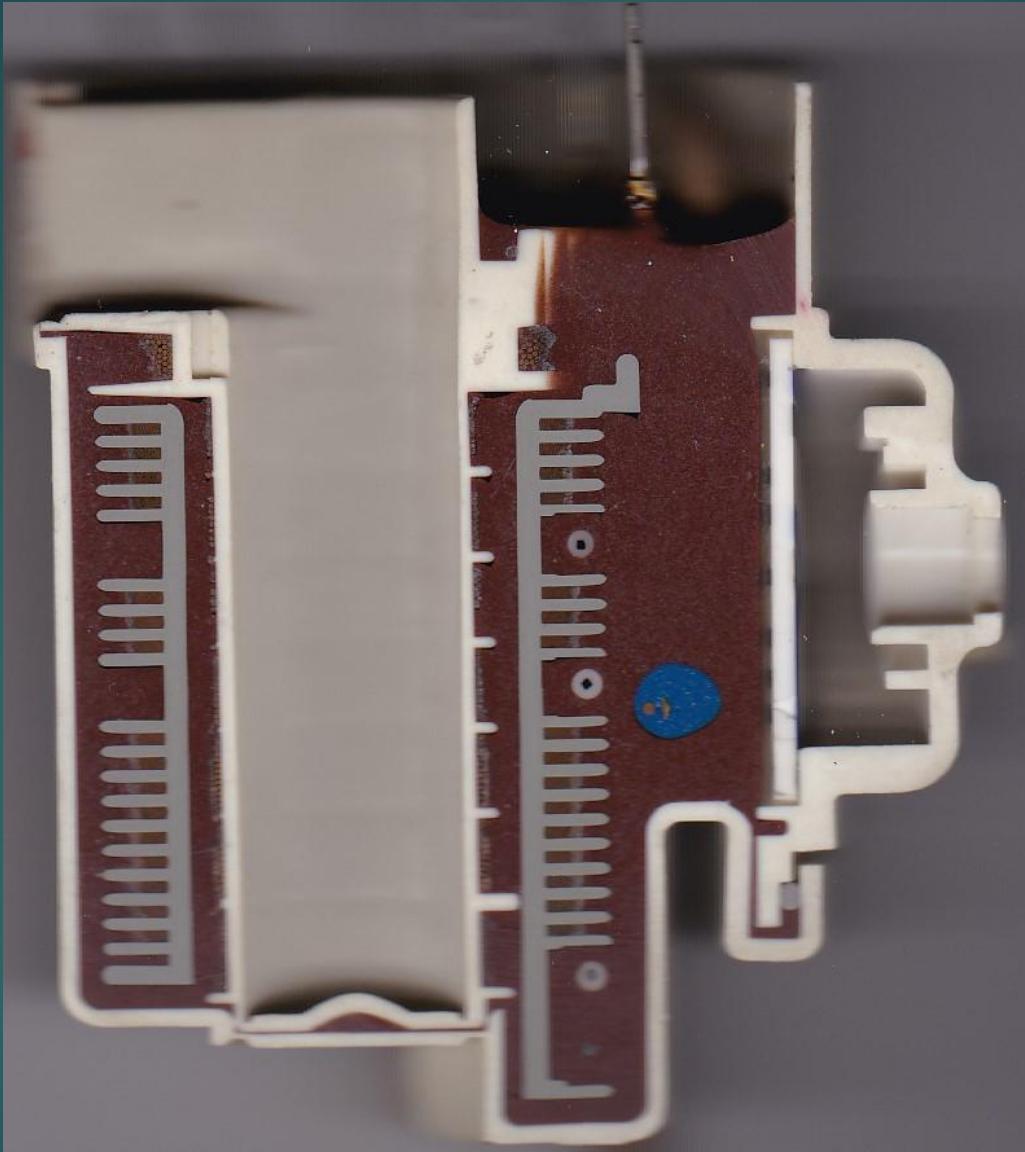


# 特許賞 の盾



カラーテレビ フライバックトランジスタの製造方法

50 mm



カラーフライベックトランスの断面

# 特許賞 の盾



## 薄膜磁気ヘッドの製造方法

# 学会賞 の盾



## リアクションインジェクション技術

おしゃれ

# 投稿論文

低損失 As-S 薄膜光導波路の形成とマイクロ  
グレーティングへの応用

日良 康夫・佐藤 秀己・金田 愛三

「光学」 第16巻 第11号 (1987) 別刷

## 研究

低損失 As-S 薄膜光導波路の形成とマイクロ  
グレーティングへの応用

日良 康夫・佐藤 秀巳・金田 愛三

(株)日立製作所生産技術研究所 〒244 横浜市戸塚区吉田町 292

(1987年2月10日受理)

Preparation of the Low Loss As-S Thin Film Waveguides  
and Its Application to Micrograting

Yasuo HIRA, Hidemi SATO and Aizo KANEDA

Production Engineering Research Laboratory, Hitachi, Ltd.,  
292, Yosida, Totsuka-ku, Yokohama 244

