

# 電子線露光による複屈折素子の作製と偏光成分間の位相差測定

宮本研究室 新田 虎太郎

## 1 はじめに

本論文の目的は、複屈折を示すと期待される微細構造を電子ビーム露光装置を用いて作製し、特性評価を行うことである。特に、偏光成分間の位相差について設計通りの値となっているか評価を行う。遅相軸成分の位相を進相軸成分の位相に対して $\pi$ だけ遅延させ、光子のスピン角運動量を軌道角運動量に変換する q-plate と呼ばれる素子の作製を目指しており、この素子には設計通りの位相差を持つ複屈折構造の作製が必要である。屈折率の異なる2種の誘電体を光の波長よりも短い周期で交互に配置して一次元の格子状の構造を作製すると、電場が屈折率の変化する方向に振動する光と変化しない方向に振動する光との間で実効的な屈折率に差が生じる。本研究では、ガラス基板上的電子線レジストに格子パターンを電子線露光して現像を行うことでレジストと空気との周期構造により複屈折を生じさせる。これまでの研究では微細構造の設計を行い、素子を試作したが、露光箇所の一部にしか複屈折を発生させることができなかった。本研究では、作製条件を改善して露光箇所全体に一樣な複屈折を発生させることを目指す。また複屈折の軸を特定し、進相軸成分と遅相軸成分の間の位相差を測定して、設計通りの位相差となっているか評価を行う。

## 2 複屈折構造による偏光状態の変化

屈折率が異なる構造が交互に続く、縞模様を持つ複屈折構造に直線偏光が入射するとき、縞模様に対して平行な光 (x 軸方向) と垂直な光 (y 軸方向) での屈折率が異なる。

縞模様に対して平行な光の屈折率を  $n_x$ 、垂直な光の屈折率を  $n_y$  とすると、それぞれの屈折率は以下のように表すことができる。

$$n_x = \left( \frac{n_1^2 n_2^2}{f n_2^2 + (1-f) n_1^2} \right)^{1/2} \quad (1)$$

$$n_y = (f n_1^2 + (1-f) n_2^2)^{1/2} \quad (2)$$

このとき、 $n_y$  の値が  $n_x$  よりも大きくなるため、y 軸方向の光の位相が遅れる。すなわち、直線偏光を複屈折構造に入射すると、楕円偏光が出射する (図 1)。

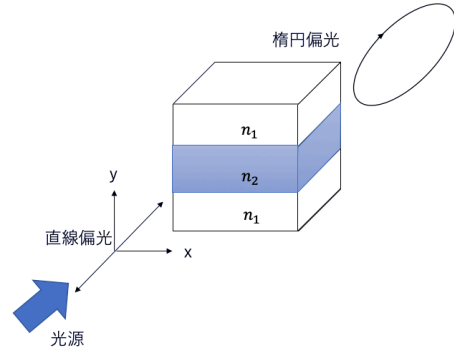


図 1: 偏光状態の変化

## 3 複屈折素子の設計

複屈折構造はガラス基板内の 2mm×2mm の範囲に作製する。本研究で作成した電子線露光のパターンは、10000 pixel×10000 pixel の bitmap ファイルで指定する。このとき 1 pixel が 200nm となる。格子パターンの 1 周期の長さを後に入射させるレーザー光の波長 (He-Ne レーザー: 632.8nm) よりも小さくするため、図 2 のように 200nm 毎に露光されない部分と露光部分が交互に続くように設計した。レジストが残っている部分とレジストが除去された空気の部分との周期構造により複屈折を生じさせる仕組みである。

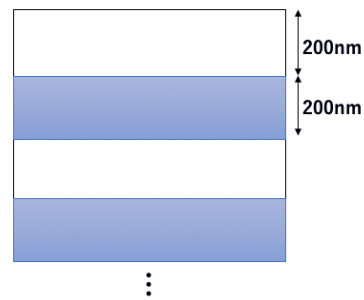


図 2: 作製する構造の概略図

## 4 加工深さとドーズ量の決定

本研究で作製する素子において、複屈折構造を発生させるために必要となる加工深さとそれに伴うドーズ量を決定する。求める加工深さを  $L$  としたとき、縞模様

行な光での光の通過する時間  $t_x$  と垂直な光の通過する時間  $t_y$  は次のように表される。

$$t_x = \frac{L}{c}(n_x) \quad (3)$$

$$t_y = \frac{L}{c}(n_y) \quad (4)$$

求める加工深さ  $L$  を通過する時間差は次のようになる。

$$t_y - t_x = \frac{L}{c}(n_y - n_x) \quad (5)$$

また、それぞれの光の間の位相差  $\phi$  は、加工深さ  $L$ 、入射する光の周期  $T$ 、波長  $\lambda$  を用いて次のように表される。

$$\phi = \frac{2\pi}{T}(t_y - t_x) = \frac{2\pi L}{\lambda}(n_y - n_x) \quad (6)$$

