

スパッタリングによる自動車エンブレム用ミリ波透過性金属皮膜の開発

斎藤 隆之, 坂村 喬史, 宮崎 俊之
土永 賢治*

Development of millimeter wave transmittable metal films for automotive emblems by sputtering

Takayuki SAITOU, Takashi SAKAMURA, Toshiyuki MIYAZAKI
Kenji TSUCHINAGA*

抄録

自動車のミリ波レーダには、ミリ波透過性のエンブレムが必要とされる。金属光沢とミリ波透過性を両立する皮膜として、インジウムが既に実用化されている。インジウムは高価な金属であるため、スパッタリングを用いたより安価な金属皮膜の開発を試みた。その結果、錫と亜鉛の共晶合金の皮膜が十分なミリ波透過性を有していた。また、錫を第1層にしてアルミニウムを第2層に成膜した複層皮膜も透過性が良好だった。さらに第3層に錫を成膜すると、ミリ波透過性を損なわずに金属光沢が向上した。この複層皮膜により外装用自動車エンブレムを試作した。

キーワード：ミリ波透過性、金属光沢、スパッタリング、金属皮膜、自動車エンブレム

Abstract

The automotive millimeter-wave radar requires the millimeter wave transmittable emblems. The Indium film which both metallic luster and millimeter wave transmittability can be made compatible has already been put into practice use. Since indium is an expensive metal, inexpensive metals coating with sputtering have been investigated. The film of the tin-zinc eutectic alloy had a sufficient millimeter wave transmittability. The multilayer coating that the second aluminum layer was formed on the surface of the first tin layer was also good millimeter wave transmittability. The three-layered film that the third tin layer was formed on the surface of tin-aluminum multilayer could achieve metallic luster and millimeter wave transmittability. The prototype of exterior automotive emblem was produced by using the multi-layered film.

KEY-WORDS : Millimeter wave transmittability, Metallic luster, Sputtering, Metal films, Automotive emblems

1. はじめに

2020年を目指して自動車各メーカーは自動運転技術の実用化を進めており、車周囲の障害物の検出にはカメラやミリ波レーダが用いられており、レーザーレーダ等のセンサも開発が進んでいる¹⁾。の中でもカメラとミリ波レーダの組合せが普及している。特にミリ波レーダは雨天や雪などの天候にほとんど左右されず遠方の障害物を検出できる特徴があり、

前方の障害物との距離を精度良く計測する方法として、多くの自動車メーカーで採用されている。この方法を模式的に図1に示した。ミリ波レーダは、多くの場合車体全面中央部のエンブレム後方に搭載されている。このためエンブレムには、金属光沢を備えた装飾性のほかにミリ波（波長：1～10mmの電波）透過性が必要となる。通常、エンブレムは樹脂に金属調のめっきやスパッタリング皮膜を施している。しかし金属光沢とミリ波透過性は基本的には相反する性質であり、こ

* 上原ネームプレート工業株式会社, * Uehara Name Plate Co., Ltd.

事業名：重点研究

課題名：樹脂基材への金属皮膜形成技術による高機能車載部品の開発

これらを両立させるため高価なインジウム（In）を用いる金属成膜技術が実用化されている²⁾。

本研究では、柔軟な樹脂製エンブレムに対する金属光沢とミリ波透過性を兼ね備えた新しい安価な金属成膜技術を開発し、実用化を目指した形状試作を行ったので報告する。

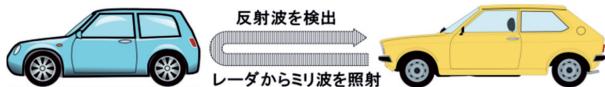


図1 ミリ波レーダによる距離の計測

2. ミリ波透過性のある既存の成膜技術と成膜指針

ミリ波の周波数は、30～300GHzである。現在、国内の自動車用レーダでは76～77及び78～81GHz領域のミリ波が主に用いられている。こうしたミリ波領域の透過性エンブレムはインジウムを用いた皮膜で実用化されている。スパッタリングによりABS樹脂上に形成したインジウム皮膜の電子顕微鏡画像の一例を図2に示す。このようにミリ波透過のための金属皮膜には連続した皮膜構造ではなく孤立した島状（不連続）構造が重要となる。電流が境界面で遮断され、表面抵抗率が大きくなり絶縁体として振る舞うためミリ波を透過する。にもかかわらず、可視光域（波長500nm程度）で金属光沢を有することができる原因是、波長と金属粒子が同程度の大きさであり金属としての性質が現れるためと考えられる。