The preparation of low loss As-S glass thin film waveguides and its application to the micrograting fabricated by electron beam-induced refractive index change are presented. It is observed the compositions of evaporated As-S films are poorer about 8 mol% in arsenic than the bulk glasses. Low loss waveguides are obtained by evaporation of As-S bulk glass whose content of sulfur are higher than the stoichiometric composition i.e. As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>. The films which content of sulfur are less than As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> indicate large propagation loss, on account of light scattering by heterogeneous components, As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, As, As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> produced in the films during evaporation. The richer sulfur content of the film, the larger refractive index increments due to electron beam irradiation are obtained. The micrograting fabricated by electron beam direct writing exhibited high diffraction efficiency of about 80%, and the diffraction angle agreed with the theoretical value, 15 deg.

## 1. まえがき

カルコゲナイトガラス薄膜に電子線あるいは、吸収端近傍の波長のレーザー光を照射することにより生じるアモルファス構造の変化は、光学特性とくに屈折率の変化を伴うため、これを利用した導波路型光学素子の検討がなされている<sup>1-4)</sup>。とくに電子ビーム直接描画法による屈折率分布型光学素子の形成法は、機械加工、ホトリソグラフィー法、あるいはイオン交換法による光学素子の形成法に比較して、製造プロセスが簡単でしかも微細なパターンが得られることから、グレーティング<sup>5-7)</sup>、導波路型レンズ<sup>8)</sup>等への応用が検討されている。

カルコゲナイトガラスのうち As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> は、光吸収端波長が約 600 nm と短波長であり、1 μm 以上の光に対する透過率が高いことから光通信用デバイスに用いる光導波路材料として優れている。しかし As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> は真空蒸着

時に生成する As-S クラスターが再結合し、As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>、S などの不均一成分が生成しやすく、低損失の光導波路が得られにくいという欠点がある。

本研究では、As と S の組成比の異なる As-S バルクガラスを蒸着源として硫化ヒ素薄膜を形成し、均一性、光透過性に優れた光導波路が得られる条件を検討するとともに、電子ビーム照射による屈折率変化を定量化し、これに基づいて反射型マイクログレーティングの試作を行なった。この結果、化学量論組成なわち、As<sub>2</sub>S<sub>3</sub> に比較して S 含有率を大にすることにより均一性、光透過性に優れた光導波路が得られることを明らかにした。また上記薄膜に電子ビーム直接描画法で形成した格子間隔 1.0 μm のグレーティングに He-Ne レーザー光(λ=0.6328 μm) を入射したところ、理論値通りの回折角となり、高効率のマイクログレーティングの形成が確認された。

## 2. 試料の作製および実験方法

### 2.1 As-S バルクガラスおよび薄膜の作製

As-S ガラス（4種）は高純度 As (5N) と S (5N) を所定のモル比（As: 2に対して、S: 2.8, 3.0, 3.3, 3.56）に秤量し、バイレックスのアンブルに  $6 \times 10^{-4}$  Pa の真空中で封入し、650°Cで10時間溶融攪拌させた後、アンブルを水冷することにより得た。このインゴットは、 $\text{As}_2\text{S}_{2.8}$  および  $\text{As}_2\text{S}_{3.0}$  が赤色透明、 $\text{As}_2\text{S}_{3.3}$  と  $\text{As}_2\text{S}_{3.56}$  が淡橙色透明であり、全体が均一なガラスであることをX線回折がハローパターンのみしか示さないことを、破断面がガラス状であることより確認した。

As-S ガラス薄膜光導波路は、 $0.5 \mu\text{m}$  厚の熱酸化膜 ( $\text{SiO}_2$ ) のクラッド層を形成した Si 基板上に、上記4種の As-S バルクガラスを蒸着源とし、抵抗加熱方式の真空蒸着装置を用いて形成した。条件はいずれも真空中  $3 \times 10^{-3}$  Pa、蒸着速度  $1.5 \text{ nm/s}$ 、基板温度  $30 \sim 40^\circ\text{C}$  であった。

### 2.2 As-S 薄膜の分析方法

As-S ガラス薄膜の As と S の組成比は、EDAX (energy dispersive analysis of X rays, Philips, EDAX 707 B) を用いて測定した。組成を定量化するに当たり、標準試料として  $\text{As}_2\text{S}_4$ ,  $\text{As}_2\text{S}_{2.8}$ ,  $\text{As}_2\text{S}_{3.0}$ ,  $\text{As}_2\text{S}_{3.3}$ ,  $\text{As}_2\text{S}_{3.5}$  および  $\text{As}_2\text{S}_{3.6}$  のバルクガラスを用いた。As はX線エネルギー  $1.282 \text{ keV}$  の  $\text{La}$  線、S は  $2.307 \text{ keV}$  の  $\text{K}\alpha$  線に着目し、上記特性X線の強度比 ( $\text{S}_{\text{K}\alpha}/\text{As}_{\text{L}\alpha}$ ) と S/As 元素の重量濃度の関係を検討した。 $\text{S}_{\text{K}\alpha}/\text{As}_{\text{L}\alpha}$  と S/As 重量濃度は  $\text{As}_2\text{S}_{2.8}$  で直線関係にあり、得られた薄膜の  $\text{S}_{\text{K}\alpha}/\text{As}_{\text{L}\alpha}$  測定値より As と S の組成比を求めた。