偏光状態の変化を観測するためには、位相差  $\phi$  は  $0.1\pi$  あれば良いとした。本研究で使用する He-Ne レーザーの波長  $\lambda = 632.8\text{nm}$  とすると、必要な加工深さ  $L = 322.5\text{nm} = 3225\text{\AA}$  と求めた。

次に求めた加工深さからそれに伴うドーズ量を求める。加工深さとドーズ量の関係のグラフとしては、図 3 を使用した。

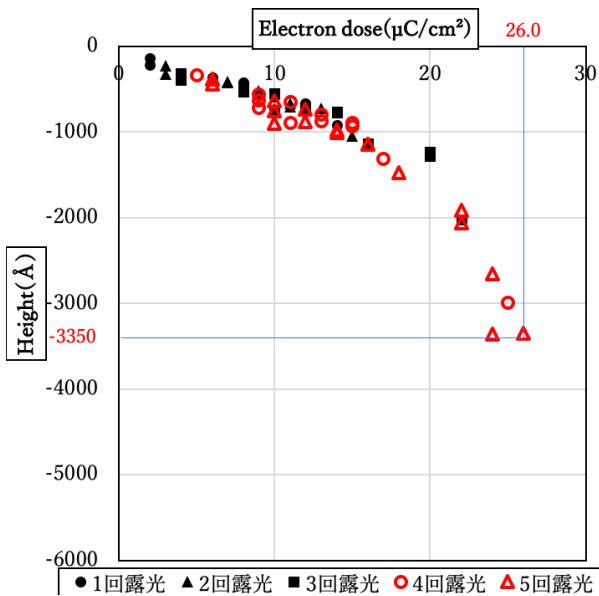


図 3: 加工深さとドーズ量のグラフ (早瀬茂法, 電気通信大学修士論文, 2019)

本研究では  $25.5 \mu\text{C}/\text{cm}^2$ 、 $26 \mu\text{C}/\text{cm}^2$  の 2 パターンのドーズ量においてそれぞれ露光実験を行った。

## 5 複屈折素子の作製と評価

### 5.1 作製手順

電子ビーム露光装置を用いて素子を以下の手順で作製した。

1. ガラス基板の洗浄をした。
2. 電子線レジスト (gL1000-5) をスピンコートした。
3. 光学顕微鏡で観察しながらレジスト膜の均一かつ傷がない箇所を露光位置として選定した。
4. 電子ビーム露光装置を用いて露光した。
5. 現像液 (薬品処理) によって露光した箇所を溶解した。

### 5.2 複屈折素子の評価

光学系を組み、露光箇所にレーザー光を入射して光の透過の様子を観察することで素子に複屈折構造が生じているのかどうか確認を行った。

偏光板 1 と 2 は直交関係にあり、素子に直線偏光を入射させるとき、複屈折構造が生じているならば偏光状態が楕円偏光に変化する。変化することで偏光板 2 を光を透過するようになるため、その性質を利用して評価を行った。複屈折の確認実験の光学系を図 4 に示す。

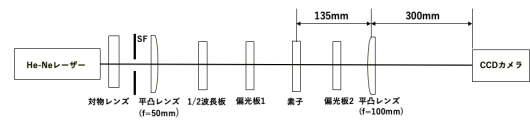


図 4: 複屈折の確認実験に使用した光学系

素子が正しく作製された場合に想定される実験結果を図 5 に示す。複屈折構造を生じさせる  $2\text{mm} \times 2\text{mm}$  の部分が全て光を透過させると考えられるためである。

