

# 最近の技術から

## 光学異方性をもつアルミナ人工誘電体

齊藤 光徳・黄 礼豊・宮城 光信  
 東北大学工学部 〒980 仙台市青葉区荒巻字青葉

### 1. ま え が き

陽極酸化法は、アルミニウムの表面に酸化膜（いわゆるアルマイト皮膜）を形成する方法として、古くから工業的に用いられている。陽極酸化法で作られたアルミナ膜中には、図1に示すように多数の円柱状ポアが平行に配列している<sup>1)</sup>。ポアの直径はほぼ均一であり、成膜条件によって数十～数百 Å の範囲で制御することができる。これらのポア中には、めっき法や液浸法などによってさまざまな誘電体や金属を封入することができ、光波長よりはるかに小さいスケールの微細構造をもつ人工誘電体を構成することができる<sup>2,3)</sup>。場所によって封入材料を変えれば、図1のような光導波路や光集積回路も製作できるものと期待される。ここでは、陽極酸化アルミナ膜の製法と、その異方性構造に起因する偏光特性や複屈折について最近の研究結果を紹介する。

### 2. 陽極酸化アルミナ膜の製法

実験用の試料製作には、10 mm×20 mm 程度に切断した厚さ 0.5 mm のアルミニウム板を用いているが、さらに大きな試料の製作も可能である。このアルミニウム板に機械研磨と電解研磨を施した後、15～20 wt% の硫酸水溶液中に浸し、炭素板陰極との間に直流電圧を印加する。電圧約 20 V、電流密度約 0.5 mA/mm<sup>2</sup> で酸化を行うと、アルミニウム板の表面に毎分 1.5 μm ぐらいの割合でアルミナ (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) の膜が形成される。適当な膜厚（今回の実験では数十 μm）に達したところで電流をとめ、試料を硫酸から引き上げるが、長時間酸化を続ければ、アルミニウムを完全に酸化して透明なアルミナ板を作ることできる。また、酸化終了後に負の電圧を試料に印加することにより、アルミナ膜をアルミニウム基板から剝すこともできる。陽極酸化には、硫酸のほか、リン酸、蔞酸、クロム酸なども用いられ、ポアの大きさや間隔の異なる膜を作ることができる。

液体材料、液晶、ゾル・ゲル材料などをポアに封入する場合は、アルミナ膜をこれらの流体中に浸漬する<sup>3)</sup>。ア

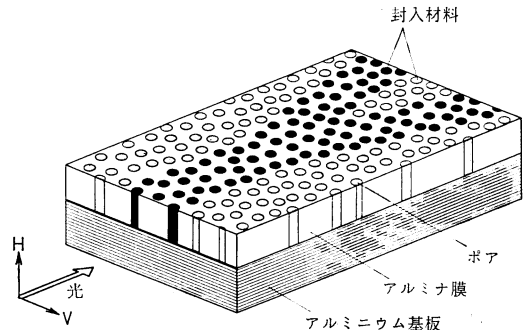


図1 陽極酸化アルミナ膜を利用した光導波デバイスの概念図。アルミナ膜中のポアに屈折率の異なる材料を封入し、Y分岐を構成している。

ルミナ膜を沸騰水や水蒸気中で加熱すると、表面付近のアルミナが水分を含んで膨張し、ポアの入口を塞ぐことができる。一方、金属や半導体を封入するには、電解めっき法を利用する。例えば、ニッケルを封入するときには、硫酸ニッケルを主成分とする電解浴中にアルミナ膜を浸し、約 15 V の交流電圧を印加してポアの底から順にニッケルを析出させる<sup>4)</sup>。

### 3. 偏光特性

ニッケルを封入した膜の顕微鏡写真を図2に示す。試料の膜厚は 50 μm、光路長は約 10 μm で、図1の矢印

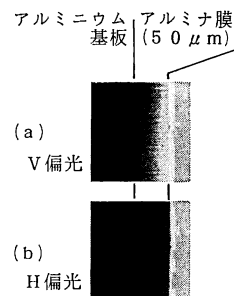


図2 ニッケル封入アルミナ膜の顕微鏡写真。(a) ポアに垂直な偏光 (V偏光)、あるいは (b) 平行な偏光 (H偏光) を膜の裏側からあて、透過光を観察している。

の方向から光を照射している。偏光方向がポアに垂直な光 (V偏光と呼ぶ) を照射した場合には、透過光で膜が明るく見えるが、ポアに平行な偏光 (H偏光と呼ぶ) では暗くなっており、光が透過していないことがわかる。ポア内に析出した柱状のニッケルがワイヤグリッドの働きをし、偏光特性が生じるものと考えられる。波長  $0.63\sim 1.55\ \mu\text{m}$  の He-Ne レーザーや LED で透過率を測定した結果、消光比 (H偏光とV偏光の損失の差) は約 40 dB であった。挿入損失 (V偏光の損失) は長波長側ほど小さくなり、波長  $1.55\ \mu\text{m}$  では 1.3 dB であった<sup>4)</sup>。波長  $2\ \mu\text{m}$  以上の赤外領域でも同様の偏光特性が生じることが FTIR による測定で確認されている。