薄膜中の不純物、不均一成分に関しては、レーザーラマン分光分析装置（試作装置、レーザー光:  $676.4 \text{ nm}$  ( $\text{Kr}^+$ )、出力:  $40 \text{ mW}$ 、後方散乱配置）、X線回折装置（Philips, victron 660, PW-1050/1390型、 $40 \text{ kV}$ ）を用いて分析した。

### 2.3 電子ビーム照射法

ベクタースキャン方式の電子ビーム描画装置（エリオニクス、ERE 301型）を用いた。照射条件は、加速電圧  $15 \text{ kV}$ 、電子線電流  $1 \times 10^{-9} \text{ A}$ 、電子ビーム径  $0.25 \mu\text{m}$  照射電荷量  $7 \times 10^{-4} \sim 7 \times 10^{-3} \text{ C/cm}^2$  とした。

## 3. 結果および検討

### 3.1 成膜時の組成変化と得られた薄膜の光透過性

As と S の組成比が異なる4種の As-S バルクガラスを用いて真空蒸着法により光導波路を形成した。原料

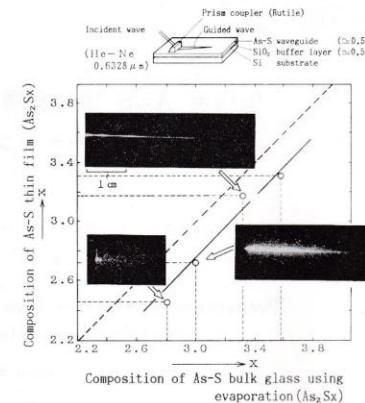


Fig. 1 Relationship between the composition of bulk glass and evaporated thin films for As-S.

組成と得られた薄膜の組成の関係を Fig. 1 に示す。両者はほぼ直線関係にあり、S 含有率の大きな As-S ガラスを用いるほど得られた薄膜の S 含有率も大となる。ただし薄膜の As と S の組成比と、原料ガラスの組成比間でかなりのずれがあり、薄膜組成のほうが原料ガラスの組成よりもいずれの場合もモル比で約 8% S 含有率が小さい。

蒸着時の組成変化に関する検討結果は次節で詳しく述べる。

得られた As-S 薄膜にプリズム（ルチル）カップリング法により He-Ne レーザー光 ( $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$  TE<sub>0</sub> モード) を導波し、光透過性を検討した。Fig. 1 に示した導波光の写真において、ストリークが長くのびている膜ほど均一性、光透過性の良い導波路である。蒸着膜（1）（組成:  $\text{As}_2\text{S}_{2.46}$ ）のように As 含有率の高い膜の場合、プリズムでのカップリング効率が低く、また導波された光の散乱が多く伝播損失は大きめで大きい。これに対して S 含有率の大きな膜は散乱が少なく光透過性が良く、とくに硫化ヒ素ガラスの化学量論組成である  $\text{As}_2\text{S}_3$  より S 含有率の高い蒸着膜（3）（4）（組成:  $\text{As}_2\text{S}_{3.17}$ ,  $\text{As}_2\text{S}_{3.32}$ ）は、いずれも良好な光透過性を示した。

Fig. 2 は光学ギャップ近傍の吸収係数  $\alpha$  を示したものである。光学ギャップは、S 含有率の高い膜ほど大きく、薄膜（1）（2）（3）（4）はそれぞれ  $2.27, 2.32, 2.38, 2.42 \text{ eV}$  であった。

プリズムカップリング法により導波した光の伝播距離

(3)(4)) パルクガラスに近い低損失の光導波路が得られることがわかった。

### 3.2 As-S 蒸着膜の光透過性低下原因

**Fig. 3** に As-S 蒸着膜の光学顕微鏡写真を示した。薄膜中には不均一成分の生成がみられ、その量は As 含有率の高い膜ほど多い。黒色グレインの数は、蒸着膜(1)の場合約 20,000 個/mm<sup>2</sup> であるのに対し、蒸着膜(4)の場合 200 個/mm<sup>2</sup> 程度である。黒色グレインの周囲に針状結晶がみられた (Fig. 6)。伝播損失と薄膜の不均一性とはよく対応しており、不均一な膜ほど伝播損失が大きい。

