



折返し反射光学系を用いた示差屈折計の開発と 光学ガラスの屈折率精密測定

大門 昌彦・増村 明

(株)オハラ 〒229 相模原市小山 1-15-30

(1988年11月18日受理)

Development of Differential Refractometer Using Retroreflecting Optical System and Precision Measurement of Refractive Indices of Optical Glasses

Masahiko DAIMON and Akira MASUMURA

OHARA Inc., 1-15-30, Oyama, Sagamihara 229

A new precision differential refractometer has been developed. To reduce effects of mechanical vibration or bending due to thermal expansion, a collimator and a telescope are arranged in parallel with a corner-reflector on a low expansion iron frame. Measurements of relative refractive indices of optical glasses typically give an accuracy of 1×10^{-6} or better.

1. はじめに

近年、半導体産業の急速な成長により、ステッパー等の高精度な光学系の開発が進められている。これらの光学系に使われる光学ガラスには、きわめて高い光学的均質性とともなう屈折率の測定についても従来精度を1桁以上上回る精度が要求されている。

従来から、屈折率を高精度に求めるには、分光計を用いてプリズムの最小偏角を測定する方法がよく知られている。しかしながら、屈折率を小数点以下6桁目まで正しく測定するには多くの困難があり、Tilton はこれらの誤差要因について詳細な研究を行なった¹⁾。

さらに高精度な屈折率測定法として干渉計を用いる方法²⁾があるが、試料を高精度な平行平面に研磨する必要があり、測定にも長時間を要するため、工業用測定法としては採用しにくい。

一方、示差屈折計の基本的な原理³⁾は、基準となるVブロックプリズム(以下単にVブロックという)と試料との屈折率の差を測定する比較測定法である。したがって示差屈折計による絶対的な測定の精度は、Vブロックの基準屈折率を測定したときの測定精度以上に良くする

ことはできない。しかしながら、分光計に比較して示差屈折計は不安定要素が少ないので測定の再現性に優れている。そのため、示差屈折計を用いて相対的な屈折率の測定精度をVブロックの基準屈折率の測定精度よりもさらに1桁高めることは、実用上有効な手段である。すなわち、最初に示差屈折計を用いて測定された屈折率を基にし設計製作された光学系を出発点とし、以後屈折率の差とこれに基づく光学系の特性の変化を精密測定することにより逐次近似的に光学系の性能向上を図ることが現実的であると考えられる。

示差屈折計は試料の作製が容易で、測定の際に試料の姿勢調整も不要なため、プリズムによる最小偏角法に比べてはるかに迅速な測定ができるので工業用測定法として適している。精密示差屈折計の具体的な開発方針として、Vブロックの基準屈折率は分光計による測定値を採用し、比較測定の精度は 3σ で $\pm 3 \times 10^{-7}$ 、測定波長範囲は300~700 nmを目標とした。

2. 従来型示差屈折計の機構

Vブロックを使用した一般的な示差屈折計について概略の構造を Fig. 1 に示す。光源からの光線は、フィル

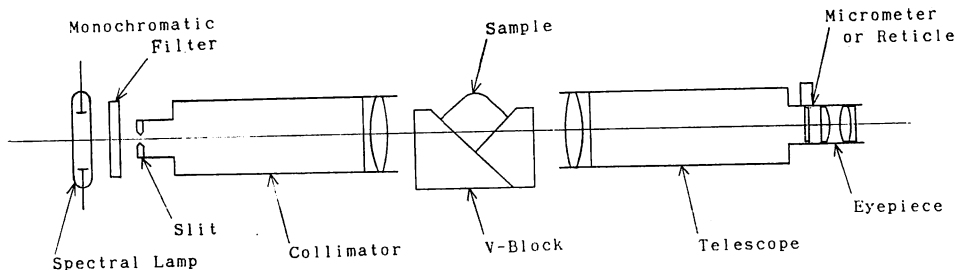


Fig. 1 Conventional arrangement of differential refractometer.

