

ガラスの屈折率測定

産業技術総合研究所関西センター 光技術研究部門ガラス材料技術グループ

北 村 直 之

Determination of refractive index of bulk glass

Naoyuki Kitamura

Optoelectronics Glass Group, Research Institute of Photonics
Kansai Center, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

はじめに

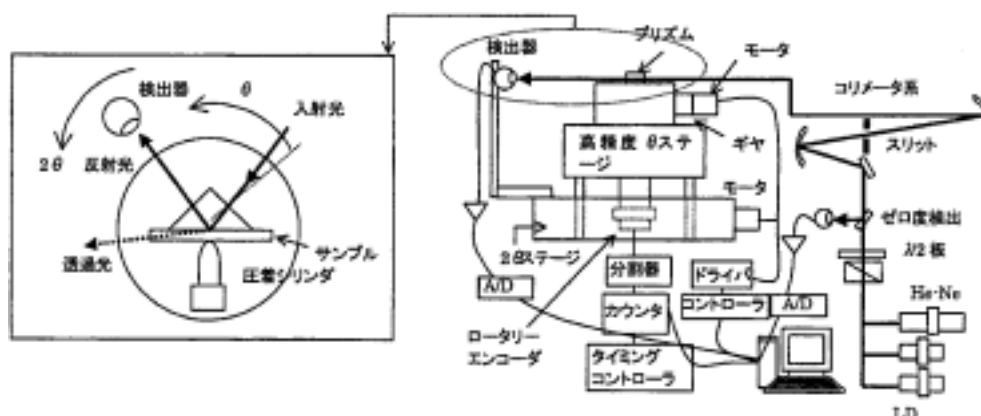
光学材料としてのガラスは、高均質化への技術が進み、その用途も多様化してきた。 10^{-6} を越える屈折率の均一性が可能になった一方で、光学定数の評価においても、波長が非可視域へと広がり、薄板やファイバなどの形状やビーム照射などによる改質部位など、評価対象の形状や条件は複雑になってきている。例えば、リソグラフィーにおける解像度の向上は、硝材の高い屈折率均質性を要求するとともに、より短い紫外領域での精密な屈折率値やその温度係数を必要としている。通信帯の近赤外域では、波長多重に対応すべく光路長の温度安定性が高い素材が要求され、高精度な屈折率（光路長）温度依存性を評価することが必要になっている。我々が材料開発に携わっている際に、必ずしも従来の屈折率の評価手段に適合した形状を持ったものができるとは限らず、また、短波長/長波長や低温/高温などの条件は適応できる測定方法に制限を加えることになる。屈折率測定の原理自身は昔から変わらないが、高精度化

や対象物の形状に対応できるように測定方法が改良されてきている。

屈折率の高精度測定評価

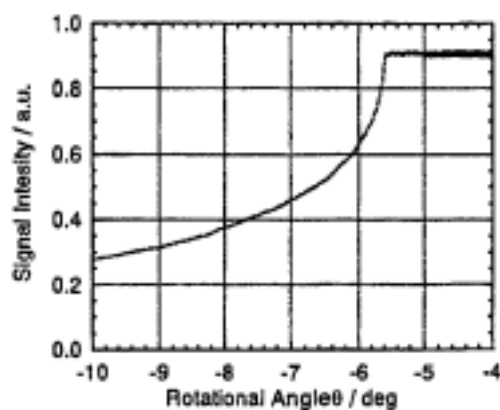
有効数字6桁以上の高精度な屈折率評価には、波長の正確（評価桁数と同等以上の桁数が知られている¹⁾）な水銀やヘリウムなどの放電ランプ光源が必要である。プリズム形状の試験試料を用いる最小偏角法は、屈折角を読み取る単純な方法である。原理的には 10^{-6} を越える測定レベルに達し、真空紫外域から赤外域までの広範な波長での屈折率測定が可能である。日本光学硝子工業会規格ではこの屈折率測定法が採用されている²⁾。評価される屈折率の絶対値確度や有効桁数はこの方法に勝る手法はないが、測定装置の設置環境（気温・湿度）、測定試料の均質性や加工精またその温度制御、さらにオペレーターの熟練などが要求されるため、実際の材料開発における評価手段としては時間と労力がかかる。