**Fig. 4** に蒸着膜とパルクガラスの X 線回折パターンを示した。As<sub>2</sub>S<sub>3</sub>, As<sub>2</sub>S<sub>5</sub> パルクガラスの回折パターンは、アモルファス構造に起因するハローパターン (ピーク値,  $2\theta=18^\circ, 32^\circ$ ) のみである。これに対して S 含有率の低い蒸着膜(1)(2)の場合、上記ハローパターン以外に As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $2\theta=13.8^\circ, 27.8^\circ$ ), As ( $2\theta=33^\circ$ ), As<sub>2</sub>S<sub>4</sub> ( $2\theta=13^\circ, 15 \sim 23^\circ, 27 \sim 40^\circ$ ) に対応する回折ピークがみられる。これらの結晶が薄膜の不均一成分を形成していると考えられる。一方蒸着膜(3), (4)のように S 含有率の高い膜の場合、As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> は存在するものの As および As<sub>2</sub>S<sub>4</sub> に起因する回折ピークは検出されず、薄膜中の結晶の量は少ない。

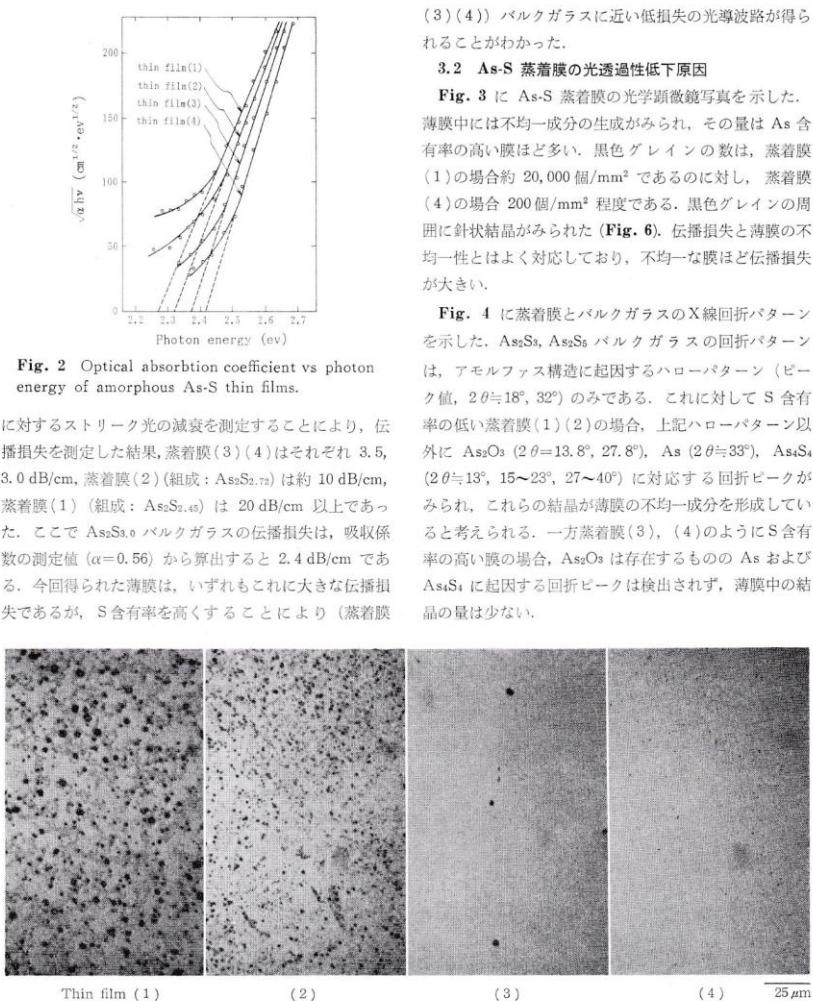
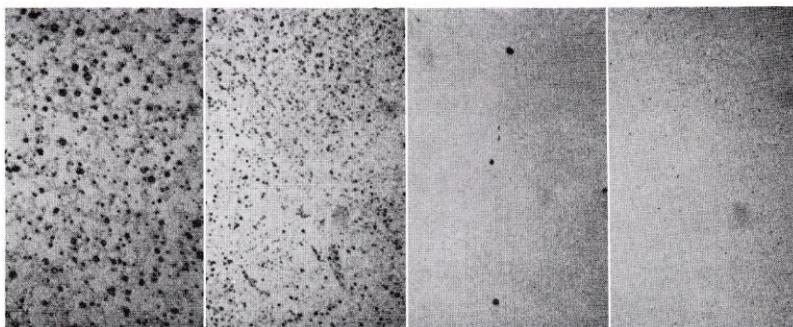


Fig. 2 Optical absorption coefficient vs photon energy of amorphous As-S thin films.

に対するストリーク光の減衰を測定することにより、伝播損失を測定した結果、蒸着膜(3)(4)はそれぞれ 3.5, 3.0 dB/cm、蒸着膜(2) (組成: As<sub>2</sub>S<sub>2.72</sub>) は約 10 dB/cm、蒸着膜(1) (組成: As<sub>2</sub>S<sub>2.45</sub>) は 20 dB/cm 以上であった。ここで As<sub>2</sub>S<sub>3.0</sub> パルクガラスの伝播損失は、吸収係数の測定値 ( $\alpha=0.56$ ) から算出すると 2.4 dB/cm である。今回得られた薄膜は、いずれもこれに大きな伝播損失であるが、S 含有率を高めることにより (蒸着膜



	Thin film			
	(1)	(2)	(3)	(4)
Composition of film	As <sub>2</sub> S <sub>2.45</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>2.72</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>3.17</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>3.32</sub>
Composition of bulk glass using evaporation	As <sub>2</sub> S <sub>2.8</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>3.0</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>3.3</sub>	As <sub>2</sub> S <sub>3.6</sub>

Fig. 3 Optical micrographs of As-S thin films.

