

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 6月 8日現在

機関番号：82626

研究種目：若手研究（A）

研究期間：2009～2011

課題番号：21686023

研究課題名（和文） 光コムを用いた広帯域光学特性計測技術の開発

研究課題名（英文） Measurement of the optical properties in the visible range by using a broad band optical frequency comb

研究代表者

粥川 洋平（KAYUKAWA YOHEI）

独立行政法人産業技術総合研究所・計測標準研究部門・研究員

研究者番号：50371034

研究成果の概要（和文）：

光学材料や波長分散の評価など、多波長における屈折率測定ニーズに応えるため、光周波数コムを光源とした新しい広帯域屈折率計測方法を開発した。光周波数コムが出力する可視域全域にわたるスペクトルを持ったコヒーレントな光がファブリペロー共振器を透過した際のスペクトルを計測することで、共振器ミラーの間にある媒体の屈折率を求めることができる。エアギャップを用いた測定の結果、 10^{-5} の水準の不確かさで屈折率測定が可能であることを示した。

研究成果の概要（英文）：

A novel refractometry method by using an optical frequency comb which generates continuous spectrum of coherent light over the visible range. By analyzing a transmission spectrum of a Fabry-Perot cavity, refractive index of a medium between the cavity mirrors can be determined. The present experimental results for air-gapped cavity, the measurement uncertainty of refractive index is a few part of 10^{-5} .

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	10,400,000	3,120,000	13,520,000
2010年度	7,000,000	2,100,000	9,100,000
2011年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
総計	18,300,000	5,490,000	23,790,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・熱工学

キーワード：熱物性

1. 研究開始当初の背景

ガラスや光ファイバーなどの光学材料の評価において屈折率や消衰係数は重要な光学定数である。半導体産業においても、屈折率が1.7に近い液体や1.7以上の高屈折率レンズが微細線幅を実現するうえで不可欠である。露光における開口度や光吸収を把握するために、これらの物質の正確な光学定数が必要となる。屈折率の計測は最小偏角法など

の古典的な技術がいまだ主流であり、特に半導体露光に利用される紫外域では測定精度が低下する。また、光学ガラスは可視～赤外の11種類の波長で屈折率を測定する必要があり、測定の多波長化という課題も指摘できる。さらに、液体の屈折率測定分野でも、その多くは単一波長による測定を利用した濃度計測が目的とはいえ、測定の信頼性を評価する上で波長分散に関する情報が必要であ

る。

従来、屈折率の測定では最小偏角法や臨界角法といった屈折角の計測に基づくものが主流であった。屈折率に関する計量標準の分野では、レーザー干渉を用いた高精度な計測方法も報告されているが、多波長に対応するためにはレーザーに限られた発振波長がボトルネックとなり、屈折率測定が可能な波長は数点に留まる。屈折角の計測による方法ではレーザー以外の光源も使用可能であるが、異なる波長の単一光源（多くはランプ）を取り替えながら測定する必要があり、多大な時間と労力を必要とする。

一方近年、光周波数測定の新しいツールとして光コムと呼ばれる広帯域光源が注目を浴びており、光周波数以外への計測応用も検討されてるようになった。光コムは多数の縦モードが等しい周波数間隔で並んだ広帯域な光源であり、一部には 100 THz を越える光周波数範囲を持つものも製品化されている。光コムの各モードはそれぞれコヒーレントな連続光と考えることができるため、従来のレーザーやランプとは異なり、連続したスペクトルを持ちながら光波干渉計測への応用が可能である。

2. 研究の目的

これまでに述べた背景に基づき、本研究では、光コムを光源とした、可視域全域にわたって連続した高精度屈折率データが得られる新しい測定方法を開発することを目標とする。屈折率の測定における不確かさに関しては、市販の計測器の最高水準である 10^{-5} を目標とする。

3. 研究の方法

(1) 測定原理

図 1 は、測定システムの概略を示したものである。光コム発生器により発振する光コムを、2 枚の平行エタロンからなるファブリペロー共振器に入射する。共振器のエタロンの間には屈折率を測定する流体が満たされている。ファブリペロー共振器から出射する光は、共振器の特性により特定の波長成分だけが残り、これを例えば光スペクトルアナライザ等で測定する。

