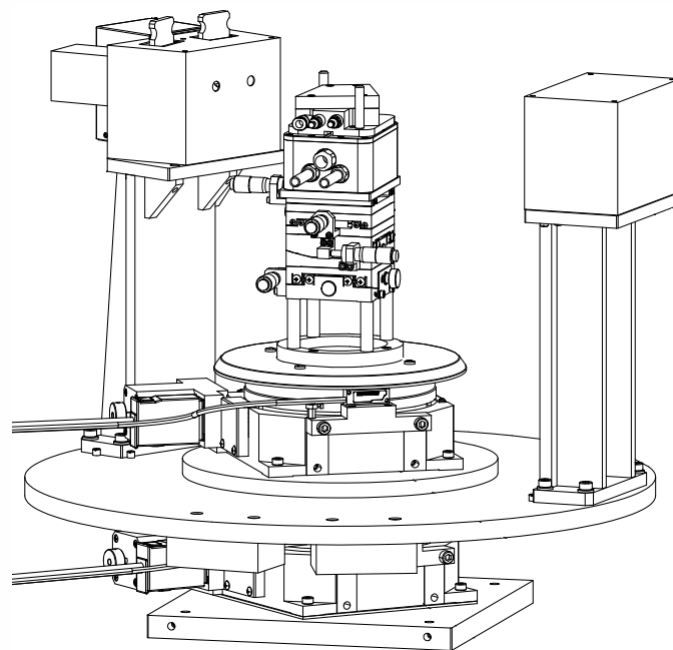
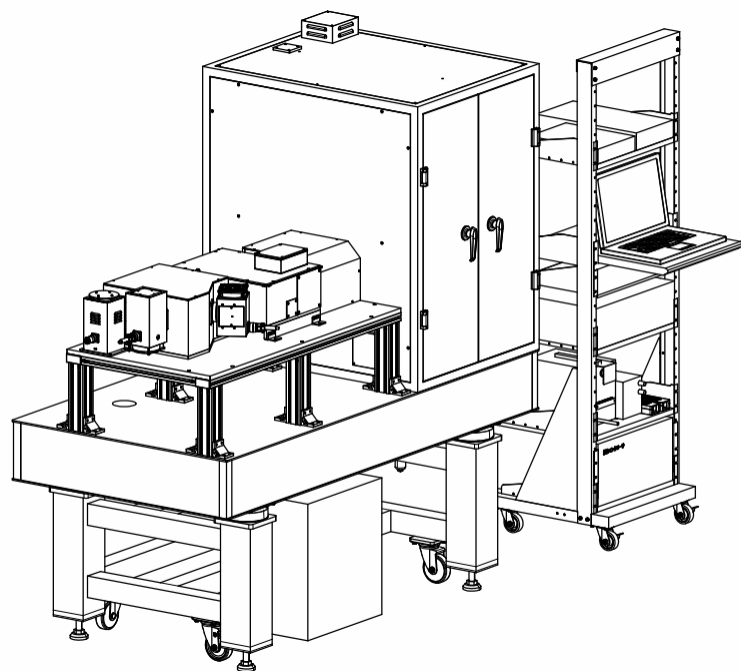


新時代に新しい
材料評価ソリューションを提案
～中遠赤外波長領域の屈折率測定～

日本分光

赤外屈折率計の紹介

- **国産初**の市販装置
- **遠赤外波長領域**に対応
- 温調（温度依存測定）も可能



赤外屈折率計 - 仕様（製品実例）

- 測定原理 : 最小偏角法
- 波長範囲 : $0.4\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$
- 温調範囲 : $-40^{\circ}\text{C}\sim 80^{\circ}\text{C}$ ※
※ ステージの制御温度
- 測定項目 : 頂角測定
最小偏角測定
温度依存測定 (dn/dt)
波長依存測定 ($dn/d\lambda$)



赤外屈折率計 - 構成（製品実例）

- 光源

- ハロゲンランプ ($0.4\mu\text{m}\sim 2.7\mu\text{m}$)
- セラミックヒーター ($2.7\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$)
- ヘリウムランプ (d線, $0.58756\mu\text{m}$)

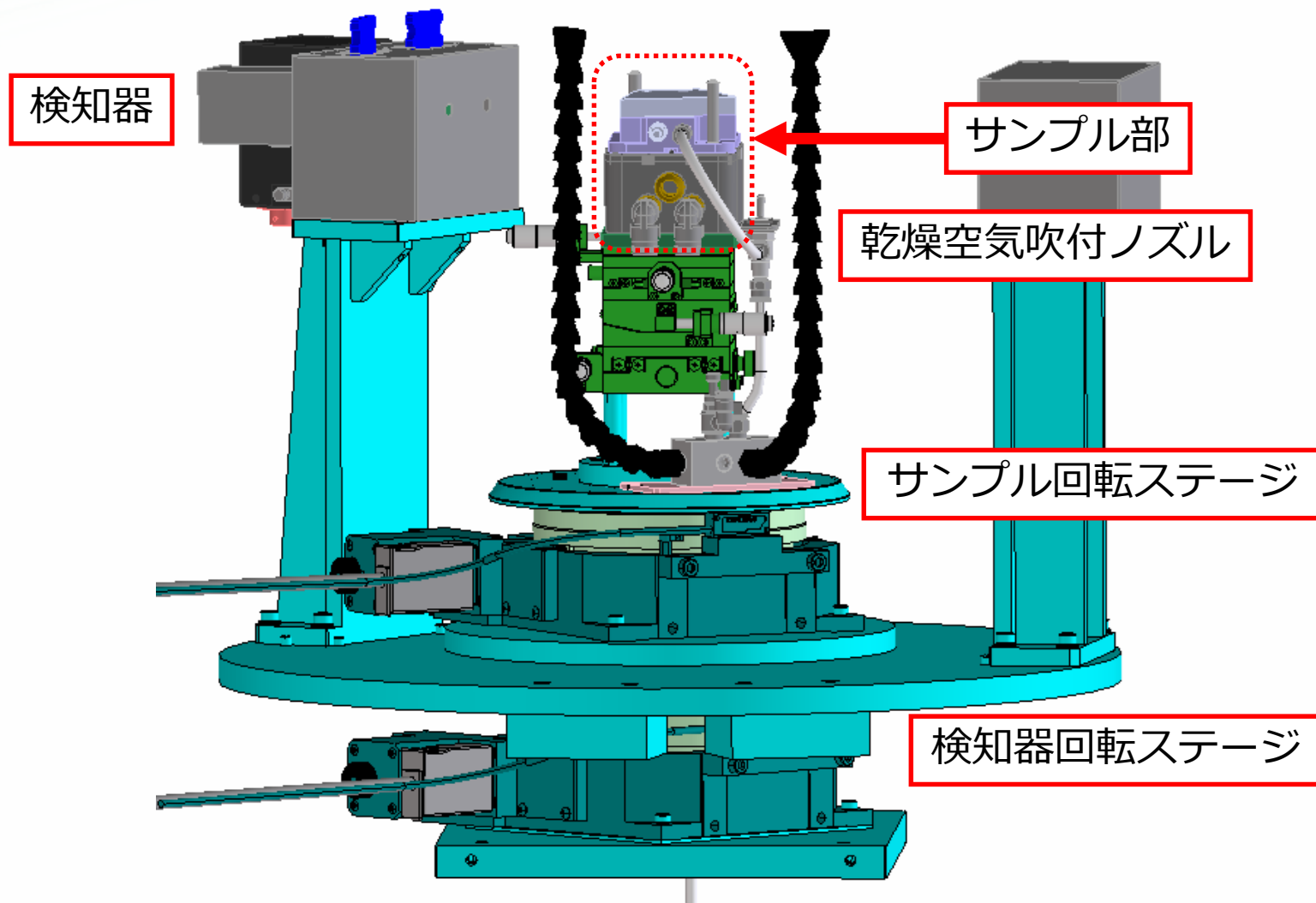
- 分光器

- 回折格子4枚切換型 (可視用1枚, 赤外用3枚)

