

薄膜の特性解析に関する知見の獲得

スペクトル振動に対する Agilent Cary 多角度可変自動測定
アクセサリの活用



著者

Robert Francis and Travis Burt
Agilent Technologies, Inc.
Mulgrave, Victoria
Australia

はじめに

本検討のより詳細な内容が、Optics Express 16129、2012 年 7 月 2 日、Vol. 20、No. 14 に掲載されています。¹

高品質な多層光学コーティング材料の設計・製造には、薄膜原料の光定数を高精度で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。これを実現するためには、通常、紫外可視赤外分光光度計により、サンプルの垂直またはほぼ垂直の透過率 (T) と反射率 (R) スペクトルを取得します。生成されるデータの精度と、(ランダムまたは系統的) 誤差の原因を理解することが、より信頼性の高いサンプルの特性解析につながります。^{2,3}

ランダム誤差（ランダムノイズ）は測定データセットにおける部分によって異なり、特性解析の結果に対して最小限の影響しかないことが明らかとなっています。² ただし、全体としてスペクトル特性のオフセットとなったり、T および R 曲線の大きな波長変動の原因になったりする系統的誤差は、薄膜パラメータの正確な測定のために特に重要な意味をもっています。²

データ精度に関する有用な情報は、 $TL(\lambda) = 100\% - R(\lambda) - T(\lambda)$ を使用して、薄膜サンプルの全損失（TL）を計算することで取得できます。^{4,5} 一般的に、基板と薄膜が非吸収性で非散乱性であるスペクトル範囲では、全損失がゼロになると予想されますが、吸収性の薄膜により、TL (λ) は λ の増加に伴い減少します。

TL のためにスペクトルを測定する際には、多くの場合に振動が観察され、データ品質が疑問視されます。こうした振動の原因には次のようなものがあります。

- T と R が測定された箇所の入射角（AOI）の違い
- 干渉効果と組み合わせられて作用する薄膜の吸収
- 膜厚のわずかな不均一性

参照 1 に TL の振動の原因に関する詳細のレポートを示します¹。このアプリケーションノートでは、多角度可変自動測定アクセサリ（UMA）を搭載した Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度計のサンプルの着脱なく T および R を測定できる機能において、これまで報告されていない薄膜の特性解析に関する情報を説明します。

実験方法

サンプル

マグネトロンスパッタリング Leybold Optics HELIOS プラントを用いて、厚さ 292 nm の Ta_2O_5 膜を直径 25 mm、厚さの 6.35 mm の Suprasil 基板に被覆しました¹。次に、事前に調製した、わずかに異なる膜厚の Ta_2O_5 サンプルも使用しました。s 偏光の透過率データを 7° および 10° で、s 偏光の反射率データを 10° で測定しました。

装置構成

- Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度計
- Agilent 多角度可変自動測定アクセサリ

UMA は、高度に自動化された角度可変の絶対鏡面反射率/透過率測定システムです。図 1 に示すように、直線偏光をサンプルに照射することで透過率の測定ができ、サンプルを通り入射平面に垂直な軸の周りで検出器アセンブリを回転することで反射率の測定ができます。従って、

T および R の測定は、サンプルの同一ポイントが使用されます。UMA のこのマルチ測定モード機能により、高精度、迅速かつ完全な薄膜の光学的特性解析が可能になります。これらのデータは、Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計（UMS）でも収集することができます。

結果と考察

従来の反射率と透過率の測定は、異なるアクセサリアタッチメントを装着した分光光度計が必要でした。実際に、サンプル表面の異なる領域を試験することができます。コーティング処理の過程において不均一な厚さの膜が形成されると、反射率と透過率に影響してしまいます。

UMA の開発により、サンプルの同一ポイントで T および R を測定することが可能となり、振動の原因の 1 つが解消されました。この研究では、UMA を装着した Agilent Cary 5000 ダブルビーム UV-Vis-NIR 分光光度計を使用して、 7° および 10° で s 偏光の透過率データを、 10° で s 偏光の反射率データを測定しました。UMA の機能を検証するために、2 つ目の UMA ユニットと異なるサンプルマウントを使用して、数か月後に同じサンプルを再分析しました。

