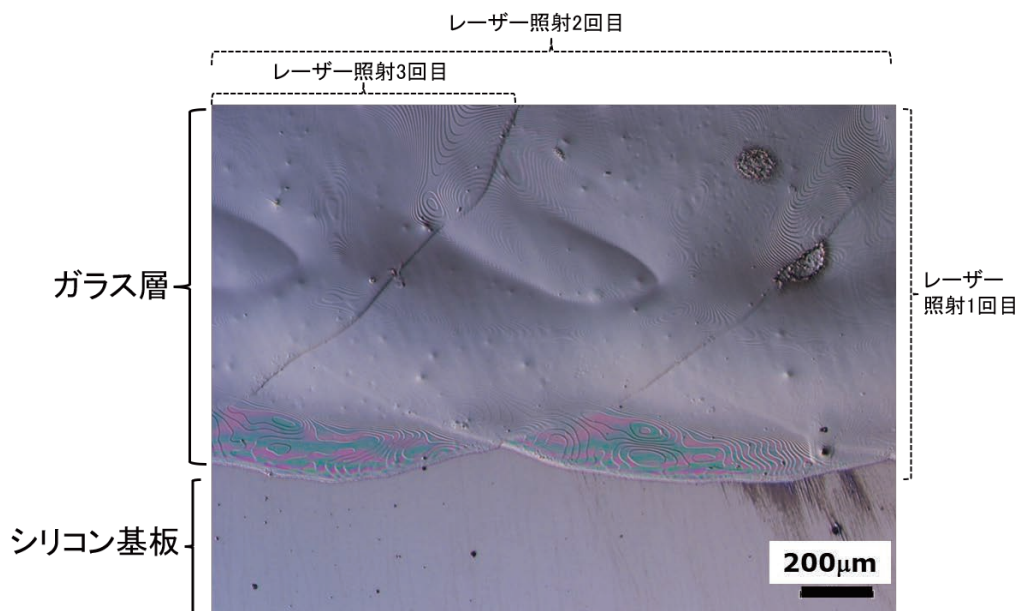


CONTENTS

紫外線レーザー照射によるシリコン油の
ガラス化と屈折率変化の評価
光・フォトンクス国際会議(OPIC2022)
参加報告



【表紙図】シリコン油への紫外レーザー照射により基板上に生成したガラス層。油の塗布とレーザー照射を繰り返すことによりガラスが積層される

紫外線レーザー照射によるシリコン油の ガラス化と屈折率変化の評価

レーザー技術開発室 本越伸二

■光学素子の3Dプリンティング技術の開発

近年、3Dプリンティング(Additive Manufacturing)と称される「三次元造形」技術は、模型製作から医療用サンプル、土木・建築部品、さらには宇宙航空機器にまで応用範囲が広がっている。使用できる材料も、プラスチック樹脂だけでなく半導体や金属、混合材料まで、用途に応じて選択できるようになってきた。しかしながら、光学素子の製作によく使用される材料、特にガラス材料についてはいまだ開発段階にあり、実用化には至っていない。当研究所ではこれまでに、紫外レーザー照射によりシリコン油がガラス化する現象を見出しており、現在この応用として回折格子やフレ

ネルレンズなど、表面構造を持つ光学素子を3Dプリンティングにより製作することを目標に研究を進めている(Laser Cross No.375、2019 Jun.を参照)。本稿では、紫外レーザー照射によるシリコン油の光学物性の変化を反射率分光計測法により評価した結果をまとめる。

■レーザー照射によるシリコン油の屈折率変化

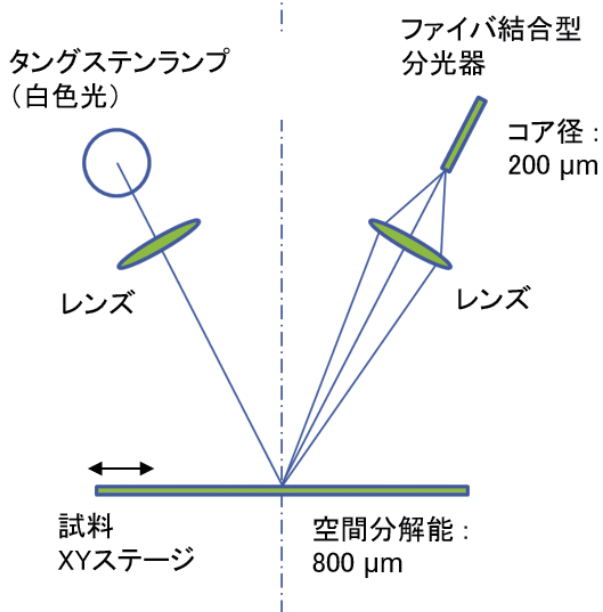
図1に、反射率分光計測の光学配置図を示す。タングステンランプから出射した白色光はコリメートレンズを通った後、入射角約10°で試料表面に照射される。試料からの反射光は捕集レンズによりコア径200 μmの光ファイバに集光され、分光器へと導かれる。試料