ター、スリットを通過し、コリメーターによって平行光束となりVブロックに入射する。入射光線はVブロックと試料の屈折率差によって偏角を生じ、この偏角を望遠鏡で測定する。測定試料は隣接する2面を90°に研削仕上げする。この2面は試料に近い屈折率に調合した接触液を介して、Vブロックと光学的に接触している。

望遠鏡は固定式と可動式があり、固定式の場合は接眼部の測微計でスリット像の位置を測定する。可動式は、Vブロックからの出射光を捉える位置まで望遠鏡を回転させ、その回転角度を測定する。いずれの場合も Fig. 2 の偏角 θ と V ブロックの屈折率 n_v から(1)式によって試料の屈折率 n_s が求められる。

$$n_s = \sqrt{n_v^2 + \sin^2 \theta (n_v^2 - \sin^2 \theta)^{1/2}} \quad (1)$$

偏角 θ の小さい場合、(1)式は(2)式のように展開される。ただし、この場合の θ はラジアンで表わされる。

$$n_s \approx n_v + \theta/2 - \theta^2/8n_v \quad (2)$$

従来の示差屈折計において測定精度を向上させるには、コリメーターと望遠鏡の焦点距離をそれぞれ長くする必要はあるが、それを一直線上に配置しているので装置全体がはなはだ長大なものとなる。このため光学系の光軸の角度安定性が悪くなり、屈折率として 1×10^{-5} 以上の高い測定精度を安定に保ちにくい欠点がある^{4,5)}。

3. 試作した精密示差屈折計の設計概要

3.1 設計上の基本構想

目標の精度を 300~700 nm の波長範囲で得るために留意した点を以下に述べる。

第一は反射光学系の採用である。仕様の波長範囲を屈折光学系で満足させるには、紫外域の吸収のためレンズに使用可能な材料は限定される。また残存色収差による焦点位置の移動を補償する機構が必要になり、装置の安定度を低下させる原因となる可能性がある。このため主要部分には反射光学系を採用し、コンデンサーレンズ、平面板等には熔融石英を使用した。

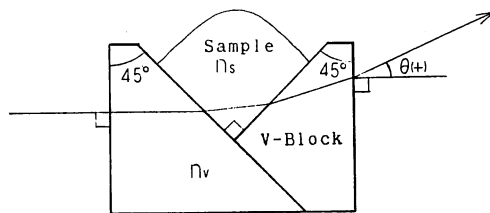


Fig. 2 Path of ray through V-block and sample.

第二は固定式望遠鏡の採用である。可動式の望遠鏡を使用すると、一組のVブロックで屈折率を広範囲に測定することが可能であるが、大きな偏角を高精度で測定することは困難である。またVブロックの角度誤差による測定値への影響も大きく、目標の精度を得ることが困難となる。このため高精度化の可能性がある固定式望遠鏡を採用した。屈折率の測定範囲はVブロックの屈折率に対し $\pm 50 \times 10^{-5}$ とし、測定する確種ごとにVブロックを製作した。偏角が微小であるため、Vブロックに必要な角度の加工精度は $10''$ 程度である。また接触液はVブロックに近い屈折率に調合するため、Vブロックの内側2面も試料と同様に研削面で使用可能である。このためVブロックの製作コストは、一般の屈折計用に比較し低減することが可能となる。

第三は望遠鏡・コリメーターの一体化を試みた点である。示差屈折計で高精度な偏角測定を行なう場合、コリメーターと望遠鏡の光軸の安定性が問題となる。振動、温度変化等によってコリメーターと望遠鏡の光軸角度に変化を生じると、測定値への影響が直接現われるのでこれを補償するための構造を考案した。通常の屈折計ではコリメーターと望遠鏡は分離しているが、それらを並列にして一個の強固なフレームに組み込み、コーナーフレクターで平行光束を折り返す方式とした。これによりフレームの方向に変化を生じた場合もコリメーターと望遠鏡の光軸の平行は保持される。反射鏡は正確に仕上げられたフレームの側面に直接押し当てて固定し、反射鏡

