

## 複屈折近接場光学顕微鏡におけるプローブ出射偏光の自動補償装置の開発

大久保進也・鈴木 敬一・高柳 淳夫・梅田 倫弘

東京農工大学工学部機械システム工学科 (〒184-8588 小金井市中町 2-24-16)

### Development of Automatic Polarization Compensating System for Birefringence Contrast Scanning Near-Field Optical Microscope

Shinya OHKUBO, Keiichi SUZUKI, Atsuo TAKAYANAGI and Norihiro UMEDA

Department of Mechanical System Engineering, Faculty of Technology, Tokyo University of Agriculture and Technology, 2-24-16, Nakacho, Koganei 184-8588

In a birefringence contrast scanning near-field optical microscope (B-SNOM), a sample is illuminated by left- and right-handed circularly polarized lights through an optical fiber probe. However, a silica glass optical fiber can not maintain circularly polarized lights to the end of fiber, because a polarization state of transmitted light is degraded by birefringence of fiber. It is difficult to cancel such a degradation by using fiber polarization compensator. In this study, an automatic polarization compensating system using two rotated quarter wave plates for the B-SNOM was developed. Optical properties of polarization states before and after compensation were obtained for three fiber probes with different apex shapes. As a result, the extinction ratio to be enough to use for the B-SNOM was obtained by compensation with the combination of two quarter wave plates. Furthermore, the automatic polarization compensation system was constructed so that the extinction ratio of about 34 with the compensation time under 100 s was obtained.

**Key words:** near-field optical microscope, optical fiber probe, polarization, compensation system, automatic

#### 1. はじめに

近年のオプトエレクトロニクス発展に伴い、さまざまな試料について光学的評価が行われている。なかでも、複屈折の状態を知ることは材料の研究・開発において非常に重要な役割となっている。この複屈折現象は、さまざまな光学機器に影響を及ぼしたり、あるいはこの現象を利用した試料の観察などが、偏光顕微鏡などによって行われている。

しかしながら、従来の偏光顕微鏡では対物レンズによる光の回折限界により、観測分解能に制限がある。また、複屈折の値を定量的に計測することは困難であった。そこで筆者らは、このような複屈折現象を高分解能で観察するための複屈折近接場光学顕微鏡 (birefringence contrast scanning near-field optical microscope : 以下、B-SNOM) を研究

開発している<sup>1)</sup>。B-SNOMにおける測定では先鋭化光ファイバー先端から出射する左右円偏光によって試料を照明している。しかし、光ファイバー内で生じる複屈折の影響によって、出射端まで左右円偏光を保持することができない。このため、これまではループ化させた光ファイバー列に光軸方向にねじりを加えることで、ファイバー内部に応力を加え、光弾性効果により複屈折を発生させるファイバーポラライザー<sup>2,3)</sup>によって偏光補償を行っていた。しかしこの方法には、ファイバーを巻き付ける手間がかかることや、偏光補償に微妙な調節技術が必要で、完全な偏光補償が困難であるなどの問題点がある。特に偏光補償においては、これまで手でファイバーポラライザーを調整していたため、実際にB-SNOM観測を行うと、この調整によって生じる誤差が観測画像に影響することが懸念される。こ

E-mail: ohkubo@uol.mech.tuat.ac.jp

のことを改善することは、B-SNOM における装置の簡素化、測定時間の短縮化、さらには測定の高分解能化などが期待できる。このため、新しい偏光補償の方法が望まれていた。

そこで筆者らは、偏光素子を組み合わせた B-SNOM 用自動偏光補償装置を開発した。本論文ではまず、第 2 章において、B-SNOM の原理について示し、次に第 3 章で偏光補償装置の開発について述べる。さらに第 4 章では、装置の自動化および、その評価結果について報告する。

## 2. 複屈折近接場光学顕微鏡の原理

B-SNOM は、従来の偏光コントラスト SNOM<sup>4,5)</sup> に高速複屈折測定<sup>6)</sup> の概念を取り入れた装置である。その装置構成を Fig. 1 に示す。周波数安定化軸ゼーマンレーザー (SAZL) から出射した左右円偏光は光ファイバーに入射する。偏光補償用のファイバーポライザーにより内部複屈折の影響を打ち消した後、光ファイバースプロブ先端の微小開口からレーザー光を出射する。出射した光は試料を照射し、その透過光は対物レンズにより平行光になる。次に、方位 45° の  $\lambda/4$  板 (QWP 45°) と方位 0° に設定した直線偏光子 (LP) を通過後、レンズにより集光され、光電子倍增管 (PM) で光電検出される。このとき検出ビート信号はロックインアンプ (LIA 1) により、SAZL の参照周波数で同期検出され、A/D (analog/digital) インターフェースを介してパーソナルコンピュータ (PC) に取り込まれる。各素子のミューラー行列式を用いてストークスパラメーターを計算することで光強度を求めることができる。この光強度より、試料の微小領域における複屈折位相差  $\Delta$  と主軸方位  $\phi$  は以下のように求まる<sup>6)</sup>。