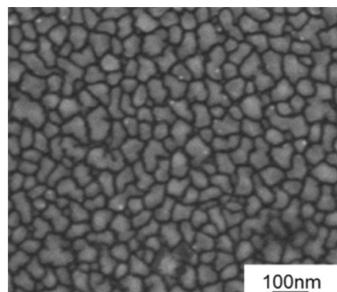


図2 スパッタリングによるIn皮膜

真空蒸着では、インジウムのほかに錫も島状構造を比較的形成しやすいことが知られている³⁾。またスパッタリングにおいて、低融点で表面張力が大きければ粒状に隙間が生ずる、すなわち島状構造を形成しやすいことが指摘されている⁴⁾。インジウムと錫のバルク金属の融点はそれぞれ、157°Cと232°Cである。そこで一つ目の開発指針として、融点の低い合金を用いて成膜を行うこととした。

井土らは³⁾、結晶構造が同一であり格子定数差が10%以内である少なくとも二種の金属であって真空蒸着では島状構造を相対的に形成しやすい金属と、相対的に形成しにくい金属

とをその順で切り替えてスパッタリングするステップを含んで金属皮膜を成膜することにより、その金属皮膜が金属光沢を呈し島状構造となりやすいことを報告している。そこで、錫などを第1層とし、2層目にアルミニウムなどの他の金属をスパッタリングにより成膜する複層構造の皮膜形成を二つの開発指針とすることとした。また本開発でのミリ波透過性の数値目標は、ある自動車メーカーの規格からエンブレムを透過したときの電磁波エネルギーの減衰量が-1.5dB以内とした。

3. 実験方法と評価

3.1 皮膜形成方法

純金属のターゲットにはインジウムのほか、錫、ニッケル及びアルミニウムを用いた。合金系ターゲットは安価・毒性がほとんどない錫をベースとした。錫は融点が232°Cであり、共晶型の合金であればさらに低下する。あるいは3元系合金で安価であることを念頭に置きSnBi (Sn:48wt%, Bi:52wt%) 合金、SnAgCu (Ag:3wt%, Cu:0.5wt%, Sn残) 合金及びSn9Zn (Sn:91wt%, Zn:9wt%) 合金を選定した。これらの融点は順に、139, 220, 199°Cである。これらの合金のターゲットは販売されていないため、SnAgCuについては市販はんだ材料を原料とし、ほかは純金属を配合した混合材料から鋳造により作製した。基材には、厚さ1mmのABS樹脂を用いた。成膜装置には図3に示すRF式スパッタリング装置（キャノンアネルバ製、SPF-332H）を用いた。成膜条件としては真圧度が0.001Pa程度に到達した後、アルゴンガスを導入しその圧力(Pa)、投入電力(W)及びスパッタリング時間(s)をパラメーターとして皮膜形成を行った。ターゲットと基板の距離は60mmに固定している。



図3 RF式スパッタリング装置

3.2 皮膜の評価

3.2.1 形態と膜厚

作製した皮膜の膜厚は蛍光X線分析装置（堀場製作所製、XGT-5000）により薄膜FP法を用いて評価した。また、皮膜の島状構造を評価するために電界放出型電子顕微鏡（日本電子製、JSM-7001 F）を用いて表面の微視的な表面形態を観察した。

3.2.2 表面抵抗

皮膜の表面抵抗率が大きくなるとミリ波を透過するため、簡易的にミリ波透過性を把握する目的で表面抵抗率 (Ω/\square) を測定した。表面抵抗率測定はおおむね $1 \times 10^8 \Omega/\square$ 以下では低抵抗率計（三菱化学アナリティック製、ロレスターGX）を用い、それ以上では高抵抗率計（同社製、ハイレスターUX）を用いた。実際の測定法は直流4探針法で、ある距離の抵抗を測定し、試料の形状で決まる係数を用いて表面抵抗率に変換している。自動車分野では良好なミリ波透過性を得るために表面抵抗率で、 $1 \times 10^7 \Omega/\square$ 以上が目安とされており、評価の指標に用いた。