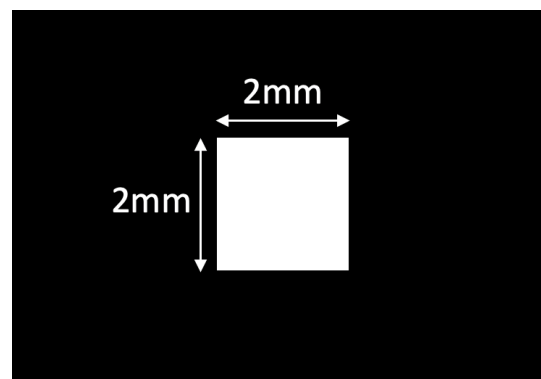


図 5: 理想の実験結果

## 6 素子の作製条件の改善

卒業研究では現像時間を 70 秒として素子を作製したが、露光箇所の一部にしか複屈折が生じなかった。そこで素子全体に複屈折を生じさせるため、実験条件を変更する必要があると考えたため、作製条件の変更を行った。

## 6.1 使用レジストの変更

卒業研究時に使用していたレジストが開封時から約2年ほど年月が経っていたものであったため、レジストの劣化によって露光、現像がうまく出来ていないのではないかと考え、新規開封したレジストを用いた。現像時間は70秒のままで素子を作製した。複屈折の確認実験を行った結果を以下に示す。

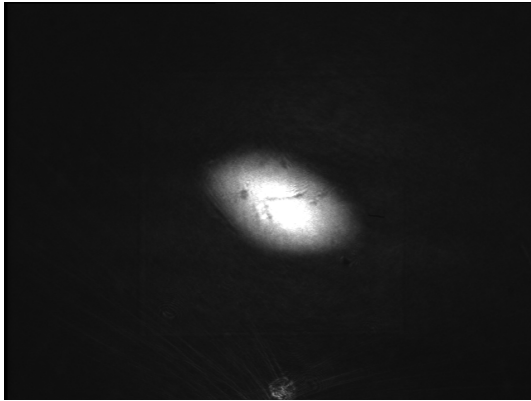


図 6: 新規開封レジスト、ドーズ量  $26.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$  (試料番号 No.4)

結果として、使用レジストを変更した場合でも複屈折構造は一部分にしか生じていなかった。

## 6.2 現像時間の変更

本研究室でのレジスト g11000-5 での標準現像時間である70秒では、露光箇所がうまく溶解されていないのではないかと考え、もしくは溶解されすぎているのではないかと考え異なる現像時間での素子の作製を行った。電子線露光を行ったレジスト箇所を化学反応によって溶解させるために現像を行った。現像液には、2-プロパノール (IPA) と 4-メチルケトン (MIBK) を質量比 1:2 で混ぜ合わせたものを使用した。現像方法は以下である。

1. MIBK 20 ml をビーカーに入れる。
2. IPA 20 ml をビーカーに入れる。
3. MIBK 20 ml をビーカーに入れる。
4. 混ぜ合わせた液体を超音波洗浄機で1分間攪拌する。
5. 攪拌棒で攪拌する。
6. 室温約  $20^\circ\text{C}$  の部屋で現像液の温度を測定し、現像液内の温度が  $20^\circ\text{C}$  付近で安定することを確認する。 $20^\circ\text{C}$  付近にならない場合はホットプレートを用いて調整を行う。
7. 温度が安定したら基板を露光した面を下にして現像液に入れる。

8. 基板を現像液に規定の秒数浸した後リンス液に60秒間入れる。現像液から基板を取り出し、リンス液に入れるまでの時間は3秒に設定した。

複屈折の確認実験を行った実験結果のまとめを表1に示す。

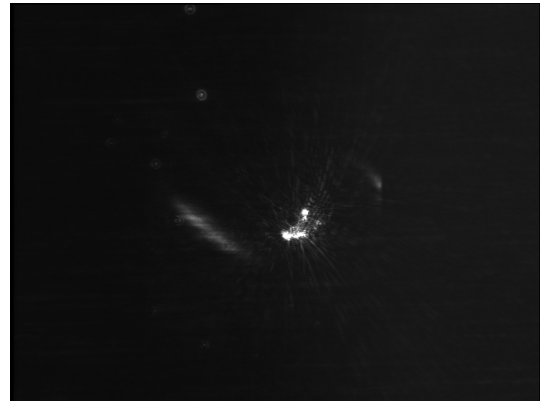


図 7: 現像時間 50 秒、ドーズ量  $26.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$  (試料番号 No.10)