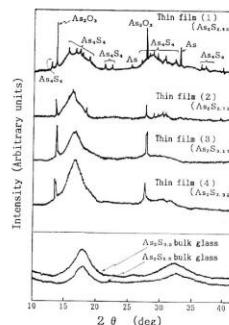


Fig. 4 X-ray diffraction profiles of evaporated As-S thin films and bulk glass (Cu K $\alpha$ ).

Fig. 5, 6 は薄膜および  $\text{As}_2\text{S}_3$ ,  $\text{As}_2\text{S}_5$ ,  $\text{As}_3\text{S}_4$  のラマンスペクトルを示したものである。 $\text{As}_2\text{S}_3$  バルクガラスの場合、340, 485  $\text{cm}^{-1}$  付近に As-S ボンドに対応するプロードなピークがみられるもの<sup>9)</sup>に対し、蒸着膜の場合、100~250  $\text{cm}^{-1}$  に鋭いピーク群がみられた。これらのピークのうち 230  $\text{cm}^{-1}$  付近の二つのピークは As-As ボンドに対応すること<sup>10)</sup>、また  $\text{As}_3\text{S}_4$  のスペクトルと蒸着膜(1)(2)のスペクトルがよく一致することから、不均一成分中には  $\text{As}_3\text{S}_4$  が存在していることか

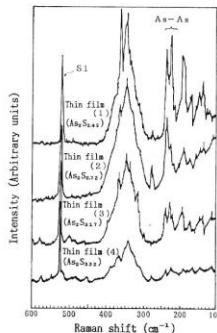


Fig. 5 Raman spectra of evaporated As-S thin films on Si substrate.

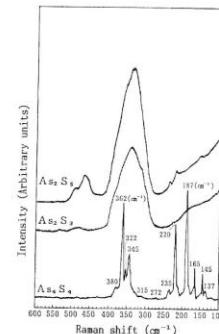
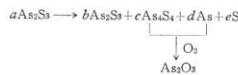


Fig. 6 Raman spectra of As-S bulk glass and crystal.

わかる。

Fig. 7 は薄膜および  $\text{As}_2\text{S}_3$ ,  $\text{As}_2\text{S}_5$ ,  $\text{As}_3\text{S}_4$  のラマンスペクトルを示したものである。 $\text{As}_2\text{S}_3$  バルクガラスの場合、340, 485  $\text{cm}^{-1}$  付近に As-S ボンドに対応するプロードなピークがみられるもの<sup>9)</sup>に対し、蒸着膜の場合、100~250  $\text{cm}^{-1}$  に鋭いピーク群がみられた。これらのピークのうち 230  $\text{cm}^{-1}$  付近の二つのピークは As-As ボンドに対応すること<sup>10)</sup>、また  $\text{As}_3\text{S}_4$  のスペクトルと蒸着膜(1)(2)のスペクトルがよく一致することから、不均一成分中には  $\text{As}_3\text{S}_4$  が存在していることか



なおこのうち S は、蒸着後の含有率が蒸着源より小であることから、蒸気圧が高いために再蒸発し、排気系に放出されるものと推定している。

以上述べたように As-S ガラスを蒸着した場合、薄膜中にある As あるいは  $\text{As}_3\text{S}_4$  等の As リッチな結晶あるいはその酸化物が生成し、これらの不均一成分が光導波路の伝播損失を増大させる原因となっているものと考

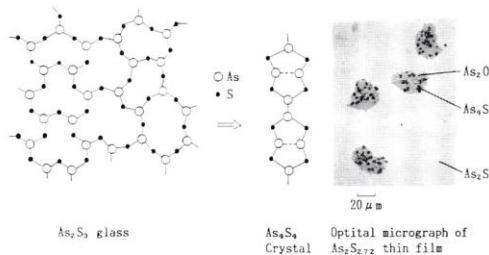


Fig. 7 Illustrative model of compositional change for  $\text{As}_2\text{S}_3$  during evaporation.

