

UV-Vis スペクトル反射率および透過率測定による コーティングされたウエハのマッピング

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ラの活用



著者

Travis Burt

Farinaz Haq

Agilent Technologies, Inc.

はじめに

スペクトル反射率 (R) および透過率 (T) は、材料および光学コーティングの光学特性を評価するための基本的な測定値です。多角度光度分光分析 (MPS) では、垂直に近い入射から斜入射までの範囲の入射角 (AOI) の角度 (θ_i) で、サンプルの反射率や透過率を測定します。アジレント・テクノロジーが MPS の分野で開発した Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計 (UMS) は、測定間にサンプル着脱をすることなく、サンプル表面の同一のポイントから反射率および透過率を測定します。複数のアクセサリを用意して、切り替えや再構成をしないため、1つの測定を行うために複数の分析手法を使用することによって発生する、サンプルの不均一性による影響やスペクトルの不整合を排除することができ、これまでにないデータ品質が保証されます。

このアプリケーションノートでは、Agilent Cary 7000 UMS において、回転方向 (Φ) および半径方向 (z) のサンプル位置を制御するための新しいオートサンブラ機能について説明します。Agilent ソリッドオートサンブラを使用することにより、単一の大型サンプル（最大直径 8 インチ）の自動および無人マッピングを実行できます。また、直径 4 インチのサファイア基板上に沈着させた酸化亜鉛スズ (ZTO) 層において、 2×2 mm の正方形の分解能で得られた空間分光分析情報を示す例についても説明します。このメソッドでは、基板の直径にわたってバンドギャップエネルギーをマッピングすることができます。

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ブラ

Cary 7000 UMS は、UV-Vis-NIR 波長範囲 250 ~ 2500 nm にわたる MPS アプリケーション向けに設計された汎用的な新システムです。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範囲の入射角で測定されます (1)。Cary 7000 UMS では、単一の自動化プラットフォームにおいて入射角範囲 $5^\circ \leq |\theta_i| \leq 85^\circ$ で、サンプル表面の同じパッチから反射率および透過率を測定します。また Cary 7000 UMS では、非鏡面の拡散反射率および半透明物質の拡散透過率も測定できます。また、偏光子が自動的に調整されるため、S、P、またはユーザー指定の偏光角での正確な測定が可能です。

既存の Cary 4000/5000/6000i UV-Vis-NIR 分光光度計ユーザーは、Cary 7000 UMS のアクセサリ部品である Cary UMA (多角度可変自動測定アクセサリ) を、アップグレードオプションとして入手できます。

ソリッドオートサンブラは、Cary UMA 向けに特別に設計された独立制御のサンプルホルダです。図 1a に示すように、これは Cary UMA 測定チャンバー内に取り付けることができます。UMS で提供されている AOI 制御 (Θ) の他に、ソリッドオートサンブラでは、入射光束軸 (I_0) を中心とした半径方向 (z) および回転方向 (Φ) という自由度が 2 つ追加されています。さまざまなサンプルホルダを使用すると、複数の個別サンプル（最大 $32 \times$ 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。図 1b に、直径 8 インチのサンプルホルダを示します。ZTO の大型サンプルの特性解析において、オートサンブラを空間マッピングモードで動作させました。マッピングモードでは、サンプルホルダ内のユーザー定義ポイントでスペクトルを取り込むことができます。



図 1a. ソリッドオートサンブラを取り付けた Cary 7000 UMS 測定チャンバーを上から見た画像



図 1b. 直径 8 インチのサンプルホルダの画像

マッピング分析

半導体の光学または電子バンドギャップ特性は、センサ（例えば、検出器）やエミッタ（例えば、LED に搭載）のような最終使用デバイスの有効性の核となるものです。半導体のバンドギャップエネルギーは、材料が粉末状態²の際の拡散反射スペクトル、または透明基板上にエピタキシャル半導体層を沈着させた際の透過スペクトルから測定できます。