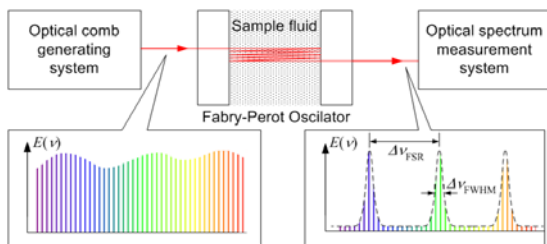


図 1 光コムを用いた広帯域における屈折率測定原理

この装置構成による屈折率測定原理は次のようになる。まず、ファブリペロー共振器の透過スペクトルについて考える。共振器間隔を L 、共振器内の流体の屈折率を n とすると、この共振器を選択的に透過する光の波長は、

$$N\lambda = 2nL \quad (1)$$

(N は任意の整数) の関係を満たすので、図 3 の右下のスペクトルようになる。図中でピーク間隔は自由スペクトル領域 (FSR: Free Spectral Range) と呼ばれている。これらのピークは共振器の多重反射回数が有限であるため、ある広がりを持っており、ピークの半値幅 (FWHM) と FSR の比がフィネス F である。

$$F = \frac{\Delta\nu_{FWHM}}{\Delta\nu_{FSR}} \quad (2)$$

$$= \pi\sqrt{R}/(1-R) \quad (3)$$

である。 R は共振器端における強度反射率である。一方、前述の式 (1) より FSR は

$$\Delta\nu_{FSR} = c/(2nL) \quad (4)$$

と表すことができる。 c は真空中での光速である。したがってファブリペロー共振器の FSR を透過光のスペクトルを調べることにより求めれば、屈折率は

$$n = c/(2L\Delta\nu_{FSR}) \quad (5)$$

として求められる。共振器間隔 L は、同様の測定を真空中 ($n = 1$) で行うことにより決定できる。

式 (5) より、この方法によって得られる屈折率の測定不確かさの支配的な要因は FSR の計測である。通常、光周波数は 10 桁前後の非常に高い精度で測定が可能な量であるが、広い光スペクトルに対応した計測器の性能や、エタロンのフィネスの限界 (2 桁程度と考えられる) を考慮すると、FSR の計測の相対不確かさは 10^{-4} 程度が限界と考えられる。しかしながら、広い波長領域で連続した測定を行うことでこの不確かさは統計的な手法により向上させることが可能である。すなわち、測定によって得られる透過ピークの数 m とすると、例えば光コムのスペクトル範囲が 100 THz、FSR が 10 GHz と仮定しても $m = 10^4$ となる。これら FSR に関する m 個の独立な測定結果を統計処理すると、自由度の問題もあるが、おおざっぱに言ってそれぞれの測定不確かさを $1/\sqrt{m} = 1/100$ 程度にすることが可能になる。

統計処理といっても、単なる平均化ではなく、いくつかのパラメータを用いたフィッテ

イングを行えば、100 THz の光周波数範囲にわたる精度の高い屈折率の分散式が得られることになる。

(2) 測定装置

①光源

本研究では、広帯域光源である光コム発振器の性能が測定精度を高めるうえで最も重要である。光源に要求される性能としては以下の条件が挙げられる。

A) 測定対象となる可視域(420 nm~720 nm)において連続したスペクトルを持つこと

B) 測定中において測定結果に影響を与えるような出力変動(スペクトル変化も含む)がないこと

C) 透過スペクトルの計測に十分な出力強度を持つこと

上記を満たす光源として、本研究では図2の白色光源(Fianium, SC-450)を採用した。この光源のスペクトルを図3に示す。



図2 本研究で測定に用いた白色光源(Fianium, SC-450)