えられる、これに対して低損失の As-S 薄膜を得るには、蒸着源として化学量論組成よりも S 含有率の高いガラスを用いて結晶生成の原因となる As-S 結合の生成を抑制することが有効であることがわかった。

### 3.3 電子ビーム照射による As-S 薄膜の屈折率変化

タリスティップにより求めた膜厚と、マイケルソン干渉顕微鏡を用いて、伝播損失の比較的小な蒸着膜(2)(3)(4)の屈折率  $n$  および電子ビーム照射に伴う屈折率上昇  $\Delta n$  を測定した。測定波長は  $0.5461 \mu\text{m}$  である。 $n_0$  は  $\text{As}_2\text{S}_3.72$ : 2.84,  $\text{As}_2\text{S}_3.17$ : 2.72,  $\text{As}_2\text{S}_3.32$ : 2.68 であった。Fig. 8 は干渉顕微鏡写真の一例であり、干渉線のずれは電子ビーム照射に伴う屈折率上昇によるものである。

As-S 薄膜に電子ビーム照射したときの電子の飛程  $R$

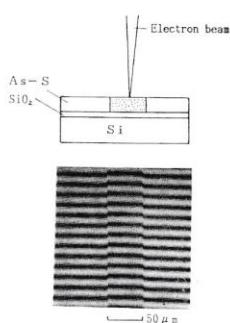


Fig. 8 An example of the observed fringe pattern. The displacement of the fringes shows the refractive-index increment by electron-beam irradiation.

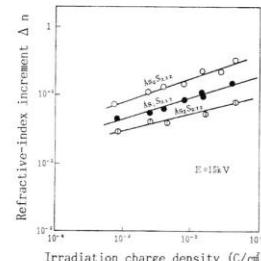


Fig. 9 Refractive-index increment irradiation charge density (Thickness of As-S thin films:  $1.5 \mu\text{m}$ ).

と加速電圧  $E$  の関係は、次式のようになることが報告されている<sup>5)</sup>。

$$R = 0.021 \times E^{1.6} \mu\text{m} \quad (3 \leq E \leq 25 \text{ kV}, \rho = 3.2)$$

Fig. 9 は膜厚  $1.5 \mu\text{m}$  の薄膜に  $E=15 \text{ kV}$  で電子ビームを照射したときの照射電荷量  $Q$  と  $\Delta n$  の関係を示したものである。 $E=15 \text{ kV}$  のときの  $R$  は約  $1.6 \mu\text{m}$  であり、Fig. 9 の結果は、 $R$  とほぼ等しい膜厚の結果である。 $Q$  が大であるほど  $\Delta n$  は大となり、両者の関係は両対数プロットで直線関係にある。膜の組成により  $\Delta n$  は異なり、S 含有率が大である膜ほど大きな屈折率上昇がみられた。

Fig. 10 は、 $E=15 \text{ kV}$ ,  $Q=1.7 \times 10^{-2} \text{ C}/\text{cm}^2$  における  $\Delta n$  の膜厚依存性を示したものである。いずれの膜も、電子の飛程以下の膜厚では、 $\Delta n$  はほぼ一定値となり、これ以上の膜厚になると  $\Delta n$  は減少する。これは飛程以上の場合膜の表層部のみが屈折率上昇し、これが平均化されるためと考えられる。Fig. 10 の結果を括弧ら

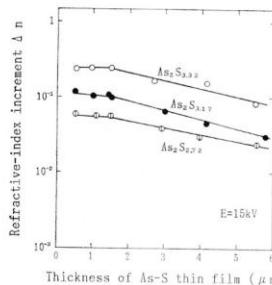


Fig. 10 Refractive-index increment vs thickness of As-S thin films (Irradiation charge density:  $1.7 \times 10^{-2} \text{ C/cm}^2$ ).

が報告している結果<sup>5)</sup>（膜厚 5.8 μm, E = 15 kV, Q =  $1.7 \times 10^{-2} \text{ C/cm}^2$ ）と比較すると、As<sub>2</sub>S<sub>2.72</sub> ではこれと同程度、As<sub>2</sub>S<sub>3.17</sub> は 1.5 倍、As<sub>2</sub>S<sub>3.32</sub> の場合約 3.5 倍の屈折率上昇となる。

屈折率上昇のメカニズムの詳細は不明であるが、(1) 電子ビーム照射に伴い光吸収端がレッドシフトすること、(2) 新たな結晶化は起こっていないこと、また(3) 180°C、3時間程度のアニールにより  $\Delta n$  は著しく減少すること、(4) 上記アニールによって屈折率の上昇およびレッドシフトが認められること、(5) アニール後の膜に電子ビームを照射した場合、 $\Delta n$  はきわめて小となることなどから考えて、電子ビーム照射はアニールと同等であり、 $\Delta n$  は局所的なアニールに伴うアモルファス状

