

光学特性測定システム

松木 伸行*

Optical Properties Measurement System

Nobuyuki MATSUKI*

1. 緒言

デバイス応用を目指した新奇な機能性薄膜材料開発において、光学特性の評価は特に重要な対象の一つである。広義の意味での「光」とは波長範囲が $10^9 \sim 10^3$ m ($10^9 \sim 10^6$ nm), 遠紫外から遠赤外までの電磁波のこととし、一般に狭義の意味での「光」は 380 ~ 780 nm の可視光を指す。波長、種類区分、応用例をまとめると、表 1 のようになる。

表 1 光の波長、種類区分と応用例

波長 (nm)	種類区分	応用例
10 – 380	遠紫外～近紫外	半導体露光、殺菌、螢光励起
380 – 780	可視光	照明、カメラ、表示装置、太陽電池
780 – 10^6	近赤外～遠赤外	光通信、加熱、温度計測、人感知

光によって生じる物理現象は、反射・透過・吸収・散乱・屈折・回折・偏光およびその変化・電子励起・電子放出・加熱(原子振動)などが主要なものとして挙げられる。これらの現象は全て、原子と結合した電子あるいは自由電子が物質に入射した光(=電磁波)の振動エネルギーを得ては光(=電磁波)を再放射あるいは原子が振動したり、電子が原子核や正イオンによるクーロン引力の束縛を逃れて乖離・放出したりする結果生ずる。したがって、物質に光を入射させて応答した光現象には、物質の形状・原子の結合構造・電子状態密度・電子の束縛状態に関する情報が含まれている。そして、含まれる情報の種類は光の波長、すなわちエネルギーに依存する。

物質には固体・液体・気体・プラズマの 4 状態があるが、本研究室では固体で、かつ 100 nm ~ 10 μ m 程度の薄膜材料を研究対象としている。薄膜に対する透過スペクトルと反射スペクトル、もしくは偏光スペクトルからは膜厚・表面ラフネス・透過率・屈折率・誘電関数・吸収係数とそこから算出されるバンドギャップや、赤外領域では電子濃度や電子移動度を算出することができる。また光照射励起発光(フォトルミネッセンス)スペクトルを得られると、不純物等による欠陥準位の分布に関する情報が得られる。すなわち、(1) 透過・反射スペクトル (2) 光照射励起発光スペクトルを得ることができる光学特性測定システムを構成すれば、上記の光学特性の取得をほぼカバーすることができるようになる。

2018 年度工学部内重要機器整備助成制度によって、上記の様々な光学特性を取得できる「光学特性測定システム」の基本構成を構築することを行った。光学特性測定システムを構成するために必要な要素は A. 分光スペクトル測定器 B. 励起光／参照光・測定光の照射・

収光を行う光学系と試料固定基台 C. 励起光源(紫外レーザー) D. 近紫外～可視光光源である。今回、A., B.を新たに構築し、既存の C. (He-Cd レーザー発振器、発振波長 : 325 nm) と組み合わせてまずはフォトルミネッセンス(PL)を測定できる基本構成を構築した。