$$\Delta = \sin^{-1} \left( \frac{\sqrt{I_x^2 + I_y^2}}{I_{dc}} \right) \quad (1)$$

$$\phi = \frac{1}{2} \tan^{-1} \left( \frac{I_y}{I_x} \right) \quad (2)$$

ここで、 $I_x$  と  $I_y$  は LIA 1 で検出される交流成分、 $I_{dc}$  はローパスフィルター (LPF) で検出される直流成分である。

## 3. 偏光補償

### 3.1 偏光補償の原理

偏光状態を変化させるには、さまざまな方法があるが、波長板等の偏光素子を組み合わせたり<sup>7)</sup>、使用する光学素子自体に外力を加え、内部応力を発生させることで光弾性効果、すなわち複屈折を任意に生じさせ<sup>8)</sup>、偏光状態を補償する方法もある。ファイバーポライザーによる補償法は後者に相当する。Fig. 1 における B-SNOM 装置におい

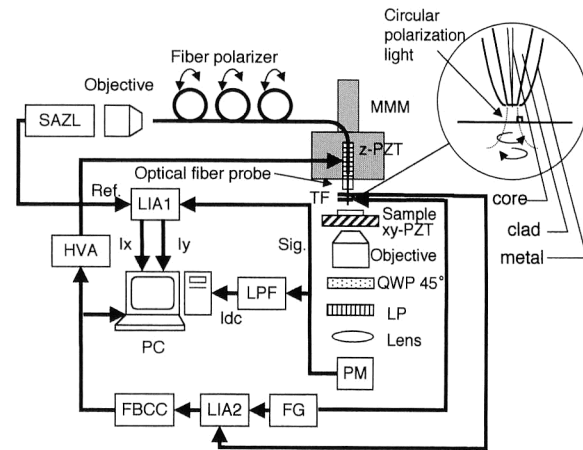


Fig. 1 Schematic diagram of birefringence contrast scanning near-field optical microscope (B-SNOM). SAZL: stabilized axial Zeeman laser, MMM: motorized micrometer, QWP 45°: quarter wave plate, LP: linear polarizer, PM: photomultiplier, LIA 1, LIA 2: lock-in amplifier, LPF: low-pass filter, FG: function generator, HVA: high voltage amplifier, FBCC: feedback control circuit.

て、もしファイバーポライザーによって完全な左右円偏光が出射されていれば、方位 45° の QWP 45° と、方位 0° の LP により、完全に消光された状態になるはずである。本研究では、検出ビート信号振幅がゼロになる点を消光点とすることで、偏光補償を行っている。

### 3.2 ファイバーポライザーを用いた偏光補償

B-SNOM の測定においては、SAZL から発振した左右円偏光を試料に照射する必要がある。プローブからの出射偏光特性を評価するため、Fig. 1 においてすでに示した測定装置中の LP を 0~360° まで一定間隔ずつ回転させ、出射偏光特性を調べた。SAZL からの二周波左右円偏光が出射端まで維持されていれば、方位 45° の QWP 45° により左右円偏光は互いに直交する直線偏光となる。このとき、方位  $\theta$  の直線偏光子  $LP\theta$  と QWP 45° のミューラー行列式を用いて、ストークスパラメーターを計算すると、LIA 1 で検出される信号強度は、

$$I_R = |a^2 \sin 2\theta| \quad (3)$$

となる。ここで、 $a$  は光の振幅である。したがって、LP を 1 回転させるとその間に消光される点が 4 か所現れるはずである。

マイクロピペットプラーを用いた溶融延伸法により先鋭化させた光ファイバーを Al で真空蒸着し、微小開口を形成したファイバースプロブ<sup>9)</sup> について、このような手法で出射偏光特性を調べた。その結果を Fig. 2(a) に示す。これによると、4 つの検出ビート振幅信号の極小点が得られていない。これは、クラッド伝搬光除去のために施した光ファイバー・ループにより内部応力が発生し、光弾性効果が

