

## Agilent Cary UV-Vis-NIR 分光光度計用の 多角度可変自動測定アクセサリを用いた 薄膜の光学特性解析

### 著者

Robert Francis and Travis Burt

Agilent Technologies Mulgrave,  
Victoria, Australia



### はじめに

薄膜と多層コーティングの光学パラメータの正確な決定（光学コーティングのリバースエンジニアリングを使用）は、高品質の製品を製造するうえで極めて重要です。このデータは、設計/生産チェーンにフィードバックできます。各層を順番に評価するリバースエンジニアリングの結果は、積層パラメータの調整、モニタリングシステムの再キャリブレーション、各層の厚さの制御の改善に使用できます。

光学特性解析では通常、紫外可視近赤外（UV-Vis-NIR）またはフーリエ変換赤外（FTIR）分光光度計を用いて、透明基板上の薄膜サンプルの垂直またはほぼ垂直入射の透過率（T）および/または反射率（R）データを分析します。しかし、垂直入射のTとRの測定に基づく光学特性解析や、垂直入射またはほぼ垂直入射のTとRの測定データに基づく信頼性の高いリバースエンジニアリングは、困難な作業です。

このアプリケーションでは、Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度計と新しい多角度可変自動測定アクセサリ (UMA) を用いた単一薄膜の光学特性解析と光学多層膜コーティングのリバースエンジニアリングに対する多角度分光光度データの適用性について説明します。マグネトロンスパッタリングによって生成された高密度の薄膜と多層膜、さらには電子ビーム (e-ビーム) 蒸着薄膜など、通常は特性解析が困難な対象について検討します。このデータは、Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計 (UMS) でも収集可能です。

## 実験方法

### サンプル

この研究では、マグネトロンスパッタリングと電子ビーム蒸着という 2 種類の積層技術を用いて、2 セットの実験サンプルを測定しました。詳細は参考文献 [1] に記載されています。

### 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)

UMA は、高度に自動化された角度可変鏡面反射率/透過率測定システムであり、サンプル、検出器、偏光子の位置を完全ソフトウェア制御します。透過率 (%T) と絶対反射率 (%R) を入射光の制御可能なさまざまな角度 (0 ~ 85° %T、5 ~ 85° %R) で測定することにより、正確かつ迅速で包括的な光学特性解析を実現します。サンプルに照射される直線偏光ビームは、透過率で測定できます。サンプルから一定の半径の平面内で検出器アセンブリを移動させることにより、絶対反射率で測定することもできます。UMA のこのマルチ測定モード機能により、生産性が向上し、より正確な特性解析が可能になります。UMA の概略を図 1 に示します。

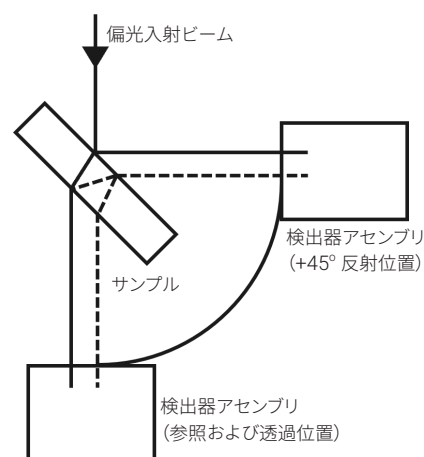


図 1. 絶対角度可変反射率/透過率測定アクセサリ Agilent UMA の概略図

## 結果と考察

多角度分光光度測定は、スペクトル範囲 300 ~ 2,500 nm のすべてのサンプルを対象に、s および p 偏光の入射角 7°、10°、20°、30°、40° で実施しました。この検討全体のすべての光学特性解析とリバースエンジニアリングの手順で、330 ~ 1,100 nm のスペクトル範囲でのみ取得した測定データを用いました。1,100 nm の波長を超えると基板の内部吸光が顕著になり、精度の評価が不確実になります。

### 高密度誘電体薄膜

マグネトロンスパッタリングによって生成された Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> および SiO<sub>2</sub> 薄膜の光学特性解析のために、UMA を用いて多角度分光光度データを取得しました。表 1 に、光学特性解析の数値結果を示します。λ = 600 nm で測定した膜厚と屈折率の値です。さまざまな入射角とさまざまな偏光状態で測定された T および R のデータを使用して得られた結果には、優れた一貫性が見られます。両方の材料について、表 1 のすべての列の平均値からの厚さと屈折率の値 (n) の偏差は 0.1 % 未満です。