紫外線レーザー照射によるシリコン油のガラス化と屈折率変化の評価

表面上の空間分解能は800 μm である。薄膜の表面－裏面間の白色干渉により計測される反射率は波長に依存して周期的に変動するため、波長に対する反射率の変化から試料の屈折率と膜厚を算出できる。シリコン油の屈折率が(厚さ方向で)不均一になることを考慮し、シリコン油の屈折率は空気側(Outer)と基板側(Inner)で異なるものとして解析した。白色光の入射角による影響は、 $\cos 10^\circ \approx 1$ として解析に取り入れた。繰返し測定バラツキは0.2%であった。

シリコン油をガラス化するための紫外レーザー装置には、波長193 nmのArFエキシマレーザーを使用した。10×50 mm²のレーザー光から開口径10 mmのアパーチャーを用いて一様な円形強度分布を取り出し、焦点距離500 mmのレンズにより試料上で約5 mm ϕ となるよう調整した。レーザーパルスの繰返し周波数は5 Hzである。計測試料は、スピンのコーターを用いてシリコンウェハ基板上にシリコン油をコートすることにより作成した。膜厚は約1 μm である。レーザー照射後スピンのコーターと有機溶剤により残留したシリコン油を除去し、試料表面の光学特性を計測した。

照射エネルギー密度を8 mJ/cm²に固定し、照射パルス数を10,000、20,000、40,000に変更した条件での試料表面の反射率特性を図2に示す。残留したシリコン油は除去されているため、レーザー照射されていない部分の反射率特性はシリコン基板(黒点線)と一致する。



【図1】反射率分光計測光学配置

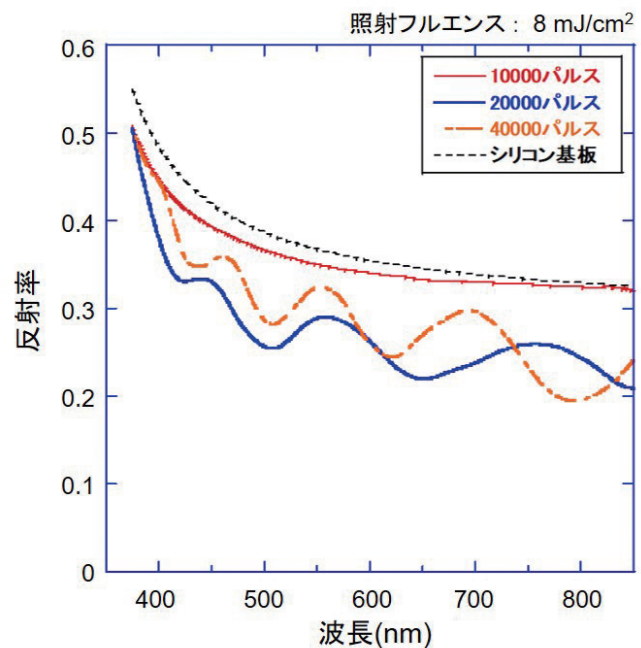
【表1】ガラス化したシリコン油の屈折率と膜厚

パルス数	屈折率		膜厚 (nm)
	空気側	基板側	
20,000	1.06	1.32	960
40,000	1.08	1.22	1,220

10,000パルス照射ではシリコン基板の反射率よりもわずかに低下したが、周期的な反射率変化は確認できない。ガラス化したシリコン油が有機溶剤により除去され、シリコン表面の改質または表面に荒れが生じたためと考えられる。20,000パルス、40,000パルス照射では、周期的な反射率変化が確認され、シリコン油がガラス化した薄膜として存在することがわかった。反射率特性から得られた屈折率、膜厚を表1にまとめた。基板側の屈折率(Inner)はパルス数の増加とともに低下し、空気側(Outer)については大気に近い屈折率となった。石英ガラスの屈折率は1.46であることから、レーザー照射によってガラス化した層はポーラス(多孔性)状態であると考えられる。照射エネルギー密度を4 mJ/cm²とした場合には、40,000パルスの照射でも洗浄後にガラス化された痕跡は残らなかった。

