

複数光学部品の検査

Agilent Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計（UMS）と
ソリッドオートサンプルによる分析



著者

Travis Burt
Farinaz Haq
Agilent Technologies, Inc.

はじめに

高品質な光学多層膜コーティングの製造には、薄膜原料の光学性能を正確に測定するための信頼性の高いメソッドが必要とされています。従来、この製造には、垂直入射の透過率（T）とほぼ垂直入射の反射率（R）の測定という2つの測定手法が用いられます。T測定は通常、分光光度計のサンプルチャンバ内で行われ、一方、R測定は別の反射アクセサリを使用する必要があります。R測定とT測定間で機器構成を変更する際にサンプルの再配置が必要となるため、このアプローチを使ってサンプルのまったく同じポイントで両方の測定手法を確実に実施することは困難です。しかしながら、Cary 7000 UMSでは、サンプルを再配置することなく、サンプル表面のまったく同じポイントから透過率および絶対反射率の多角度測定を行うことで、この制限が克服されています。このメソッドにより、反射率および透過率のさまざまな測定手法を組み合わせた場合に生じる、わずかな入射角（AOI）の違いによる系統誤差が解消されます。

光学薄膜コーティングの品質保証および品質管理 (QA/QC)

効果的に光学薄膜コーティングの品質保証および品質管理 (QA/QC) は、コーティング手順の実施中および完了時の正確な分光測定が必要です。現在の QA/QC 試験は通常、試験用途に合わせてコーティングプロセスに導入された代表的なウィットネスサンプルに限定されています。大量かつ複数のサンプル試験を実施するには分析あたりのコストが膨大になるため、ウィットネスサンプル試験は大量の最終製品を対象とした包括的試験に適しています。

本実験では、Agilent Cary 7000 UMS と Agilent ソリッドオートサンプラを用いて、コーティングされていないフューズドシリカから成る複数サンプルの自動無人多角度 R/T 分析を行い、生産性の向上と分析あたりのコストの削減を実証します。

実験方法

装置構成

- Agilent Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計
- Agilent ソリッドオートサンプラ

Cary 7000 UMS は最新世代の高性能の UV-Vis/NIR 分光光度計で、250 nm ~ 2500 nm の波長範囲で多角度光度分光 (MPS) のアプリケーションを行うように設計されています。MPS では、サンプルの絶対反射率または透過率が、垂直に近い入射から斜入射までの広範囲の入射角で測定されます (1)。Cary 7000 UMS では、さまざまな入射角度でサンプル表面の同一のポイントから透過率および絶対反射率測定を行います。直線偏光をサンプルに入射すれば、透過率の測定が可能です。また、サンプルと入射面に垂直な軸を中心に検出器アセンブリを移動させれば、反射率の測定ができます。Cary 7000 UMS は、非鏡面の拡散反射測定や半透明材料の拡散透過率測定の高い機能を有するため、ゴニオ分光光度計としても活用できます。また、偏光子の自動調整を追加すると、S、P、またはユーザー指定の任意の偏光角での正確な測定が可能になります。

Cary 7000 UMS のアクセサリコンポーネントとなる Cary 多角度可変自動測定アクセサリ (UMA) は、既存の Cary 4000、5000、および 6000i UV-Vis-NIR 分光光度計のアップグレードオプションとして利用できます。

ソリッドオートサンプラは、Cary 7000 UMS および UMA で動作するように特別に設計された独立制御のサンプルホルダーです。図 1a に示すように、Cary 7000 UMS 測定チャンバ内に取り付け可能です。ソリッドオートサンプラは、UMS による入射角 (AOI) 制御 (θ) だけでなく、入射ビーム軸 (Io) を中心とした半径方向 (z) および回転方向 (Φ) という 2 つの自由度も追加されます。さまざまなサンプルホルダーを使用すると、図 1b のような複数の個別サンプル (最大 32 x 直径 1 インチ)、または単一の大型サンプル (直径 8 インチ) を取り付けられます。

ほぼ垂直入射を超える角度の MPS データを含めることで、複雑な薄膜のリバースエンジニアリングによりよく対応できることが複数の研究により示されています (2)。さらに、多角度光度分光データにより、誘電体薄膜の全損失の振動に関するより深い知見も得られます (3)。Cary 7000 UMS による MPS 測定の分析は、コーティング製造で適用されるリバースエンジニアリング戦略の検証と最適化に用いられています (4)。



