

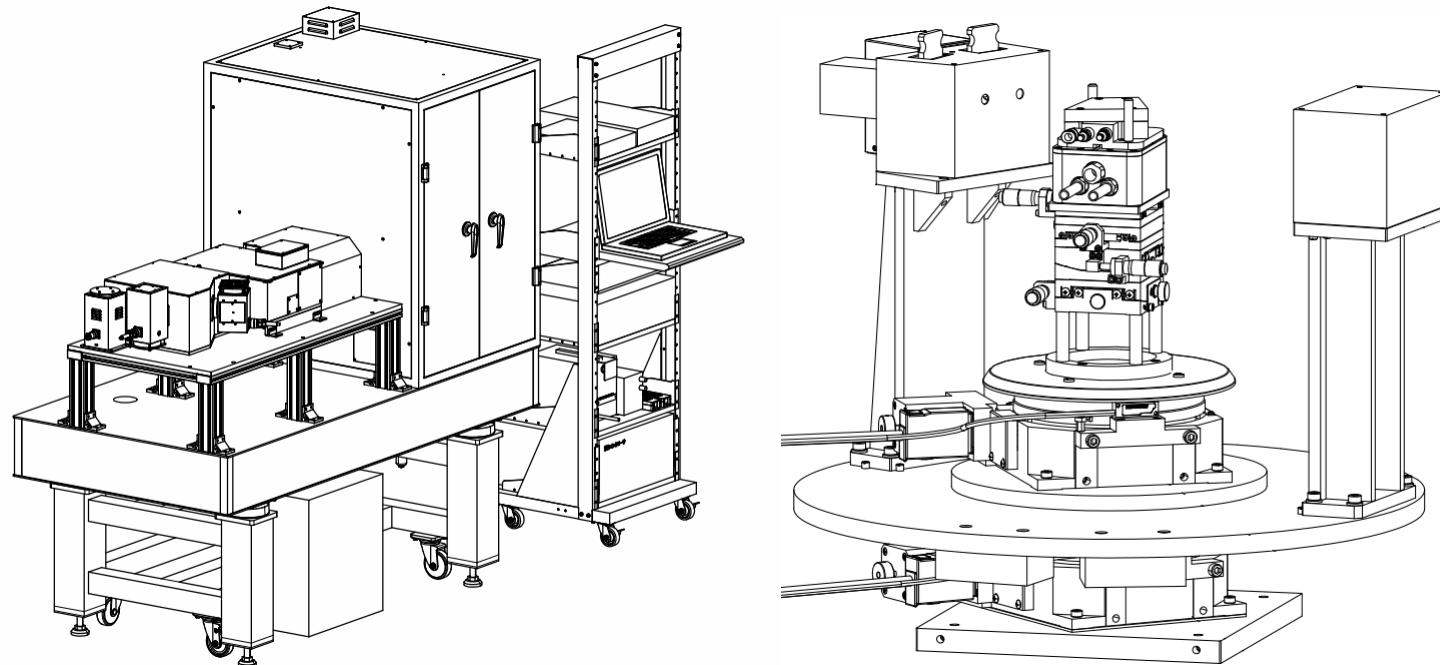
新時代に新しい 材料評価ソリューションを提案

～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)