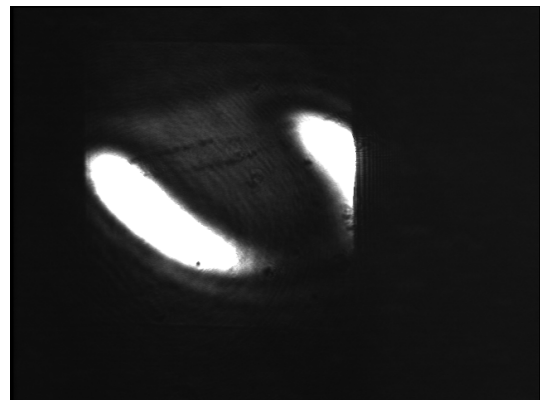


図 8: 現像時間 80 秒、ドーズ量  $26.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$  (試料番号 No.14)

実験結果をまとめた表を以下に示す。

表 1: 現像時間と複屈折の結果のまとめ

現像時間 (秒)	複屈折
35	なし
50	一部分
70	一部分
80	一部分
90	なし
210	なし

結果として、現像時間が50-80秒のとき露光箇所の一部にのみ複屈折が生じていた。また、現像時間を変化させても露光箇所全体に複屈折が生じることはなかった。

## 7 偏光成分間の位相差

本研究では露光パターンを決め、加工深さを求める際に位相差を  $0.1\pi$  とした。作製した素子に生じた複屈折構造の進相軸成分と遅相軸成分の間の位相差を測定し、設定通りとなっているか確認を行い、複屈折の定量的な評価を行った。

### 7.1 複屈折の軸の特定

作製した素子に生じた複屈折構造の進相軸成分と遅相軸成分の間の位相差を測定する際に必要となる、複屈折の軸の特定を行った。

透過軸が鉛直方向になるように偏光板 1 を配置し、透過軸が水平方向になるように偏光板 2 を直交させて配置した。2 枚の偏光板の直交関係を保ったままホルダを  $\pm 15$  回していき、素子との相対角を変化させて光の透過率を測定した。

そのとき、複屈折の軸と偏光板の軸が一致している時、光の透過率が最も低くなる性質を利用し、そのときの偏光板のホルダの目盛りから複屈折の軸を決定した。複屈折の軸測定の光学系を以下の図に示す。

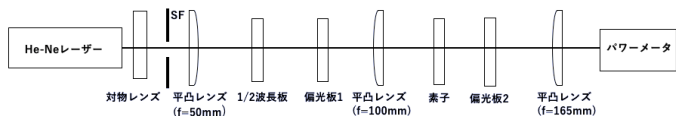


図 9: 複屈折の軸測定に使用した光学系

測定結果を横軸が偏光板 1 の角度、縦軸が光の透過率のグラフにまとめ、 $\sin$  関数でフィッティングを行った。測定結果とフィッティング結果のグラフを以下に示す。

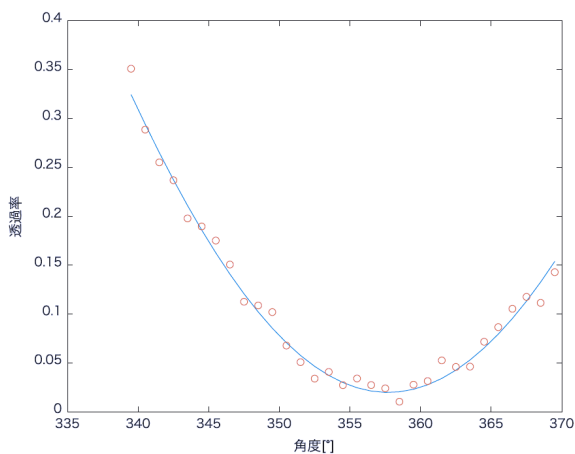


図 10: 実験結果 (赤円 : 測定結果 青線 : フィッティング結果)

極小値をとる角度を求めると、 $357.7 \pm 0.2^\circ$  であった。偏光板 1 の回転ホルダの目盛りは透過軸が鉛直方向のとき  $354.5^\circ$  であるため、素子の縞模様は鉛直方向から反時計回りに  $3.2 \pm 0.2^\circ$  回転した向きとなっていることがわかった。

### 7.2 位相変調の測定

偏光成分間の強度分布を以下の光学系を用いて測定した。軸特定の結果から、偏光板 1 の角度を縞模様に対して  $45^\circ$  の光を入射させる角度に設定した後、 $\frac{1}{4}$  波長板と偏光板 2 の角度を調整し、透過光の  $0^\circ$ 、 $90^\circ$ 、 $45^\circ$ 、 $135^\circ$ 、右回り円偏光、左回り円偏光成分を CCD カメラで測定した。

