平成25年度戦略的基盤技術高度化支援事業

高出力深紫外レーザー加工装置を実現する スーパーCLBO(CsLiB₆O₁₀)波長変換素子の開発

研究開発成果等報告書

平成28年 3月

委託者 近畿経済産業局

委託先 特定非営利活動法人産学金連携センター

目 次

第1章 研究開発の概要・・・・・・2
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標・・・・・・・・2
1-2 研究体制・・・・・・5
1-2-1 研究組織・・・・・・5
1-2-2 管理体制・・・・・・・・・・6
1-2-3 管理員及び研究員・・・・・・・・・・・・・・・・・7
1-2-4 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名・・・・・・・・フ
1-2-5 他からの指導・協力者名及び指導・協力事項・・・・・・・8
1-3 成果概要・・・・・・・9
1-4 当該プロジェクト連絡窓口・・・・・・11
第2章 本論12
2-1 CLBO のレーザー損傷耐性向上技術・・・・・・・・12
2-1-1 点欠陥抑制技術の開発・・・・・・・12
2-1-2 アルミニウム添加結晶育成技術の開発・・・・・・・・12
2-1-3 水不純物制御技術の開発・・・・・・・・・13
2-2 溶液攪拌による結晶大型化・均一化技術・・・・・・・・13
2-2-1 新型攪拌翼の設計・試作・・・・・・・13
2-2-2 大型·高均質 CLBO 育成条件の最適化······14
2-3 素子加工·長寿命化技術·····15
2-3-1 結晶加工表面の高レーザー損傷耐性化技術の開発・・・・・・・15
2-3-2 素子長寿命化技術の開発・・・・・・・16
2-4 評価及びフィードバック・・・・・・17
2-4-1 高出力紫外光発生試験による結晶品質評価・・・・・・・・・17
2-4-2 マイクロビア加工試験・・・・・・19
第3章 全体総括・・・・・・22

第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1-1-1 研究開発の背景・研究目的

多層プリント基板等の実装工程ではマイクロビア(微細孔空け)加工技術が重要な役割を果たしており、今後の情報通信機器実装においては、マイクロビア径の微細化と高密度化が不可欠であり、本研究開発では、次世代の孔径 10 μ m Φ の微細マイクロビア径を高効率加工できる、Nd:YAG レーザーの第4高調波(波長 266nm)を用いた深紫外レーザー加工機を実現するために、高品質 CLBO 波長変換素子を開発・実用化する。

孔径 10μmΦの微細マイクロビア径を高効率加工するためには、Nd:YAG レーザーの高出力第4高調波(波長 266nm)が原理的に最も優れている。波長 266nmの深紫外レーザー光は、集光性が優れているだけでなく、ガラスエポキシ基板等の高透過性材料への吸収率が高いうえに、電子励起による非熱プロセスで加工するため、切り口の熱変性層が無い高品位加工が実現できる。このため、ビア形成以外にも、Low-k ウエハや 3次元実装用ダイシング、タッチスクリーン用透明導電酸化物(ITO)層のパターニングなどの加工に至るまで、幅広い最先端エレクトロニクス製造工程で深紫外レーザー加工装置の導入が切望されている。

Nd:YAG レーザーの第3高調波(波長 355nm)発生用には、LiB₃O₅(LBO)結晶が最適であるが、LBO 結晶では複屈折が小さいため、上述の Nd:YAGレーザーの第4高調波(波長 266nm)は原理的に発生できない。これに対して CsLiB₆O₁₀(CLBO)は複屈折が LBO よりも大きく、Nd:YAG レーザーの第4高調波(波長 266nm)、及び 200nm 前後の紫外レーザー光を高効率で発生できる。一方、CLBO 結晶は1993年の発見当初は波長変換で発生した紫外光により結晶内部や表面が損傷してしまうため、安定した紫外光発生が困難であった。その後の国立大学法人大阪大学での結晶高品質化の研究により、溶液撹拌技術や水溶混合法等の新しい結晶育成技術(JST の有用特許制度で特許成立)を開発することで 266nm レーザー光において世界最高出力 42W を実証する等、深紫外光発生用波長変換素子として実用化することに成功し、現在、CLBO 結晶は出力 100mW 程度の紫外レーザー光を利用する半導体マスク検査装置に搭載されている。

しかしながら、現状の CLBO 結晶では、短時間では 42W という大出力発生が可能であるものの、マイクロビア加工に必要な出力 10W 以上の高出力深紫外光を安定に長時間発生(製造現場では 1 万時間が要求される)することはまだ困難である。そこで、これまで国立大学法人大阪大学で開発された結晶技術の実用化、生産、販売を手掛けている株式会社創晶において、国立大学法人大阪大学で開発した最新の結晶化技術を具現化し、高出力深紫外光を発生できる超高品質 CLBO 結晶を実現する。これにより、電子部品・デバイス実装用の深紫外レーザー光源の実用化を図り、川下企業である電子部品・デバイス、更には電子産業全般の高度化を図ることを目的

とする。

1-1-2 研究の概要

実装分野で必要となっている孔径 10 μ m Φ の微細マイクロビア加工、難加工性のガラス複合 基板の微細加工を高効率で実施可能にする、波長 266nm、出力 10W 対応の深紫外光発生用スーパーCLBO 波長変換素子を実用化させるため、本研究開発では以下の高度化目標と技術的目標値を定める。また、10W の 266nm 光を用いたプリント基板加工を実施し、加工径の微細化や加工効率を評価することで、本研究成果の優位性を示す。