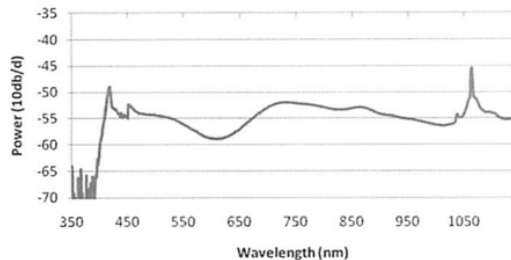


図3 白色光源(Fianium, SC-450)の出力スペクトル

②スペクトル計測手段

本研究では、ファブリペロー共振器の透過スペクトル計測方法としていくつかの候補を検討した。すなわち、

A) ファブリペロー共振器を透過した多数の透過ピークの内の2つを分光器で取り出し、高速フォトディテクタと電気スペアナを用いて2つのピーク間に生じる光周波数のうなり(ビート=FSR周波数)を測定する

B) ファブリペロー共振器を透過したスペクトルを直接、光スペアナによって測定する

C) 光コムとは別に波長可変レーザーを用意し、このレーザーがファブリペロー共振器を透過した際の強度を測定するとともに、このレーザーと光コムのビート周波数から波長

可変レーザーの光周波数を求めることで透過スペクトルを測定する

といった方法を検討した。A)についてはFSRを直接周波数測定することができるため高い精度が期待できる。しかしながら数値シミュレーションの結果、ファブリペロー共振器のフィネスと透過光強度の間にトレードオフがあり、なおかつ100程度という非常に高いフィネスであってもビート周波数スペクトルは市販の電気スペアナの計測範囲と比較して広いため、十分な測定精度が得られないことが判明した。また、C)の方法にも光コムの光周波数の精度を最大限に活かせる方法ではあるが、赤外域においては連続的に波長をスキャンできる波長可変レーザーが存在するものの、可視域では利用できないことから採用に至らなかった。最終的に、測定精度に関しては他の方法に及ばないものの、確実に測定が可能である、B)の光スペアナを用いるを採用した。

本研究に用いた光スペアナ(Highfinesse, LSA)を表1に示す。

表1 光スペアナの仕様

Model	LSA
Measurement Range :	350~1120 nm
Absolute Accuracy	
192~370 nm	6 pm
370~1100 nm	6000 MHz
Wavelength Deviation Sensitivity	
248~370 nm *1	5 pm
370~1100 nm	3000 MHz
IR (1100~2250 nm)	5000 MHz
Spectral Resolution:	20000 (SM) , 10000 (MM)
Measurement Speed	
Data Acquisition	400 Hz
Wavelength Calculation	20 Hz
Linewidth Calculation	20 Hz
Pattern Display	15 Hz
Required input energy and power:	0.0001 - 0.04 up (uW)
Defraction Grating, FSR	~5500 GHz

なお、光スペアナを用いた透過スペクトル測定において、一度に光コムの出力スペクトルを全て入力してしまうとセンサーが飽和してしまうだけでなく多次の干渉光が観測さ

れ測定に悪影響を与えるので、光コムの特長の一部を取り出すための分光系を別途用意した。分光系としては、当初は市販品の高分解能モノクロメータ (HORIBA Jobin Yvon, 1000M, 波長分解能 0.01 nm) を使用したが、他の測定システムとの組み合わせに適していないことや装置の大きさ、オーバースペックであるといった理由から、最終的には後に述べるような回転ステージに取り付けたグレーティング (1200 本/mm) とコリメート光学系を組み合わせた分光系を製作して用いた。

③ファブリペロー共振器

本研究では共振器間隔 3.3 mm および 1.0 mm の、2 つのエアギャップ・ファブリペロー共振器を製作し測定に用いた。間隔 1.0 mm の共振器については液体の測定にも対応できるように、エアギャップ内に通ずる孔を上下に 2 つ設けている。これらのファブリペロー共振器の仕様を表 2 に示す。

表 2 製作したファブリペロー共振器の仕様
共振器寸法 直径 30 ± 1 mm, ギャップ 1 ± 0.01 mm
ギャップ 3.3 ± 0.01 mm
内側 2 面コーティング: 金属多層反射膜, 誘電体多層反射膜
外側 2 面コーティング: 多層反射防止膜
対応波長 (反射防止膜): 450~850 nm
入射各: $\theta = 0^\circ$
内側 2 面透過率: $T = 55 \pm 5\% \geq 50\%$
外側 2 面反射率: $R \leq 1\%$ (450~850 nm)
面精度: 両面 $\lambda/4$ 以下
平行度: 5 秒以内