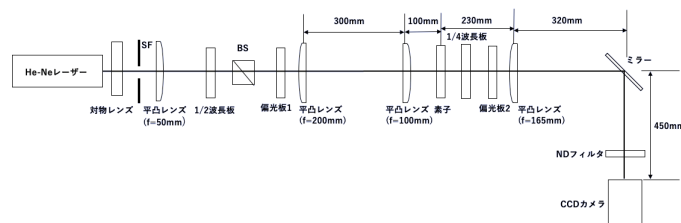


図 11: 位相変調測定の光学系

測定結果を図 12,13 に示す。抜粋してドーズ量  $26.0 \mu\text{C}/\text{cm}^2$  の透過光の  $45^\circ$ 、 $135^\circ$  成分を示す。

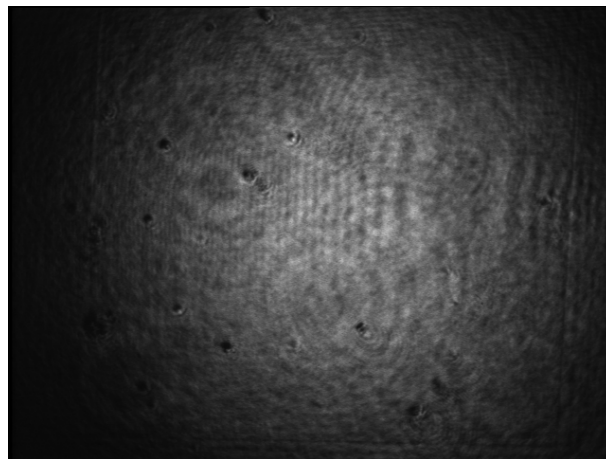


図 12: 透過光の  $45^\circ$  成分



図 13: 透過光の 135° 成分

全ての透過光の中で 45° 成分は最も明るく、135° 成分は最も暗くなっていた。

### 7.3 位相差の計算

測定した強度分布の画素ごとの輝度値の値から位相差の計算を行った。 $z$  軸に進行する光波の  $x$  軸、 $y$  軸方向の電場の成分を以下で表す。

$$E_x = A_x \cos(kz - \omega t + \phi_x) \quad (7)$$

$$E_y = A_y \cos(kz - \omega t + \phi_y) \quad (8)$$

このとき  $A_x^2$  は水平成分の強度を表し、 $A_y^2$  は鉛直成分の強度を表す。位相差  $\phi = \phi_x - \phi_y$ 、 $I_{45}$  は 45° 成分の強度、 $I_{135}$  は 135° 成分の強度、 $I_{RC}$  は右回り円偏光成分の強度、 $I_{LC}$  は左回り円偏光成分の強度とすると、 $A_x^2$ 、 $A_y^2$  を用いて次のように表される。

$$I_{45} - I_{135} = 2\sqrt{(A_x)^2}\sqrt{(A_y)^2} \cos(\phi) \quad (9)$$

$$I_{RC} - I_{LC} = 2\sqrt{(A_x)^2}\sqrt{(A_y)^2} \sin(\phi) \quad (10)$$

Matlab にて各画素毎の輝度値から  $X=I_{45}-I_{135}$ 、 $Y=I_{RC}-I_{LC}$  をそれぞれ計算し、関数  $\text{atan2}(x,y)$  に代入して位相値を求めた。そして、求めた位相分布を図 14 に示す。

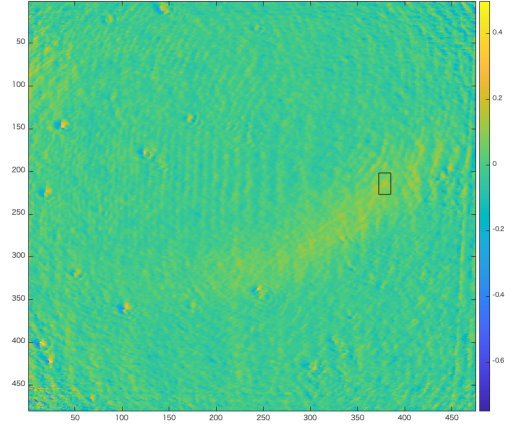


図 14: ドーズ量  $26.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$  の位相差

位相が一樣に近い領域を選んで平均値を算出した。領域の選択にあたっては領域内の位相値のヒストグラムを作成し、山が一つある分布となる領域を選択した。図 14 では黒線で示した矩形領域が条件を満たす領域である。図 15 にこの領域の位相値のヒストグラムを示す。