- ① CLBO のレーザー損傷耐性向上技術
- ①-1点欠陥抑制技術の開発

紫外レーザー損傷耐性の低下要因の1つである結晶内部に含まれる析出物(散乱体)の制御を行い、リソグラフィー工程で使用されている最高品質の人工水晶(グレード Ia)を基準として同程度まで散乱源の低減を図り、レーザー損傷耐性(紫外光誘起損傷が形成されるまでの時間)を1.3 倍にする。

①-2アルミニウム添加結晶育成技術の開発 先行研究でレーザー損傷耐性向上効果が確認されているアルミニウム添加により、レーザー 損傷耐性を 1.3 倍にする。

①-3水不純物制御技術の開発

溶液原料の不純物制御を通して、CLBO 結晶成長時に高温溶液から取り込まれている水不 純物を完全に抑制し、レーザー損傷耐性を 1.5 倍にする。上記①-1、2と組み合わせて最終 的には 2.5 倍を目指す。

- ②溶液攪拌による結晶大型化・均質化技術
- ②-1新型攪拌翼の設計・試作

流動解析を元に、旋回流(水平方向)と循環流(上下方向)の溶液流れを等しくする新型の特殊攪拌翼の設計と試作を行い、循環流(上下流)で数十 mm/s の流速を実現する。

②-2大型·高均質 CLBO 育成条件の最適化

新型特殊攪拌翼を導入した結晶育成装置を用いて結晶内部にマクロな欠陥領域(インクルージョン)を含まず、波長変換素子化収率の高い結晶重量 350g以上の大型高均質結晶育成条件を確立する。

- (①及び②の技術により作成された高レーザー損傷耐性があり大型・高均質な CLBO を本研究開発の目標であるスーパーCLBO と定義する)
- ③素子加工・長寿命化技術
- ③-1結晶加工表面の高レーザー損傷耐性化技術の開発表面レーザー損傷耐性 1.2 倍を目標として高均質 CLBO 結晶に適した切断、研磨条件を検討する。
- ③-2素子長寿命化技術

CLBO 波長変換素子の動作雰囲気制御技術、及び動作中の結晶シフト技術を開発し、波長

変換素子の寿命を2倍にする。

- 4)評価及びフィードバック
- ④-1高出力紫外光発生試験による結晶品質評価 スーパーCLBOにより実現される出力 10W、波長 266nm の深紫外レーザー光発生試験を実施し、変換効率、素子劣化特性等の結晶品質の評価を行う。
- 4)-2マイクロビア加工実施試験

スーパーCLBOにより実現される出力 10W、波長 266nm の深紫外レーザー光を用いて、川下 企業の協力も得て多層プリント基板上にマイクロビア加工を施し、加工速度や加工歪等を評価 し、高出力深紫外レーザー光のマイクロビア加工における優位性を確認する。

1-1-4 所在地

①事業管理者

特定非営利活動法人産学金連携センター (最寄り駅:東京メトロ 丸の内線 新大塚駅) 〒170-0005 東京都豊島区南大塚2丁目14番12号YSビル 101号室

②研究実施場所

株式会社創晶(最寄り駅:阪急千里線 北千里駅)

〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1 大阪大学工学 P3 棟 313 号

国立大学法人大阪大学大学院工学研究科電気電子情報専攻

(最寄り駅:阪急千里線 北千里駅)

〒565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1

株式会社光学技研

(最寄り駅:小田急小田原線 本厚木駅)

〒243-0033 神奈川県厚木市温水 135

スペクトロニクス株式会社

(最寄り駅:阪急京都線 茨木市駅)

〒124-0014 大阪府茨木市永代町 8-8 国里ビル 5F

1-1-5 委託期間

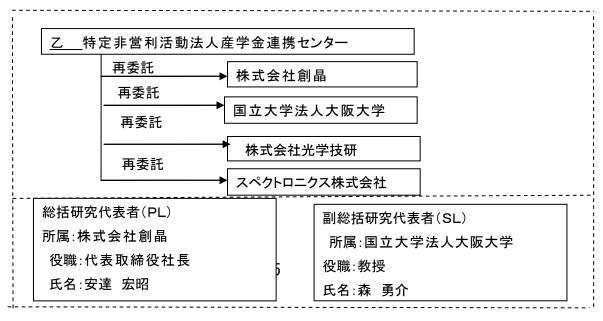
平成25年7月1日から平成28年3月31日 まで

1-1-6 実施計画日程

		実施時期											
【番号】実施内容	実施者	初年度			第二年度			第三年度					
		1Q	2Q	3Q	4Q	1Q	2Q	3Q	4Q	1Q	2Q	3Q	4Q
【1】 CLBO のレーザー損傷耐性向上技術							•	•					
【1-1】点欠陥抑制技術の開発	(株)創晶						\geq						
【1-2】アルミニウム添加結晶育成技術の	大阪大学								\geq				
開発													
【1-3】水不純物制御技術の開発								I				>	
【2】溶液攪拌による結晶大型化・均質化技術	 fj												
【2-1】新型攪拌翼の設計試作	(株)創晶				[
【2-2】大型・高均質 CLBO 育成条件の最	大阪大学												\geq
適化													
【3】素子加工・長寿命化技術							•	•					
【3-1】結晶加工表面の高レーザー損傷	大阪大学			1							>		
耐性化技術の開発	(株)光学技												
【3-2】素子長寿命化技術の開発	研									<u> </u>	\geq		
	スペクトロ												
	ニクス(株)												
【4】評価及びフィードバック								•					
【4-1】高出力紫外光発生試験による結	大阪大学										>		
晶品質評価	スペクトロ												
【4-2】マイクロビア加工試験	ニクス(株)												