この実験では、Cary 7000 UMS とソリッドオートサンブラを使用して透過スペクトルを取り込むことにより、三元金属酸化物でコーティングされたウエハの直径にわたって、バンドギャップエネルギーをマッピングしました。透過スペクトルは、4 nm のスペクトルバンド幅および 0.1 秒の信号平均化時間により、700 nm (1.7 eV) ~ 200 nm (7.8 eV) まで取り込みました。UV-Vis スペクトルデータは、図 2b に示すように、ウエハの下部 (-40 mm) から上部 (45 mm) まで 5 mm 間隔で取り込みました。

サンプル

サンプルは、厚さ 600 μm で直径 100 mm (4 インチ) のサファイア基板上に沈着させたグレーデッド酸化亜鉛スズ (ZTO) 層で構成しました (図 2a)。大電力インパルスマグネトロンスパッタリング (HiPIMS) および直流マグネトロンスパッタリング (DCMS) それぞれで約 14 nm (140 Å) のコーティングを形成することにより、酸素大気中でウエハの両端から亜鉛およびスズ金属ターゲットを同時にスパッターしました。図 2b に示すように、ウエハの下部のほとんど純粋のスズから上部のほとんど純粋の亜鉛まで引き伸ばされたグレーデッド ZTO 層を、エピタキシャル層により形成しました。

ZnO は、室温で約 3.4 eV の大きな直接バンドギャップを備えており、スズは SnO₂ として 3.6 eV の光学バンドギャップを備えています (3)。ZTO の非晶相の光学バンドギャップは、約 2.8 eV 程度の低さであると報告されており (4)、これは、有機薄膜太陽電池やフレキシブルディスプレイを含むさまざまなアプリケーションにおいて、広く使用されているが比較的高価な酸化インジウムスズ (ITO) の適切な置き換え品となる可能性があります。



図 2a. Zn/Sn でコーティングされた直径 100 mm (4 インチ) のサファイア基板

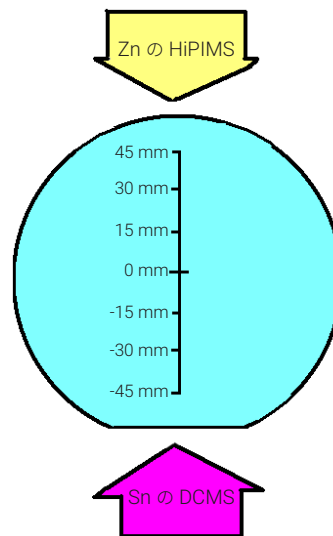


図 2b. ウエハの向きに対する沈着方向と座標系の概略図。スズ (Sn) は DCMS により沈着させ、亜鉛 (Zn) は HiPIMS により沈着させました。スペクトル測定は、-40 ~ 45 mm の範囲で 5 mm 間隔で実施しました。

結果と考察

透過スペクトル

透過スペクトルは、ウエハの直径の下部から上部において、一定の間隔 (約 5 mm) で 18 か所で取り込みました。透過スペクトルの吸収端 (図 3a) は、Zn 濃度が最も高いウエハの上部で低周波数側にシフトしているのがわかります。バンドギャップは、(吸収) 2 対 eV のプロットで吸収端からゼロ吸収まで直線近似を外挿して求めました。吸収がゼロ Abs の eV の切片をバンドギャップエネルギーとしました。図 3b に、ウエハの直径にわたって測定したバンドギャップエネルギーを示します。このプロファイルは、コーティング条件の精密な制御を必要とせずに、特定のターゲットのバンドギャップエネルギーを持つウエハから小型のサンプルを抽出するのに役に立ちます。