これに対して、プルフリッヒ屈折計やVブロック法による測定は、試料調整・計測が簡単で5桁の有効数字の屈折率値を決定できる利点がある。標準ブロックと浸液を使用するため測

図1(a) プリズムカップリング法による精密屈折率測定装置³⁾

定波長と温度領域に制限があるものの、小さい試料片で評価できることから高い頻度で用いられる方法である。近年、臨界角を利用する方法を改良し精度を高める試みがなされた³⁾。図1(a)は測定系の概略図である。基本的には薄膜の評価に利用されるプリズムカップリング法であり、安価な部品で測定系を構築できる。標準プリズムに入射した光が臨界角以上では試料側に透過しなくなり、図1(b)の様に反射光強度の折れ曲がりから臨界角を得る。屈折率精度は角度計測の分解能で決定されるが、標準プリズムの屈折率値精度や試料のアライメントの影響も重要になる。一般的な回転ステージを使用したこの例では、 10^{-5} の桁まで値付けることができているが、プリズム内の入射表面からの干渉成分が絶対値のズレに影響すると考えられた。標準プリズムを通る光を計測するので、試料厚に関してはブルフリッヒよりも制限が緩いと考えられる。板状試料は実際のガラス開発現場において高い頻度で現れる形状であり、このような方法が確立されれば非常に便利になるであろう。

薄板状試料の非可視域の屈折率は最小偏角法でも試みられた。薄板から加工されるクサビ状のプリズムでは、頂角がせいぜい1度程度しか採れないため、偏角が小さく測定が困難で

図1(b) 臨界角近傍での信号強度変化³⁾図2 ダブルプリズムによる最小偏角法の概念図⁴⁾

あった。しかし、図2のように標準プリズムに評価試料を接着することで、この問題は解決されている⁴⁾。測定精度は頂角に依存するため、頂角1度の試料では 10^{-4} のオーダーとな

る。しかし、この方法は浸液を使用しないため非可視域での屈折率を決定することができている。

最小偏角法や臨界角を利用する方法は絶対値の信頼性も高く、均質材料の屈折率評価方法として今後の進展が期待される。

屈折率温度係数の測定評価

近年の高解像度が求められる紫外リソグラフィや赤外光通信分野では、屈折率の温度依存性が重要な課題となっている。 $-40^{\circ}\text{C}\sim 70^{\circ}\text{C}$ の温度、紫外～赤外域、屈折率値で 10^{-5} 以上の測定精度での計測が必要なことから、浸液を利用する臨界角を測定する方法はほとんど採用されない。最小偏角法と干渉は上記の条件を満足するので、日本光学硝子工業会規格では併記されているが⁵⁾、この二つは絶対測定と相対測定としての特長をもっている。最小偏角法では幾つかの試料温度で屈折率の絶対値を測定する。絶対値の確度が 10^{-5} の場合、 100°C の温度変化幅で $10^{-7}/^{\circ}\text{C}$ の温度係数の測定精度が実現する。プリズムの熱膨張はほぼ均一であり、頂角への影響はほとんどない。しかし、比較的大きな試料を用いるので、室温から離れる

に従って均熱性を上げる工夫がなされている。温度変化に伴ない部材の膨張収縮で試料周辺の光学系のアライメントがずれるが、各温度でアライメントを取り直すことができる。また、放電ランプの微弱な輝線でも測定可能であることが特長である。

これに対して干渉法は、温度変化に伴う干渉縞の移動量を計測する。直接観測されるのは光路長の温度係数 (dS/dT) である。したがって、試料の線膨張係数を測定しておく必要がある。干渉縞の移動量はピンホールで縞の一部を観測し信号強度変化として観測することができるため、小さな試験片でも高い精度で測定できることが特長である。ただし、干渉縞の移動に対しては試料の均質性、均熱性や試料の加工精度に注意する必要がある。また、非可視域では干渉縞の調整が困難になること、微弱な輝線では測定が困難であることが問題点として挙げられる。線膨張係数の問題は、干渉系を工夫することによって同じシステムで測定できる。図3は (a) AOM を用いた線膨張率測定的光ヘテロダイン干渉計の例と (b) 試料部分の詳細である⁶⁾。クライオスタットを温度調節に用いたこの例では、 $10^{-8}/\text{K}$ の精度で温度係数を測定できる。市販の光学部材を組立てて、試料の前