このように、金属封入膜は光通信で重要な  $1\ \mu\text{m}$  帯や、高性能な偏光子がない赤外域において、小型の偏光子として有用であると思われる。現在のところ、金属を均一に析出できるのは膜厚  $50\ \mu\text{m}$  程度までであり、大型の素子を製作するためには、酸化後の後処理法やめっき法を改善していく必要がある。また、膜の構造欠陥の低減や無反射コートにより挿入損失を低減することも、実用化のための重要な課題である。

#### 4. 屈折率分布と複屈折

無封入の陽極酸化膜 (ポアは空気で満たされている) の屈折率を顕微鏡下で二光束干渉法によって測定した。膜内の各場所でH偏光、V偏光それぞれについて測定した屈折率を図3に示す。アルミナ母材の屈折率は1.62前後であるが、ポアの影響で膜の実効的な屈折率はそれより小さくなっている。この測定試料は、ポアの直径が表面に向かって大きくなるように作られているため、Graded Index型の屈折率分布が生じている。また、H偏光よりV偏光の方が屈折率低下の割合が大きく、その結果複屈折が生じている。図3の膜では複屈折は0.025程度であるが、ポアを拡大することによってさらに大き

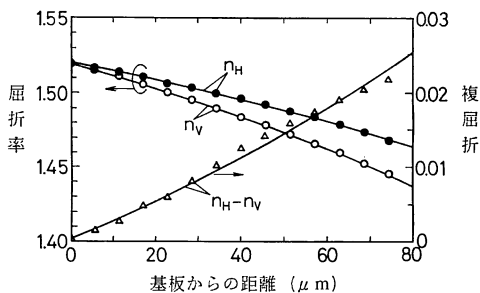


図3 アルミナ膜中の屈折率分布と複屈折。○, ●, △は波長  $0.546\ \mu\text{m}$  の光での測定値、実線は理論計算値を表す<sup>3)</sup>。

な複屈折が得られる。屈折率や複屈折は封入材料によっても大きく変化し、ゲルマニウムのような高屈折率材料を封入した膜では、複屈折が  $0.2\sim 0.5$  程度になると予想されている<sup>3)</sup>。このように屈折率をさまざまに制御できることは、導波路型デバイスを製作する上で重要な長となるであろう。

#### 5. む す び

一般に人工誘電体の性能を向上させるためには、光波長より十分小さい微細構造が要求される。特に最近では量子サイズ効果に注目が集まっており、量子細線や量子箱などの超微細構造を製作することが重要な課題となってきた。従来は、リソグラフィやエッチングなどの微細加工技術、金属のコロイド化などの方法が用いられているが、工程が複雑なことや均一なサイズの微粒子が得られないことなど問題点が多い。陽極酸化法では、きわめて簡便な工程により、比較的均一で制御可能なサイズをもつ微細構造を製作できるので、将来の加工技術として期待が持てる。

陽極酸化アルミナ膜の光学分野への応用としては、金属微粒子の光吸収特性を利用した波長選択膜が、太陽光エネルギーの有効利用のために検討されている程度であり<sup>5)</sup>、光通信や光計測用のデバイスへの応用が検討された例はほとんどない。また、陽極酸化法は、生産現場における長年のノウハウの蓄積として発展してきた技術であるため、学術的な研究や体系化が十分になされているとはいえず、構造や膜形成のメカニズムに関してはまだよくわからない点が多い。今後、基礎と応用の両面において陽極酸化膜の研究が進展し、新しい光素材やデバイスが開発されることが望まれる。

#### 文 献

- 1) F. Keller, M. S. Hunter and D. L. Robinson: "Structural features of oxide coatings on aluminum," J. Electrochem. Soc., **100** (1953) 411-419.
- 2) M. Miyagi, Y. Hiratani, T. Taniguchi and S. Nishida: "Aluminum anodizing technique for fabricating optical thin-film waveguides: a proposal," Appl. Opt., **26** (1987) 970-971.
- 3) M. Saito and M. Miyagi: "Anisotropic optical loss and birefringence of anodized alumina film," J. Opt. Soc. Am. A, **6** (1989) 1895-1900.
- 4) T. Seki, M. Saito and M. Miyagi: "Ni-plated anodic alumina film for optical polarizer," IEICE Trans., **E74** (1991) 3861-3866.
- 5) C. G. Granqvist, Å. Andersson and O. Hunderi: "Spectrally selective surfaces of Ni-pigmented anodic  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ," Appl. Phys. Lett., **35** (1979) 268-270.

(1991年12月27日受理)