図 1a. ソリッドオートサンプラを取り付けた Cary 7000 UMS 測定チャンバ



図 1b. 最大 32 x 直径 1 インチのサンプルを取り付け可能なマルチサンプルホルダー

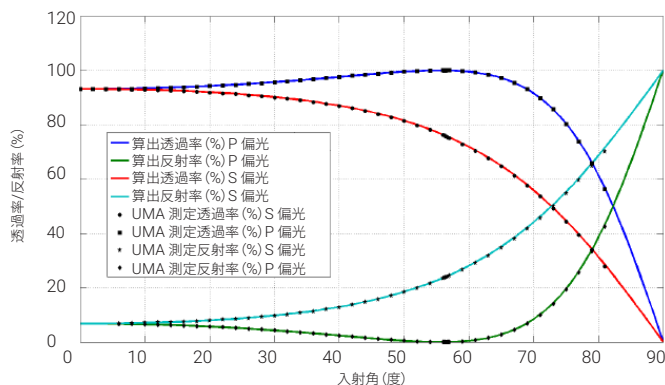


図 2. 厚さ 1 mm のシリカサンプルプレートの絶対反射率および透過率の入射角依存性。実線はフレネルの式により算出され、各マークは Cary 7000 UMS で測定した値を示します。測定波長：500 nm。フューズドシリカサンプルの物理的サイズにより、AOI は 0 ～ 82° に制限されました。

結果と考察

1 種類のサンプルの分析

Cary UMS を使用し、サンプルを再配置することなく、厚さ 1 mm のフューズドシリカサンプルの同一ポイントで、絶対鏡面反射率および直接透過率の多角度測定を連続して行いました（図 2）。S 偏光と P 偏光の両方で透過率 0 ～ 82°、反射率 6 ～ 82° の範囲の入射角で、厚さ 1 mm のフューズドシリカプレートの透過率および反射率の簡単な測定を行いました。シリカサンプルの物理的サイズにより、サンプル表面の入射ビームを減衰させずに入射角が 82° 未満になるよう測定範囲が制限されました。示した測定値には、前面および内部後部表面の反射率と透過率による影響が含まれています。個々の点は測定値を示し、その下にある実線はフレネルの式により求められた全反射率と全透過率を示します。

s および p 偏光に対する反射率 (R) と透過率 (T) の係数

$$R_s = \left| \frac{n_1 \cos \theta_i - n_2 \cos \theta_t}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \cos \theta_t} \right|^2 \quad R_p = \left| \frac{n_1 \cos \theta_t - n_2 \cos \theta_i}{n_1 \cos \theta_t + n_2 \cos \theta_i} \right|^2$$

$$T_s = 1 - R_s$$

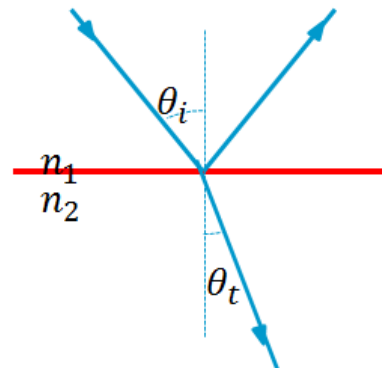
$$T_p = 1 - R_p$$

n_1 = 入射媒体の屈折率

n_2 = サンプルの屈折率

θ_i = 入射角

θ_t = 透過角



ここで n_1 を 1.00 (空気) とすると、セルマイヤーの式により求められるフューズドシリカの屈折率 n_2 は以下のとおりです。

$$n_2(\lambda) = 1 + \sum_i \frac{B_i \lambda^2}{\lambda^2 - C_i}$$

λ = 波長

B_i および C_i = セルマイヤーの係数

セルマイヤーの係数は通常、透明な材料の光学データシートとともに提供されます。

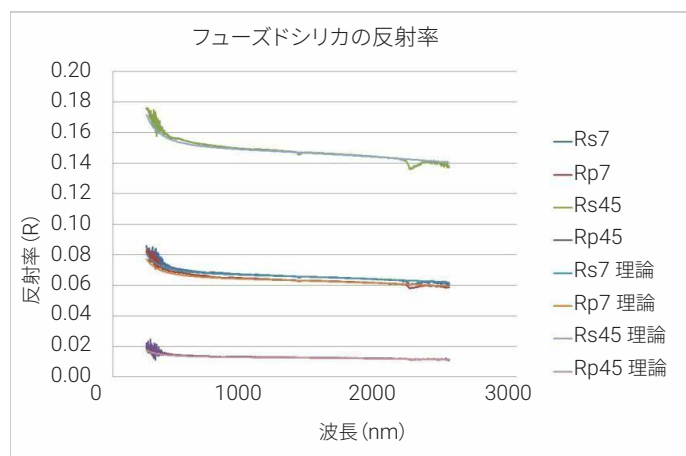


図 3a. マルチサンプルホルダのサンプルポジション 1 におけるフューズドシリカの反射率。理論上の線はフレネルの式により算出します。ソリッドオートサンブラを備えた Cary 7000 UMS を用いて測定結果を得ました。