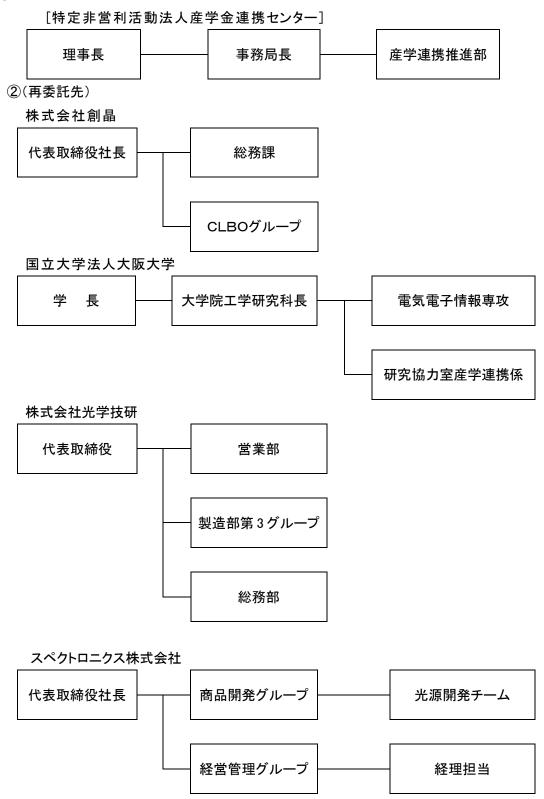
1-2 研究体制

1-2-1 研究組織(全体)



1-2-2 管理体制

①事業管理者



1-2-3 管理員及び研究員(氏名, 所属・役職, 実施内容)

【事業管理機関】特定非営利活動法人産学金連携センター

①管理員

氏 名	所属∙役職	実施内容(番号)
小島 彰	理事長	5
伊藤 瑛二	産学連携推進部長	5
佐藤 麻子	産学連携推進部管理員	5

【再委託先】

株式会社創晶

②研究員

氏 名	所属•役職	実施内容(番号)
安達 宏昭	代表取締役社長	1 2
日野 桂子	CLBOグループ、研究員	1 2

国立大学法人大阪大学

②研究員

氏 名	所属•役職	実施内容(番号)
森 勇介	大学院工学研究科電気電子情報専攻 教授	1 2 3 4
吉村 政志	大学院工学研究科電気電子情報専攻 准教授	1 2 3 4

株式会社光学技研

②研究員

氏 名	所属·役職	実施内容(番号)
岡田 幸勝	代表取締役	3
田中 光弘	営業部 部長	3
工藤 圭介	製造部 研磨第3グループ グループリーダー	3
浅葉 一夫	製造部 研磨第3グループ	3

スペクトロニクス株式会社

②研究員

氏 名	所属•役職	実施内容(番号)
岡田 穣治	代表取締役社長	4
折井 庸亮	商品開発グループ 光源開発チーム	4

1-2-4 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

(事業管理機関)

特定非営利活動法人産学金連携センター

(経理担当者) 理事長 小島 彰

(業務管理者) 理事長 小島 彰

(再委託先)

●株式会社創晶

(経理担当者) 総務課 課長 熊倉三重子

(業務管理者) 代表取締役社長 安達 宏昭

●国立大学法人大阪大学

(経理担当者) 大学院工学研究科 研究協力室産学連携係 堂田 貴士

(業務管理者) 大学院工学研究科 研究科長 掛下 知行

●株式会社光学技研

(経理担当者) 総務部 主任 高瀬 聡美

(業務管理者) 代表取締役 岡田 幸勝

●スペクトロニクス株式会社

(経理担当者) 取締役 経営管理グループ 経理担当 岡田理英子

(業務管理者) 代表取締役社長 岡田 穣治

1-2-5 他からの指導・協力者名及び指導・協力事項

アドバイザー

機関名	所在地	代表者等	
		①代表取締役	山西 健一郎
三菱電機株式会社	〒100-8310	②先端技術総合研究所	
	東京都千代田区丸	加工レーザシステムグ	小島 哲夫
	の内 2-7-3 東京ビル	ループマネージャー	
		③電話番号	06-6497-7110

1-3 成果概要

1-3-1 CLBO のレーザー損傷耐性向上技術

平成25年度に導入した高精度な雰囲気制御(低湿度化)ができる新規単結晶育成装置については26,27年度に改造を加えるとともに26年度に導入した単結晶育成装置に適合する特殊撹拌翼を活用して、株式会社創晶にて、大阪大学の指導を受けつつ、以下の要素研究を行った。

1-3-1-1 点欠陥抑制技術の開発

(実施主体:株式会社創晶、国立大学法人大阪大学)

CLBO の理想的な化学式(化学量論比)は $Cs_1Li_1B_6O_{10}$ であるが、成長時に $Cs_{1-x}Li_{1-y}B_6O_{10-(x+y)/2}$ のような不定比欠陥が欠陥の原因と考えられており、これまで、その仮定を元に、1)ホウ素を過剰添加した溶液組成からの結晶成長、2)水溶液合成技術の高度化(特許技術)、3)結晶高速度冷却などが散乱源(欠陥低減)に効果があることが国立大学法人大阪大学で確認されている。

本研究開発ではこれら高度化技術を実現するため、国立大学法人大阪大学が有する知見に基づき、株式会社創晶に導入した単結晶育成装置及び特殊撹拌翼の効果を加味して点欠陥抑制技術の実験を行い、散乱源低減に加え、当初目標値の 1.3 倍を上回る約 1.8 倍の損傷耐性を得ることができた。