3.2.3 ミリ波透過性評価

エンブレム製品のミリ波透過性評価方法については、各自動車メーカーが独自に定めており、その詳細な仕様や評価方法は公表されていない。そのため、まず本報告では図4aに示す高周波ネットワークアナライザ（アジレント・テクノロジー製、E8362C）を用いた評価方法を独自に検討した。本装置は10MHz～50GHz及び75～110GHzの電磁波の入力、透過特性及びこの領域の各種材料の誘電率を測定する装置である。ここでは電磁波エネルギーの減衰量（dB）を測定することとした。評価サンプルは、一辺が50mmの正方形で平板な試料を用い、高周波ネットワークアナライザに接続した送信アンテナからミリ波を試料に照射し、試料を透過して受信のアンテナに入射するミリ波の強度を測定した。測定周波数はミリ波レーダで使用され、かつ装置で可能な最大幅である75～110GHzとした。また、再現性を高め、さらに測定系外側での不要な反射を抑制するために、図4bのようにアクリルレールに上にアンテナを設置するとともにアンテナ間の距離は6cmに設定した。さらに筐体間の多重反射抑制のため、アルミホイルで乱反射させてSN比を向上させた。最終的に得られた同一試料の測定値の再現性はおおむね0.3dB以内だった。

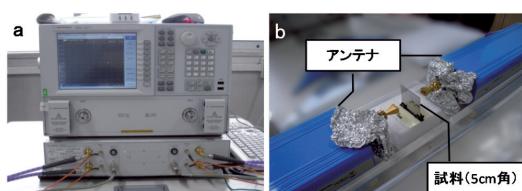


図4 ネットワークアナライザ (a:本体, b:アンテナ)

4. 結果と考察

4.1 純金属の成膜

表1にインジウム、錫、ニッケル及びアルミニウムの成膜結果を示す。SEM像はすべて5万倍の観察結果である。表には膜厚と表面抵抗率の測定結果も併記している。インジウ

ムは幅広い成膜条件下において粒状の島状構造を示し、粒径がおおむね300nm以下にそろい島状構造が明瞭に形成される場合、 $10^6 \Omega/\square$ 以上の表面抵抗率を得ることができた。膜厚が40nm程度より大きくなると金属粒子が積層しながら連続構造の形態に移行した。一方、錫は粒子状を示すが表面抵抗率はインジウムの場合と比較して低い値を示した。投入電力50W、アルゴンガス圧力10Pa及びスパッタリング時間30sの成膜条件で表面抵抗率 $10^6 \Omega/\square$ 以上が得られたが、膜厚が7nmであり金属光沢は認められなかった。鎌田らは⁵⁾錫のスパッタリング成膜において膜厚10nm以下では金属光沢を消失することを報告しており、本報告の実験結果と一致している。ニッケルとアルミニウムについては多くの条件で成膜したが、島状構造が観察されず、同程度の膜厚のインジウムと比較し表面抵抗率は非常に小さかった。以上の結果から、ミリ波透過性評価にはインジウムと錫を選択した。

4.2 合金の成膜

Sn3AgCuとSn9Znについての成膜結果を表2に示す。Sn3AgCu合金は島状構造が明確に生じるが、今回の成膜条件の範囲では $30 \Omega/\square$ 以上の表面抵抗率は得られなかった。同様に図表として示していないがSnBi合金においても成膜条件により島状構造が見られたが、 $5 \times 10^2 \Omega/\square$ 以上の表面抵抗率は得られなかった。以上のことからこれら2種類の合金ではミリ波透過性は乏しいと判断しミリ波透過性評価から除外した。一方、Sn9Zn合金は成膜条件100W、5Pa、10s（膜厚：16nm）において $6.4 \times 10^3 \Omega/\square$ の表面抵抗が得られた。また表面形態の微細構造もインジウムに類似していた。そこで成膜時間を短く8sとし膜厚を12nm程度とした皮膜が、金属光沢とともにミリ波透過性を両立すると予想し、ミリ波透過性評価を行った。