- 検知器

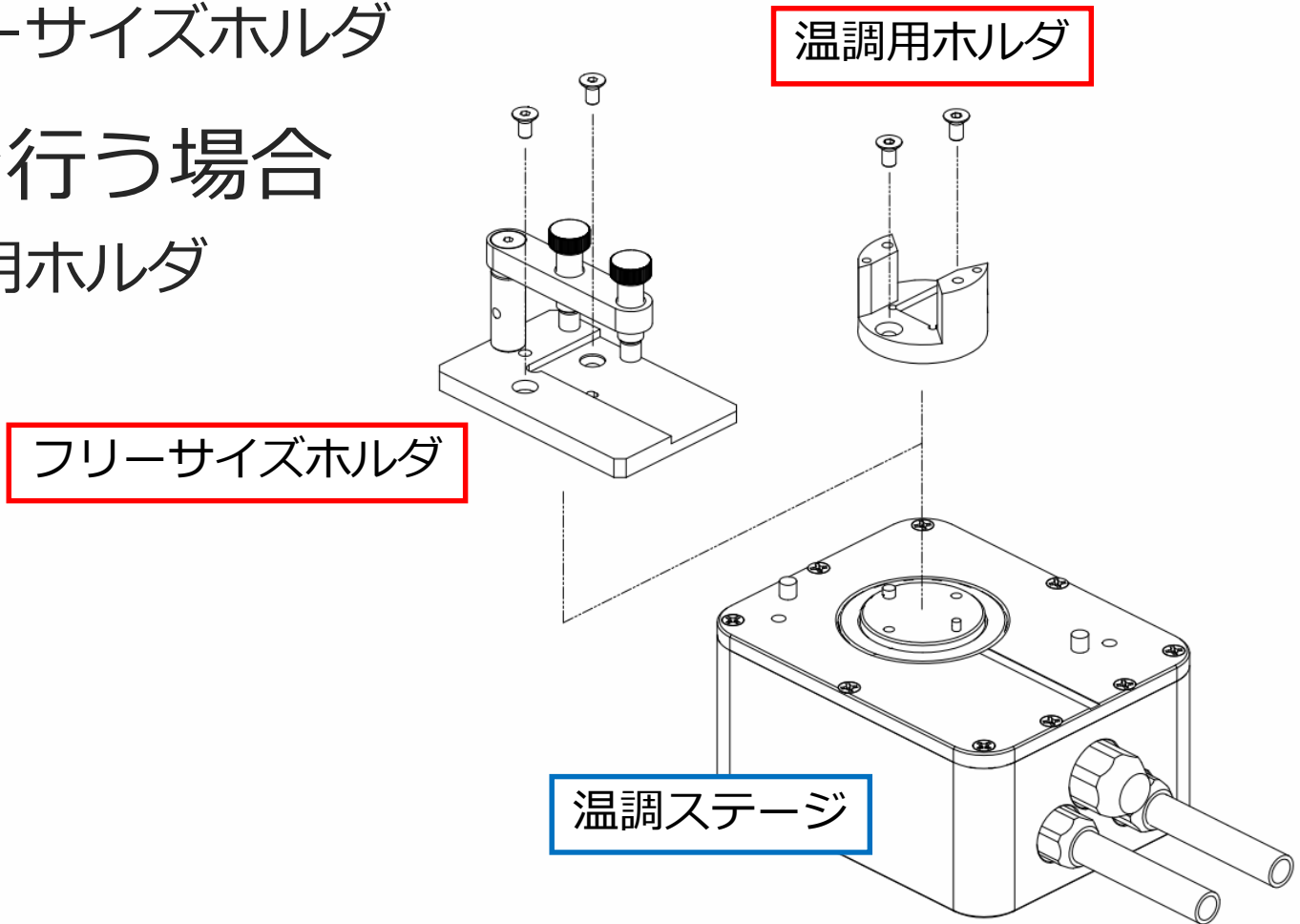
- Si-InGaAs複合素子 ($0.4\mu\text{m}\sim 2.7\mu\text{m}$)
- MCT素子 ($2.7\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$)