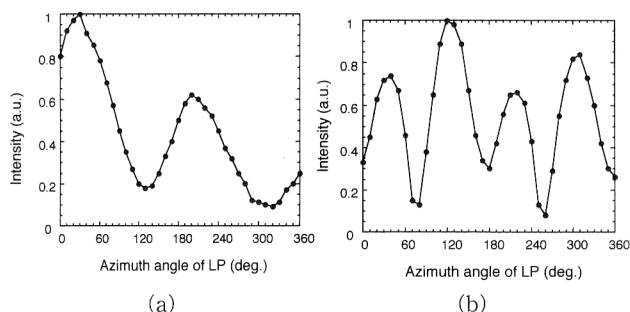


Fig. 2 Polarization properties using fiber polarizer, (a) before compensation, and (b) after compensation.

ら結果的にファイバー内に複屈折が生じたためである。したがって、この状態では左右円偏光を出射端まで維持することができないことがわかる。

そこで、これまでは内部複屈折を除去するために Fig. 1 の中に示すファイバーポライザーを用いてきた。ファイバーポライザーは光ファイバーを円筒列に巻き付け、これらをそれぞれ光軸まわりにねじりを加えることで内部応力を発生させ、光弾性効果により光ファイバー内に複屈折を生じさせる。これにより、ファイバー内の複屈折を、ファイバーポライザーで発生させた複屈折で打ち消すように調節することで、出射偏光状態が円偏光になるようにする。本手法を用いて偏光補償したときの出射偏光特性を Fig. 2(b) に示す。この結果から、極小点が4か所得られていることがわかり、偏光補償の有用性が確認できる。

しかし、検出ビート振幅信号のピークの大きさにばらつきがあり、検出ビート振幅信号の最大値を  $I_{max}$ 、最小値を  $I_{min}$  として

$$E.R. = \frac{I_{max}}{I_{min}} \quad (4)$$

より消光比を計算すると、およそ12であったことから、ファイバーポライザーによる偏光補償が不十分であると考えられる。

### 3.3 波長板を用いた偏光補償

本研究では、ファイバーポライザーに代わる手法として、波長板を組み合わせることで偏光補償することを試みる。このため、使用する光学素子の選定を行った。ポアンカレ球上において、偏光状態の点を任意の点に移動させるには、さまざまな光学素子の組み合わせがある。SNOM光源の偏光補償としては、偏光素子を1枚、あるいは複数枚設置することにより行うことが考えられる。そこで本実験においては、コスト、装置構成、そして自動制御のしやすさの点等を考慮して、 $\lambda/4$ 板を2枚設置し、それぞれについて主軸方位を回転させることにより偏光補償を行うことを試みた。

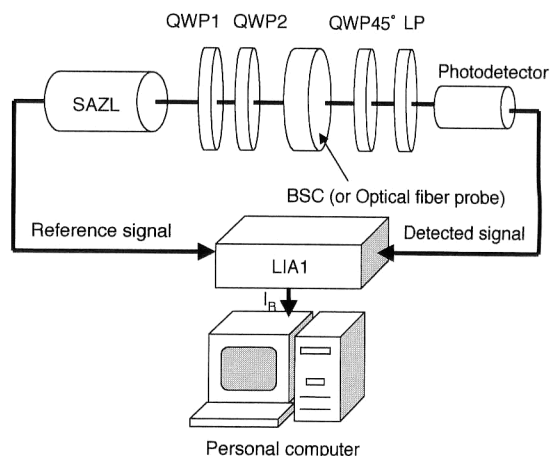


Fig. 3 Optical setup of polarization compensating system. QWP 1 and QWP 2: quarter wave plates for compensation.

#### 3.3.1 予備実験

偏光補償が可能であることを確認するため、バビネソレイユ補償子 (BSC) を試料として実験を行った。Fig. 3の測定光学系において、光ファイバーの代わりに設置したBSCを任意の複屈折位相差  $\Delta$  と主軸方位  $\phi$  に設定して、複屈折を与え、2枚の  $\lambda/4$  板 (QWP 1, QWP 2) をそれぞれ、検出ビート信号がゼロとなるように手で回転させ、偏光補償を行った。この際、SAZLからの左右円偏光がBSC出射時まで保持されていれば、QWP 45°により左右円偏光は互いに直交する直線偏光となる。したがって、LPを1回転させる間に検出ビート振幅信号の極小点および極大点が、それぞれ4か所ずつ現れるはずである。

