

光ファイバーの選択エッチングとその応用 (近接場光学顕微鏡用プローブ作製)

財団法人神奈川科学技術アカデミー 光科学重点研究室

物部 秀二, 大津 元一*

Selective etching of optical fibers and their applications (Fabrication of fiber probes for near-field optical microscopy)

Shuji Mononobe, Motoichi Ohtsu

Special Research Laboratory for Optical Science, Kanagawa Academy of Science and Technology

光ファイバーの選択エッチングはコアとクラッドの溶解速度比によって特徴付けられ、高い形状制御性と再現性を持つ光ファイバー微細加工プロセスとしての側面を持つ。我々はこれを近接場光学顕微鏡用プローブ作製に応用し、プローブ技術を体系化することに成功している。

1. はじめに

石英ガラス製の単一モード光ファイバーを弗化水素を含む水溶液に浸漬すると、ファイバーが溶解しその直径が減少すると共に、コア領域が陥没（あるいはテーパ化）する様子が観測される。このような光ファイバーの選択エッチングは不純物が添加されたコアガラスの溶解速度がクラッドのそれよりも大きい（あるいは小さい）ために生じる。近年、これを近接場光学顕微鏡用プローブの作製^{1,2)}、光ファイバーの評価³⁾、ファイバー型マイクロレンズアレイの作製⁴⁾に応用するための研究が行われ、その結果、近接場光学顕微鏡用プローブ技術が飛躍的に向上した。特に選択エッチングの発展型である多段屈折率型ファイバーの複合選択エッチン

グは実用技術⁵⁾として注目されている。本稿では光ファイバーの選択エッチングについて詳述し、その近接場光学顕微鏡用プローブ作製への応用について概説する。

2. 光ファイバーの選択エッチング

図1 (a)(b)はそれぞれ緩衝弗化水素水溶液(BHF)中にある光ファイバーのコアが陥没する工程とテーパ化する工程の説明図である。ここで、 R_1, R_2 はコアとクラッドの溶解速度であり、2つの溶解速度分布に示されるように、(a)では $R_1 > R_2$ 、(b)では $R_1 < R_2$ である。 r_1, r_2 はコアとクラッドの半径を表す。 ϕ は陥没部の角度であり、 d, θ, L_{TC} はそれぞれテーパ部の先端径、角度、長さである。また、 T と τ はそれぞれ陥没工程のエッチング時間とテーパの先端径を零にするための最小エッチング時間を表す。幾何学的関係から、先鋭角 ϕ, θ 、テ

〒213-0012 川崎市高津区坂戸3-2-1 KSP 東棟 408-B

TEL 044-819-2075

FAX 044-819-2072

E-mail: mononobe@net.ksp.or.jp

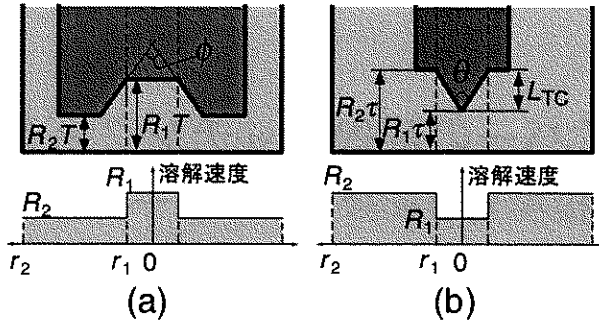


図1 選択エッチングに基づく(a)陥没工程と(b)テーパ化工程の説明図。 r_1, r_2 , コアとクラッドの半径; R_1, R_2 , コアとクラッドの溶解速度; ϕ , 陥没部分の角度; θ , テーパー部分の角度(先鋭角); τ , 先端径がゼロになる時間; L_{TC} , テーパー部分の長さ。