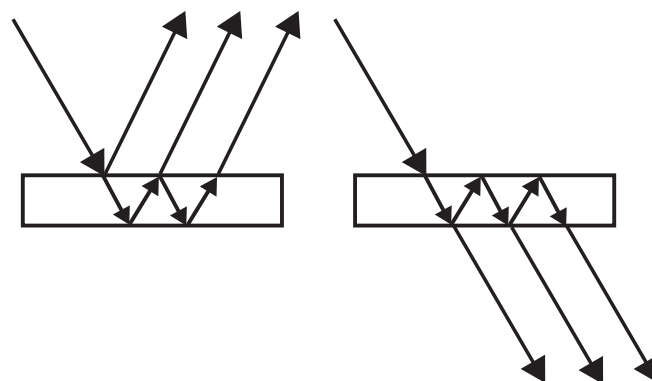


図 1. Agilent 多角度可変自動測定アクセサリ（UMA）の概略図。正面および背面反射率（左）と、直接および入射透過率（右）を測定可能。

最初の実験では、1 つ目の UMA ユニットを使用して異なる AOI で取得された T および R の測定値に基づき、次の式に従い計算された TL を検討しました。 $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(10^\circ, \lambda)$ 。図 2A に実験で得られた全損失をプロットしました（赤線）。約 0.4 % の振幅の振動が明確に観察されます。図 2A の実線（黒線）は、T および R をそれぞれ 7 度と 10 度の異なる角度で測定した場合に、予想される全損失の理論的近似値を示しています。図 2A に示された実験結果と理論計算は良好に一致しています。このような一致により、振動が AOI の差異のみを原因としており、膜厚の不均一性が全損失スペクトルの挙動に影響していないことが確認されます。

図 2B に、同じ AOI で取得した T と R の測定値から計算された、実験で得られた全損失を示します。 $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(7^\circ, \lambda)$ 。

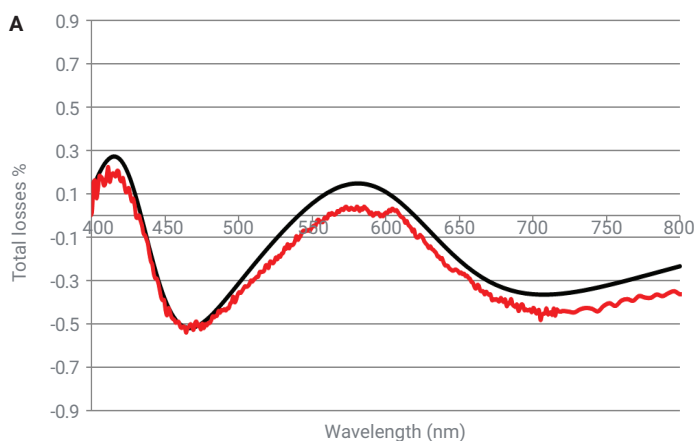


図 2. (A) 実験データから計算された $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(10^\circ, \lambda)$ と、理論式から計算された $TL^{(s)}AOI(\lambda)$ との比較。¹ (B) 実験データから計算された全損失 $TL^{(s)}(\lambda) = 100\% - T^{(s)}(7^\circ, \lambda) - R^{(s)}(7^\circ, \lambda)$

振動がないことが明確に観察されます。これにより、T および R の測定値がサンプルの同一ポイントで取得された場合に、全損失は、膜厚の不均一性の影響を受けないことがさらに確認されます。

2 つ目の実験では、異なる UMA ユニートを Cary 5000 分光光度計に組み合わせ、新しいサンプルマウントで最初のサンプルから T と R を測定しました。図 3A の黒の実線は、UMA ユニットを使用して取得されたデータを表しています。

4 か月後に異なる UMA ユニットを使用して同じサンプルを再分析した結果を赤線で示します両方のデータセットは視覚的に区別できず、複数の UMA ユニット間の優れた再現性の実証されています。これにより、例えば複数の機器が使用される製造環境の場合などにおいて、異なる UMA/UMS システムで取得した結果の信頼性が示されました。