1-3-1-2 アルミニウム添加結晶育成技術の開発

(実施主体:株式会社創晶、国立大学法人大阪大学)

国立大学法人大阪大学の先行研究により、アルミニウムを添加した CLBO 結晶においてレーザー損傷耐性が向上する効果が確認されている。

本研究開発では、本技術を実現するため、国立大学法人大阪大学が有する知見に基づき、株式会社創晶に導入した単結晶育成装置及び特殊撹拌翼の効果を加味して株式会社創晶が、アルミニウム添加結晶の育成を行った。1-3-1-1 と同様の損傷耐性評価を行ったところ、約 1.3 倍の高レーザー損傷耐性を示すことが明らかになった。さらにフッ化リチウムの効果により、成長界面近傍での AI 分布の偏りを解消させ、AI 濃度の均質化と結晶の大型化の両立を達成した。

1-3-1-3 水不純物制御技術の開発

(実施主体:株式会社創晶、国立大学法人大阪大学)

CLBO は水溶混合法(特許技術)により原料化学合成を行っているが、結晶成長時の約850℃の高温粘性溶液中に残存する微量水分子が、結晶内に欠陥として取り込まれ、品質低下を招いている。

本研究開発では、国立大学法人大阪大学が有する知見に基づき、株式会社創晶に導入した単結晶育成装置及び特殊撹拌翼の効果を加味して、高温脱水工程の改善とともに水不純物の完全制御を実現させる実験を行い、不純物制御の条件を明確化した。

- 1-3-2 溶液攪拌による結晶大型化・均質化技術
- 1-3-2-1新型攪拌翼の設計・試作

(実施主体:株式会社創晶、国立大学法人大阪大学)

25、26 年度に導入、改良を加えた新型攪拌翼を備えた単結晶育成装置を用い、以下の研究に活用し、成果を踏まえて所要の調整を行った。

1-3-2-2大型・高均質 CLBO 育成条件の最適化

(実施主体:株式会社創晶、国立大学法人大阪大学)

本研究開発では、26年度に導入した特殊攪拌翼を育成装置に装着し、最適な対流条件下で、大型で高均質なスーパーCLBO結晶(350g)育成条件を確立した。

26、27年度に育成装置を改造した。具体的には育成装置に改造付加した低速回転機構 (0.5~5rpm を安定かつ精度よく実現できる性能)及び大型の炉蓋の効果を見極めつつ実験 研究を進めた。

育成期間 14 日、片側 a 軸の平均成長速度 3.8mm/day の低速条件を維持しながら、骸晶、マクロ欠陥の無い良好な大型結晶を作製した。

結晶サイズは a×c×a =115mm×71mm×54mm、重量は 468g となり、さらにレーザー散乱評価によって光路散乱が極めて少ない高品質であることが明らかになった。この結果、当初掲げていた大型で高均質なスーパーCLBO 結晶(350g)の育成技術が構築できた。

- 1-3-3 素子加工・長寿命化技術
- 1-3-3-1結晶加工表面の高レーザー損傷耐性化技術の開発

(実施主体:国立大学法人大阪大学、株式会社光学技研)

株式会社光学技研にて25、26年度に実施した既存の CLBO を用いた実験成果を踏まえ、新規に開発されたスーパーCLBO 結晶に対して、オスカー式研磨加工機をベース技術として CLBO 専用に開発した低湿度研磨加工技術(ULPEN)の加工条件を明確化した。最終目標の 研磨加工面の表面粗さ(rms) 6 Å 以下、透過波面収差 20nm 以下、結晶をウェハ状に切断する際の角度は目標結晶方位に対して±0.1 度以下の精度実現を達成した。

1-3-3-2素子長寿命化技術の開発

(実施主体:国立大学法人大阪大学、株式会社光学技研)

レーザースポットの移動スピードの最適化による結晶シフト技術による長寿命化のため、ピエゾステージを使った往復運動可能な素子寿命評価用光学系を構築し、移動の効果を検証した。素子の寿命としては従来品質で5.1 倍(実質倍率1.7 倍)、高品質結晶で6.3 倍(実質倍率2.1 倍)となることが分かり、高品質結晶の方がより損傷回復(抑制効果)が見込めることが本研究で明らかになった。

株式会社光学技研にて25、26年度に実施した既存の CLBO を用いた実験成果を踏まえ、新規に開発されたスーパーCLBO 結晶に対して、雰囲気制御式の光学セルの熱処理条件(素子化後に混入する水不純物の脱水)を確立した。

1-3-4 評価及びフィードバック

1-3-4-1高出力紫外光発生試験による結晶品質評価

(実施主体:国立大学法人大阪大学、スペクトロニクス株式会社)

スペクトロニクス株式会社にて25、26年度に実施した既存の CLBO を用いた実験成果を踏まえ、新規に開発されたスーパーCLBO 結晶に対して、スペクトロニクス株式会社で開発している 30W の緑色光(波長 532nm、パルス繰り返し周波数 100kHz、パルス幅 70ps)により、品質評価試験を行った。

1-3-4-2マイクロビア加工試験

(実施主体:国立大学法人大阪大学、スペクトロニクス株式会社)

スーパーCLBO 結晶により実現した 10W、266nm のレーザー光による多層プリント基板のマイクロビア加工性能を評価した。

1-3-5 プロジェクトの管理・運営

(実施主体:特定非営利活動法人産学金連携センター)