赤外屈折率計 - 計測部



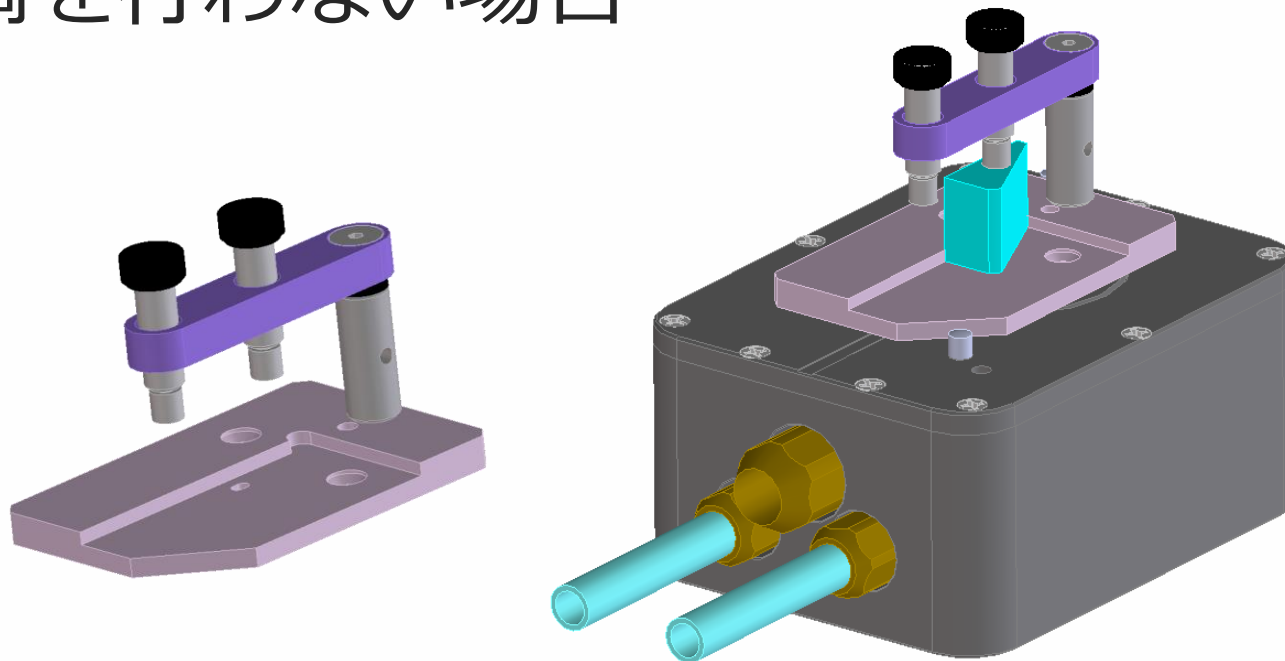
サンプルの設置

- 温調を行わない場合
 - フリーサイズホルダ
- 温調を行う場合
 - 温調用ホルダ



サンプルの設置

- 温調を行わない場合

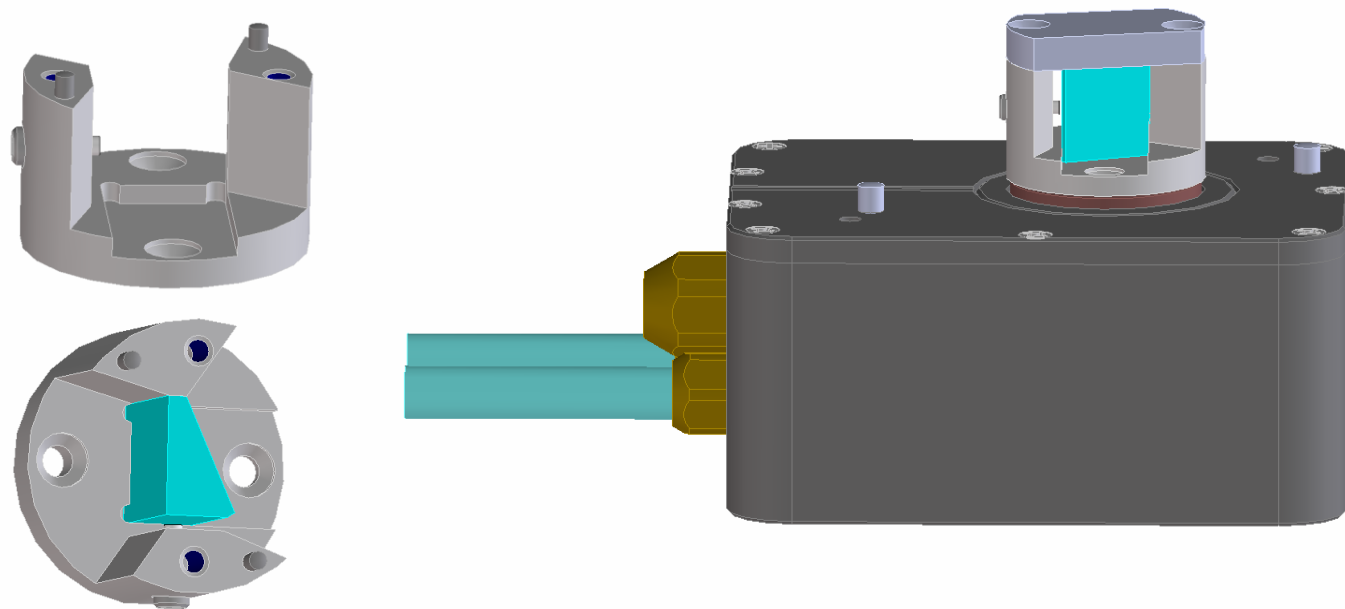


– サンプルをホルダのザグリに沿って設置

透過面が照射光（ $\Phi 8\text{mm}$ ）以上より大きければ
特別なサンプル形状の指定は無い

サンプルの設置

- 温調を行う場合



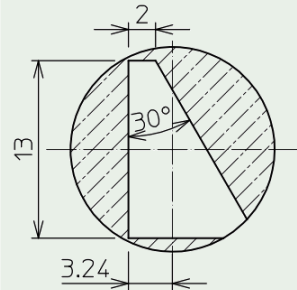
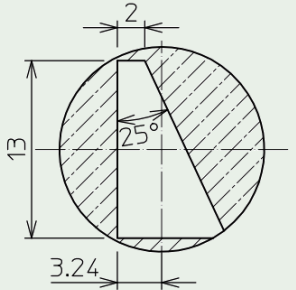
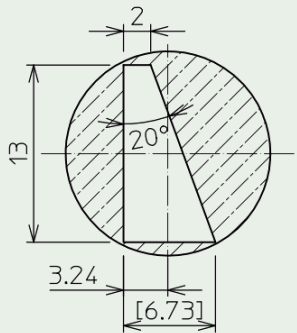
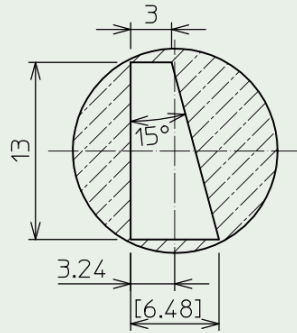
- サンプルをホルダのザグリに合わせて設置
- 上からの押さえ（フタ）は固定と熱伝導を兼ねる

指定のサンプル形状でなければならない

サンプルの形状

- 温調ホルダ用

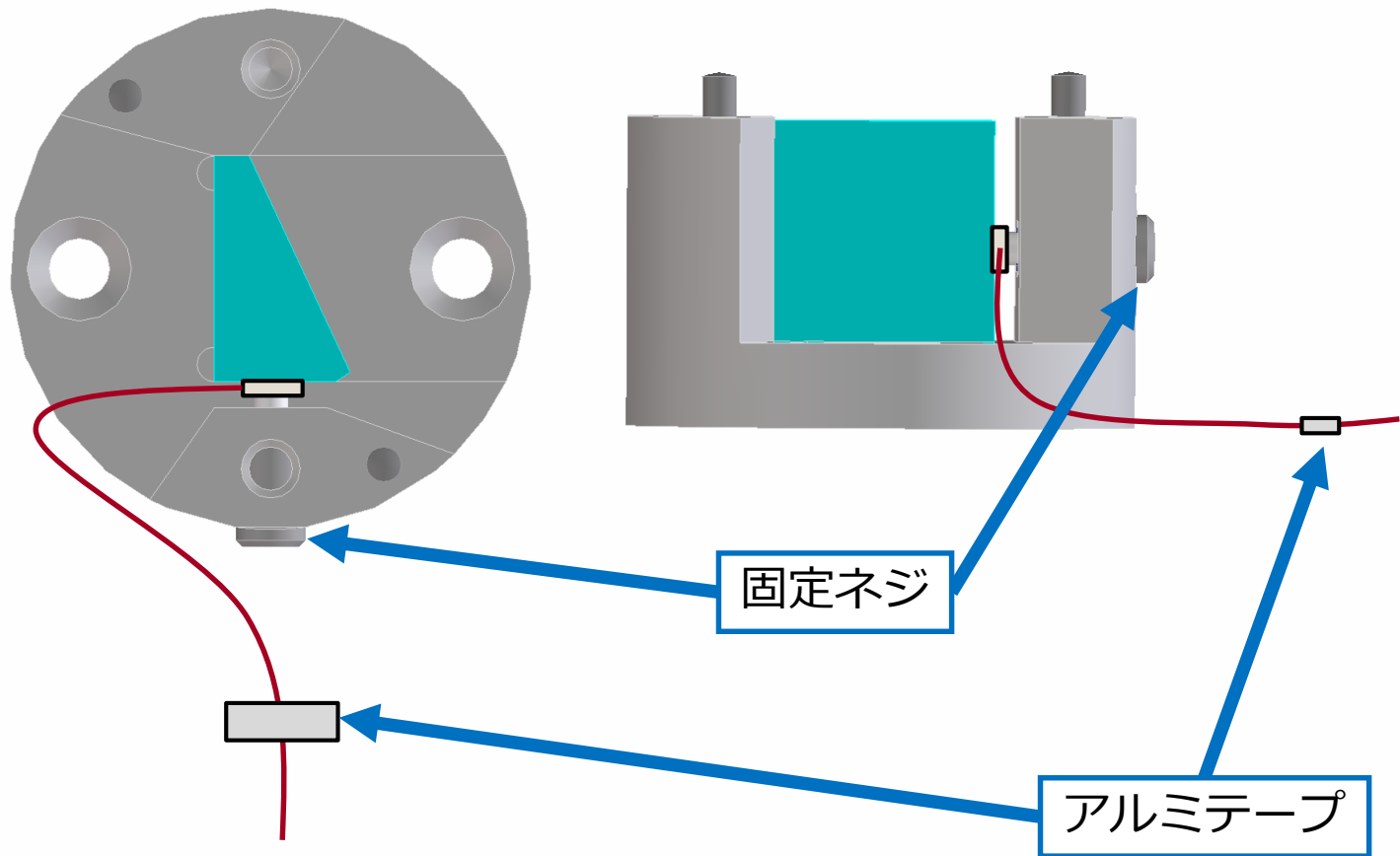
- サンプルの屈折率に応じて頂角を決定

屈折率	2.0~2.3	2.3~2.7	2.7~3.3	3.3~4.0
頂角	30°	25°	20°	15°
				

- サンプルの高さはホルダに合わせる (15mm)
サンプルとフタの間に熱伝導シートを挟むため、
公差はマイナスのみ0.25mm

サンプルの温度計測

- 白金センサ



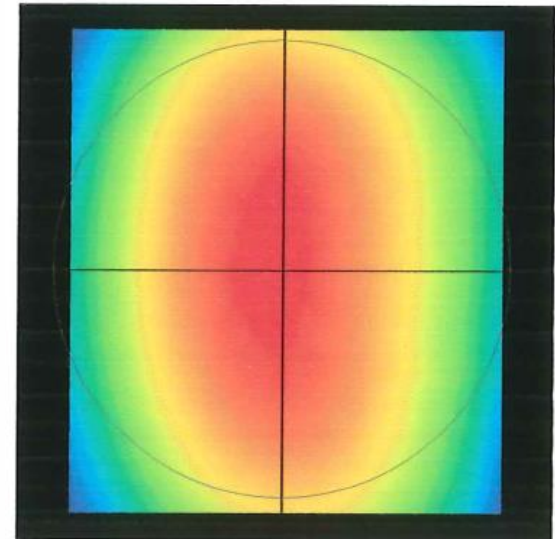
作製したサンプル

- KRS-5



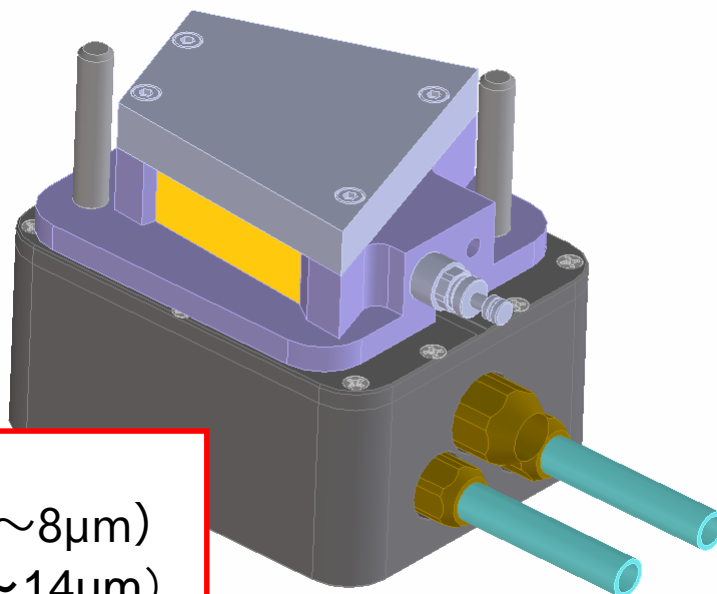
メモ :
サンプルNO :
測定日時 : '18 05.30 10:58
全面PV : 4.151 wave 全面rms : 0.850 wave
解析点数 : 71064 点 低モジュレーション点 : 0 点 輝度飽和
補正 : 傾き 測定波長 : 0.6328 μm 表示波長 : 0.6328 μm