ーパ一部長さ L_{TC} , 最小エッチング時間 τ はそれぞれ次のように表される。

$$\sin(\phi/2) = R_2/R_1 \quad (R_2 < R_1) \quad (1)$$

$$\sin(\theta/2) = R_1/R_2 \quad (R_2 > R_1) \quad (2)$$

$$L_{TC} = (r_1 - d/2) / \tan(\theta/2) \quad (3)$$

$$d(T) = 2r_1(1 - T/\tau) \quad (T < \tau) \quad (4)$$

$$d = 0 \quad (T > \tau) \quad (5)$$

$$\tau = (r_1/R_1) [(R_1 + R_2)/(R_2 - R_1)]^{1/2} \quad (6)$$

(2)式から、テーパ化工程の先鋭角はコアとクラッドの溶解速度比によって決定されることが分かる。

今、二酸化ゲルマニウム添加石英コアと純粋石英クラッドを持つコア半径 $r_1 = 1 \mu\text{m}$, 比屈折率差 $\Delta n = 2.5\%$ の分散補償ファイバー⁶⁾を 40 wt% NH_4F 水溶液 : 50 wt% HF 酸 : $\text{H}_2\text{O} = 10 : 1 : 1$ の体積比で混合された 25 度 C の BHF に 1 時間浸漬すると、図 2 の電子顕微鏡写真に示されるような先端径 $d < 10 \text{ nm}$, 先鋭角 $\theta = 20$ 度のテーパ化ファイバーが高い再現性をもって得られる。さらに NH_4F 水溶液の体積比 X として変化すると、図 3 (a) に示されるように $X > 1.7$ において 180 度から 20 度の範囲で先鋭角が制御され、 $X < 1.7$ では陥没工程となる。また、 X を 10 に固定し、先鋭角と比屈折率差の関係を調査すると図 3 (b) に示すようなような単調減少となる。比屈折率差は二酸化ゲルマニウム添加量とほぼ比例関係にあ

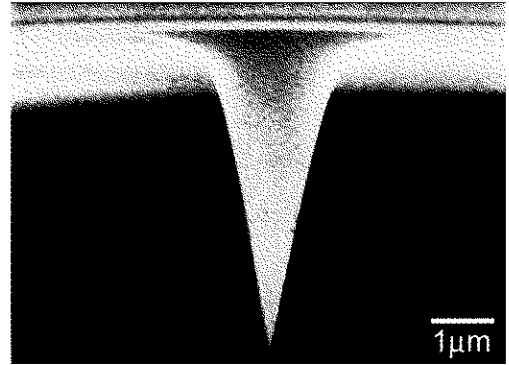


図2 テーパー化された分散補償ファイバーの先端部分の電子顕微鏡写真。 $\theta = 20$ 度。

るので、これはファイバーの最小先鋭角が二酸化ゲルマニウム添加量によって決定されることを意味する。一方、フッ素添加石英クラッドと純粋石英コアからなるファイバーに関して、先鋭角の依存性を同様に調査すると、図 4 (a) (b) に示すような結果となる。これらより、フッ素添加石英クラッドと純粋石英コアを持つファイバーの先鋭角は BHF の濃度に関して一定であり、比屈折率差(またはフッ素の添加量)のみによって決定されることが分かる。

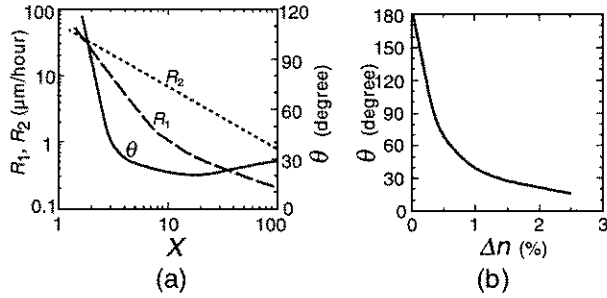


図3 二酸化ゲルマニウム添加石英コアと純粋石英クラッドを持つファイバーの先鋭角 θ の(a) NH_4F 水溶液の体積比 X と(b)比屈折率差 Δn に対する依存性。(a)において $\Delta n=2.5\%$ 、(b)では $X=10$ 。