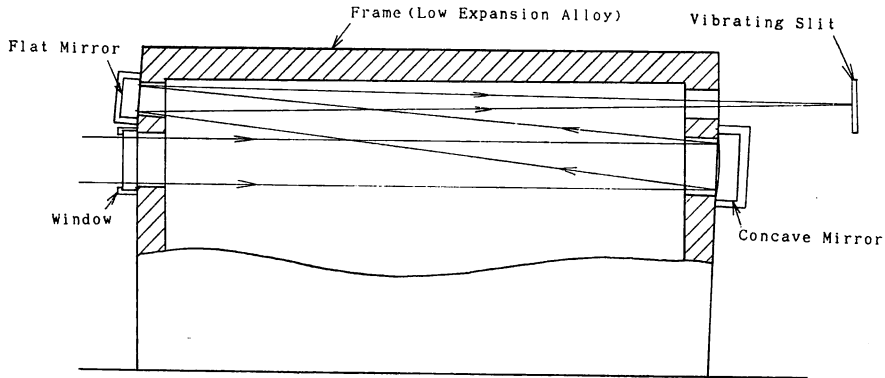


Fig. 3 Plane figure of the precision differential refractometer.

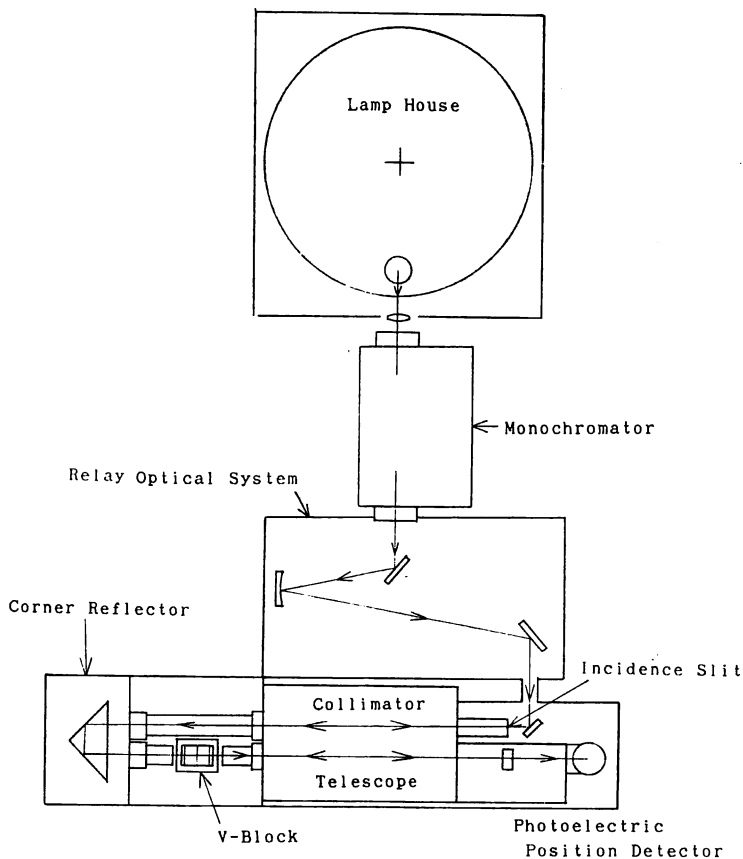


Fig. 4 Cross section of mainframe for the precision differential refractometer.