特定非営利活動法人産学金連携センターがPL、SLと協議しつつ、再委託先と緊密な連携をとり、プロジェクトの円滑な遂行を図った。プロジェクト実施のための情報交換、進行管理等適切なプロジェクトの進行のため、各年度、プロジェクト委員会を3回開催するとともに研究開発報告書をとりまとめた。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

特定非営利活動法人産学金連携センター 産学連携推進部 部長 伊藤瑛二

Tel:03-6902-0526

Fax:03-6902-0546

e-mail: ito.eiji@nifty.com

第2章 本論

2-1 CLBO のレーザー損傷耐性向上技術

2-1-1 点欠陥抑制技術の開発(実施主体:(株)創晶、国立大学法人大阪大学)

CLBO の理想的な化学式(化学量論比)は $Cs_1Li_1B_6O_{10}$ であるが、成長時に $Cs_{1-x}Li_{1-y}B_6O_{10-(x+y)/2}$ のような不定比欠陥が欠陥の原因と考えられており、これまで、その仮定を元に、1)ホウ素を過剰添加した溶液組成からの結晶成長、2)水溶液合成技術の高度化(特許技術)、3)結晶高速度冷却などが散乱源(欠陥低減)に効果があることが国立大学法人大阪大学で確認されている。

本研究開発ではこれら高度化技術を実現するため、国立大学法人大阪大学が有する知見に基づき、株式会社創晶に導入した単結晶育成装置及び特殊撹拌翼の効果を加味して点欠陥抑制技術の実験を行い、散乱源低減に加え、当初目標値の 1.3 倍を上回る約 1.8 倍の損傷耐性を得ることができた。

耐性評価は図 2.1.1.1 の紫外光損傷耐性評価光学系を用いて、紫外光パルスを集光点ピークパワー密度 88 MW/cm² の条件で素子に連続照射することにより、加速試験にて劣化耐性 (寿命)を評価した。

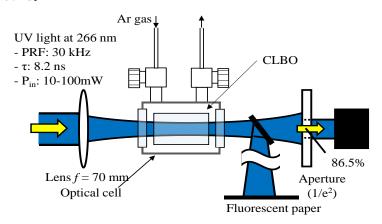


図 2.1.1.1 CLBO 紫外光経時劣化耐性評価用光学系

2-1-2 アルミニウム添加結晶育成技術の開発(実施主体:(株)創晶、国立大学法人大阪大学)

大阪大学の先行研究を元に、酸化アルミニウムを原料に添加した CLBO 結晶を作製した。 光学素子加工を行い、紫外光レーザー損傷耐性の評価した結果、素子寿命(AI 添加)は、約 1.3 倍の高レーザー損傷耐性を示すことが明らかになった。

AI 添加結晶の内部光散乱の評価した結果は、相対明度は 2 以下となり光学素子として従来品質よりも優れており、実用レベルの結晶品質であることが分かった。

結晶からは ppb オーダーの不純物混入が検出されており、フォトリフラクティブ損傷が生じることが知られている LiNbO3 結晶と類似の不純物効果と考えている。

2-1-3 水不純物制御技術の開発(実施主体:(株)創晶、国立大学法人大阪大学)

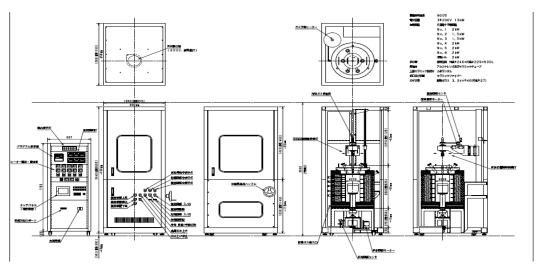
現在の CLBO 原料の水溶合成工程では長期間を要しており、大型結晶用の装置では原料が 多くなることから、高コスト化の要因が懸念される。そこで、合成効率化とより理想的な乾燥原 料(低水不純物原料)を得るために、スプレー噴霧ドライ技術を用いた原料合成を検討した。 その結果、原料合成にかかる期間は大幅に短縮されることが判明した。

2-2 溶液攪拌による結晶大型化・均質化技術

2-2-1新型攪拌翼の設計・試作(実施主体:(株)創晶、国立大学法人大阪大学)

25 年度に導入した大型結晶育成装置(図 2.2.1.1)に対し、26 年度に溶液内の対流を強化する 新型攪拌翼の設計・試作、装置改造(回転下限速度の低速化)を行って大型結晶の作製に取り 組んだ。

さらに、本攪拌翼を用いた対流条件下で低速成長をするための温度分布の改善を行い、高品質結晶育成に本格的に取り組んだ。結晶育成の詳細は 2-2-2 で述べる。



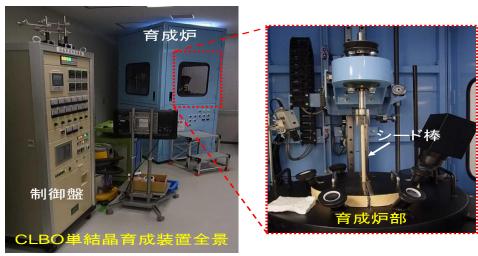


図 2.2.1.1 大型 CLBO 単結晶育成装置

2-2-2大型・高均質CLBO育成条件の最適化(実施主体:(株)創晶、国立大学法人大阪大学)

図 2.2.2.1 のように直径 17cmの大型坩堝に原料 8.3kg を充填し、結晶重量 400~500g でかつ 高品質な結晶の作製に取り組んだ。



図 2.2.2.1 大型坩堝に充填した CLBO 育成原料

骸晶化を防ぎながら 14 日間で図 2.2.2.4 の大型結晶を作製した。結晶サイズは $a \times c \times a = 115$ mm $\times 71$ mm $\times 54$ mm、重量は 468g であった。