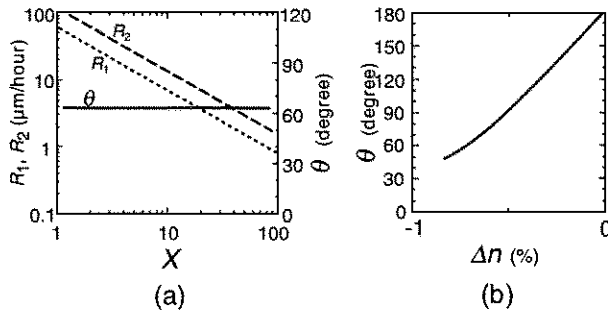


図4 フッ素添加石英クラッドと純粋石英コアを持つファイバーの先鋭角 θ の(a) X と(b)比屈折率差 Δn に対する依存性。(a)において $\Delta n=-0.7\%$ 、(b)で $X=10$ 。

3. 近接場光学顕微鏡用プローブへの応用

近接場光学顕微鏡はプローブが微小光源として働く illumination モード、プローブが試料の近接場光を散乱・検出する collection モード、プローブが光源と散乱体の両方として機能する illumination-collection モードの3つの顕微鏡方式に大別される。illumination モードのためには金属平板で形成される微小開口が理想形状のプローブとして考えられる。しかし、実際には試料上を衝突なしに走査しなければならないことを考慮して、テーパ化ファイバーの側面を金属化しその先端を微小開口に仕立てた金属コートファイバープローブがよく用いられている。テーパ化ファイバーの金属化には真空蒸着やスパッタリング等が用いられる。詳細に関

しては文献²⁾を参照されたい。

先鋭角等の構造パラメーターやプローブ形状は顕微鏡の明るさを決定する重要な要素であり、前述の選択エッチングに基づく形状制御によって高い透過効率(開口径 200 nm に対して $<10^{-2}$)を示す2重テーパ化プローブが実現されている。さらに、筆者は3つの顕微鏡方式と使用波長帯に関するプローブの最適化のため、三重テーパ化プローブ、Protrusion型プローブ、金属-誘電体-金属コートプローブ、単一モード多モードファイバープローブ、純粋石英コアを持つファイバープローブからなる応用指向プローブ群²⁾を提唱し、二酸化ゲルマニウム添加石英、純粋石英、フッ素添加石英からなる多段屈折率型光ファイバーの複合選択エッチングによりその作製に成功している。また、これらのプローブを用いて、単一 DNA 分

子のイメージング⁷⁾, InGaAs 単一量子ドットの発光測定⁸⁾, ラマン分光⁹⁾, ポリシラン分子の紫外発光イメージング¹⁰⁾が行われた。

4. ま と め

光ファイバーの選択エッチング工程に関する幾何学的考察と実験の結果を示し, 不純物添加石英ガラスの溶解速度について議論した。さらに, その近接場光学顕微鏡用プローブへの応用についてまとめた。

参 考 文 献

- 1) 物部秀二 他, “近接場光学用プローブの作製法”, 精密工学会誌, **66**(5), 667-670, 2000.
- 2) 物部秀二, 学位論文, 東京工業大学, 1999; <http://www.kast.or.jp/Mononobe.pdf>.
- 3) 物部秀二 他, 特開平 11-108798.
- 4) 本望宏 他, 信学技報 OPE94-64, 79-84, 1994.
- 5) <http://www2.odn.ne.jp/kawaguchi-opt/>
- 6) 西村正幸, “波長多重用光ファイバー”, *Oplus E*, **216**, 143-148, 1997.
- 7) R. Uma Maheswari, et al., “Nanometer level resolving near field optical microscope under optical feedback in the observation of a single-string deoxvribo nucleic acid” *Jpn. J. Appl. Phys.*, **38**, 6713-6720, 1999.
- 8) T. Saiki et al., “Low temperature near-field photoluminescence spectroscopy of InGaAs single quantum dots”, *Jpn. J. Appl. Phys.*, **37**, 1638-1642, 1998.
- 9) Y. Narita et al., “Near-field Raman spectral measurement of polydiacetylene”, *Appl. Spectroscopy*, **52**, 1141-1144, 1998.
- 10) S. Mononobe et al., “Fabrication of a triple tapered probe for near-field optical spectroscopy in UV region based on selective etching of a multi-step index fiber”, *Opt. Commun.*, **146**, 45-48, 1998.