④測定システムの構成

前述した過程により選定した計測器および光学部品を組み合わせ、図 4 および図 5 に示すような測定システムを構築した。

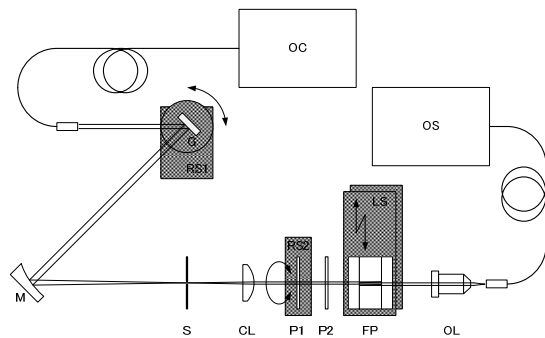


図 4 測定システム概要図 (OC: 光コム, G+RS1: 回折格子および回転ステージ, M: 放物面ミラー, S: スリット, CL: コリメート

レンズ, P1+RS2: 偏光子および回転ステージ, P2: 偏光子, LS+FP: ファブリペロー共振器およびリニアステージ, OL: 対物レンズ, OS: 光スペアナ)

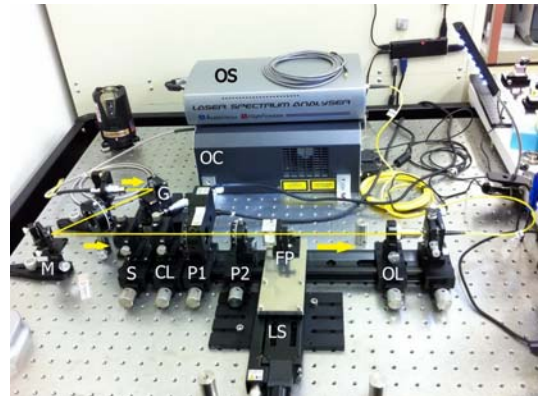


図 5 測定システム概要図

本測定システムにおいて、光コム発振器 OC (Fianium, SC-450) から出力される波長帯域約 400 nm~2 μ m の広帯域光は回転ステージ RS (シグマ光機, SGSP-60YAW-0B) にセットされた回折格子 G で分光され、特定の波長の光のみが放物面ミラー M によって幅 50 μ m のスリットを通過する。この光はコリメートレンズ CL で平行光にコリメートされ、2 枚の偏光子によって適度に減衰させたのちファブリペロー共振器 FP に入射する。ファブリペロー共振器を透過しない場合のスペクトルも計測できるように、共振器はリニアステージ LS (駿河精機, KS162-50) で移動可能になっている。ファブリペロー共振器を透過した光は最後に対物レンズでシングルモード・ファイバに集光され、光スペアナ (Highfinesse, LSA) でスペクトル計測される。RS1, 2 および LS の 3 つの自動ステージは計測制御ソフトウェア (LabVIEW 8.5) により PC 制御される。光スペアナにより解析されたスペクトルデータも LabVIEW に取り込まれるようプログラミングされており、回折格子を回転させて波長を変化させながらファブリペロー共振器がある場合とない場合のそれぞれのスペクトルデータを PC に記録する操作を自動で行っている。

4. 研究成果

本研究では前述した測定システムを構築し、ギャップ間隔 3.3 mm のファブリペロー共振器による測定を実施した。図 6 に、約 633 nm の波長におけるスペクトル測定結果の画面を示す。