4.3 複層の成膜

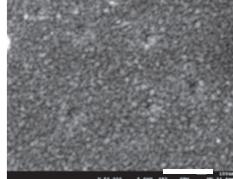
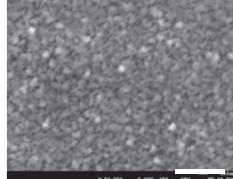
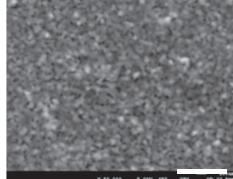
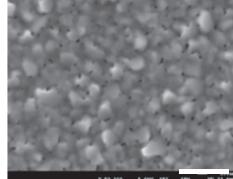
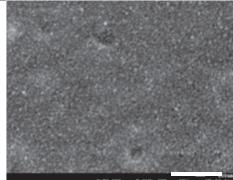
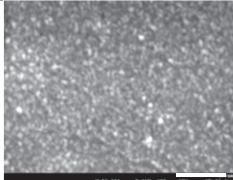
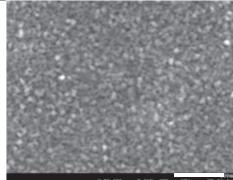
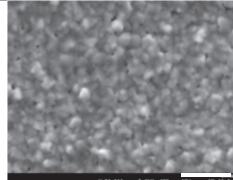
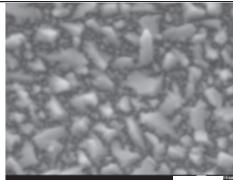
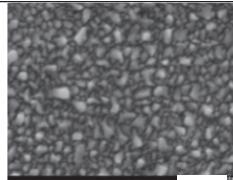
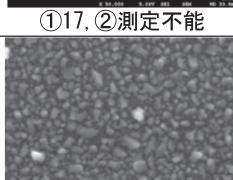
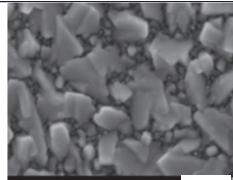
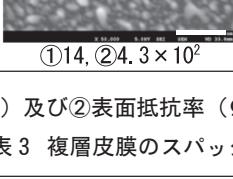
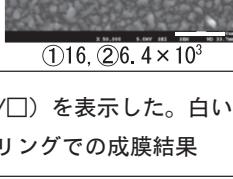
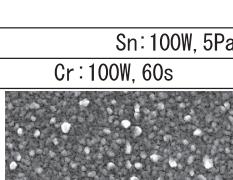
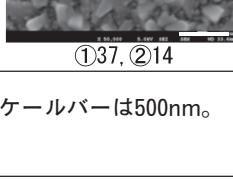
複層構造の皮膜として錫-アルミニウム（Sn-Al）及び錫-クロム（Sn-Cr）系の成膜を行った。クロムは単独ではミリ波透過性が期待できないが、複層化でアルミニウムのような効果を生ずる可能性が考えられ、錫の保護層にもなり得るため選定した。これら複層系の評価結果を表3に示す。しかしSn-Cr系については、 $1.8 \times 10^2 \Omega/\square$ 以上の表面抵抗率は得られなかった。一方、Sn-Al系では微粒子から大きな粒子まで混在した複雑な島状構造を示しており、Alのスパッタリング時間が12～15sの成膜条件で $10^7 \Omega/\square$ 以上の高い表面抵抗率が得られた。以上の結果からSn-Al系皮膜についてもミリ波透過性評価を行った。

表1 純金属のスパッタリングでの成膜結果

インジウム				
	投入電力 : 50W		投入電力 : 100W	
	成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s	成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s
Ar:0.5Pa				
	①16, ② 9.4×10^6	①37, ② 1.2×10^3	①24, ② 1.9×10^6	①60, ②5.3
Ar:10Pa				
	①9, ② 8.4×10^6	①28, ② 6.3×10^2	①14, ② 1.4×10^7	①51, ②3.4
錫				
	投入電力 : 50W		投入電力 : 100W	
	成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s	成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s
Ar:0.5Pa				
	①34, ②70	①19, ② 1.2×10^2	①47, ②6.9	
Ar:5.0Pa				
	①24, ② 1.1×10^2	①16, ②65	①48, ②13	
Ar:10Pa				
	①2, ②測定不能	①7, ② 2.0×10^6	①10, ② 4.9×10^2	①23, ②31
ニッケル		アルミニウム		アルミニウム (画像未取得)
投入電力:100W Ar:0.5Pa 成膜時間:30s ①13nm, ②30Ω/□		投入電力:100W Ar:5Pa 成膜時間:20s ①6nm ②28Ω/□		投入電力:100W Ar:5Pa 成膜時間:40s ①12nm ②12Ω/□