態の構造変化によるものと考えている。

### 3.4 マイクログレーティングの試作結果

カルコゲナイトガラス導波路に電子ビームを照射し、屈折率を周期的に変化させた屈折率変調型マイクログレーティングの形態には、透過型と反射型がある。Fig. 11 は上記グレーティングのモデルおよび As-S 薄膜に形成したグレーティングの干渉顕微鏡写真を示したものである。高回折効率のマイクログレーティングの設計は、Kogelnick の 2 波結合論<sup>12)</sup>により行なうことができ、プラグ条件下で回折効率 ( $\eta$ ) は近似的に(1), (2)式を用いて表わすことができる。プラグ角 ( $\theta_B$ ) はそれぞれ(3), (4)式となる。ここで(i)入射波、回折波はシングルモード (TE<sub>0</sub> 波) の平面波、(ロ)グレーティングの厚さ ( $T$ ) は格子間隔 ( $A$ ) に比べ十分大きい ( $2\pi\Lambda T/\lambda n_0 A^2 \gg 1$ )、(ハ)導波路は無損失かつ電子ビーム照射による吸光係数の変化はない、(ニ)グレーティングの幅 ( $L$ ) は入射ビーム幅 ( $W$ ) に比較して十分大きいとした。

$$\eta = \sin^2(\pi \Delta n T / 2\lambda \cos \theta_B) \quad (\text{透過型}) \quad (1)$$

$$\eta = \tan^2 h(\pi \Delta n T / 2\lambda \cos \theta_B) \quad (\text{反射型}) \quad (2)$$

$$\theta_B = \sin^{-1}[\lambda/2A(n_0 + \Delta n/2)] \quad (\text{透過型}) \quad (3)$$

$$\theta_B = \cos^{-1}[\lambda/2A(n_0 + \Delta n/2)] \quad (\text{反射型}) \quad (4)$$

$n_0$ : 導波路の実効屈折率,  $\Delta n$ : 屈折率変化,  $\lambda$ : 導波光の真空中の波長

As-S 薄膜の屈折率変化は電子ビーム照射によるものであるので、その分布はガウシアンと考えられるが、計算式を簡単にするため、正弦波的に変化しているものと

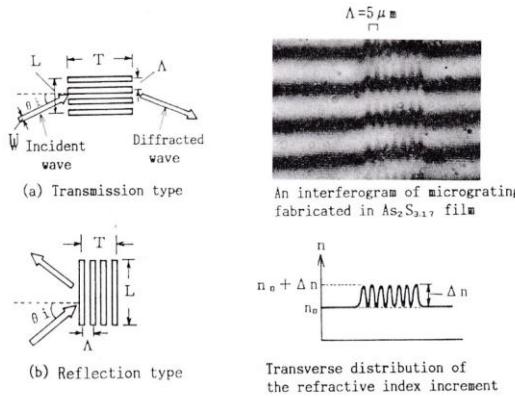


Fig. 11 Schematic models of micrograting.

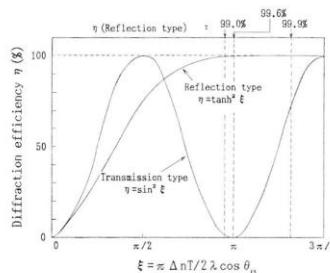


Fig. 12 Diffraction efficiency of reflection transmission type microgratings.

し(5)式で表わした。

$$\eta(x) = n_0 + (\Delta n/2)(1 + \sin x) \quad (5)$$

*x* : グレーティング端からグレーティングベクトルにそった距離

Fig. 12 に(1), (2)式から求めた  $\eta$  の計算結果を示す。透過型マイクログレーティングの  $\eta$  が  $\xi (= \pi \Delta n T / 2 \lambda \cos \theta_B)$  に対して正弦波的に変化するのに対し、反射型の場合  $\xi = \pi$  以上であればほぼ 100% の効率となる。高効率のマイクログレーティングを高歩距まで生産する上で  $\Delta n$  のばらつきが問題となると予想される。この点を考慮すると、反射型の場合は格子本数  $n(T/A)$  を多くすることにより  $\xi$  が大となり、 $\Delta n$  が変動しても  $\eta$  を大にすることができるため透過型に比べ量産性に優れたグレーティングということができる。

この結果をもとに反射型マイクログレーティングを試作した。Si 基板上に熱酸化により  $\text{SiO}_2$  を形成し(0.5  $\mu\text{m}$  厚)、この上に As-S 薄膜(蒸着膜(3),  $\text{As}_2\text{S}_3.17$ )を 0.5  $\mu\text{m}$  蒸着し、電子ビームを照射した。電子ビーム照射条件は、加速電圧 15 kV、電子ビーム照射電荷量  $3 \times 10^{-3} \text{ C/cm}^2$  とした。 $\lambda = 0.5461 \mu\text{m}$  における光導波路の  $n_0$  は 2.72、 $\Delta n$  は 0.07 であった。 $A = 1 \mu\text{m}$ 、 $L = 1 \text{ mm}$ 、 $n = 100$  本のマイクログレーティングを試作し、Fig. 13 に示すようにプリズムカップラを介して  $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$  の TE<sub>0</sub> 波を  $82.5^\circ$  で入射したところ、入射波が約  $15^\circ$  で回折されることが確認された。(2), (4)式から求めた  $\theta_B$  は  $82.6^\circ$ 、 $\eta$  は 99.9% であり、計算値  $14.8^\circ$  にはば一致する回折角が得られた。 $\eta$  の測定値(1 次回折光と非回折光の割合)は約 80% でありこの種のデバイスとしては高い値が得られた。

なお As-S 膜は熱的安定性の良い材料とはいがたい。とくに  $\text{As}_2\text{S}_3.17$  の場合、ガラス転移温度が  $186^\circ\text{C}$  と

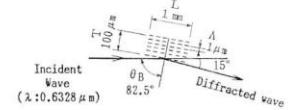


Fig. 13 Photograph of the light diffraction by fabricated reflection type micrograting.