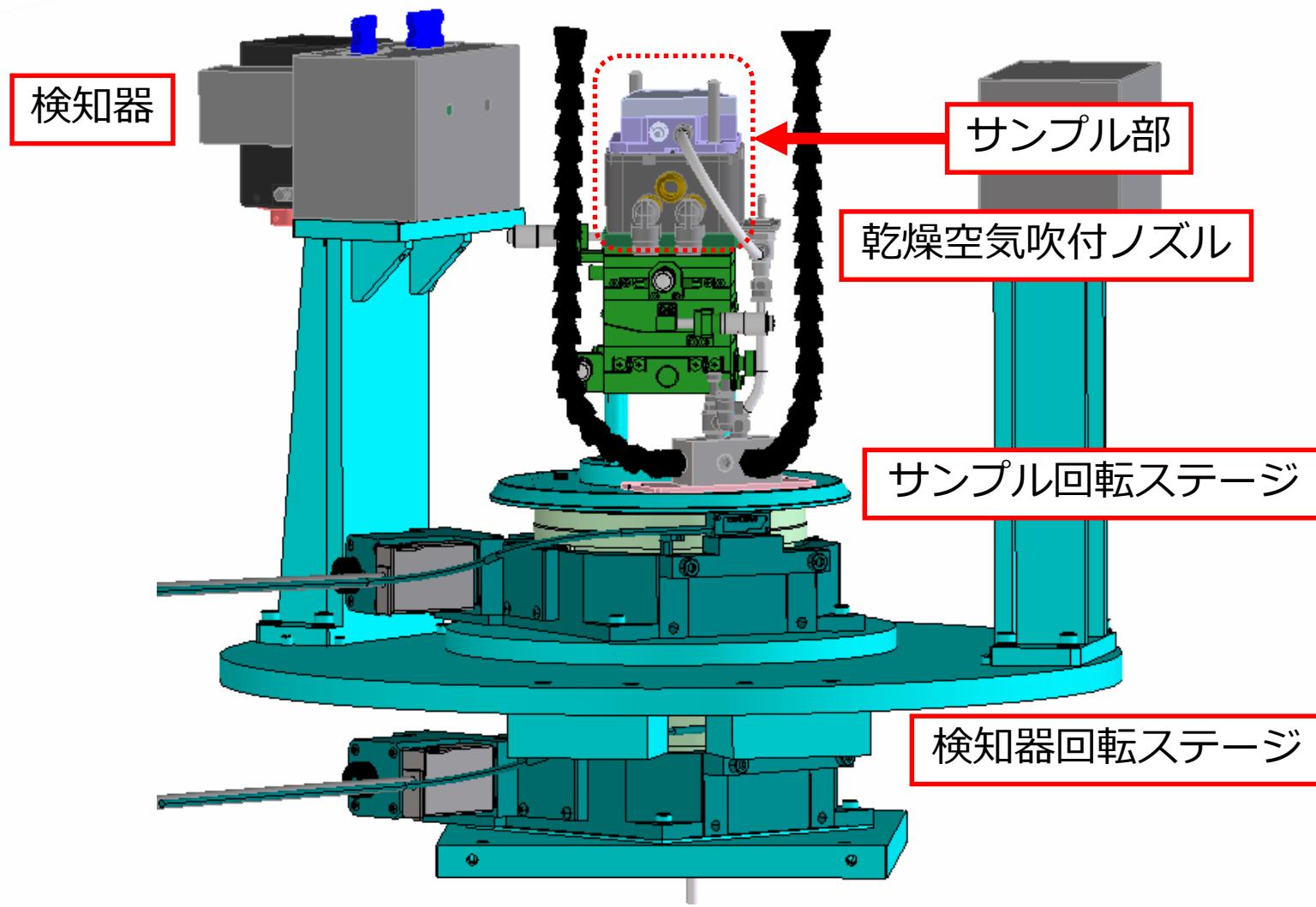
- 測定原理 : 最小偏角法
- 波長範囲 : $0.4\mu\text{m} \sim 14\mu\text{m}$
- 温調範囲 : $-40^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$ ※
※ステージの制御温度
- 測定項目 : 頂角測定
最小偏角測定
温度依存測定 (dn/dt)
波長依存測定 ($dn/d\lambda$)