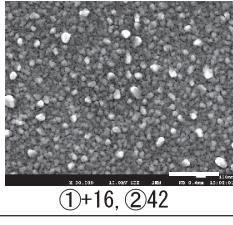
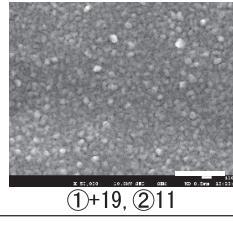
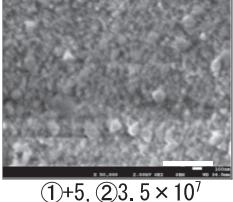
※画像の下部に①膜厚 (nm) 及び②表面抵抗率 (Ω/□) を表示した。白いスケールバーは500nm。

表2 合金のスパッタリングでの成膜結果

Sn3AgCu 合金							
		投入電力 : 50W				投入電力 : 100W	
		成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s			成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s
Ar: 0.5Pa	①11, ②30			①13, ②14			
	①9, ②測定不能						
Sn9Zn 合金							
		投入電力 : 50W				投入電力 : 100W	
		成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s			成膜時間 : 10s	成膜時間 : 30s
Ar: 0.5Pa	撮影困難 ①7, ②測定不能			①17, ②測定不能			
	撮影困難 ①4, ②測定不能						

※画像の下部に①膜厚 (nm) 及び②表面抵抗率 (Ω/\square) を表示した。白いスケールバーは500nm。

表3 複層皮膜のスパッタリングでの成膜結果

Sn-Cr			
Sn: 100W, 5Pa, 5sec (8nm)		Sn: 100W, 5Pa, 10sec (16nm)	
Cr: 100W, 15s		Cr: 100W, 60s	Cr: 200W, 30s
Ar: 5Pa	画像未取得 ①+4, ②44	画像未取得 ①+8, ② 1.8×10^2	 ①+16, ②42
			 ①+19, ②11
Sn-Al			
Sn: 100W, 5Pa, 5sec (8nm)			
Al: 100W, 12s		Al: 100W, 15s	Al: 100W, 18s
Ar: 5Pa	撮影困難 ①+4, ② 1.1×10^{13} (高抵抗率計による)	 ①+5, ②3.5 x 10^7	画像未取得 ①+6, ② 5.1×10^2

※画像の下部に①膜厚 (nm) 及び②表面抵抗率 (Ω/\square) を表示した。白いスケールバーは500nm。

4.4 ミリ波透過性評価

まず透過性が既知であるIn皮膜と透過性に乏しいと予想されるCr皮膜を用い、定量的なミリ波透過特性が得られるような測定方法を検討した。InとCr皮膜を厚さ1mmのABSに成膜した試料のミリ波透過性評価結果を図5に示す。グラフの縦軸は空間をゼロ基準とした電磁波の減衰量を表している。電磁波のエネルギーにおいては1/10の減衰量が-20dBになる。ABS樹脂のみの試料では空間とあまり変わらず、特に85GHz近傍ではほぼ同じである。十分な金属光沢を示す16nmのインジウムをABS樹脂上に成膜した試料では100GHz付近までABS樹脂のみとほぼ同程度である。一方、クロムを成膜した試料では同程度の膜厚のインジウムより大きく減衰しており、膜厚が大きいほど大きく減衰する傾向を示した。これらの結果から本法は各皮膜のミリ波透過性が、定量的に評価ができると判断した。