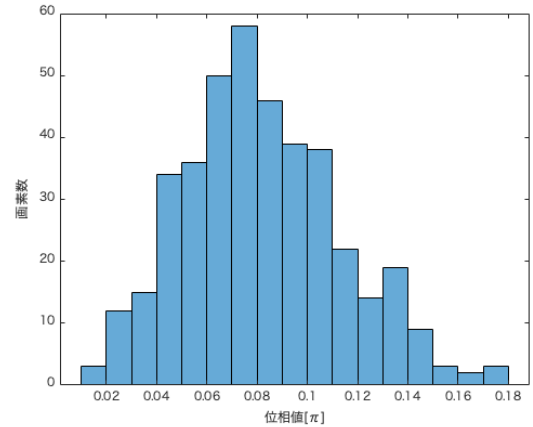


図 15: ドーズ量  $26.0\mu\text{C}/\text{cm}^2$  の位相差

このとき、平均値は  $(0.082 \pm 0.031)\pi$  であった。これはヒストグラム内の山の頂点位置よりもやや大きい値であり、設計値である  $0.1\pi$  よりも小さい値を取っていることがわかる。

## 8 考察

複屈折が一部分にしか生じなかった原因として、現像によってうまく露光部分が溶解されていない可能性がある。本研究結果で現像時間が短いときは十分に溶解がされず、現像時間が長いときは必要以上に露光されてない部分も溶解されてしまっていたのではないかと考えられる。現像時間以外で変更できる作製条件として現像液の温度が

挙げられる。本研究では現像液の温度を 20 °C 付近としていた。現像というのは、使用レジストの中で露光を行った部分と現像液との間で化学反応が起きることで露光を行った部分が溶解する、という仕組みである。現像液の温度を上げることで化学反応の反応速度が上がり反応がよく進み、温度を下げることで反応がゆっくりになる。反応がゆっくりになることで反応のコントロールがしやすくなると考えられるため、現像液の温度を低くすることで改善が見られる可能性がある。

## 9 まとめ

卒業研究での素子の試作で達成できなかった、露光箇所全体に複屈折を生じている素子の作製のために素子の作製条件の変更を行った。改善したところは、電子線レジストの品質と現像時間である。電子線レジストは露光実験時に新規開封したものを使用し、現像時間は本研究室で使用している電子線レジストの標準現像時間 70 秒から増減させ、変化が起こっているかどうかを観察した。結果として、露光箇所的一部分に複屈折が生じる現像時間は 50~80 秒の間であることがわかった。しかし、レジスト、現像時間の変更を行っても一様に複屈折が生じることはなかった。

また、生じた複屈折構造による進相軸成分と遅相軸成分間の位相差が設計値通りの値となっているか評価を行った。複屈折部分の位相差の平均値を計算して求めたところ、設計値よりも小さい値を取っていることがわかった。位相差の設計値との比較により、卒業研究時にはできなかった作製した素子についての定量的な評価を行うことができた。

## 参考文献

- [1] Erica Bricchi, Bruce G. Klappauf, and Peter G. Kazansky, "Form birefringence and negative index change created by femtosecond direct writing in transparent material", *OPTICS LETTERS*, **29**, (2004) 119-121
- [2] 早瀬茂法, 「光子の軌道角運動量重ね合わせ状態検出用ホログラム作製のための電子線レジストの多重露光特性の研究」, 電気通信大学修士論文, (2019)
- [3] 亀井健, 「電子線露光による光子の軌道角運動量重ね合わせ状態検出用ホログラムの作製」, 電気通信大学修士論文, (2015)
- [4] Yoko Miyamoto, Atsushi Wada, Takashi Yonemura and Mitsuo Takeda, "Detailed measurement of the phase distribution of an optical beam with inverting vortex", *J.opt.*, **15**, (2013) 044002

- [5] 落合洋介, 「光子の軌道角運動量重ね合わせ状態検出用ホログラムの回折光強度分配の最適化」, 電気通信大学修士論文, (2021)
- [6] 関奏太, 「光子のスピン角運動量を軌道角運動量に変換する素子の電子線露光による作製」, 電気通信大学卒業論文, (2021)