BSCの設定が  $\Delta=30^\circ$ 、 $\phi=120^\circ$  の場合、LPを一定間隔で回転させたときの補償前後の出射偏光特性を Fig. 4(a) と (b) に示す。その結果、偏光補償する前は十分に消光されていないのに対し、偏光補償後は検出ビート振幅信号のピークと、4つの消光点が得られていることから、左右円偏光が補償されていることがわかる。また、さまざまな複屈折位相差と主軸方位における消光比の測定結果を Fig. 5(a) と (b) に示す。これから、各複屈折における消光比については、補償後はほぼ消光比100以上に改善されていることがわかった。このことから、偏光補償することによって試料の複屈折位相差の値に関係なく高い消光比が得られることがわかり、2枚の  $\lambda/4$  板による偏光補償の有効性が確認できた。

#### 3.3.2 ファイバープローブの先端形状の違いによる特性

実際にB-SNOM測定で用いられる光ファイバープローブとして、石英ガラス光ファイバー (コア径:  $4.6 \mu\text{m}$ , クラッド径:  $125 \mu\text{m}$ , シングルモード) を使い、先端形状の違いによる出射偏光特性を測定した。測定のために製作し

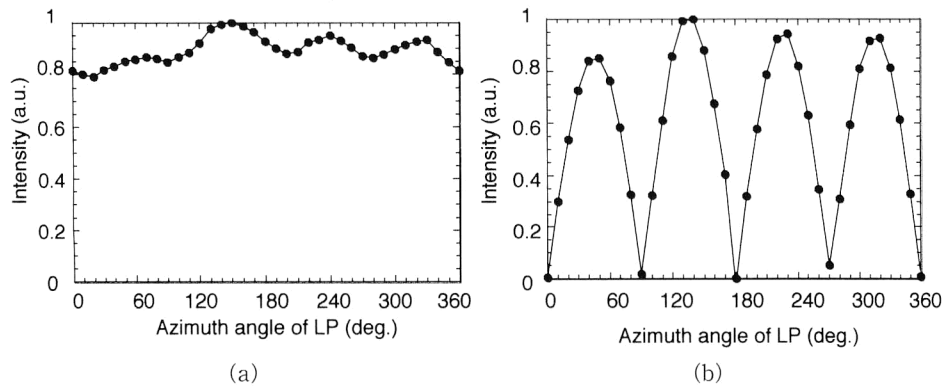


Fig. 4 Polarization properties, (a) before compensation and (b) after compensation when Babinet-Soleil compensator ( $\Delta=30$  [deg.],  $\phi=120$  [deg.]) is used as a sample.

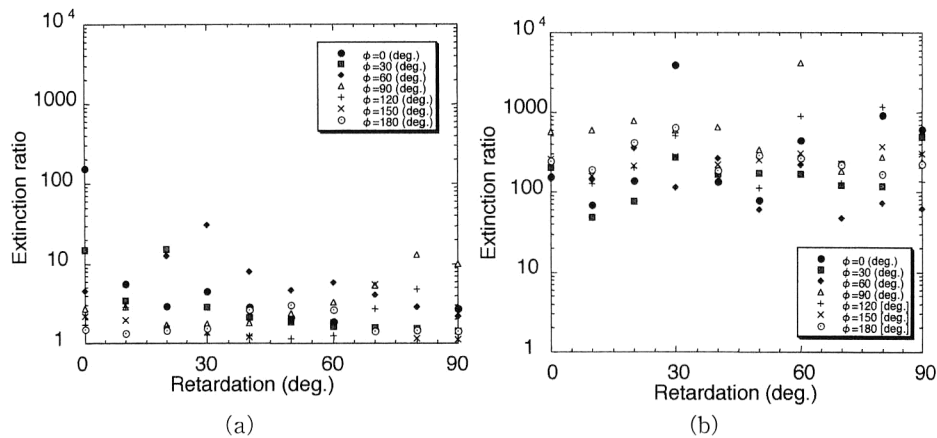


Fig. 5 Extinction ratio for the BSC, (a) before compensation and (b) after compensation.

たプローブの先端形状を Fig. 6(a)~(c) に示す. 製作した先端形状は, (a) 非先鋭化, (b) 先鋭化, および (c) 先鋭化後, 金属コーティング (Al 蒸着) した場合の 3 種類とした. 先鋭化プローブの先端の開口径は 200 nm 程度と見積もられる.