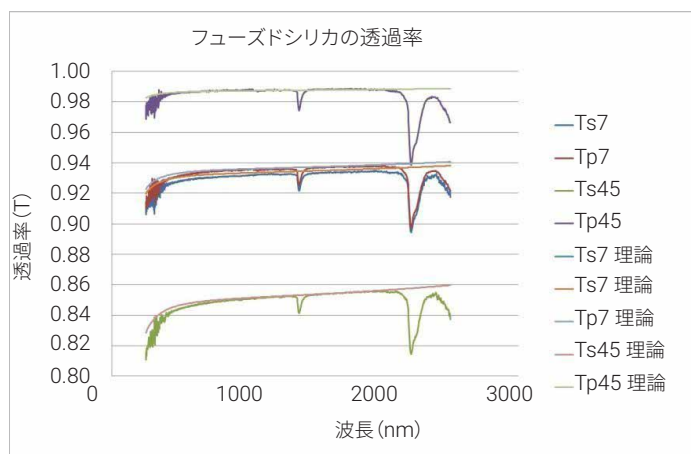


図 3b. マルチサンプルホルダのサンプルポジション 1 におけるフューズドシリカの透過率。理論上の線はフレネルの式により算出します。ソリッドオートサンプルラを備えた Cary 7000 UMS を用いて測定結果を得ました。

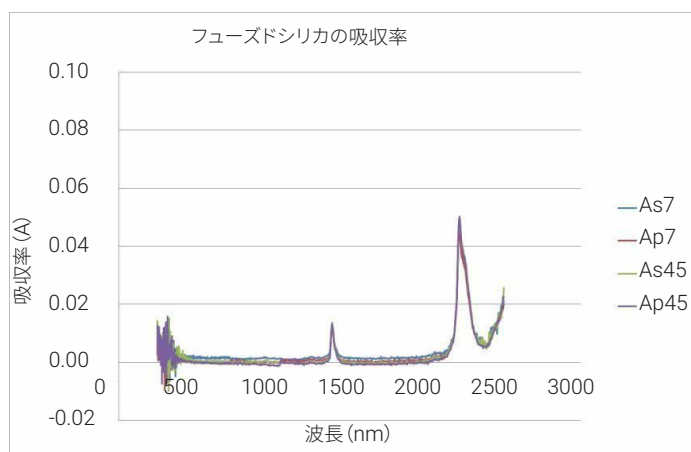


図 3c. マルチサンプルホルダのサンプルポジション 1 におけるフューズドシリカの吸収率 (A)。 $A = 1 - R - T$ を用いて T および R データから吸収率を算出します。1400 nm 付近の水吸収帯を除いて、500 ~ 2000 nm の吸収率はおよそ 0.00 であると予測されます。

複数のサンプルの分析

ソリッドオートサンプルラは 250 ~ 2500 nm の波長範囲で、1 種類のフューズドシリカから 11 種類のコーティングされていないフューズドシリカ (38 mm x 42.5 mm x 1 mm) に MPS 測定を広げる際に用いました。各サンプルは S 偏光および P 偏光の AOI $\pm 7^\circ$ および AOI $\pm 45^\circ$ の R および T について測定しました。プラス (+) およびマイナス (-) の収集角度はデータ収集後に自動的に平均化し、最終スペクトルは Ts7、Rs7、Tp7、Rp7、Ts45、Rs45、Tp45、Rp45 で示しました。1 サンプルあたり 16 スペクトルの収集所要時間は約 40 分で、11 サンプルの合計収集時間は 8 時間未満でした。データの収集は、ユーザーが操作することなく、無人測定で一晩行われました。 $A = 1 - R - T$ で定義される吸収率は角度と偏光測定ごとに算出しました。

図 3a、b、c にサンプル 1 のスペクトル範囲全体の結果を示します。さまざまなシグナルレベル、角度、偏光状態、波長において理論とほぼ一致することが認められます。中央の波長 1500 nm に対するフレネルの原理との差として算出される残留エラーを表 1 に示します。