等高線図 (等高線間隔 = 0.412 wave)



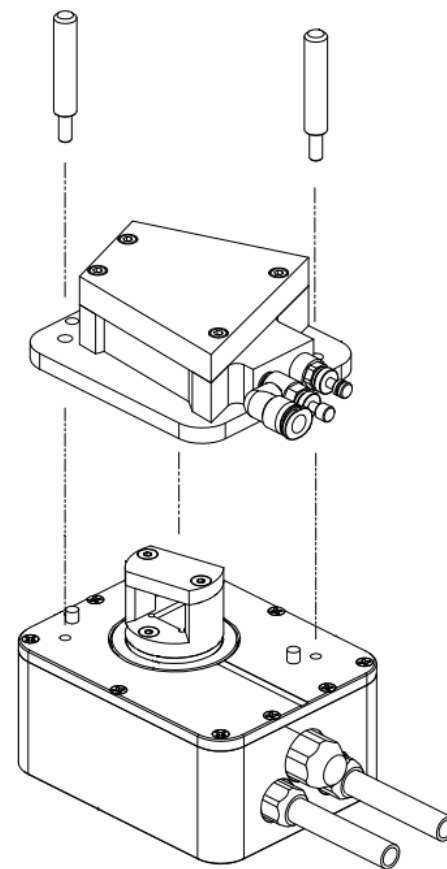
より高温や低温に温調する場合

- 恒温カバーの設置
- 結露対策として乾燥空気を使用
 - 恒温カバー内にフロー
 - 恒温カバー窓（外側）への吹き付け



窓材は2種類

- CaF_2 (可視 $\sim 8\mu\text{m}$)
- ZnSe ($3\mu\text{m}\sim 14\mu\text{m}$)



屈折率の求め方

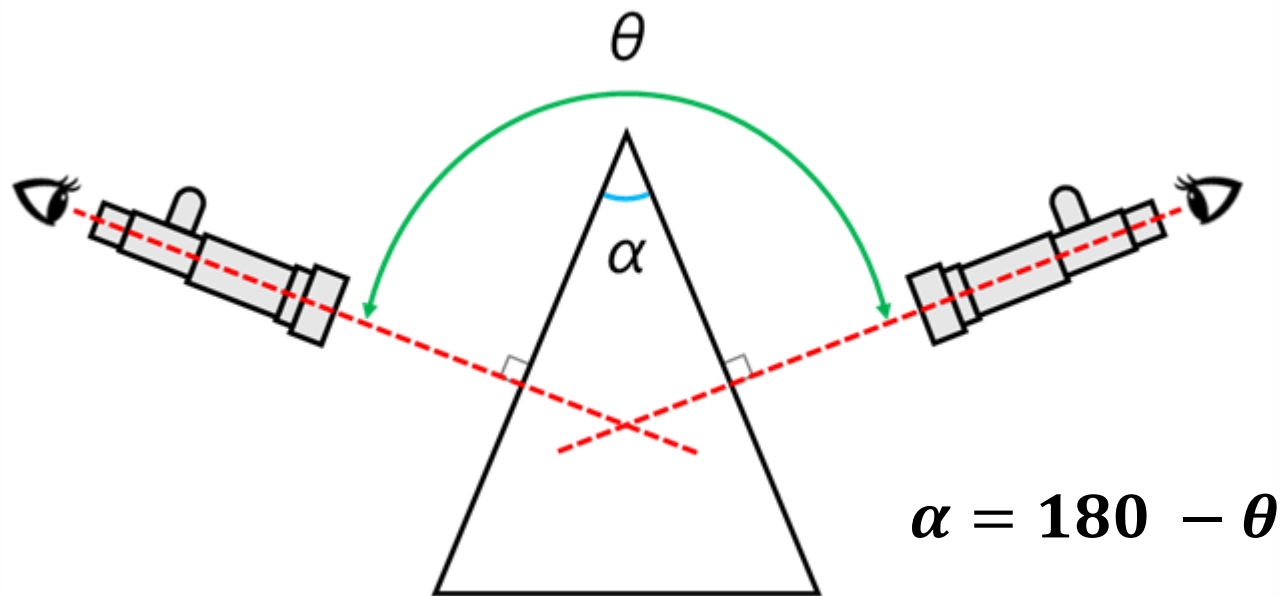
- 最小偏角法による屈折率の算出式
 - 頂角 α
 - 最小偏角 δ_{min}

$$n = \frac{\sin\left(\frac{\alpha + \delta_{min}}{2}\right)}{\sin\frac{\alpha}{2}}$$

測定項目はサンプルの「頂角」と「最小偏角」

頂角測定の方法

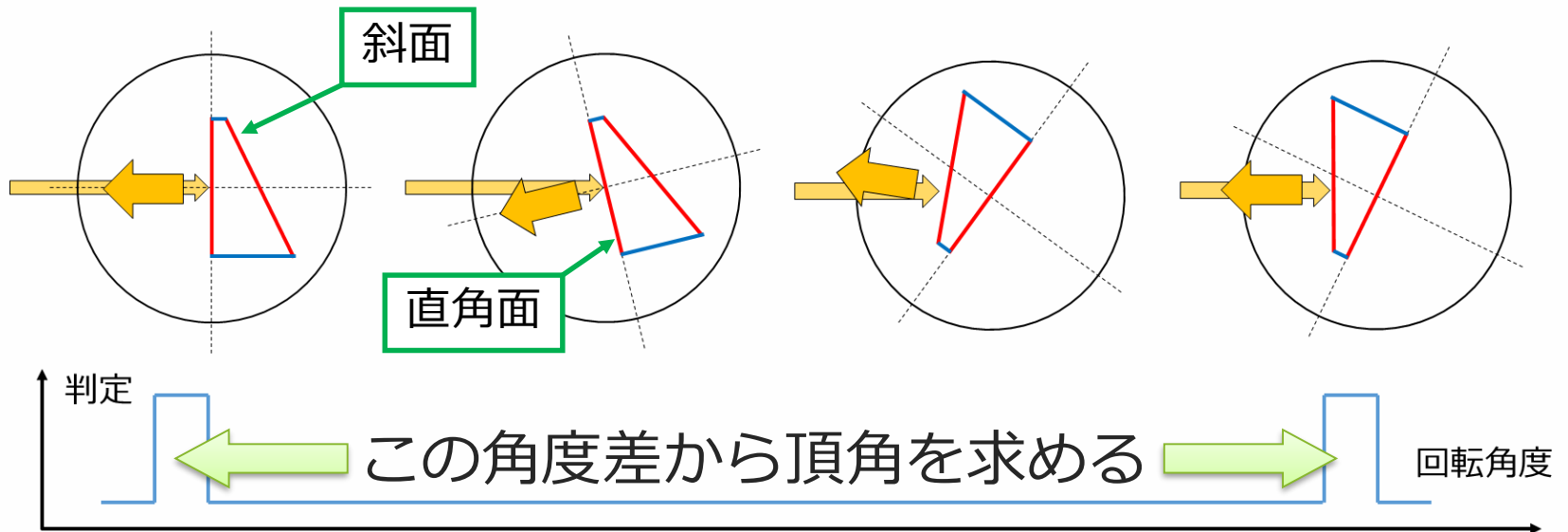
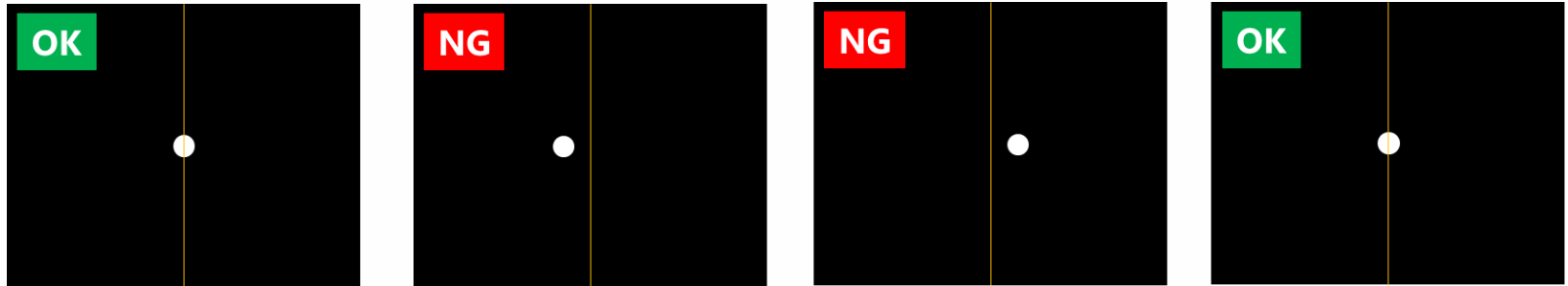
- オートコリメーション法