Fig. 3 で示した光学系において BSC の代わりに光ファイバプローブを設置し, 同様に QWP 1, QWP 2 を, 検出ビート振幅信号がゼロとなるように手動で回転させ偏光補償を行った. LP を 1 回転させ, 検出ビート振幅信号を測定し, 出射偏光特性を調べた.

まず, 先鋭化させない光ファイバにおける出射偏光特性を調べた. その結果を Fig. 7(a) と (b) に示す. この結果より, BSC を用いて測定した結果と同様の測定結果を得ることができた. これは, 先鋭化していないため, 出射端で開口径による影響が少ないものと考えられる. これより, ファイバ内部の複屈折を除去できることがわかった. また, 消光比も補償前は約 1.5 に対して, 補償後は約 510 まで改善することができた.

次に, 先鋭化させたプローブにおける出射偏光特性を

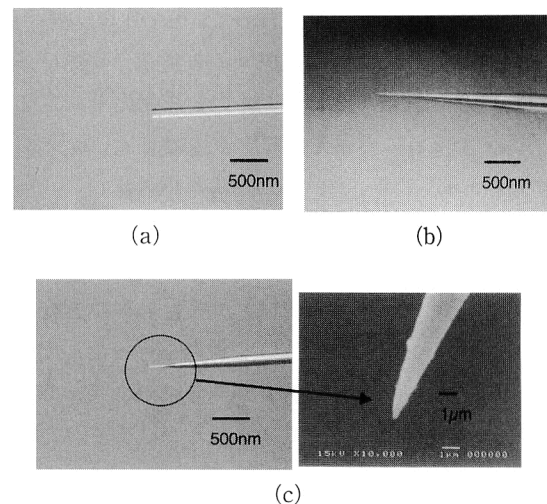


Fig. 6 SEM photographs of optical fiber probes using (a) no-tapered fiber, (b) tapered fiber and (c) tapered and coated fiber with an aperture.

Fig. 8(a) と (b) に示す. これより先鋭化させたプローブにおいても, 偏光補償できることがわかった. しかし, 検出ビート振幅信号のピークの大きさにばらつきがあり, 消光

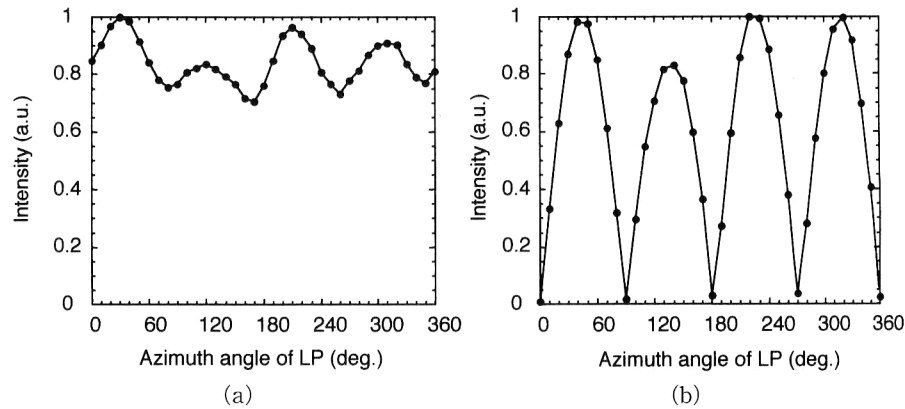


Fig. 7 Polarization properties of no-tapered fiber, (a) before compensation and (b) after compensation.

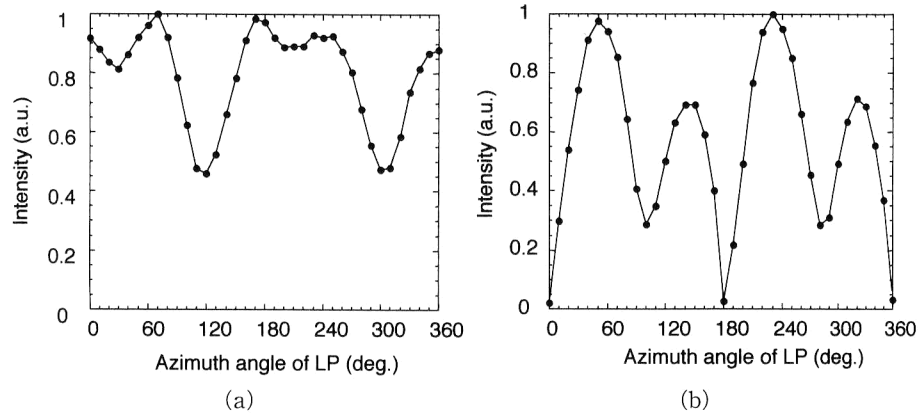


Fig. 8 Polarization properties of tapered fiber probe, (a) before compensation and (b) after compensation.