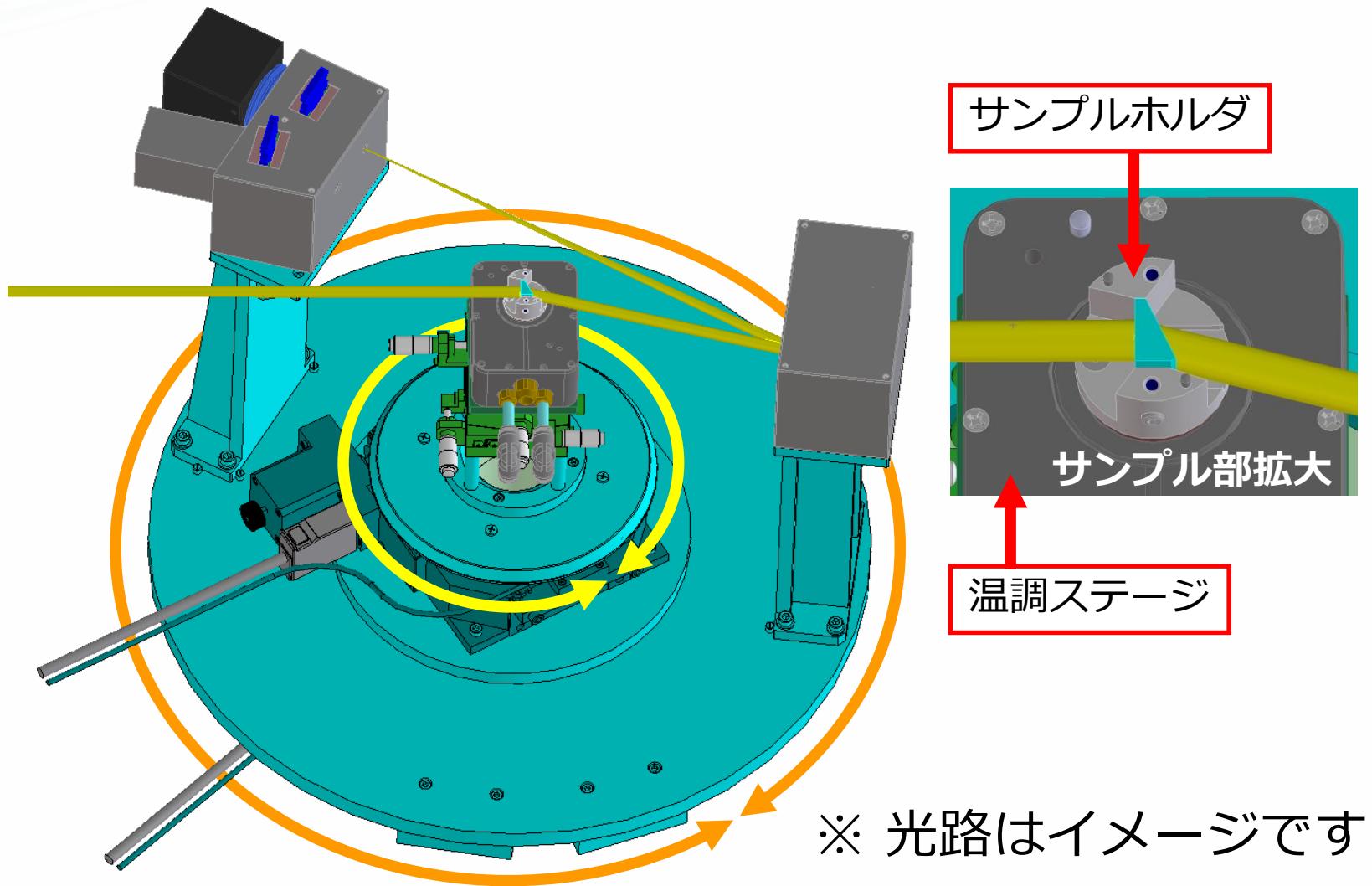
赤外屈折率計 - 構成（製品実例）

- 光源
 - ハロゲンランプ (0.4μm～2.7μm)
 - セラミックヒーター (2.7μm～14μm)
 - ヘリウムランプ (d線, 0.58756μm)
- 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 (0.4μm～2.7μm)
 - MCT素子 (2.7μm～14μm)