今回の装置では
オートコリメータではなくサンプルを回転させる

頂角測定

- 測定イメージ



頂角測定

- 測定画面

The image displays two screenshots of a measurement software interface. The top screenshot shows a '直角面' (Right Angle Surface) graph with a yellow pulse. A red arrow points from a text box to the graph, indicating that the green and orange lines are aligned, leading to auto-collimation. The bottom screenshot shows a '斜面' (Slanted Surface) graph with a yellow pulse. A red arrow points from a text box to the graph, indicating the direction of movement of the reflected image.

緑線と橙線が一致している
⇒オートコリメーション

反射像の移動方向

橙線：オートコリメーションの基準
緑線：反射像の像重心

頂角測定

- 測定終了

θステージ

オートコリメーション

モニタ

直角面

斜面

分光屈折率計

頂角 = 59.99839 deg
オフセット = 0.12574 deg
サンプル情報として登録しますか?

はい(Y) いいえ(N)

実行 読み込み

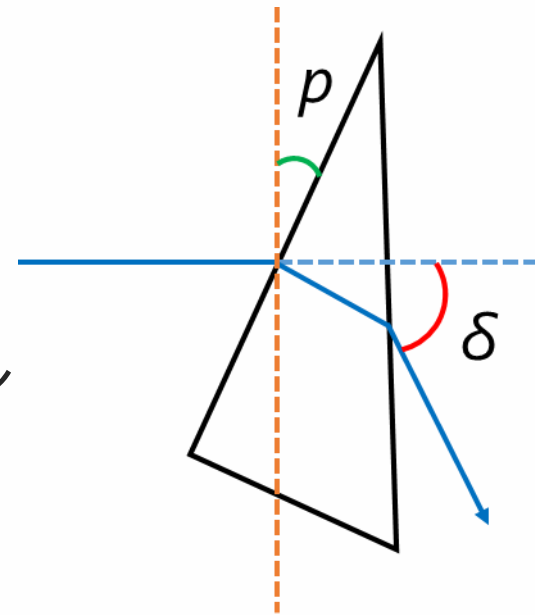
中断 終了

サンプルを設置した時に回転方向にずれがあっても、直角面のオートコリメーション角度を「サンプル設置オフセット」として利用することで設置誤差をキャンセル可能

最小偏角の測定原理

• 偏角の測定

- サンプルの回転中心を入射位置とする
- 直角面がオートコリメーションする角度を基準とする



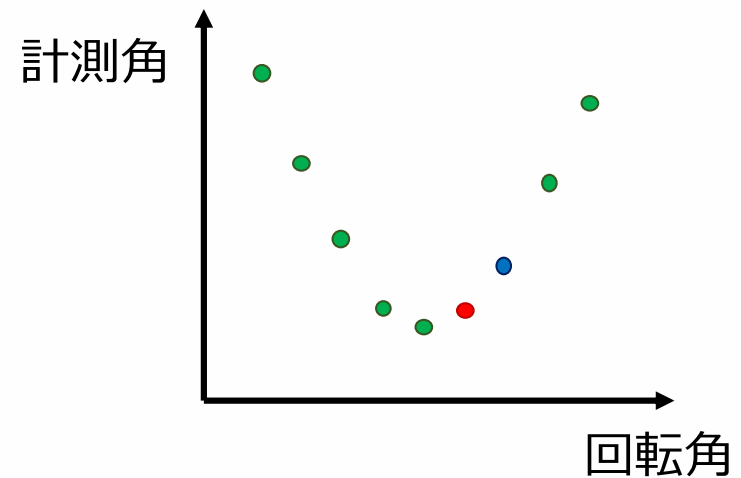
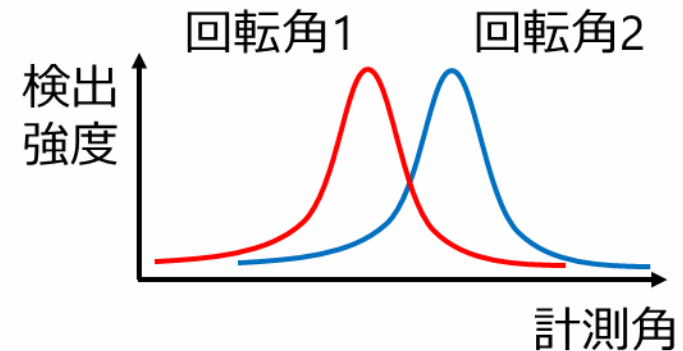
サンプルの回転角度 p → 入射角に相当する
屈折光の検出角度 δ → そのまま偏角となる