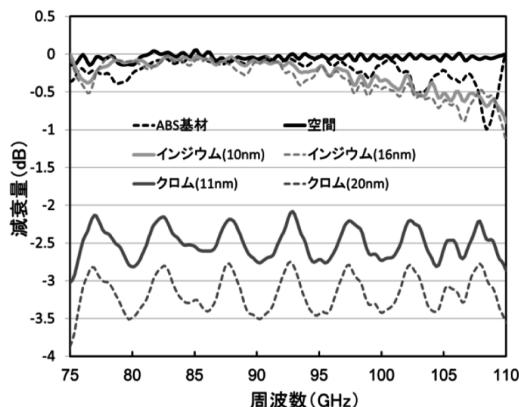


図5 標準とした試料のミリ波透過性

表面抵抗率の高さの観点から選択したSn9Zn合金及びSn-Alの複層皮膜、さらにこれらを組み合わせたSn9Zn合金-Alの複層膜を対象に、ABS樹脂基材に、膜厚を変えて金属皮膜を成膜した。これらのミリ波透過性評価を行った結果を表4に示す。測定結果は、実際にミリ波レーダで用いられる75~81GHzの領域で減衰量(dB)を平均した実測値と、空間のみを100%の基準として換算した透過率(%)も示している。開発目標ではエンブレム内での電磁波エネルギーの減衰量を-1.5dB以内と設定したが、表4から着色した部分の各種の金属皮膜がこれに該当しており、目標を達成できる金属皮膜の構成を見出すことができた。一方、In(16nm)と比較して、これらのすべてで金属光沢が乏しかった。前述したように金属光沢は膜厚が10nm以下になると失われるので、膜厚が10nmより大きく90%以上の透過率を有するのは、太字で示したSn-Al(8nm-4nm)、Sn9Zn(12nm)、Sn-Al(8nm-5nm)、Sn9Zn(16nm)皮膜である。ここでSn9Zn(16nm)の皮膜は膜厚16nm前後で表面抵抗率が急激に低下する現象が観察され、さらに厚さ20及び23nmで透過率の逆転が見ら

れることから16nm以上の厚さでは皮膜の性質が不安定である。そこで、実用化のための候補基材への成膜には、Sn-Al(8nm-5nm)とSn9Zn(12nm)を選定した。

表4 各金属皮膜のミリ波透過性

試料 (膜厚)	減衰量(dB)	透過率(%)
空間	0.00	100.0
ABS	-0.19	97.8
In(16nm)	-0.10	98.9
Sn-Al(8nm-4nm)	-0.22	97.5
Sn9Zn(9nm)	-0.25	97.1
Sn9Zn(12nm)	-0.29	96.7
Sn-Al(8nm-5nm)	-0.39	95.6
Sn9Zn(16nm)	-0.46	94.8
Sn(8nm)	-0.89	90.2
Sn9Zn-Al(16-5nm)	-1.27	86.4
Sn(11nm)	-1.63	82.8
Sn9Zn-Al(16nm-4nm)	-1.70	82.3
Sn-Al(8nm-6nm)	-1.97	79.7
Sn9Zn-Al(16nm-6nm)	-4.48	59.7
Sn9Zn(23nm)	-9.52	33.4
Sn(14nm)	-10.27	30.6
Sn9Zn(20nm)	-14.04	19.9
Sn9Zn(27nm)	-18.00	12.6

5. 基材の選定とエンブレムの試作

5.1 基材の選定

実用化を目指す場合に樹脂製エンブレムに要求される特性として、金属光沢、ミリ波透過性と並んで立体的な曲面加工が可能で取り付け容易な柔軟性があげられる。そのため耐久性や成形性も考慮し軟質かつ透明の基材を選定した。透明性はエンブレムが外装用であり金属皮膜を保護する目的で内側から皮膜形成するため求められる。これらについて実際のエンブレム形状へ成形し、透明性や軟質性、基材への錫皮膜の密着性及び基材自体でのミリ波透過性を評価した結果を表5に示す。表中には皮膜選定のために用いた基材であるABS(厚さ1mm)も、比較のため示した。ミリ波透過性は成膜後の状態で-1.5dB(透過率:84.1%)を目指しているため、基材自体で-1.0dBを越えた場合は不適(×)とした。この評価結果から総合的に判断し、試作用の基材として軟質アクリルAを選定した。

表5 各基材の評価結果

	軟質アクリルA	軟質アクリルB	透明ペルブレン	ABS
透明性	○	○~△	△	×
軟質性	○	○	◎	△
Sn密着性	○	○	×	○
基材でのミリ波減衰量	△(-0.73)	×(-1.18dB)	未評価	○(-0.10)