■ガラスの積層化に成功

レーザー照射によるガラスの積層化、つまり三次元構造形成の可能性について検証するため、シリコン



【図2】紫外レーザー照射後のシリコン油の分光反射特性

油の塗布、レーザー照射、洗浄、計測の一連の工程を1回とした繰り返し照射試験を行った。レーザーエネルギー密度は 8 mJ/cm^2 、1回の照射パルス数は20,000パルスに定め、1回照射ごとに照射位置を1 mm移動することにより、積層化の可否を確認した。図3に、分光反射率から求めた(a)Inner屈折率と(b)膜厚を示す。横軸は試料基板の端を0 (mm)とした基板の位置であり、グラフはそれぞれ屈折率および膜厚の一次元空間分布を表している。1回目の照射では、屈折率1.2をピークに凸状の分布が形成された(図3(a))。2回目の照射により屈折率は最大1.31まで増加し、照射位置を1 mm移動したことによりガラス化した幅も広がった。3回、4回と照射を繰り返した結果、照射位置の移動量の増加とともにガラス化領域も広がったが、屈折率の最大値は1.31でそれ以上の増加は見られなかった。照射レーザーのビーム径が約5 mmであるのに対しガラス化した範囲は4 mm程度で、1回目照射と3回目照射ではビームの重なりが小さくなったためと考えられる。膜厚は、ガラス化した層が存在すると考えられる屈折率1.05以上の領域での値を示した(図3(b))。1回目の照射では、幅4 mm、厚さ約 $1 \mu\text{m}$ でガラス化している。屈折率分布と比較すると、凝縮などガラス化に伴う体積変化はなく、シリコン油から SiO_2 への組成変化(屈折率変化)のみが起きていることが示唆される。2回目の照射では膜厚は約 $2 \mu\text{m}$ と倍化しており、塗布されたシリコン油の厚さ($\sim 1 \mu\text{m}$)がそのまま積層されている。一方、3回目、4回目の照射ではわずかな増加にと

どまっている。この原因は、シリコン油の塗布方法がスピナーであるため、厚さ約 $2 \mu\text{m}$ の凸部に十分にシリコン油が残らなかったこと、また屈折率変化の場合と同様にビームの重なり領域が小さいためと考えられる。

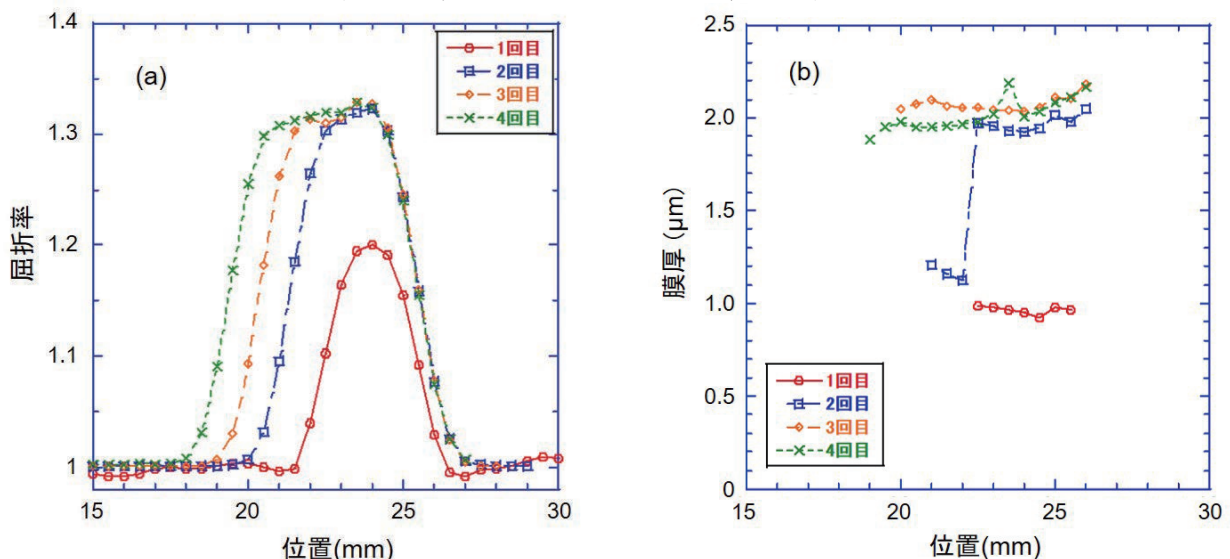
表紙図に微分干渉顕微鏡により観察した積層部分の像を示す。図の下部はシリコンウェハ表面であり、2回目照射と3回目照射の間の位置のイメージである。右から1回目照射、2回目照射と順番に層が重なってガラス化している様子が確認できた。