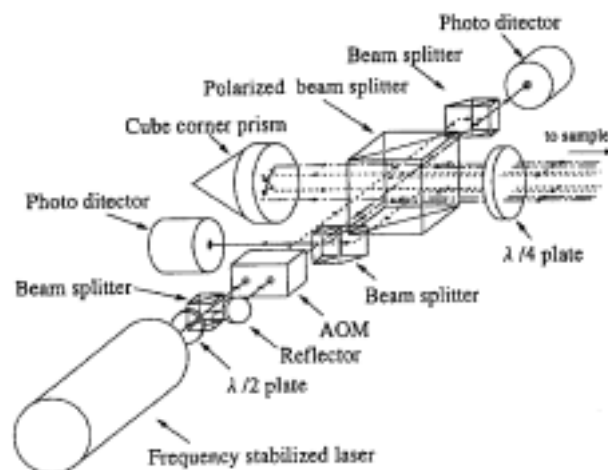
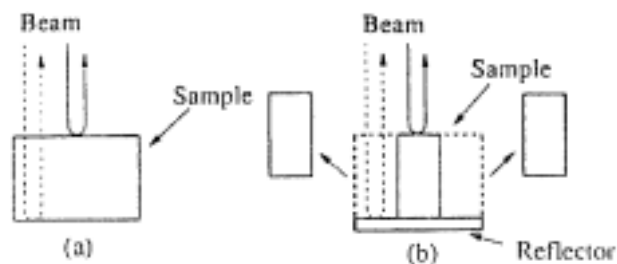


図3(a) 光ヘテロダイン法によるレーザー干渉装置⁶⁾

図 3(b) 線膨張係数および光路長温度係数の測定概念図⁶⁾

面と裏面の反射光で干渉縞を作る方法も簡便であり、初心者でも $10^{-6}/\text{K}$ 程度の測定系を組立てることができるのもこの方法の特長である。

終わりに

以上に述べた屈折率測定方法は、基本的には均質なバルク材料に対して有効であり、屈折率の不均一な試料では適用が困難である。最近では、レーザーやイオンビームによる表面改質や微小領域の屈折率制御が、ガラス表面（内部）への導波路形成や周期構造形成を目的として盛んに行われるようになった。測定精度は高くないが幾つかの方法で屈折率が評価されている。薄膜試料で利用される偏光解析は、バルク均質ガラスでは表面状態が敏感に影響するため測定に適しない場合がある。しかし、このような表面近傍に屈折率変化が生じる改質ガラス試料では、これを多層膜近似することができるため、薄膜試料の方法が利用できるであろう。近年ではマイクロエリプソメトリーの装置も進み、ミクロンオーダーの空間分解能で屈折率分布を計測することができる⁷⁾。また、ドット形状であ

ればレーザービームの屈折から屈折率変化を導き出せる。

測定の高精度化は一つの課題であるが、測定波長や温度域の測定条件の多様化、さまざまな試料形状への対応、屈折率分布の三次元測定などが試みられており、個々の扱う材料評価に適した屈折率評価方法が進展することを期待する。

参考文献

- 1) American Institute of Physics Handbook, McGraw-Hill, 3rd Ed., Ed. By D. E. Gray, New York, 1982. Section 7d.
- 2) 日本光学硝子工業会規格 JOGIS 01-94.
- 3) A. Mito, K. Ohki, Y. Hamana and H. Moriwaki, Optics Japan 2000, 8aE18, p. 211.
- 4) N. Kitamura, J. Hayakawa and H. Yamashita, J. Non-Cryst. Solids, 126 (1990) 155.
- 5) 日本光学硝子工業会規格 JOGIS 18-94.
- 6) M. Okaji, N. Yamada, K. Nara and H. Kato, Proc. 14th Japan Symposium on Thermophys. Properties, 1993, p. 15.
- 7) G. D. Feke, D. P. Snow, R. D. Grober, P. J. de Groot and L. Deck, Appl. Optics, 37 (1998) 1796.