低く、電子ビーム照射による  $\Delta n$  は、ガラス転移温度以上でアニュールした場合、著しく減少する傾向がみられた。したがって実用上この点の配慮が必要と考えられる。

#### 4. ま と め

As-S の組成比の異なる 4 種のバルクガラスを用いて真空蒸着法により As-S 薄膜光導波路を形成した結果、得られた薄膜組成のほうが原料ガラスの組成よりも S 含有率が約 8 mol% 小さくなる傾向がみられた。化学量論組成ならむち  $\text{As}_2\text{S}_3$  より S 含有率の大なる膜( $\text{As}_2\text{S}_3.17$ ,  $\text{As}_2\text{S}_3.32$ )は均一性が高く、 $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$  における伝播損失はそれぞれ 3.5, 3.0 dB/cm であった。一方 S 含有率が  $\text{As}_2\text{S}_3$  よりも小さな膜( $\text{As}_2\text{S}_2.45$ ,  $\text{As}_2\text{S}_2.72$ )は不均一で、光透過性が悪い。光透過性の低下は、薄膜中に生成した  $\text{As}_2\text{S}_4$ , As 結晶およびこれらの酸化物である  $\text{As}_2\text{O}_3$  等の不均一成分による導波光の散乱が原因と考えられる。

上記薄膜に電子ビームを照射したときの屈折率変化を測定した結果、照射電荷量と屈折率上昇は、両対数プロットで直線関係にあり、S 含有率が大なるほど大きな屈折率上昇が得られた。

$\text{SiO}_2$  パッファ層を介した Si 基板上に形成した  $\text{As}_2\text{S}_3.17$  光導波路に電子ビーム描画法により、 $A = 1 \mu\text{m}$  の反射型マイクログレーティングを形成し、これに He-Ne レーザー光( $\lambda = 0.6328 \mu\text{m}$ , TE<sub>0</sub> モード)を入射した。その結果、理論と一致する回折角( $15^\circ$ )の 1 次回折光が得られた。回折効率は約 80% であった。

本研究を進めるに当たり、ご指導、ご討論いただいた

大阪大学工学部電子工学科西原浩教授、柄原敏明助手に  
感謝いたします。

### 文 献

- 1) S.K. Keneman: "Evaporated films of arsenic trisulfide, Dependence of optical properties on light exposure and heat cycling," *J. Opt. Soc. Am.*, **68** (1978) 32-38.
- 2) T. Suhara, H. Nishihara and J. Koyama: "Electron-beam-induced refractive-index change of amorphous semiconductors," *J. Appl. Phys.*, **44** (1975) 1079-1080.
- 3) K. Tanaka: *Fundamental Physics of Amorphous Semiconductors*, ed. F. Yonezawa (Springer Verlag, Berlin, 1981) p. 104.
- 4) S. Zembutsu and S. Fukunishi: "Waveguiding properties of (Se, S)-based chalcogenide glass films and some application to optical waveguide devices," *Appl. Opt.*, **18** (1979) 393-399.
- 5) N. Nishihara, Y. Handa, T. Suhara and J. Koyama: "Direct writing of optical gratings using a scanning electron microscope," *Appl. Opt.*, **17** (1978) 2342-2345.
- 6) Y. Handa, T. Suhara, H. Nishihara and J. Koyama: "Scanning-electron-microscope-writing gratings in chalcogenide films for optical integrated circuits," *Appl. Opt.*, **18** (1979) 248-252.
- 7) Y. Handa, T. Suhara, H. Nishihara and J. Koyama: "Microgratings for high-efficiency guided-beam deflection fabricated by electron-beam direct-writing techniques," *Appl. Opt.*, **19** (1980) 2842-2847.
- 8) T. Suhara, K. Kobayashi, H. Nishihara and J. Koyama: "Graded-index Fresnel lenses for integrated optics," *Appl. Opt.*, **21** (1982) 1966-1971.
- 9) P.J.S. Ewen and A.E. Owen: "Resonance raman scattering in As-S glasses," *J. Non-Cryst. Solids*, **35/36** (1980) 1191-1194.
- 10) M. Frumar, A.P. Firth and A.E. Owen: "Reversible photodarkening and structural change in As<sub>x</sub>S<sub>1-x</sub> thin films," *Philos. Mag. B*, **50** (1984) 463-467.
- 11) S. Tsuchihashi: "Properties of structure of glass in the system As-S," *J. Non-Cryst. Solids*, **5** (1971) 286-289.
- 12) H. Kogelnik: "Coupled wave theory for thick hologram grating," *Bell Syst. Tech. J.*, **48** (1969) 2909-2947.

おしまい