最小偏角の測定原理

- 最小偏角の決定

あるサンプルの回転角度
(⇒回転角) における
検知器の回転角度
(⇒計測角) と検出強度を
取得する

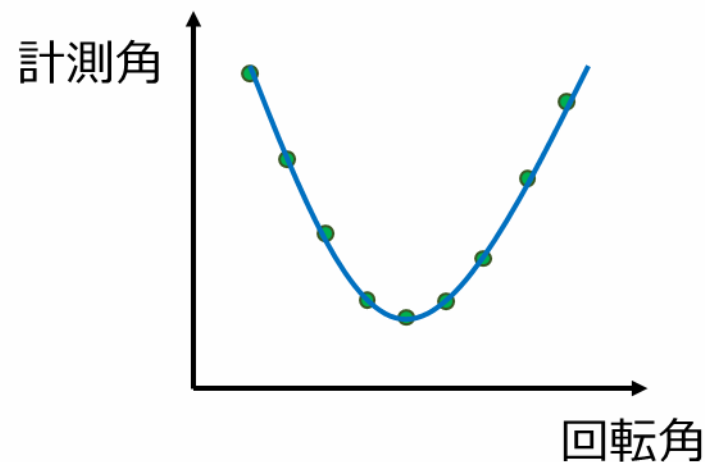
「回転角」と「計測角」を
プロットする



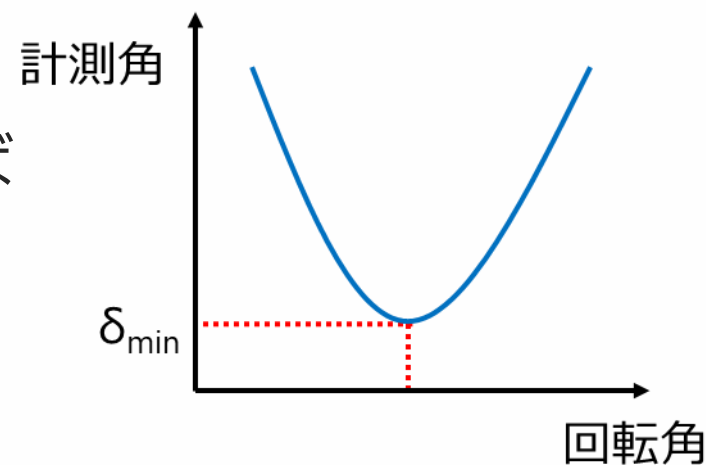
最小偏角の測定原理

- 最小偏角の決定

高次の多項式で近似する

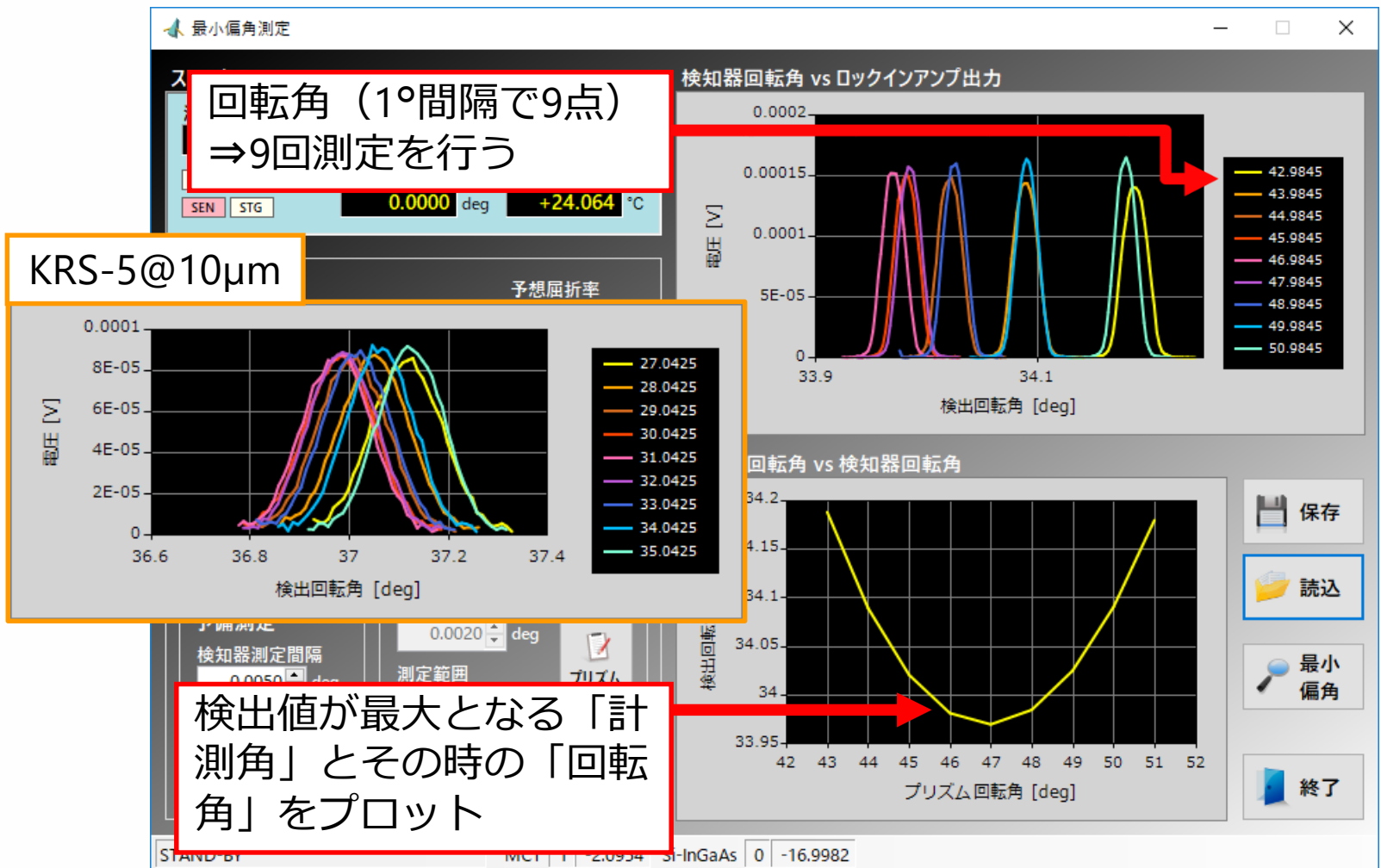


変曲点（極小値）を求めれば
最小偏角 δ_{\min} が求まる



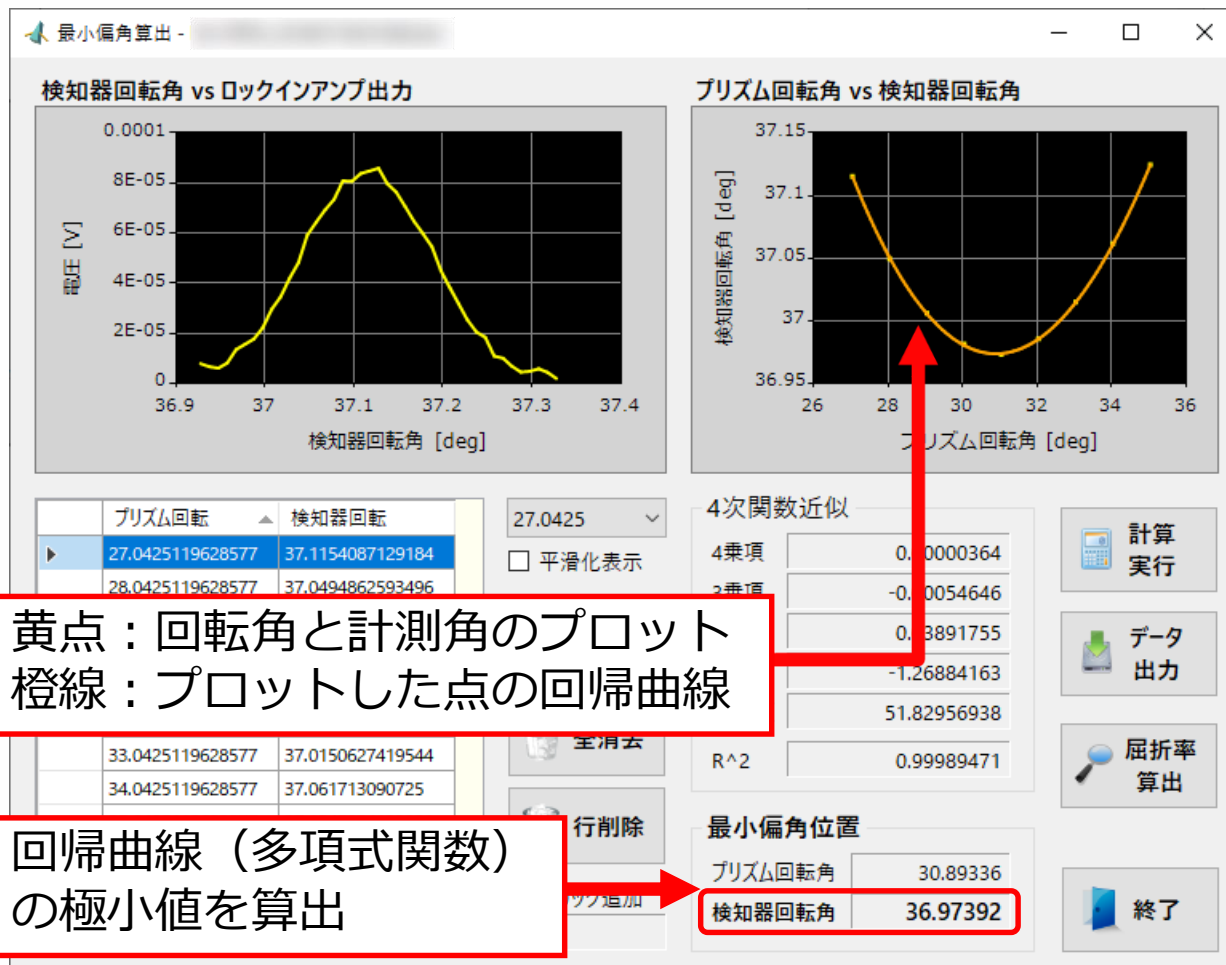
最小偏角測定

- 測定画面

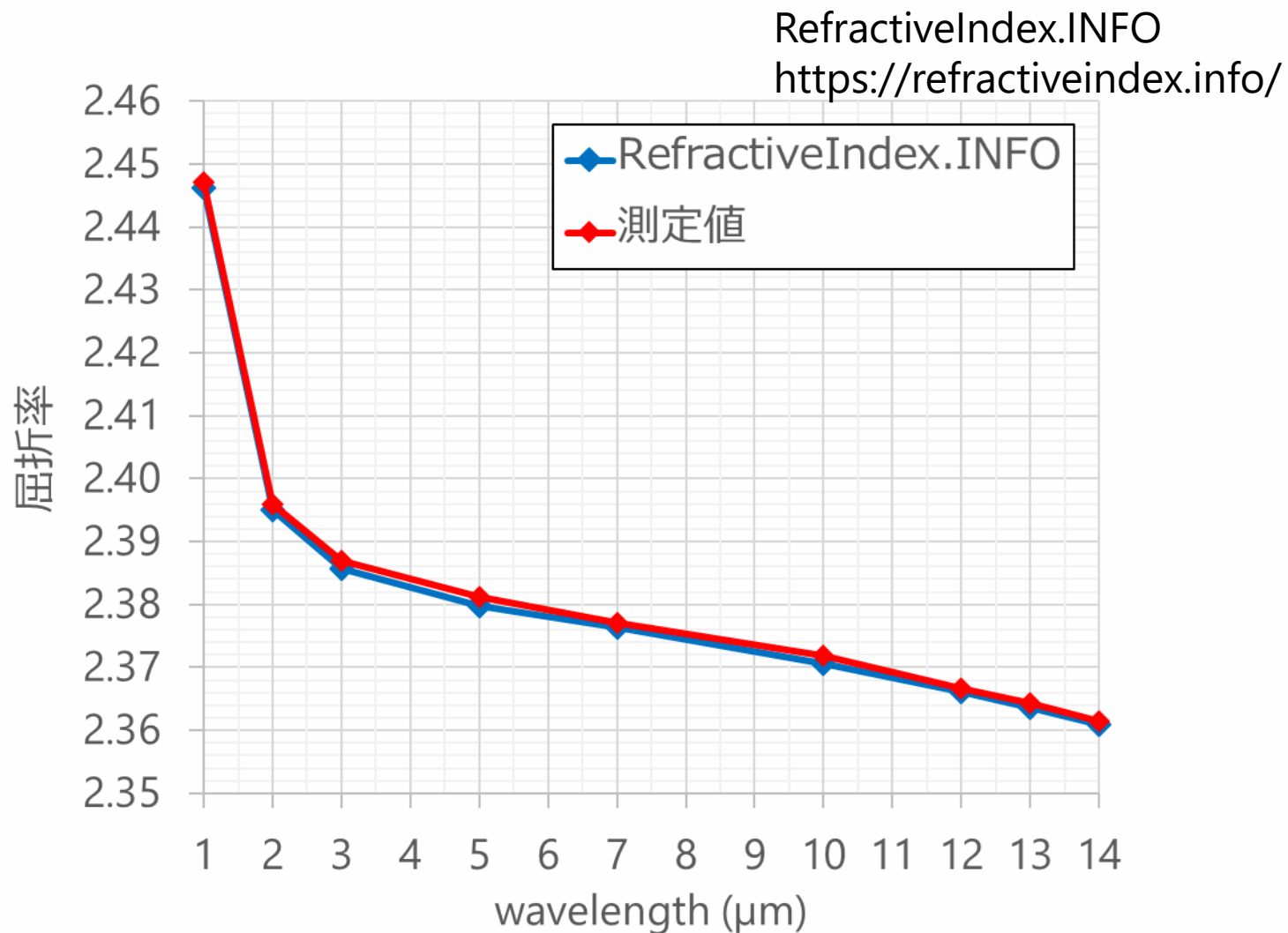


最小偏角測定

- 最小偏角の算出



KRS-5の屈折率測定結果



屈折率の誤差要因は？

- 頂角の測定誤差

- サンプルの面精度
- 回転ステージの正確さ（2軸の偏芯・面ぶれ・原点）

- 最小偏角の測定誤差