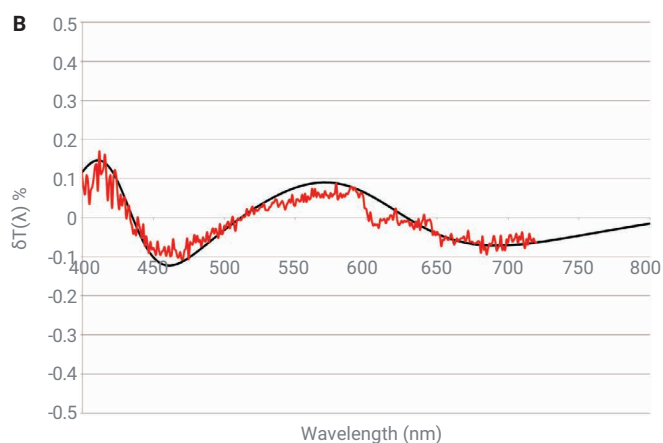
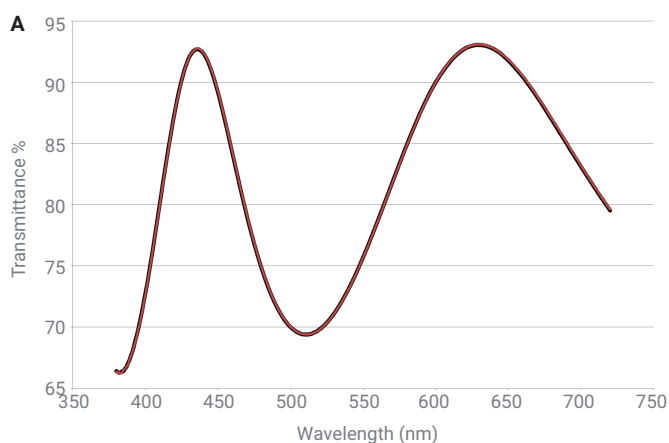
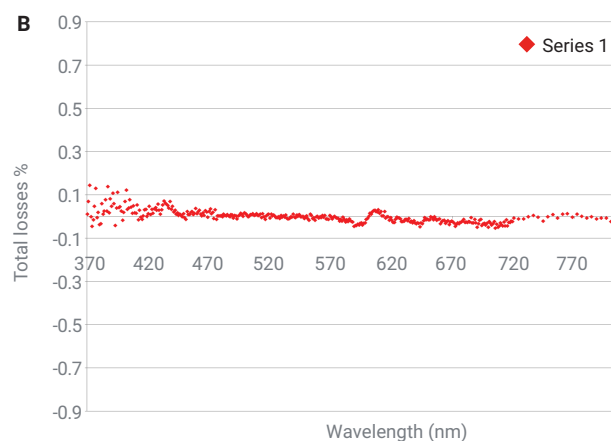


図 3. (A) Agilent Cary 5000 分光光度計に装着された 2 つの異なる UMA アクセサリにより取得された 2 つの透過率スペクトルの比較。データは同じ Ta_2O_5 サンプルに関するものです。(B) 実験データ（赤線）から計算された $T^{(s)}(\lambda) = T^{(s,1)}(7^\circ, \lambda) - T^{(s,2)}(7^\circ, \lambda)$ と、理論式で計算されたもの（黒線）との比較¹

2つの透過率スペクトルの差異を図3Bの赤線に示します。約0.15%の振幅の振動を明確に確認できます。図3Bの実線（黒線）は、 $\Delta d = -0.3$ nmで計算された全損失の理論的近似値を示しています。膜厚の不均一性の値は、約0.1%の幾何学的膜厚（ $d = 292$ nm）に相当します。これは、HELIOS コーティングプラントの膜厚の不均一性のレベルと完全に一致します。

結論

全損失スペクトルの振動の原因の1つは、薄膜サンプルの厚みにおけるわずかな不均一性です。ただし、TとR測定値との間のAOIの差異と比較すると、このような誤差の原因は大きくありません。AOIの誤差は、Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度計に取り付ける、アジレントが開発した先進的な分光光度計アクセサリにより解消できます。UMAは、サンプルやサンプル上の入射ビームを動かさずにTおよびRを測定する、角度可変の鏡面反射率および透過率測定システムです。

本アプリケーションノートで示された結果は、AOIの差異を排除した後に観察される残留振動はごく小さく、理論値と完全に一致することを実証しています。今回の結果により、対象サンプルの同一ポイントでTとRを測定可能な機器を使用した場合に、膜厚の不均一性は全損失スペクトルの挙動に影響しないことが確認されました。最新の多角度分光測光では、従来の分光分析よりも、薄膜の特性解析に関してより正確な分光情報を得ることができます。

参考文献

1. Amotchkina, T. V. et al. Oscillations in Spectral Behavior of Total Losses ($1-R-T$) in Thin Dielectric Films. Optics Express, 2 July **2012**, 20(14), 16129–44.
2. Tikhonravov, A. V. et al. Effect of Systematic Errors in Spectral Photometric Data on the Accuracy of Determination of Optical Parameters of Dielectric Thin Films. Appl. Opt. **2002**, 41, 2555–2560.
3. Woollam, J. Ellipsometry, Variable Angle Spectroscopic, Wiley Encyclopedia of Electrical and Electronics Engineering, J. Webster, ed. (Wiley, New York, 2000). Supplement 1.
4. Tikhonravov, A. V. et al. Optical Parameters of Oxide Films Typically Used in Optical Coating Production. Appl. Opt. **2011**, 50, C75–C85.
5. Tikhonravov, A. et al. Reliable Determination of Wavelength Dependence of Thin Film Refractive Index. Proc. SPIE **2003**, 5188, 331–342.

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。

DE92672129

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2013, 2022

Printed in Japan, December 29, 2022

5991-2111JAJP