図 2.2.2.4 大型 CLBO 結晶

レーザーを用いて本結晶の内部散乱(光路)を調査したところ、小型結晶で実現してきた低散乱結晶と同等の高品質なものであることが確認できた。

新型攪拌翼を導入した結晶成長装置によって、初めて大型で結晶形状が良好で、かつ高品質 (低散乱)な結晶を実現することができた。この成果を活用することで、製品展開可能な大型結晶 を量産できる装置、条件が確立できた。

2-3 素子加工 長寿命化技術

2-3-1 結晶加工表面の高レーザー損傷耐性化技術の開発(実施主体:国立大学法人大阪 大学、(株)光学技研)

株式会社光学技研にて、低欠陥密度、低不純物 CLBO 結晶に適した切断加工、研磨条件を確立することが目的であるが、26 年度は、新育成炉を用いて育成をした CLBO 結晶についてオスカー式研磨加工機をベース技術として CLBO 専用に開発した低湿度研磨加工技術(ULPEN)の加工を行った。最終目標は研磨加工面の表面粗さ(rms) 6 Å以下、透過波面収差(rms) 20nm以下、結晶をウエハ状に切断する際の角度は目標結晶方位に対して±0.1 度以下の精度実現であり、今年度は、最終目標の結晶方位精度は±0.1 度以下、透過波面収差(rms)は8.2nm以下、表面粗さ(rms)は、4.5 Å以下となり、最終目標をすべて達成する事が出来た。また、近年、CLBO 結晶素子は高出力紫外レーザーへの応用が期待されており、素子の大口径化の要求が増加しつつある。これを受けて、自主的に大口径 CLBO 結晶素子加工についての試作加工を行った。その結果一般的な紫外レーザー素子の表面精度と同等の結果を得ることが出来た。

図 2.3.1.1.1 に低湿度研磨加工技術; ULPEN(<u>U</u>ltra <u>L</u>ow moisture <u>P</u>olishing <u>En</u>vironmental technology) の工程図を示す。

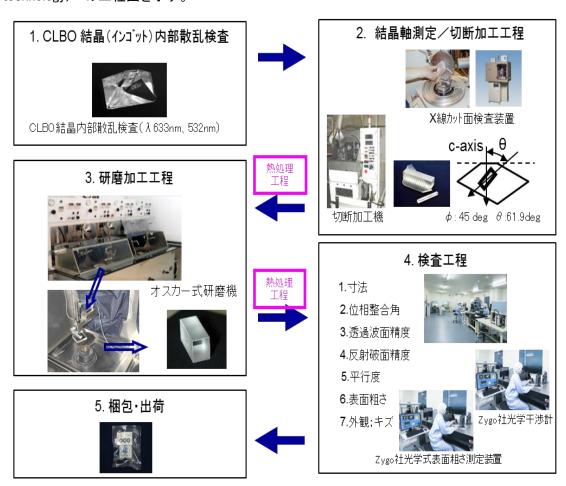


図 2.3.1.1 低湿度研磨加工技術; ULPEN 工程図

最終的に得られた LBO 結晶素子の検査結果を図 2.3.1.2 に示す。

素子番号	寸法(mm)			透過波面精度(rms)nm	A面粗さ(rms) Å	B面粗さ(rms) Å	平行度(")
ж.д.	a	b	L	ZZ 11/11/2 ()	71µ41µ2 (11110) 71	эд де (,	11320
2-026 b3	5.06	5.06	10.18	6.3	4.2	4.5	7.1
2-026 b4	5.06	5.06	10.18	7.6	4.2	4.5	3.6
2-026 b6	5.06	5.06	10.18	6.3	4.3	4.2	7.5
2-026 b8	5.06	5.06	10.18	5.7	4.3	4.2	6.5
2-026 b10	5.06	5.04	10.16	8.2	4.3	4.4	9.6
2-026 c5	5.06	5.04	10.16	5.7	4.3	4.4	9.6

図 2.3.1.2 CLBO 結晶素子の加工精度

上記、結果ではすべての素子の透過波面精度(rms)で 8.2nm 以下であり、目標の 20nm を達成した。表面粗さ(rms)については、4.5Å以下であり、目標の 6Å以下を十分達成する事が出来た。位相整合角については、±0.1 度以下であることを確認した。

2-3-2 素子長寿命化技術の開発(実施主体:国立大学法人大阪大学、(株)光学技研) 2-3-2-1 素子移動による長寿命化

移動ステージをピエゾステージとし、移動方向の反転時の待機時間を設けないようにした(図 2.3.2.1)。素子の移動速度は $10\mu \text{m/sec}$ 、移動距離は $45.6\mu \text{m}$ (照射スポット 3 個分)とした。素子長 $10\mu \text{m}$ の高品質結晶、従来品質結晶を用い、ビーム直径 $22.8\mu \text{m}$ 、コンフォーカルパラメータ $1.0\mu \text{m}$ の条件で集光点紫外光パワー密度約 $75\mu \text{MW/cm}$ にて紫外光経時劣化特性の評価を行った。