比はおよそ 47 であったことから、LP による消光が完全でないことがわかる。この原因として、SAZL の左右円偏光強度が完全に等しくないことが考えられる。実際に SAZL 光源のビート周波数 70 kHz に対する強度比を測定した結果、左右それぞれの円偏光に対する振幅を  $a_l$ 、 $a_r$  としたとき  $a_r/a_l=0.931$  であった。また、これ以外に、プローブ先端より出射する出射光以外の散乱光による影響なども考えられる。

次に、先鋭化ファイバーに Al コーティングを施し微小開口を作製したプローブについて測定を行った。出射偏光特性を Fig. 9(a) と (b) に示す。この結果より、微小開口においても偏光補償が可能であることが確認された。しかし、遮光することで散乱光の影響を軽減し、コーティングしないプローブに比べて消光比は多少改善することができたが、完全に消光することはできなかった。この原因として、Al コーティングによる微小開口径作製過程において完全な真円開口が形成されていないことなどが考えられる。しかしながら、最大で 201 の消光が得られ、B-SNOM 用のプローブとして十分使用が可能であると考えられる。

#### 4. 偏光補償装置の自動化

本研究では、 $\lambda/4$  板を回転ステージで自動制御することで、装置の自動化を試みた。装置構成を Fig. 10 に示す。SAZL から出射した左右円偏光は、それぞれモーター駆動回転ステージに取り付けられた波長板 QWP 1 と QWP 2 を透過した後、光ファイバーに入射される。プローブ先端から出射した光は、QWP 45°、LP を通過後、光电検出され、LIA 1 出力がパーソナルコンピュータに取り込まれる。

測定のアプローチを Fig. 11 に示す。まず LIA 1 からの検出信号の目標値を設定する。ここで、完全に左右円偏光が出射されていれば、この信号強度はゼロとなるが、SAZL が完全な円偏光でないことや、外乱光の影響などを考慮し、検出信号の目標値はあらかじめ求めておいた、ゼロ付近の目標信号強度の値に設定する。そこでまずはじめに、LIA 1 の検出感度を 100 mV、時定数を 100 ms としたとき、目標値  $I_t$  を 2 mV に設定した。次に QWP 1、QWP 2 を、それぞれのステップ角  $\theta_1=1^\circ$ 、 $\theta_2=0.004^\circ$  で回転させ、検出信号強度をパーソナルコンピュータに取り込む。目標値よりも大きな値が検出された場合、これらを繰り返す。目標値以下になった時点でモーターの回転を停止

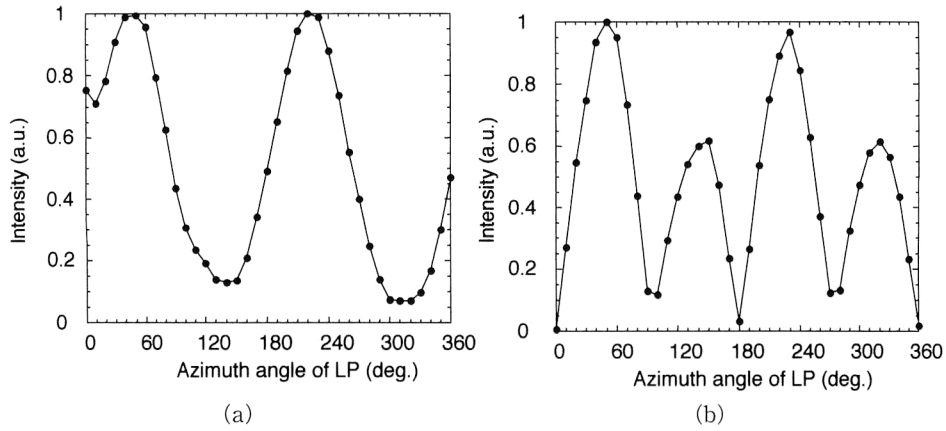


Fig. 9 Polarization properties of tapered and coated fiber probe, (a) before compensation and (b) after compensation.