測定値の精度に影響を与える可能性がある要因としては、システムの対称性における残留の不確かさ、サンプルの取り付け、装置の長期的ドリフトなどがあります。

- プラス (+) およびマイナス (-) の角度のスペクトルデータは、測定における光学的非対称の補正に役立てるため平均化しました。
- サンプルはその前面の境界を精密機械加工された面に向けて配置しました。その後、サンプルを再現可能な方法で配置し、入射ビーム I_0 に対して垂直になるように 2 つのプレートで挟みました。
- 全自動によるデータ収集は無人で行い、測定チャンバの開閉は不要でした。初期のベースラインは 11 種類のサンプルの分析前に収集しました。ドリフト補正の適用は行いませんでした。

得られたデータの品質、および測定結果と理論上の結果の良好な一致から、システムの再現性と安定性は全自動での無人でのデータ収集として十分であり、Cary 7000 UMS の対称性はほぼ最適であることが示されました。

表 1. マルチサンプルホルダの 11 種類の各サンプルにおける 8 つの収集状態に対して算出した残留誤差

残留	サンプル番号											平均	標準偏差
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11		
Ts7	0.01	-0.01	-0.02	-0.01	-0.01	-0.01	-0.02	-0.03	-0.03	-0.05	-0.07	0.02	0.019
Rs7	-0.06	-0.05	-0.06	-0.06	-0.05	-0.06	-0.06	-0.05	-0.05	-0.07	-0.05	0.06	0.005
Tp7	0.00	-0.02	-0.02	-0.01	-0.02	-0.03	-0.04	-0.05	-0.06	-0.08	-0.10	0.04	0.030
Rp7	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.02	0.004
Ts45	-0.04	-0.06	-0.07	-0.07	-0.05	-0.07	-0.08	-0.08	-0.09	-0.10	-0.12	0.08	0.024
Rs45	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.17	-0.17	-0.17	0.16	0.004
Tp45	-0.04	-0.05	-0.06	-0.05	-0.05	-0.06	-0.07	-0.08	-0.09	-0.11	-0.14	0.07	0.031
Rp45	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.03	0.002
平均	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.07	0.08	0.09		
標準偏差	0.049	0.048	0.048	0.050	0.048	0.047	0.044	0.048	0.047	0.049	0.056		

結論

ソリッドオートサンブラを備えた Agilent Cary 7000 UMS を用いて、コーティングされていないフューズドシリカの複数のサンプルを対象とした光学特性の自動かつ無人のルーチン測定を行いました。その結果、測定結果と理論上の結果において良好な一致を示すことを実証しました。11 種類のサンプルの収集時間の合計は 1 回の無人測定で 8 時間未満でした。一方、MPS 以外の方法では数日要します。7000 UMS を用いた生産性の向上は、産業用光学部品の分析あたりの QA/QC コストの大幅な削減につながります。

他にも、ソリッドオートサンブラは、さまざまなスペクトルまたは拡散サンプル表面の同一位置での絶対反射率および透過率のルーチン MPS 測定を可能にする幅広い機能を提供します。広範囲の AOI のスペクトルデータを測定することで、精密光学部品に用いられる材料やコーティングの性能に関する特性解析が向上します。また、コーティングパラメータのリバースエンジニアリングにおける不確実性を低減することにより、このデータは光学コーティング設計のパリテーションに役立ちます。

参考文献

1. Death, D.L.; Francis, R.J.; Bricker, C.; Burt, T.; Colley, C. *The UMA: A new tool for Multi-angle Photometric Spectroscopy*. Proceedings of the Optical Interference Coatings (OIC) OSA Topical Meeting, Canada, **2013**.
2. TikhoOnravov, A.V.; Amotchkina, T.V.; Trubetskov, M.K.; Francis, R.J.; Janicki, V.; Sancho-Parramon, J.; Zorc, H.; Pervak, V. Optical characterization and reverse engineering based on multiangle spectroscopy. *Appl. Opt.* **2012**, 51, 245-254.
3. Amotchkina, T.V.; Trubetskov, M.K.; Tikhonravov, A.V.; Janicki, V. J.; Sancho-Parramon; Razskazovskaya, O; Pervak, V. Oscillations in the spectral behavior of total losses ($1 - T - R$) in the dielectric films. *Opt. Exp.* **2012**, 20, 16129-16144.
4. Amotchkina, T.V.; Trubetskov, M.K.; Tikhonravov, A.V. Schlichting, S., Ehlers, H., Ristau, D., Death, D., Francis, J.J. and Pervak, V. Quality control of oblique incidence optical coatings based on normal incidence measurement data. *Opt. Exp.* **2013**, 21, 21508-21522 (2013).

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE.6946064815

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2020
Printed in Japan, March 13, 2020
5991-4071JAJP

詳細情報

本検討のより詳細な内容の初版： *Opt. Exp.* **2013**, 21, 18, 21508-21522.