の傾斜調整機構を排除して安定性を高めた。またフレームには低膨張合金の鋳物を使用して、部分的な温度変化に対しても光軸角度の変化が微小になるよう配慮した。

Fig. 3 に望遠鏡部分の断面を示す。

第四は振動スリット⁶⁾の採用である。振動スリットは光電オートコリメーター等に使用されているもので、これを用いると光学系の回折によって線幅が広がった入射

スリット像でも中心位置の検出が高精度で可能となる。また今回は受光部にフォトマルを使用した。反射光学系を用いているため受光素子の交換により、幅広い波長範囲の測定が可能となる。

3.2 構成

精密示差屈折計は、Fig. 4 のように、光源部、モノクロメーター、リレー光学系、コリメーター、コーナリ

フレクター、Vブロック、望遠鏡、検出部によって構成されている。光源は一般に光学ガラスの屈折率測定に使用される H, He, Hg 等のスペクトルランプをターンテーブル上に配置し、テーブルの回転により光源の切換えを行なう機構とした。光源からの光は、熔融石英製コンデンサーレンズによってモノクロメーターの入射スリットに導入される。これによって測定波長を選択した後、1枚の凹球面鏡と3枚の平面鏡により構成されるリレー光学系によって、コリメーターの入射スリットに導入される。平面鏡で5°下方に折り返された光は、有効口径30mm 焦点距離800mmの凹球面鏡によって平行光束となる。出射光には熔融石英製平板を設け内部を密閉してある。コリメーターから出た平行光束は、コーナリフレクターにより折り返されると同時に横方向に50mm移動し、Vブロックに入射する。Vブロックは硝種ごとに製作し、マウントとともに交換する。望遠鏡はコリメーターと同じフレームに組み込まれ、光学系も同様な構成となっている。望遠鏡部によって収束した光束は振動スリット上に結像し、スリットを通過後フォトマルに入射する。振動スリットは可動範囲2mmの微動装置と連動し、その移動距離は分解能0.1 μm の測長器で測定する。これを角度および屈折率差に換算するとそれぞれ0.03"および 6×10^{-8} となる。

4. 精密示差屈折計による測定

4.1 測定方法および留意点

実際の測定は、まず光源・波長を選択後、Vブロックと同一材料から取得した標準試料を接触液を介してVブロックにセットする。次にスリット像の中心位置を振動スリットで検出し、その位置を測長器で測定する。これと同様な測定を被測定試料でも行ない、この二つの測定値の差と望遠鏡の焦点距離から偏角を計算し、式(2)によって試料の屈折率を求める。装置は $25 \pm 1^\circ\text{C}$ の恒温室に設置され、試料室は断熱されているためその中の温度は $25 \pm 0.5^\circ\text{C}$ に保たれている。

接触液の屈折率は、Vブロックの屈折率に対し ± 0.001 以内になるように調合した。接触液の屈折率温度係数は $3 \sim 7 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$ であるので $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 程度の温度変化では屈折率差 ± 0.001 の範囲から極端に逸脱することはない。接触液によってはその分散特性と試料の分散特性に大差があり、一部の波長だけしかこの範囲に収まらないものもある。この場合は、一硝種につき数種類の接触液を用意した。またVブロックと試料に付着した接触液は有機溶剤で拭き取るため、溶剤の気化熱によって温度変

化を生じる。この影響を避けるため、試料をセットしてから5分程度放置した後測定を始めた。

4.2 精度検定

最初に精密示差屈折計自体の偏角測定再現性を確認する実験を行なった。この実験はVブロックを取り出した状態で、振動スリット上に結像した入射スリット像の中心位置を連続50回測定することによって行なった。

次に、実際の試料による測定再現性の確認を行なった。この実験は標準試料と被測定試料を交互に繰り返し測定することによって行なった。試料は516642^{*1}($n_{633} = 1.515$)と773496($n_{633} = 1.769$)の二硝種を用意した。接触液は516642用が流動パラフィンと α -ブロムナフタレンの混合液、773496用はヨウ化メチレンに硫黄を溶解したものである。