- サンプルの面精度
- 回転ステージの正確さ
- 検出強度が最大となる検出角の誤差（S/N比）
- 測定環境（気温・湿度・気圧など）の違い

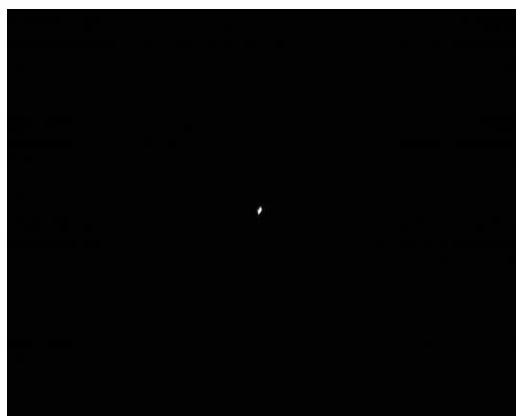
サンプルの面精度

- オートコリメータのレーザー反射像

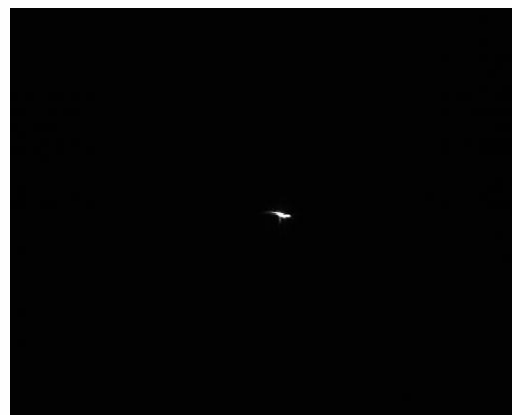
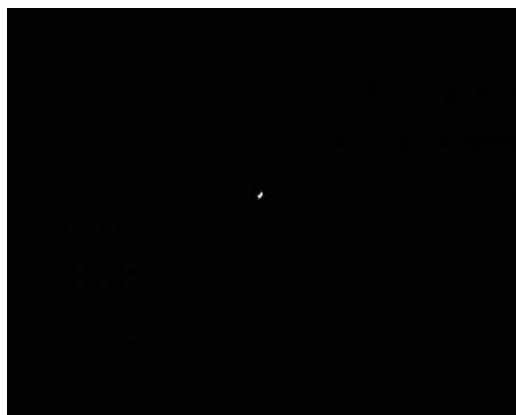
石英（面精度 $\lambda/10$ ）

KRS-5（面精度 $\lambda/4$ ）

直角面



斜面



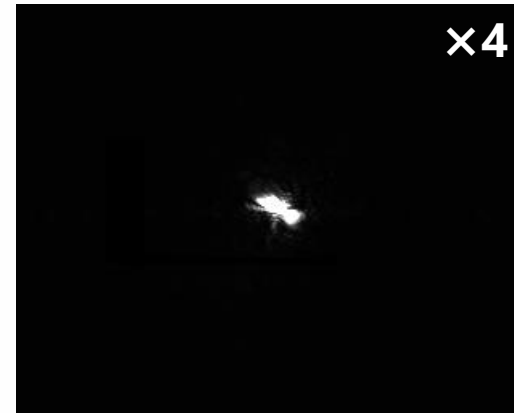
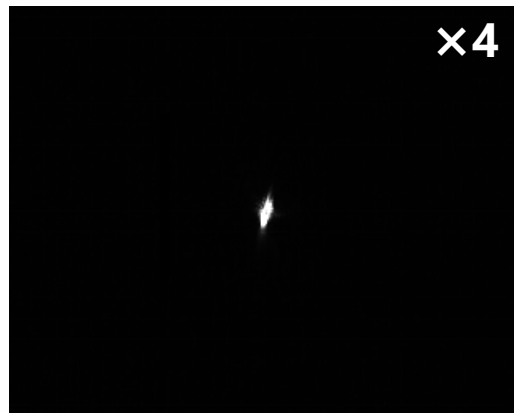
サンプルの面精度

- オートコリメータのレーザー反射像

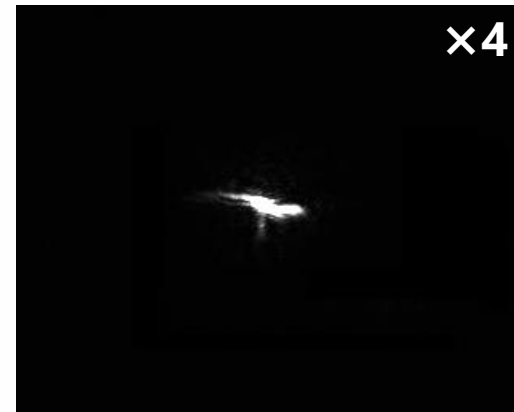
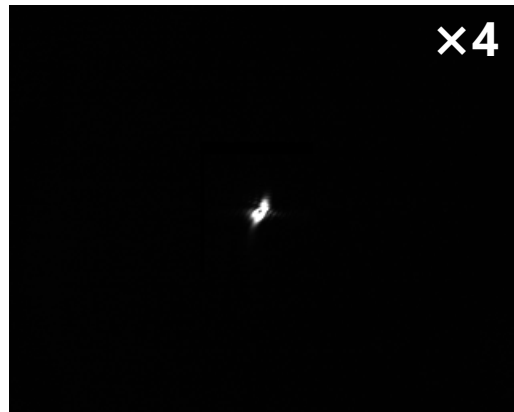
石英（面精度 $\lambda/10$ ）