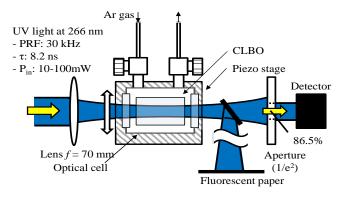


図 2.3.2.1 フォトリフラクティブ損傷発生条件での素子連続移動効果の検証

静止条件では、過去の実験結果と同様、結晶品質の違いによって約2倍の寿命の差が得られた。素子を移動した場合、いずれの結晶も劣化が開始するまでの時間が延び、素子の寿命としては従来品質で5.1倍(実質倍率1.7倍)、高品質結晶で6.3倍(実質倍率2.1倍)となることが分かった。移動素子で出力低下が始まってからの変動が顕著になるのは、フォトリフラクティブ損傷が

移動端で形成され、その他の照射エリアでは移動の効果により損傷抑制が続いているからだと解釈している。

2-3-2-2 加熱処理による透過波面精度

育成炉で育成した CLBO 結晶をULPEN 工程で製作した CLBO 結晶素子の加熱処理を行い透過波面精度の劣化状況を確認した。加熱処理条件は、温度 150 度、大気雰囲気とした。評価の方法は、光学干渉計を使用して研磨直後の透過波面収差と一定の加熱時間後の透過波面収差の劣化状況を各々測定し、これが、透過波面収差の目標値以下であるかを確認した。

図 2.3.2.2 に透過波面測定概要図を示す。

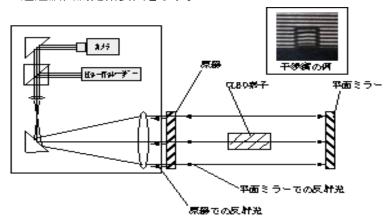


図 2.3.2.2 透過波面測定概要図

700 時間 150℃、大気中で保管をした。透過波面劣化の結果は、研磨加工直後の透過波面収差は 6.3nm で 700 時間後の透過波面収差は 18.9nm であった。その時の透過波面収差劣化の干渉縞データを図 2.3.2.3 に示す。

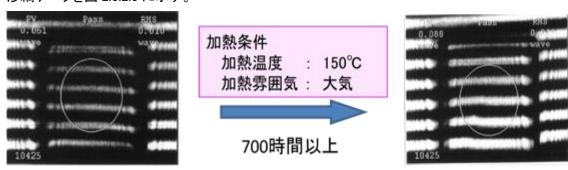


図 2.3.2.3 CLBO 結晶素子の透過波面収差劣化

700 時間経過後も、透過波面収差は目標の 20nm 以下であり、CLBO 結晶素子加工の技術は、 素子の長寿命化についても適した方法であると考えている。

2-4 評価及びフィードバック

2-4-1 高出力紫外光発生試験による結晶品質評価

平成26年度に開発した高出力緑色光を用いてスーパーCLBO結晶の評価を行い、レーザー加工に用いるための動作条件を明らかにした。

安定的に評価する目的で、固体式光増幅器を2段化した波長532nm、平均出力34W@100kHz (パルス幅47ps)のレーザー発振器を開発した。

図 2.4.1.1 に開発した高出力緑色光の概略図を示す。スペクトロニクス保留光源(低出力近赤外光)に固体光増幅器2を追加することで近赤外光の高出力化を図り、第1波長変換を経て高出力な緑色光を発生させる。また、第2波長変換に使用される CLBO は本事業で評価するスーパーCLBO となる。

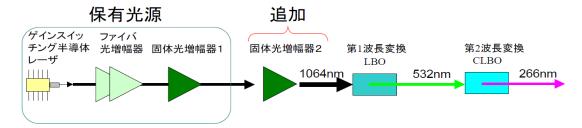


図 2.4.1.1 高出力緑光の構成

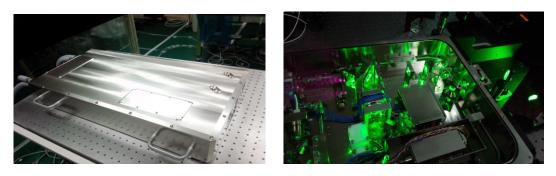


図 2.4.1.2 新開発したレーザー発振器筐体(左)とレーザー発振実験の様子(右)

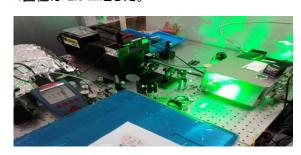
スーパーCLBO 結晶によって生成する波長 266nm のレーザーの最終目標は、平均出力 5W 以上@100kHz、パルス幅 70ps 以下を安定的に生成する事としている。波長 266nm のような短い波長で安定的に出力を得るためには、周辺光学部品や励起用半導体レーザー等の劣化を考慮して、目標出力の倍である出力 10W@100Hz(波長 266nm)を目指さなければならない。

このため、長期に渡って安定的なレーザー光を得る目的で、空気中の有機物、水蒸気を除去する CDA(Clean Dry Air)精製部を実現し、目標としていた露点温度-70℃(流量3リットル/分)を達成し、目標とするレーザー仕様を達成するための環境を整えた。



図 2.4.1.4 新開発した CDA 精製部

完成したレーザー発振器から出射した波長 532nm を、スーパーCLBO 結晶を搭載した波長変換器に入力し波長 266nm へ変換する実験を実施した。入力 34.2W@100kHz(波長 532nm)に対して 13.4W の波長 266nm の出力を得た。CLBO のサイズには 5 mm × 5 mm × 10 mmを用い、入射ビーム直径は 2.8 mmとした。