2. 光学特性測定システム測定機構の構成

図 1 に作製した光学特性測定システムの(a) 配置図(上面図)、(b) 全体外観写真および(c) 上面外観写真を示す。

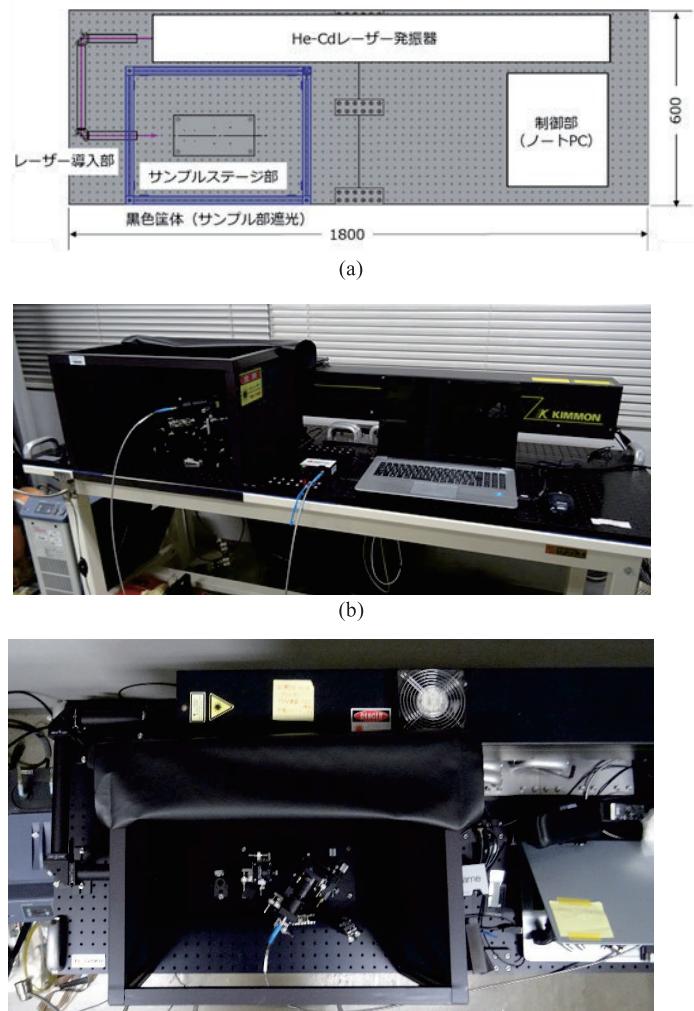


図 1 光学特性測定システム (a) 配置図 (上面図)
(b) 全体外観写真 (c) 上面外観写真

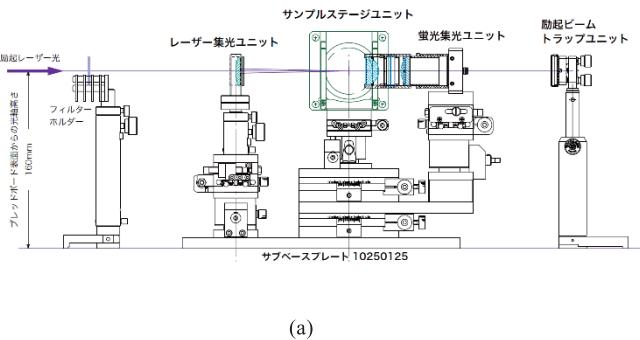
*准教授 電気電子情報工学科

Associate Professor, Dept. of Electrical, Electronics and Information Engineering

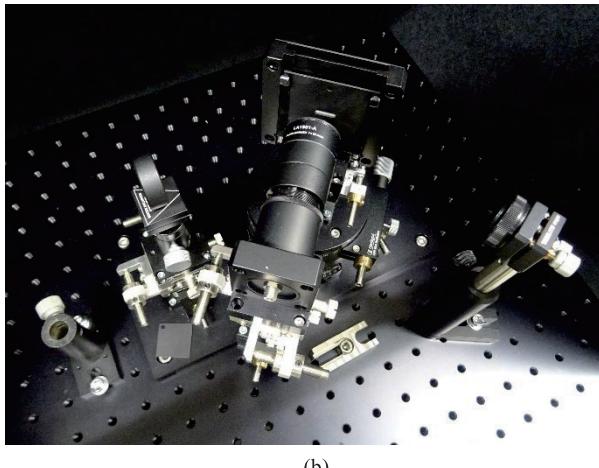
レーザー導入部は以下の部材により構成した.