次に測定値の正確さを確認する実験を行なった。この実験ではまず干渉計で同硝種でロットの異なる二試料間の屈折率差を測定し、次に同じ試料を精密示差屈折計でも測定することによって屈折計の正確さを求めた。干渉計はフィゾータイプのレーザー干渉計(Zygo社, Mark III)を使用した。干渉計を利用した屈折率差の測定方法をFig. 5に示す。これは一般に光学ガラス等の均質性を測定する方法⁷⁾と同様であるが、二試料間の屈折率差が大きい場合には干渉縞回数に数本から数十本に及ぶ差を生ずる。しかし干渉計で測定可能な値は縞回数的小数部だけなので、この場合には整数部の差は分光計で測定した概略の屈折率から求めた。Fig. 5の測定によって得られる干渉縞の略図をFig. 6に示す。これらの測定で得られた縞回数の差の整数部を N 、小数部を ϵ 、波長を λ 、試料の肉厚を t とすると、屈折率差 Δn は(3)式によって求められる。

$$\Delta n = (N + \epsilon)\lambda/2t \quad (3)$$

試料は516642でVブロックに対し約 $+36 \times 10^{-5}$ と $+43 \times 10^{-5}$ の屈折率差を有する二硝種を使用し、それぞれ標準試料との屈折率差を測定した。また $\Delta n = +43 \times 10^{-5}$ の試料については、肉厚の異なる二試料に対して測定を行なった。

5. 結果・考察

ブランク状態でのスリット像の中心位置測定に対する再現性は50個すべてのデータが $\pm 0.1 \mu\text{m}$ 以内に納まり、 $3\sigma = 0.18 \mu\text{m}$ であった。測長器の分解能は $0.1 \mu\text{m}$ であるから、分解能に近い再現性があるといえる。

*1 ガラス名称の6桁数値表示。最初の3桁はd線に対する屈折率(n_d)、後の3桁は小数点以下2桁までのアップベ数(ν_d)から取ってある。

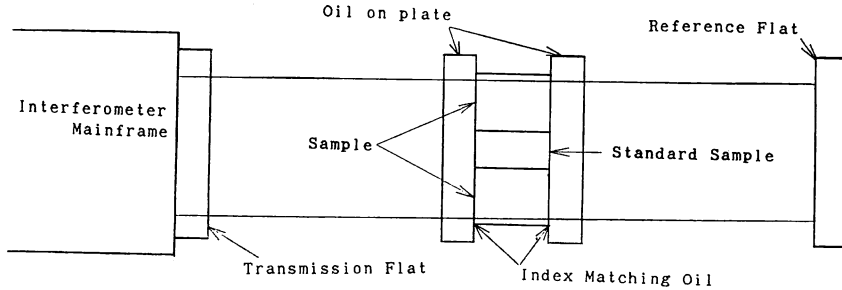


Fig. 5 Measuring method of refractive index difference with a laser interferometer.

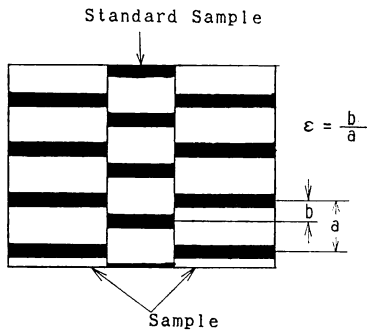


Fig. 6 A typical example of interferogram with the arrangement shown in Fig. 5.

Table 1 Repeatability of measurements of refractive index difference with precision differential refractometer.

Glass type: 516642 Number of measurements: 50			
	Deviation distance (μm)	Deviation angle ($''$)	$\Delta n (\times 10^{-7})$
Average	+680.64	+175.97	+4275.3
σ_n	0.25	0.06	1.6
$3\sigma_n$	0.75	0.19	4.8
Range	1.3	0.34	8.0
Glass type: 773496 Number of measurements: 36			
	Deviation distance (μm)	Deviation angle ($''$)	$\Delta n (\times 10^{-7})$
Average	-244.79	-63.29	-1537.9
σ_n	0.97	0.25	6.1
$3\sigma_n$	2.91	0.75	18.3
Range	4.1	1.06	26.0

試料測定時の再現性の実験結果を Table 1 に示す。屈折率測定精度は 516642 では目標の $3\sigma = 3 \times 10^{-7}$ には達していないが $\pm 1 \times 10^{-6}$ の保証は十分に可能である。773496 では標準偏差が 516642 の 4 倍に達している。この原因は接触液の違いによるものと思われる。773496

Table 2 Comparison of measurements of refractive index difference between precision differential refractometer and interferometer.