5.2 小型エンブレムの試作

表5の結果から、試作に適していると判断した軟質アクリルAを基材として小型エンブレムの形状に成形しスパッタリングで金属皮膜を成膜した。得られた試作品の一例を図6に示す。格子は1cm間隔である。図6に示した試作品はSn9Zn皮膜であるが、Sn-Alの2層皮膜もほとんど同様な外観であった。いずれの皮膜でも基材も含めてミリ波透過性は-1.5dB以内の減衰量となっていた。しかしながら可視光の反射率と外面からの金属光沢にやや乏しい点が課題として残った。

この課題を解決するために、Sn-Al皮膜上にさらにSnを積層したSn-Al-Sn（8 nm- 5 nm- 8 nm）の3層構成の膜を試作した。2層構成の実験結果から錫上のアルミニウムの組合せがミリ波透過を促進することから、アルミニウム上の錫も同様な促進効果を生じる可能性がある。実験には、平坦で厚さ3 mm, 50mm角の軟質アクリルA平板を用い、上記の3層構成で成膜した。成膜後の外観は、ほぼIn（16nm）と同程度で十分な金属光沢が得られた。ミリ波透過性を評価した結果、減衰量は-1.58dBであった。ここで実験に用いた厚さ3 mmの軟質アクリル基材自体が-1.47dBの減衰量を示すため、金属皮膜部分Sn-Al-Sn（8 nm- 5 nm- 8 nm）の減衰量は-0.11dBとなり、非常に良好なミリ波透過性であると言える。基材を含めた減衰量でも目標値をおおむね達成している。

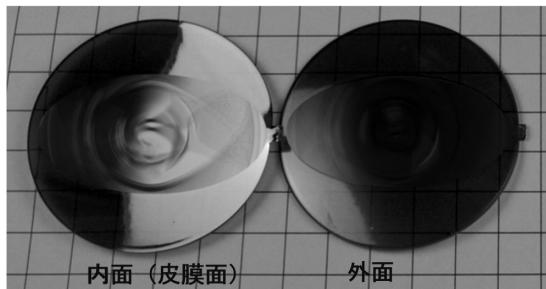


図6 試作したエンブレム

6.まとめ

スパッタリング法により、金属光沢を有しミリ波を透過する安価な金属皮膜の開発に取組み、以下の結果を得た。

1. 複数の純金属について成膜し、表面抵抗率と表面観察により評価を行った結果、インジウムが高い表面抵抗率と微細な島状構造を有することを確認した。
2. 純金属のうち錫では、粒子状を示すが表面抵抗率はインジウムと比較して低い値を示した。ニッケルとアルミニウムでは表面抵抗率は非常に小さかった。
3. 種々の合金と複層の金属皮膜について、表面抵抗率と表面観察により評価を行った結果、Sn9Zn合金及びSn-Al複層皮膜が島状構造を示し、高い表面抵抗率を有していた。

4. 表面抵抗率と表面観察による評価で、選択した成膜についてミリ波透過性評価を行った結果、Sn-Al（8 nm- 4 nm）、Sn9Zn（12nm）、Sn-Al（8 nm- 5 nm）、Sn9Zn（16nm）皮膜が90%以上のミリ波透過率を示した。
5. 軟質アクリルAを基材に小型エンブレムの形状に成形し、Sn9Zn及びSn-Al皮膜を成膜した。いずれの皮膜でも基材も含めてミリ波透過性は-1.5dB以内の減衰となっていたが、可視光の反射率と外面からの金属光沢にやや乏しい点が課題として残った。
6. Sn-Al-Sn（8 nm- 5 nm- 8 nm）の3層構成で成膜した結果、成膜後の外観は、In（16nm）と同程度の十分な金属光沢が得られ、ミリ波透過性も非常に良好だった。製品化に向け、よりミリ波透過性が良い基材の選定と皮膜の性能再現性及び耐久性について改善を進める予定である。

謝辞

本開発を進めるに際し、北海道大学電子科学研究所の松尾保孝准教授に、多大なアドバイスとご協力を頂きました。記して深く感謝申し上げます。

引用文献

- 1) 例えば、日経Automotive pp42-45, No.5 (2016)
- 2) 例えば、特開2000-159039, 特開2007-138270, etc.
- 3) 特開2007-138270
- 4) 特開2003-258282
- 5) 鎌田義隆ら、新機能薄膜の研究、pp24-29、新潟県工業技術研究報告書2005, No.34