1. レーザー用固定台 2 式
2. UV 域強化アルミミラー 2 式
3. 直角キネマティックミラーマウント 2 式
4. ミラーマウント固定用ロッド, ロッドスタンド, ベースプレート 2 式
5. UV 溶融石英反射型 ND フィルター OD : 0.5
6. UV 溶融石英反射型 ND フィルター OD : 1.3
7. フィルターホルダー
8. シャッター板
9. レーザー光路カバー (安全対策)

図 2 にサンプルステージ部の(a)構成図および(b)外観写真を示す.



(a)



(b)

図 2 サンプルステージ部 (a) 構成図 (b)外観写真

サンプルステージ部は、以下の部材により構成した.

1. サブベースプレート 250×125×10t mm
2. レーザー集光ユニット (XYZ 手動ステージ, 着脱式 25 mm 角ベースセット, UV レンズ, レンズホルダー, ロッド, ロッドスタンド)
- 3.
4. サンプルステージユニット (XZ 手動ステージ, サンプル回転ステージ, サンプル板ホルダー)
5. 50 mm 角サンプル板 3 式
6. 黒色ハードボード筐体 (サンプル部遮光) 内寸 : 525(W)×

375(D)×300(H) mm

7. 黒色ハードボード筐体用固定プラケット 4 式
8. 遮光用暗幕
9. 蛍光集光ユニット (XYZ 手動ステージ, 受光部回転ステージ, ロングウェーブパスフィルター,
10. SMA レセプタクル, 集光レンズ, フォーカス調整機構
11. 励起ビームトラップユニット (凹面ミラー, カイネティックミラーマウント, ロッド, ロッドスタンド)

図 3 に本システムに用いた CCD 分光器の外観写真を示す.



図 3 CCD 分光器の外観写真

CCD 分光器の仕様詳細は以下のとおりである.

分光器機種 : CCD 分光器 FLAME-S
形式 : ツェルニー・ターナー型, f/4
焦点距離 : 入射 : 42 mm, 出射 : 68 mm
受光素子 : 2048 素子リニアンシリコン CCD アレイ (SONY ILX511B)
ピクセルサイズ : 14×200 μm
グレーティング : 600 本/mm, プレーズ波長 : 400 nm
入射スリット : 50 μm, 100 μm (スリット交換式)
測定波長範囲 : 約 250~800 nm
波長分解能 : 約 2.06 nm (スリット幅 : 50 μm), 約 3.81 nm (スリット幅 : 100 μm)
SN 比 : 250 : 1 (full signal 時)
積算時間 1 ms ~ 65 s
PC インターフェース : USB2.0
A/D 分解能 : 16 bit
光ファイバー接続 : SMA905 コネクタ接続

また、同システム専用のノート PC に分光測定用永久ソフトウェア OPWave+ をインストールして CCD 分光器からのデータ出力をモニタリング・記録した.

3. フォトルミネッセンス分光測定結果

構築した光学特性測定システムを用いて、それぞれ以下の試料 1~3 について室温で PL スペクトルを計測した結果をそれぞれ図 4, 5, 6 に示す.

試料 1 : 図 4 にサファイア基板 C 面上に有機金属化学気相成長 (MOCVD) によって成長したヘテロエピタキシャル GaN 薄膜 (膜厚: 3 μm) の PL スペクトルを示す. 結晶性が高く、GaN のバンド端が観察され、また低温 GaN バッファー層の欠陥によると考えられるブ

ロードな黄色発光スペクトルが観察されている。

試料 2: 図 5 に焼結体ノンドープ ZnO ペレットの PL スペクトルを示す。ZnO は結晶性が高い場合 3.37 eV のバンドギャップに相当する 365 nm の発光が観察されるが、この試料は ZnO の粉体を焼結したペレットであるため、550 nm 付近にピークを有する欠陥準位によるブロードな緑色発光スペクトルが現れている。また、わずかに励起光スペクトルと、390 nm 付近に由来不明のピークが現れているが、ZnO のバンド端発光としては波長が長すぎるので何らかの不純物または欠陥に由来する発光ピークであると考えられる。