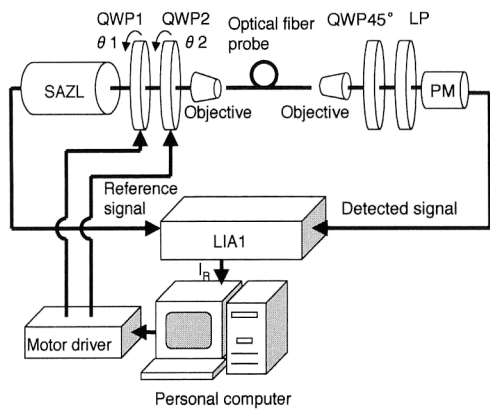


Fig. 10 Schematic diagram of automatic polarization compensation system.

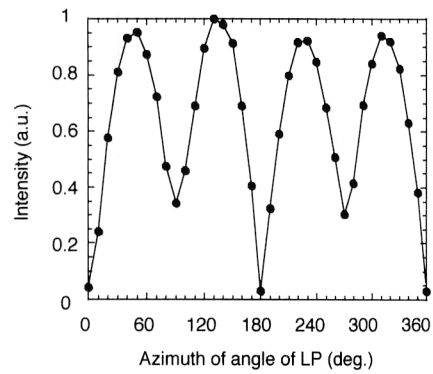


Fig. 12 Polarization property of fiber probe compensated by automatic system.

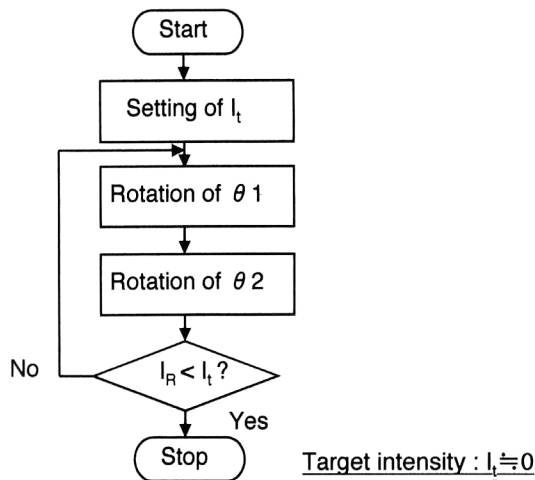


Fig. 11 Flow chart of automatic polarization compensation.

させ、偏光補償は完了とする。しかしながら、このアルゴリズムでは、ステップ角が細かいため、偏光補償に時間がかかることがわかった。また、Fig. 11において1回のループのみでは、完全に目標値に近づけることは困難である。

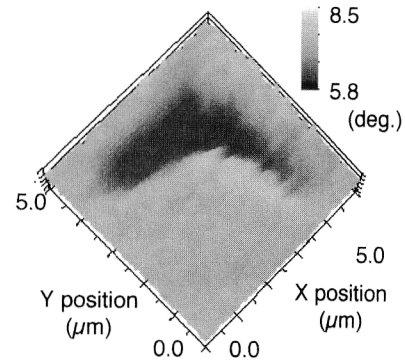


Fig. 13 Retardation images of nano-indentation material measured by B-SNOM.

そこで、このアルゴリズムの改善を行った。まず、仮の目標値 ( $I_t = 2 \text{ mV}$ ) を設定し、粗動回転 ( $\theta_1 = 2^\circ$ ,  $\theta_2 = 0.004^\circ$ ) によって消光点付近まで近づける。次に、本目標値 ( $I_t = 0.5 \text{ mV}$ ) を設定し、微動回転 ( $\theta_1 = 0.01^\circ$ ,  $\theta_2 = 0.004^\circ$ ) によって完全な偏光補償を行う。こうして、 $I_t$ ,  $\theta_1$  そして  $\theta_2$  の設定を変え、ループを2回繰り返すことで、補償時間の短縮化と高精度化を図った。



アルゴリズムの有用性を確認するために、実際に B-SNOM 装置に使用する光ファイバプローブ (Al コーティング膜厚 25 nm) について偏光補償を行った。Fig. 12 に測定結果を示す。これより、4 つの消光点が得られ、補償時間も 100 秒程度で行われた。図より、LP の方位  $90^\circ$  と  $270^\circ$  の位置において消光されていないのが確認される。これは前述のように、開口形状による影響が大きいことが考えられる。