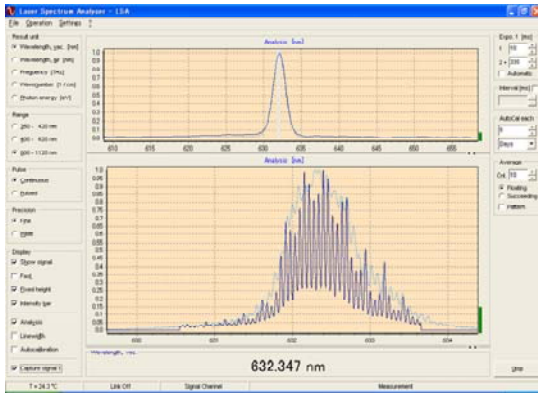


図6 光スペアナによる測定結果の例

図6において、分光された光をそのまま計測した結果は薄い青の破線で、ファブリペロー共振器の透過スペクトルは濃い青の実線で示されている。後者は、共振器を透過可能な一部の波長のみが計測され、そのピークの包絡線は共振器を透過しない場合の破線と一致していることが見て取れる。また、この計測結果を拡大することにより、ピーク同士の間隔は約 45 GHz であり、エアギャップにおける共振器間隔 $L=3.3 \text{ mm}$ ($c/(2nL)=45 \text{ GHz}$, c は光速, n は空気の屈折率) と一致していることが確認できる。

一連の測定では、ファブリペローエタロンの透過率のピークを計測するが、図6に示されるように観測される透過スペクトルは分光系による勾配の影響を受けている。したがって本研究ではファブリペロー共振器を透過した場合としない場合の比を記録し、これをもとに共振器の透過率のピークを解析によって求めた。

次に、回折格子を回転させながら、波長範囲 420 nm~620 nm において透過率を測定した。全てを図示することは現実的ではないため、図7に波長範囲 555 nm~557 nm における透過率測定結果を示す。

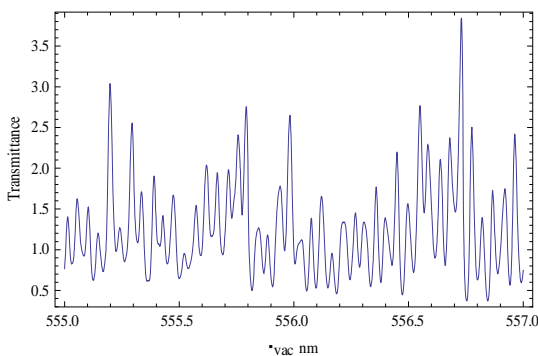


図7 ギャップ長 3.3 mm のファブリペロー共振器の透過率測定結果の一部

図7に示されるように、観測されたスペクトルはFSRと等しい一定間隔でピークを持って

いることが分かる。しかしながら、理論上は透過率のピークは1以下となり、最小値では0となる。また、設計上のフィネスは少なくとも10程度(共振器ミラーの反射率90%以上)はあるにもかかわらず、図7のスペクトルはピークがそれほど大きくない。共振器のアライメントなどいくつかの要因が考えられるが、最も影響が大きいのは光スペアナの分解能が影響し、計測されたスペクトルの立ち上がりがシャープではなくなってしまうと考えられる。ピークの高さや最小値の値のばらつきも光スペアナの測定分解能が原因である可能性は高いと考えられる。

計測されたスペクトルから連続した屈折率値を求める解析方法として研究開始時に想定していた方法は、式(6)で与えられるファブリペロー共振器の透過率の式を測定データにフィッティングする方法である。

$$T = \frac{(1-R)^2}{1+R^2-2R\cos(4\pi nL\nu/c)} \quad (6)$$

c は光速である。 R は共振器ミラーの反射率であり、波長依存性は小さい。 L は共振器のギャップ長であり、例えば真空中における計測から求められる定数である。この式に任意の屈折率分散の式を代入して計測データにフィッティングし、屈折率分散式のパラメータを求めれば屈折率の分散式が直接得られる。しかしながら、測定したスペクトルは理論的なスペクトルの形状からはかなり異なっており、データに大幅な補正を加えなければフィッティング自体も成立しないと考えられる。

そこで、本研究では別の方法として、透過スペクトルのピークのそれぞれの光周波数を計測データから求める方法を採用した。すなわち、420 nm~620 nm におけるスペクトルデータ(データ点数 136 077 点、ピークの数 5 683 ポイント)に対し、数値計算ソフト(Mathematica 6.0)による完全な補間式 $f(\lambda)$ を作成する。次に $f'(\lambda) = 0$ かつ $f''(\lambda) < 0$ を与える λ を、ニュートン法により数値的に求めた。