表 1. Agilent UMA を用いて取得した斜め入射 T および R のデータから得られた Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> および SiO<sub>2</sub> 膜のパラメータ

偏光状態/入射角	Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>		SiO <sub>2</sub>	
	物理的な厚さ (nm)	600 nm における n	物理的な厚さ (nm)	600 nm における n
s, 7°	292.3	2.162	401.4	1.486
s, 10°	292.5	2.160	401.7	1.485
s, 20°	292.4	2.161	401.5	1.484
s, 30°	292.4	2.161	401.9	1.484
s, 40°	292.4	2.161	401.6	1.483
p, 7°	292.7	2.159	401.9	1.484
p, 10°	292.5	2.160	401.4	1.485
p, 20°	292.5	2.160	401.5	1.484
p, 30°	292.5	2.160	401.9	1.486
p, 40°	292.4	2.161	401.7	1.483

### 多角度分光分析に基づくリバースエンジニアリングの信頼性

多角度光学測光データに基づくリバースエンジニアリングの信頼性を確認するために、高屈折率材料と低屈折率材料として Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> と SiO<sub>2</sub> を用いて特別に制作した 15 層 1/4 波長ミラーを分析しました。このミラーは、層の厚さの時間モニタリングを用いて、マグネトロンスパッタリングによって製造したものです。ミラーの積層中に、+5%、-7%、-5%、および +5% の意図的な誤差を、それぞれ 3 番目、8 番目、14 番目、および 15 番目のミラー層に与えました。UMA を用いて入力測定データのさまざまな組み合わせを取得し、意図的に与えた厚さ誤差をすべてのケースで確実に検出しました[1]。得られた結果の一貫性について、代表的な例を図 2 に示します。

### 不均一な電子ビーム蒸着薄膜の光学特性解析への多角度分光分析の適用

さまざまな厚さの電子ビーム蒸着 HfO<sub>2</sub> および SiO<sub>2</sub> 膜の光学パラメータの決定にも、多角度分光光度測定を適用しました。これは、特別に製作した多層ミラーのリバースエンジニアリングによって実現しました。その結果、電子ビーム蒸着 HfO<sub>2</sub> 膜の

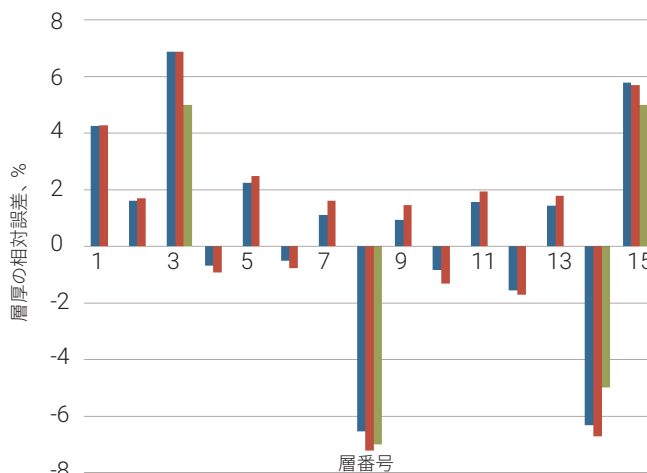


図 2. 7°、10°、20°、30°、40° で取得した反射率と透過率データに基づいて検出された 15 層 1/4 波長ミラーの層厚誤差の比較。s 偏光の場合（青いバー）と p 偏光の場合（赤いバー）。緑のバーは、3 番目、8 番目、14 番目、15 番目のあらかじめ設定された層厚の誤差を示しています。

光学特性は、膜厚に依存することがわかりました。リバースエンジニアリングを試みた結果にはすべて一貫性がありました。リバースエンジニアリングの過程で決定された SiO<sub>2</sub> の屈折率のオフセットは、単一の SiO<sub>2</sub> 層の特性解析から得られた SiO<sub>2</sub> の公称屈折率に対して 1.5 ~ 1.7% の範囲でした。HfO<sub>2</sub> 層の屈折率も良好に一致する結果が得られました。

別の斜め入射 T および R 測定から決定された HfO<sub>2</sub> 屈折率値のばらつきは、0.5% 未満でした。測定された HfO<sub>2</sub> 膜の屈折率の波長依存性は、以前の研究 [2] の参照波長依存性と一致していることが、図 3 からわかります。この一致は、HfO<sub>2</sub> の結晶状態が膜厚に依存するというこれまでの結論を裏付けるものです[3、4]。これらの参考文献に示されているように、薄膜は基本的に非結晶ですが、厚い膜は部分的に結晶性であり、結晶の割合が大きいほど、膜は厚くなります。これにより、単層で厚さ 197 nm の HfO<sub>2</sub> 膜と、多層構造で厚さ約 50 nm の HfO<sub>2</sub> 膜で、屈折率が違うことを説明できます。