■まとめ

本研究では、3Dプリンティング技術を用いた光学素子の製作を目的に、レーザー照射によるシリコン油の屈折率変化を評価した。波長193 nmの紫外線レーザー照射によりシリコン油はガラス化し、その領域の屈折率は最大1.3であった。この結果から、生成したガラス層はポーラス状態であると考えられる。また、シリコン油の塗布とレーザー照射を繰り返し行った結果、ガラス層の積層化が可能であることがわかった。これにより、当初の目標であるガラスの三次元造形が可能であることが実証できた。今後は、レーザー照射条件に対するガラス化の精度、再現性などを評価しながら、透過型回折格子の作製に挑戦する予定である。

謝辞

本研究は、公益財団法人天田財団研究助成(一般研究開発助成AF-2019208-B2)により行われた。ここに謝意を表します。



【図3】繰り返し照射後の試料の(a)屈折率、(b)膜厚の一次元分布

光・フォトンクス国際会議(OPIC2022)参加報告

レーザープロセス研究チーム コスロービアン ハイク

■OPIC2022が横浜で開催

2022年4月23日から27日にかけて、横浜パシフィコ(横浜市)にて光・フォトンクス国際会議2022(OPIC 2022)が開催された。本会議は光学および光工学に関する日本最大の国際会議である。OPICは15の国際専門会議とプレナリーセッション、ジョイントセッションなどにより構成され、一つの専門会議に参加することで他の会議の聴講も可能である。今年は実開催とオンラインのハイブリッドフォーマットが採用され、全体で635件の研究報告が行われた。筆者は専門会議の一つであるLSSE 2022(宇宙と地球のためのレーザー)に参加し、“Development of Fast Deformable Mirrors: A Control Model using the Influence Function Approach”(高速可変形鏡の開発：影響関数を用いた制御モデル)と題して最新の研究成果を報告した。以下に、本会議で報告されたトピックについて述べる。

■レーザー核融合研究の進展

プレナリーセッションでは、ローレンス・リバモア国立研究所のMa博士が、国立点火施設(NIF)におけるレーザー核融合に関する最近のブレイクスルーを報告した。昨年8月、NIFでは1.9MJの投入レーザーエネルギーに対して1.35MJの核融合出力の発生に成功、DT核融合(重水素と三重水素の核融合)の点火燃焼が実現した。この結果により、レーザー核融合のクリーンエネルギーやエネルギー安全保障分野への展開に向け、「大きなマイルストーンを越えた」とのことであった。

■自己冷却ファイバレーザー

イリノイ大学のDragic教授は、フォノン消滅のための新しいアプローチおよび高出力ファイバレーザーを実現するための手法を提案した。講演では、その例として自己冷却レーザー(Radiation Balanced Laser, RBL)が紹介された。RBLでは、励起波長はレーザー波長よりも短く蛍光波長よりも長くなるように設定される。この時発生する蛍光はアンチストークス蛍光となり、フォノンが消滅し媒質から熱が抽出される。パ



【写真】会議場にて(左：筆者、右：A. Kausas博士(分子科学研究所))

ルスモードで動作するRBLでは2波長励起を利用する。一方はレーザー波長より長く、もう一方はレーザー波長より短いが、この場合後者もアンチストークス励起となりフォノンの抽出に関与する。どちらの場合も、アンチストークス励起は負の量子欠陥を生成する。

■無線エネルギー伝送のための補償光学システム

ロシア科学アカデミーのGalaktionov博士は、適度に散乱する大気を介した無線エネルギー伝達のための補償光学システムの開発に関する報告を行った。彼らは大気の乱流を模擬するため散乱体に1 μm 径のポリスチレンマイクロビーズを用い、その懸濁液を波長650 nm、5 cm径のLDレーザーが通過する際に歪んだ波面の観測、および数値シミュレーションを行うとともに、補償光学システムによる波面補償試験を行った。システムにはバイモルフ可変形鏡が使用され、制御にはヒルクライム法によるピーク光強度およびビーム径最適化アルゴリズムが用いられていた。実験の結果、散乱体の密度が $3.3 \times 10^5 \text{ mm}^{-3}$ 、 $6.2 \times 10^5 \text{ mm}^{-3}$ のとき、遠視野焦点位置でのピーク強度が補償前に比べてそれぞれ45%、65%増加したとのことであった。