KRS-5（面精度 4λ ）

直角面

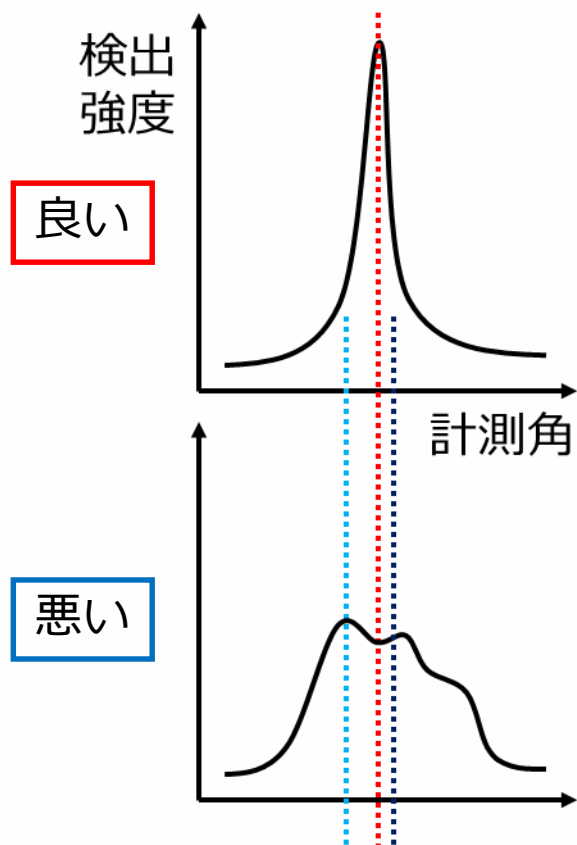


斜面



屈折率の誤差要因

- 面精度による影響



真値

ピーク最大値を
判定基準とした
場合の測定値

ピーク半値半幅
を判定基準とし
た場合の測定値

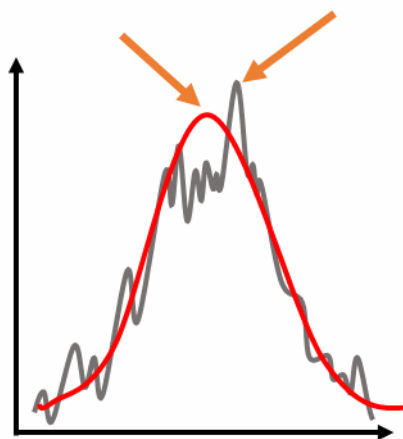
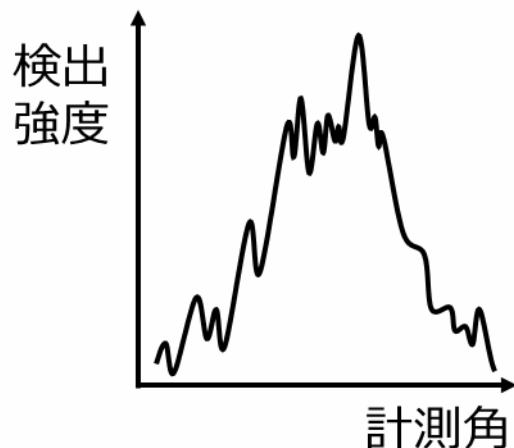
面精度の悪さに
よって得られる角
度が真値からずれ
る可能性がある



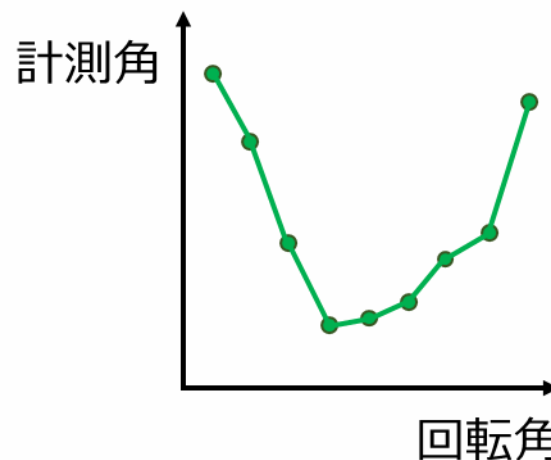
屈折率に誤差が生
じる

屈折率の誤差要因

- S/N比による影響



スムージング方法やピークトップの判定方法によって得られる角度が変わる可能性がある



→ 再現性や信頼性が低い

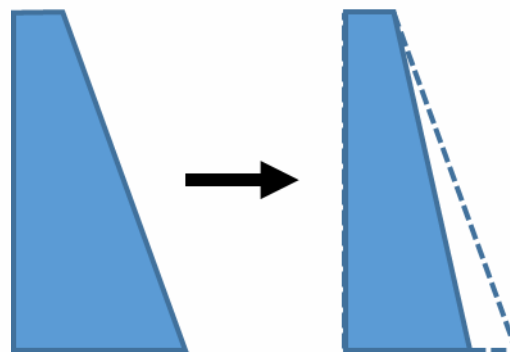
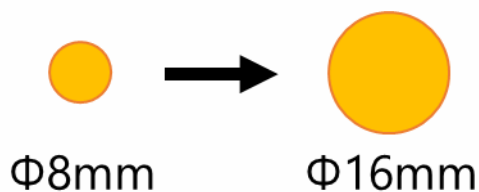
屈折率測定の精度を上げるために

- 考えられる改善項目
 - 照射光の強度
 - 検知器の感度
 - 光学系のスループット（光学素子の特性）
 - 回転ステージ（2軸の偏芯・面ぶれ・原点）
 - サンプルの面精度
 - サンプルのスループット（最終的な透過率）

屈折率測定の精度を上げるために

- 対応可能と思われる改善案

- 照射光サイズを大きくする
- 波長範囲を限定する
- サンプルの面精度を向上させる
- 透過率が低い場合、サンプルの頂角を小さくする
- 表面反射が大きい場合、サンプル面に反射防止膜



赤外波長領域における屈折率測定の規格

- ISO 17328:2014

Optics and photonics – Optical materials and components – Test method for refractive index of infrared optical materials

波長範囲 : 0.78 μ m～25 μ m

測定原理 : 最小偏角法

上記に準じるJIS規格が検討中



新規格に適合する新しい屈折率計が必要!!

参考

• 温度依存測定例

温度分散測定

予め最小偏角条件を取得している必要がある

1. 既知の最小偏角条件にステージ角度を合わせる
2. 任意の温度に温調する
3. 「回転角:計測角=1:2」の関係でステージ角度を動かして測定を行う

温調の設定温度

20.0
30.0
40.0

検出回転角 [deg]

プリズム回転角度 46.91465 deg
検知器回転角度 33.97063 deg
最小偏角インポート

測定

ここでは白金プローブの計測温度を用いる

dn/dt < 0

屈折率 vs 温度

屈折率

温度 [°C]

保存
読込
終了

STAND-BY MCT 1 -2.0954 Si-InGaAs 0 -16.9982

参考

• 波長依存測定例

波長分散測定

ステータス 検知器回転角 vs ロックインアンプ出力

予め最小偏角条件を取得している必要がある

1. 既知の最小偏角条件にステージ角度を合わせる
2. 任意の波長を照射する
3. 「回転角:計測角=1:2」の関係でステージ角度を動かして測定を行う

照射波長

検出回転角 [deg]

屈折率 vs 波長

波長 [μm]

測定

検知器

MCT

Si-InGaAs

測定波長 1.0000 μm

0.5000 μm

ロックイン設定

$dn/d\lambda < 0$

同一スリット限定

温調

波長間隔 0.1000 μm

平均 5

実行

中断

STAND-BY MCT 1 -2.0954 Si-InGaAs 0 -16.9982

保存

読込

終了