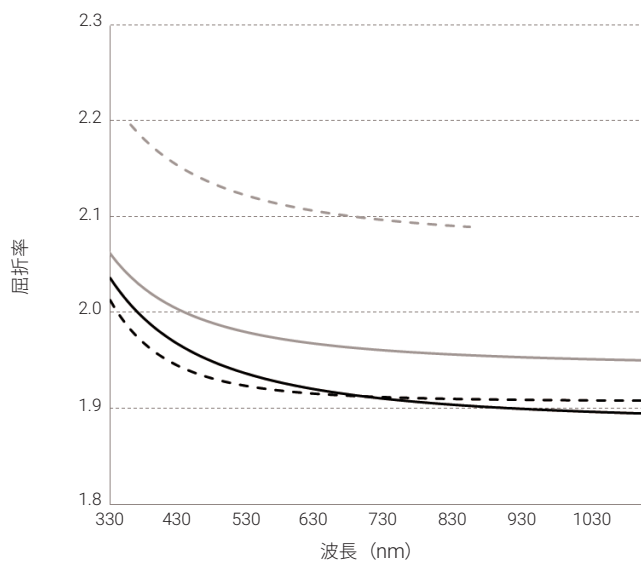


図 3. 電子ビーム蒸着 HfO<sub>2</sub> 膜の公称屈折率の波長依存性 (黒の実線)、および高周波スパッタリング (灰色の曲線) とイオンビームスパッタリング (灰色の破線) によって生成された HfO<sub>2</sub> 膜の参照屈折率の波長依存性。黒い破線の曲線は、12 層 1/4 波長ミラーに関連する測定データから得られた HfO<sub>2</sub> 薄膜の屈折率を示しています。

## 結論

薄膜の光学特性解析と多層コーティングのリバースエンジニアリングへの多角度分光分析の適用性について検討しました。アジレントが開発した先進的な分光光度計アクセサリである UMA (Agilent Cary 5000 UV-Vis-NIR 分光光度計に取り付け) により、多角度と s 偏光/p 偏光の状態における反射率と透過率のデータが得られました。測定データの精度を検証し、UV から NIR、入射角 40° までの広いスペクトル範囲において、すべての測定データが優れていることを確認しました。

多角度分光測光では、従来の分光分析よりも多くの実験情報を得ることができます。この研究では、新しい UMA 分光光度計アクセサリで得られる実験情報により、多様な光学コーティングの特性解析とリバースエンジニアリングの問題を解決できることが実証されました。

入力多角度分光データのさまざまな組み合わせを比較分析することで、得られた結果の自己検証が可能です。多角度分光測光は、斜め入射光または発散光の照明下における光学コーティングの分析に最適なツールであると考えられます。

本書の詳細な内容は、参考文献 1 (Applied Optics, 10 January 2012 / Vol. 51, No. 2) に掲載されています。

## 参考文献

1. A. Tikhonravov, T. Amotchkina, M. Trubetskov, R. Francis, V. Janicki, J. Sancho-Parramon, H. Zorc, and V. Pervak, "Optical characterization and reverse engineering based on multiangle spectroscopy," Appl. Opt. 51, 245-254 (2012)
2. A. Tikhonravov, M. Trubetskov, T. Amotchkina, G. DeBell, V. Pervak, A. K. Sytchkova, M. Grilli, and D. Ristau, "Optical parameters of oxide films typically used in optical coating production," Appl. Opt. 50, C75-C85 (2011).
3. M. Modreanu, J. Sancho-Parramon, D. O'Connell, J. Justice, O. Durand, and B. Servet, "Solid phase crystallisation of HfO<sub>2</sub> thin films," Mater. Sci. Eng. B 118, 127-131 (2005).
4. M. Modreanu, J. Sancho-Parramon, O. Durand, B. Servet, M. Stchakovsky, C. Eypert, C. Naudin, A. Knowles, and F. Bridou, "Investigation of thermal annealing effects on microstructural and optical properties of HfO<sub>2</sub> thin films," Appl. Surface Sci. 253, 328-334 (2006).

ホームページ

[www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp)

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

[email\\_japan@agilent.com](mailto: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。

DE64562306

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

5991-1356JAJP