このようにして求めたピーク波長は、次の共振器の透過条件の式(7)を満たす。

$$m\lambda = 2nL \quad (7)$$

m は整数である。本研究では、空気の屈折率の式を式(7)に代入し、 m が整数という条件を満たす定数 L を以下のように求めた。

$$L = 3.31498(1) \text{ mm} \quad (8)$$

この値を再び式(7)に代入することにより、各ピーク波長における空気の屈折率を計算

することが出来る．このようにして求めた空気の屈折率と計算値の差を図8に示した．

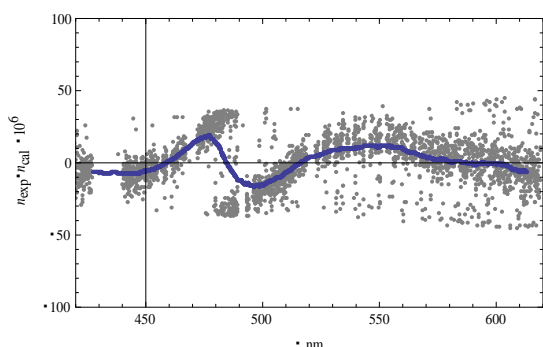


図8 空気屈折率の測定値と計算値の偏差

図中では、各透過ピークの波長からもとめた空気屈折率をグレーで示した．光スペアナの分解能の制限から、測定値は最大で $\pm 4 \times 10^{-5}$ 程度のばらつきがみられる．光スペアナの波長分解能 0.001 nm は波長 500 nm において 4×10^{-5} の差に相当するから、その他の測定条件の変動等と合わせて考えれば図8におけるばらつきは妥当と判断できる．同図中では連続する 200 個の計測データの異動平均を青いプロットで示した．このデータでは、波長 460 nm 付近における測定で光スペアナの検出限界を下回る現象が観測された影響で、同波長付近において強い系統偏差が出ているものの、この領域を除けば移動平均の値は計算値と 10^{-5} 以下の偏差で一致していることが分かる．個々の測定データとの標準偏差も 1.6×10^{-5} 程度であることから、本測定方法により 10^{-5} のオーダーで屈折率を求めることは十分可能であることが確認できた．

なお、本研究では共振器長 L を一定として解析を行ったが、実際には誘電体多層膜における反射時の位相ずれの影響等が生じる．さらに、本報告時点では共振器の温度制御も実施しておらず、測定結果のばらつきに影響を与えている．これらの点について解析的および実験的な改善を行うことでさらに測定精度を向上させる余地はあると考えられる．

本研究では広帯域光源である光コムを用いて、 10^{-5} のレベルの不確かさで可視域全域（波長範囲 420 nm～620 nm）における連続した屈折率値の計測に世界で初めて成功した．この測定不確かさの水準は計量標準に要求されるレベルには届かないものの、一般的な屈折率測定機器の最上位機種と同等である．多波長における測定ニーズがある各種光学材料等の屈折率・消衰係数の評価に応用が期待できるほか、測定の信頼性をさらに向上させることで純水等の屈折率標準データの取

得も期待できる．

5. 主な発表論文等

（研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線）

〔学会発表〕（計 1 件）

粥川洋平，光コムを用いた広帯域光学特性計測技術の開発，第 6 回流体物性クラブ，2012 年 2 月 27 日，秋葉原コンベンションセンター（東京）

〔産業財産権〕

○取得状況（計 1 件）

名称：ファブリ・ペロー干渉計を用いた屈折率測定装置

発明者：粥川洋平

権利者：独立行政法人産業技術総合研究所

種類：特許

番号：特許第 4411412 号

取得年月日：21 年 11 月 27 日

国内外の別：国内

6. 研究組織

(1) 研究代表者

粥川 洋平 (KAYUKAWA YOHEI)

独立行政法人産業技術総合研究所・計測標準研究部門・研究員

研究者番号：50371034