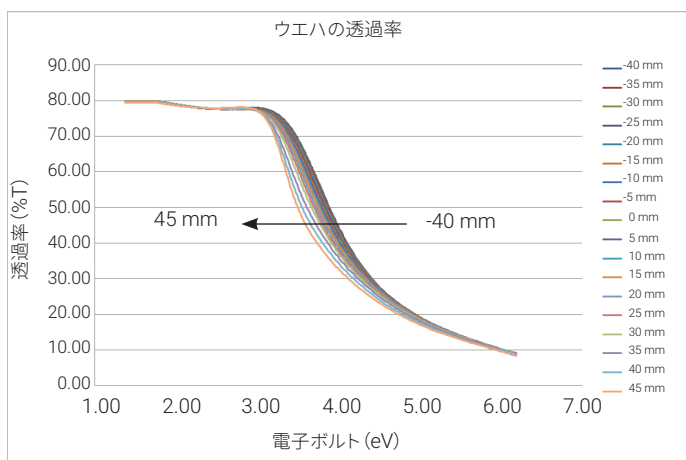


図 3a. ウエハの直径の 11 か所の位置における透過スペクトル

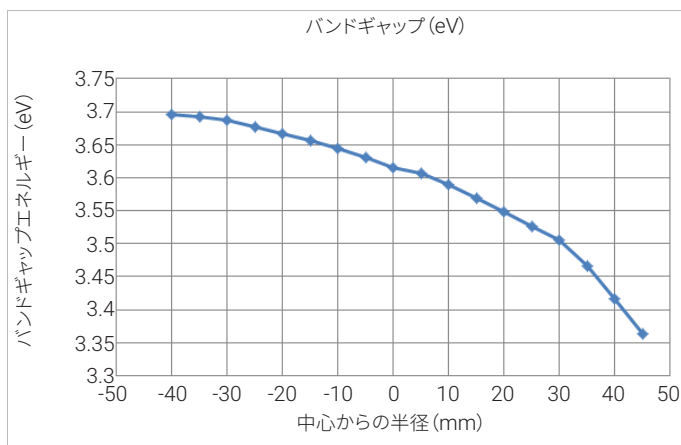


図 3b. バンドギャップは、(吸収) 2 対エネルギー (eV) のプロットにおける吸収端から吸収ゼロまでの外挿の切片から求めました。

結論

Agilent Cary 7000 UMS とソリッドオートサンプラを使用して、薄膜基板の大型サンプルを適切に特性解析しました。ZTO に関する実験において、オートサンプラを空間マッピングモードで動作させました。透過スペクトルを取り込むことにより、ウエハの直径にわたって ZTO 基板のバンドギャップエネルギーをマッピングしました。データにはある程度の変動が認められました。例えば、ウエハの上部で観察された周波数は低いものでしたが、ここでは沈着プロセスの結果として、Zn 濃度が最高でした。

酸化インジウムスズ (ITO) のような比較的高価な基板に代わる適切な材料が要求されている場合には、このメソッドを使用して、光学バンドギャップエネルギーが類似した材料を特性解析できます。

Cary 7000 UMS とソリッドオートサンプラが、幅広い産業およびラボアプリケーションにおいて、光学材料、コーティング、および部品の特性解析に有用なツールであることを実証すると期待されます。

謝辞

サンプルの提供とデータ解析の支援をいただいた RMIT 大学に感謝いたします。

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*. Optical Interference Coatings (OIC) OSA Topical Meeting, Canada. 2013.
2. Uchida, S.; Yamamoto, Y.; Fujishiro, Y.; Watanabe, A., Ito, O.; and Sato, T. Intercalation of titanium oxide in layered $H_2Ti_4O_9$ and $H_4Nb_6O_{17}$ and photocatalytic water cleavage with $H_2Ti_4O_9/(TiO_2, Pt)$ and $H_4Nb_6O_{17}/(TiO_2, Pt)$ nanocomposites *J. Chem. Soc.* **1997**, Faraday Trans., 93, 17, 3229.
3. Batzill, M.; Diebold, U. Review: The surface and materials science of tin oxide *Progress in Surface Science*. **2005** 79, 47–154.
4. Madambi, K.; Jayaraj; Kachirayil J.; Saji; Nomura, K.; Kamiya, T.; Hosono, H. Optical and electrical properties of amorphous zinc tin oxide thin films examined for thin film transistor application. *J. Vac. Sci. Technol.* **2008**, B 26, 495.

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.6134375

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2020

Printed in Japan, February 17, 2020

5991-4072JAJP