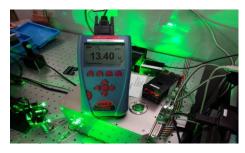


図 2.4.1.5 スーパーCLBO 結晶を用いた波長変換、出力確認実験の様子

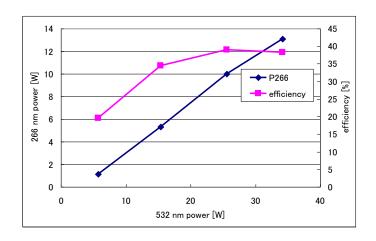


図 2.4.1.6 スーパーCLBO 結晶を用いた波長変換特性

2-4-2 マイクロビア加工試験

ガルバノスキャナを用いた $f\theta$ レンズを持つ加工光学系を準備し、図 2.4.2.1 に示す、マイクロビア加工実験機を構築し、加工実験を行い厚さ 0.1 mmの無アルカリガラス基板に対して ϕ 10um のビアホール加工を行った。

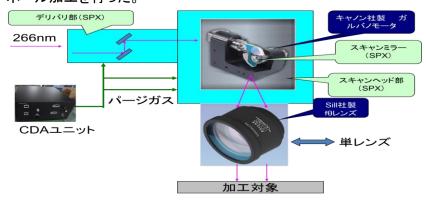


図 2.4.2.1 マイクロビア加工光学系のブロック図

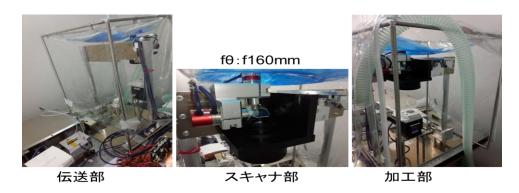
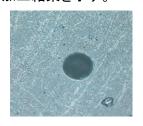


図 2.4.2.2 開発したマイクロビア加工実験機

開発したマイクロビア加工実験機ではスーパーCLBO を搭載した波長変換ユニットの後段 にビーム径を拡大することを目的とするビームエキスパンダとデリバリーミラーを含む伝送部、ガルバノミラーと fθ レンズを含むスキャナ部、そして、自動 Z ステージを含む加工部からなる。図 2.4.2.4 に加工結果を示す。



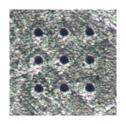


図 2.4.2.4 ガラスエポキシ基板に対する加工結果 (左: φ80um、右: φ15umx9)

80um の加工ではスキャナで同心円状に回転させながら加工する方法のトレパニングを用いて加工した。一方で、 ϕ 15um の加工では照射位置をスキャナで選択し後に固定して紫外線パルスを複数回照射する方法のパーカッションを用いて加工した。いずれの加工においても加工深さは 150um 程度となった。

次に、厚さ 0.1 mmの無アルカリガラス基板に対してマイクロビア加工を実施した。加工結果 を図 2.4.2.5 に示す。

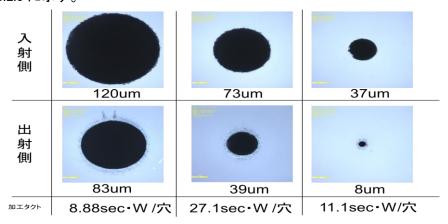


図 2.4.2.5 ガラスエポキシ基板に対する加工結果 (左: φ80um、中: 40um、右: φ8um)

図 2.4.2.5 に示すようにテーパーが生じているが貫通穴をあけることができた。加工条件設定では出射側の口径がそれぞれ 80um、40um、10um を目標とした。加工方法はいずれの場合もトレパニングを用いて加工を行った。

加工タクトは、 ϕ 10um で 11.1 秒・W/穴であった。タクトを上げられなかった主な原因は加工デブリが詰り貫通穴が開きにくかったためである。加工デブリをアシストガス等で排除することに加えて、長焦点距離の f θ レンズを用いたパーカッション加工を行うことでタクトを飛躍的に向上できると見通しを得た。

第3章 全体総括

3-1 複数年の研究開発成果

前述のように、本研究開発計画で設定した以下の各項目については、いずれも目標を 達成することができた。

- (1) CLBO のレーザー損傷耐性向上技術
 - ①点欠陥抑制技術の開発
 - ②アルミニウム添加結晶育成技術の開発
 - ③水不純物制御技術の開発
- (2) 溶液攪拌による結晶大型化・均質化技術
 - ①新型攪拌翼の設計・試作
 - ②大型·高均質 CLBO 育成条件の最適化
- (3)素子加工・長寿命化技術
 - (1)結晶加工表面の高レーザー損傷耐性化技術の開発
 - ②素子長寿命化技術
- (4) 評価及びフィードバック
 - (1)高出力紫外光発生試験による結晶品質評価
 - ②マイクロビア加工実施試験

3-2 今後の研究開発後の課題、事業化展開

上記の通り、開発目標はすべて達成されたが、レーザー技術の発展も想定以上に早く進行している。このため、最新鋭のレーザー機器に搭載され、その性能を発揮していくためには CLBO 結晶についてもさらなる高度化を図る必要がある。このため、補完研究を行い、完成度を高めていく必要がある。

事業化については、これを専門に対応していくため、新たに「株式会社創晶超光」を設立し、これまでの開発に携わってきた開発要員も投入し効率的に対応し、ユーザーの要望にもきめ細かく対応していくことが必須である。当然のことながら設置後のメンテナンス、アフターサービスも重要な要素である。このため、営業、開発、技術サービスの各部門が密接な連携をとり、事業化を展開していく。

すでに米国等の海外企業からも受注を得たこともあり、海外営業も積極的に展開していく。

3-3 謝辞

短期間で大きな成果を挙げることができたが、創晶、大阪大学を中心とする開発チームに研究開発の機会を提供していただいた近畿経済産業局及び審査・評価の各場面で叱正やアドバイスをいただいた委員の方々に感謝する。