そこで、このプローブと同じ条件で光ファイバを先鋭化させたものについて、Al コーティング膜厚を変化させて、さらに 2 種類のプローブ (A および B) を作製し、自動偏光補償を行い、プローブによる消光比のばらつきを調べた。プローブ A, B の膜厚はそれぞれ、10 nm と 20 nm とした。その結果、消光比は、プローブ A が 12.2、プローブ B が 11.0 であり、いずれも前述の膜厚 25 nm のプローブの 3 分の 1 程度の消光比しか得られなかった。このことから、開口部以外の領域が Al によって完全に遮光されず、理想的な開口形状が形成されなかったことがわかる。一方、プローブによっては最大で 34.7 の消光比が得られていることから、最適な開口形状を形成することで、B-SNOM 用のプローブとして十分に使用が可能であることがわかった。

また、目標値  $I_t$  と消光比との相関性を定量的に示すことは困難であるが、結果的に本実験で用いた開口直径 200 nm 程度のプローブに対しては、設定した目標値で 30~34 程度の消光比が得られることがわかり、今回採用した 2 回の偏光補償ループによって、方位  $0^\circ$  の LP における消光点を検出するアルゴリズムが最適であると考えられる。

さらに、自動偏光補償後に B-SNOM によって試料の観測を行った。試料には、ガラス基板に微小三角錐圧子を押し込んで作成したナノインデント試験片を用いた。観測結果を Fig. 13 に示す。図は複屈折位相差分布を示す。これより、基板自身が 1 mm 程度の厚みをもつものの、等方性ガラス中に微小応力によって発生した複屈折の存在が確認された。この結果、偏光補償によって、位相差にして数度の複屈折が測定可能であることがわかる。以上 B-SNOM 測定に十分な消光比が得られたことで、本装置の有用性が確認された。

## 5. ま と め

本研究では、複屈折近接場光学顕微鏡におけるプローブ出射偏光の自動偏光補償装置の開発を行い、以下のことが

明らかになった。

偏光補償法として、 $\lambda/4$  板 2 枚の組み合わせを選定した。その予備実験として、この組み合わせにより任意に与えた位相差に対し、高精度で補償を行えることがわかった。次に、実際に光ファイバプローブにおける偏光補償では、B-SNOM 測定に十分な消光比を得ることができた。さらに、装置の自動化により、これまで手間や時間がかかった偏光補償の問題を解決することができた。また、ナノインデント試験片を試料として測定した結果、本偏光補償装置によって、位相差にして数度の複屈折が測定された。

以上のような偏光補償を用いることにより、より高精度で、高分解能な近接場光学画像を得ることが期待され、本手法が近接場におけるさまざまな偏光状態解明のために非常に有効な手法となることが考えられる。

本研究は、文部科学省科学研究費補助金、特定領域研究 (B) 「光メカトロニクス」の援助のもとに行われた。また、ナノインデント試験片をご提供いただいた、株式会社エリオニクスの伊藤拓嗣氏に感謝申し上げます。

## 文 献

- 1) S. Ohkubo and N. Umeda: "Near-field scanning optical microscope based on fast birefringence measurement," *Sens. Mater.*, **13** (2001) 433-443.
- 2) B. G. Hoehler and J. E. Bowers: "In-line single-mode fiber polarization controllers at 1.55, 1.30, and 0.63  $\mu\text{m}$ ," *Appl. Opt.*, **24** (1985) 349-353.
- 3) R. Ulrich and A. Simon: "Polarization optics of twisted single-mode fibers," *Appl. Opt.*, **18** (1979) 2241-2251.
- 4) E. Betzig, J. K. Trautman, J. S. Weiner, T. D. Harris and R. Wolfe: "Polarization contrast in near-field scanning optical microscopy," *Appl. Opt.*, **31** (1992) 4563-4568.
- 5) M. Vaez-Iravani and R. Toledo-Crow: "Pure linear polarization imaging in near field scanning optical microscopy," *Appl. Phys. Lett.*, **63** (1993) 138-140.
- 6) N. Umeda, S. Wakayama, S. Arakawa, A. Takayanagi and H. Kowa: "Fast birefringence measurement using right and left hand circularly polarized laser," *Proc. SPIE*, **2873** (1996) 119-122.
- 7) Z. Zhuang, Y. J. Kim and J. S. Patel: "Electrically controllable azimuth optical rotator," *Appl. Phys. Lett.*, **76** (2000) 2334-2336.
- 8) A. J. Barlow and D. N. Payne: "Polarization maintenance in circularly birefringent fibres," *Electron. Lett.*, **17** (1981) 388-389.
- 9) G. A. Valaskovic, M. Holton and G. H. Morrison: "Parameter control, characterization, and optimization in the fabrication of optical fiber near-field probes," *Appl. Opt.*, **24** (1995) 1215-1228.