Sample	Thickness (mm)	$\Delta n_{633} (\times 10^{-5})$		Difference ($\times 10^{-5}$)
		Interferometer	Precision refractometer	
516642-A	19.154	+36.24	+36.31	+0.07
516642-B	18.505	+42.67	+42.78	+0.11
	25.890	+42.68	+42.76	+0.08

用の接触液に使用しているヨウ化メチレンは揮発性が比較的高いため、揮発による接触液の屈折率変化が大きい。さらに高比重、低粘性のためVブロックと試料の間から流出してこれを強く密着させ、Vブロックを變形させることも考えられる。高屈折率の接触液では屈折率以外の物性までコントロールするのは困難であるので、さらに精度を高めるには、接触液の揮発や流出を防止する配慮が必要である。

正確さの確認実験の結果を Table 2 に示す。精密示差屈折計による屈折率の測定値は干渉計による測定値に比べて $7 \times 10^{-7} \sim 11 \times 10^{-7}$ 高い結果が得られた。この理由は次のように考えられる。偏角を計算する場合、望遠鏡側の球面鏡の面頂から振動スリットまでの距離 (= 焦点距離) が必要である。しかしこの距離は装置の構造上、直接測定することが困難なので測定誤差が大きいと考えられる。これが屈折率の測定値に影響している可能性があるが、屈折率差の異なる何種類かの試料を測定し、屈折率差と誤差の相関を確認しなければ明確な判断はできない。

6. ま と め

- (1) コリメーターと望遠鏡が一体構造で双方とも反射光学系を採用し、光路をコーナリフレクターで折り返すことにより安定性を高めた精密示差屈折計

を設計製作した。

- (2) 測定器がブランク状態のときにはスリット像の中心位置測定に対する再現性として、 $\pm 0.18 \mu\text{m}$ (3σ) を得た。これは角度に換算すると $\pm 0.05''$ に対応する。
- (3) 屈折率差に対する測定の再現性として、 3σ で 516642 は $\pm 4.8 \times 10^{-7}$ 、773496 は $\pm 18.3 \times 10^{-7}$ を得た。
- (4) 干渉計による測定値との比較により、正確さとして約 1×10^{-6} を得たが、これは多数の試料の測定で傾向を確認することによりさらに縮小できると思われる。

おわりに、本装置の開発に当たり貴重なご助言をいただいた東京大学生産技術研究所の小倉磐夫教授に感謝申し上げます。

文 献

- 1) L. W. Tilton: "Standard condition for precise prism refractometry," J. Res. Natl. Bur. Stand., **14** (1935) 393-418.
- 2) Alan J. Werner: "Methods in high precision refractometry of optical glasses," Appl. Opt., **7** (1968) 837-843.
- 3) F. Twayman: *Prism and Lens Making*, 2nd ed. (Hilger & Watts, London, 1952) p. 512.
- 4) R. Kingslake: *Applied Optics and Optical Engineering*, Vol. IV. Optical Instruments Part I (Academic Press, New York and London, 1967) p. 369.
- 5) J. W. Forrest and H. W. Straat: "Refractometer for glass control," J. Opt. Soc. Am., **46** (1956) 488-489.
- 6) 篠山伸弥: "光電顕微鏡について", Nikon Tech. J., No 2 (1972) 24-32.
- 7) 福崎福七, 増村 明: "光学ガラスの光学的評価技術", セラミックス, **9** (1974) 369-374.