試料 3: 図 6 に上記の焼結体ノンドープ ZnO ペレットを用いて電子ビーム (EB) 蒸着法により石英基板上に製膜した ZnO 薄膜の PL スペクトルを示す。薄膜のため全体に発光強度と S/N 比が小さいスペクトルであるが、試料 2 の結果と同様 550 nm 付近にピークを有する欠陥準位によるブロードな緑色発光スペクトルが現れている。

以上の測定結果より、今回構築した光学特性測定システムにより種々の試料による PL スペクトルを高感度に計測することが可能であることが確認された。

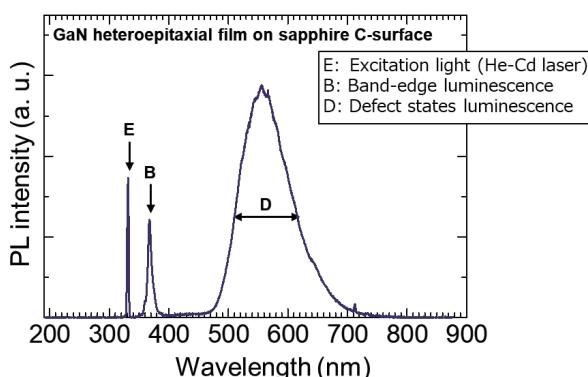


図 4 サファイア上 MOCVD エピタキシャル GaN 薄膜の室温 PL 発光スペクトル

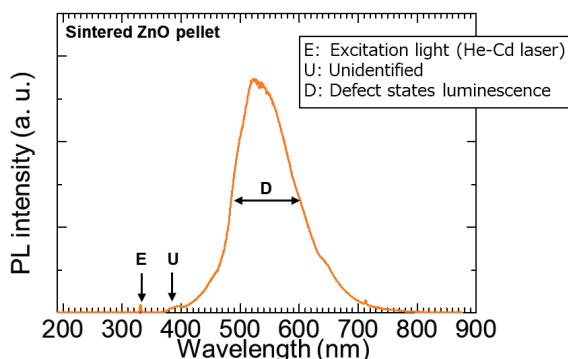


図 5 ZnO 焼結体ペレットによる室温 PL 発光スペクトル

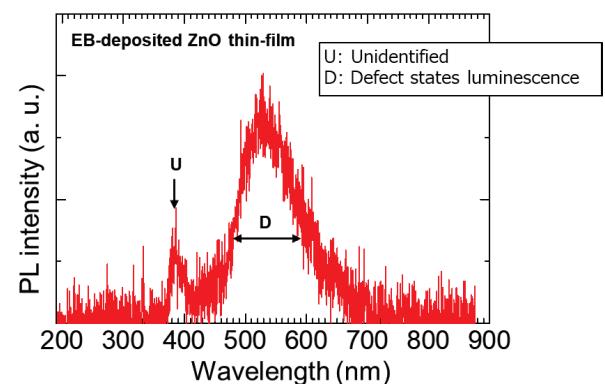


図 6 EB 蒸着 ZnO 薄膜による室温 PL 発光スペクトル

4. 今後の展開

今回は PL スペクトルを評価する機構を構成したが、本システムは光学プレッドボード上に構築されているため、レイアウトの変更も任意となっており、様々な光学特性測定を実施できる可能性を有している。次のステップとしては、このシステムに近紫外～可視光光源と透過・反射スペクトルを計測可能な試料台を増設し、さらに光学特性測定システムとしての機能を充足させることを検討している。

5. 結言

新奇な機能性薄膜材料開発に重要な評価装置である光学特性測定システムを構築し、その基本性能を確認した。機能拡張性の高い本システムを発展的に再構築することによって、光学特性の評価機能を高めていくことを継続する。

6. 謝辞

本稿で紹介した光学特性測定システムは 2018 年度工学部内重要機器整備助成制度を受けて構築された。