赤外屈折率計 - 計測部



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

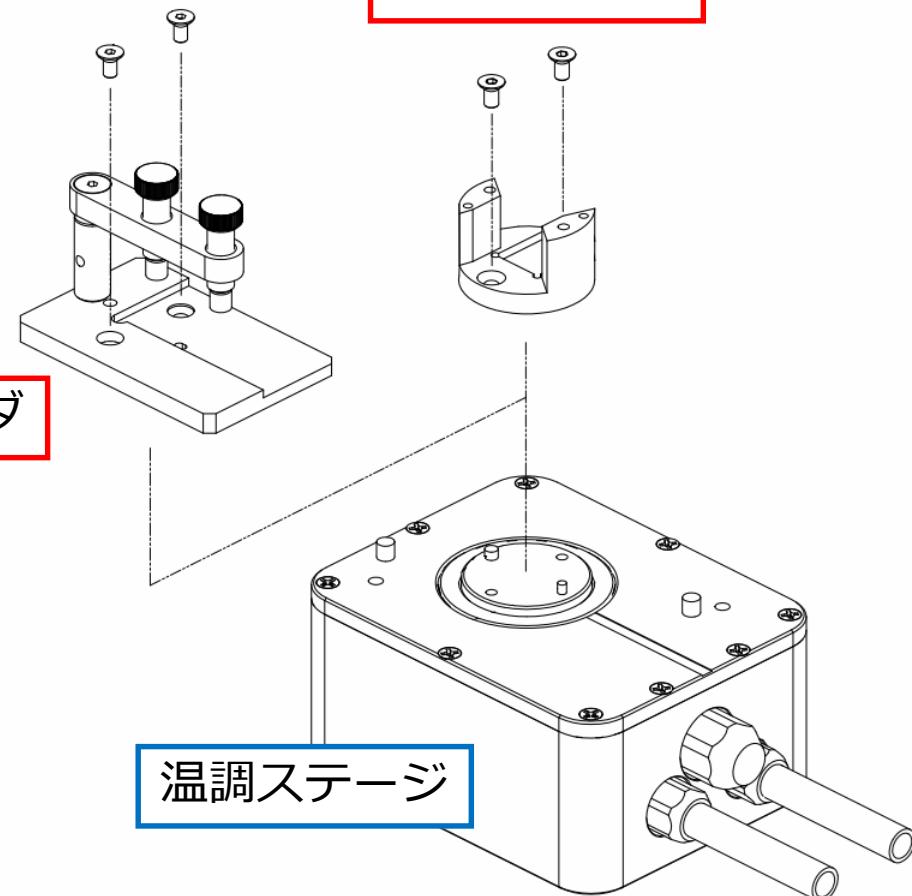
- 温調を行う場合

- 温調用ホルダ

フリーサイズホルダ

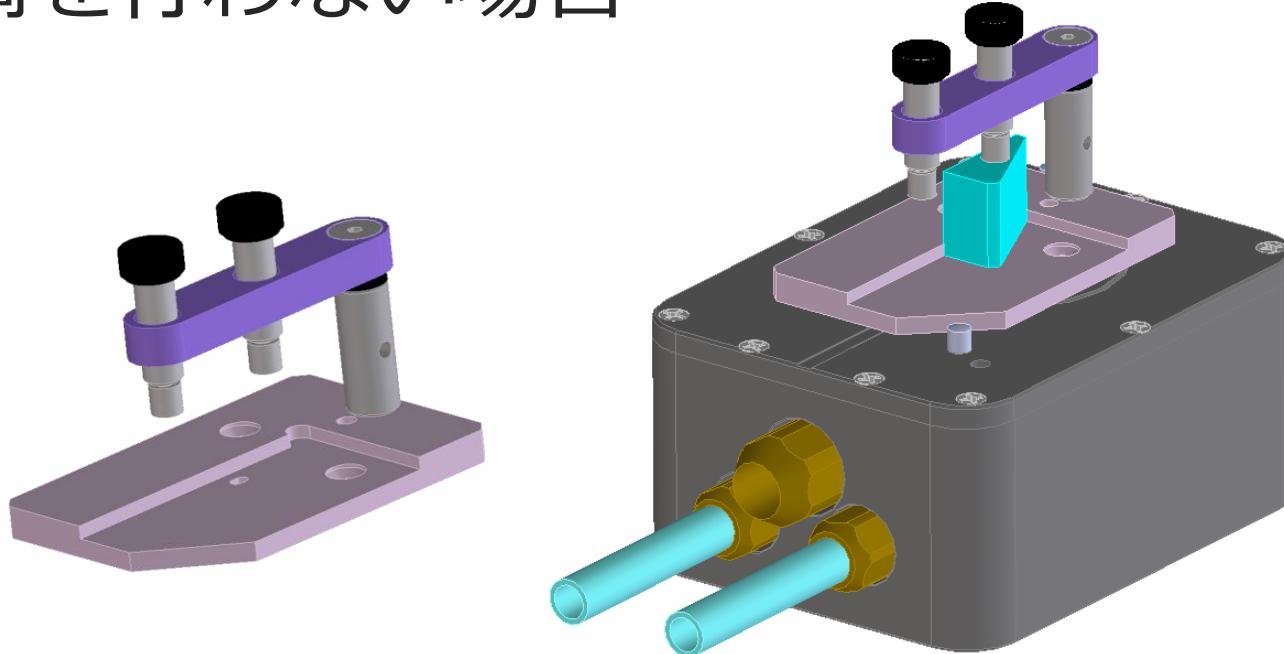
温調用ホルダ

温調ステージ



サンプルの設置

- 温調を行わない場合

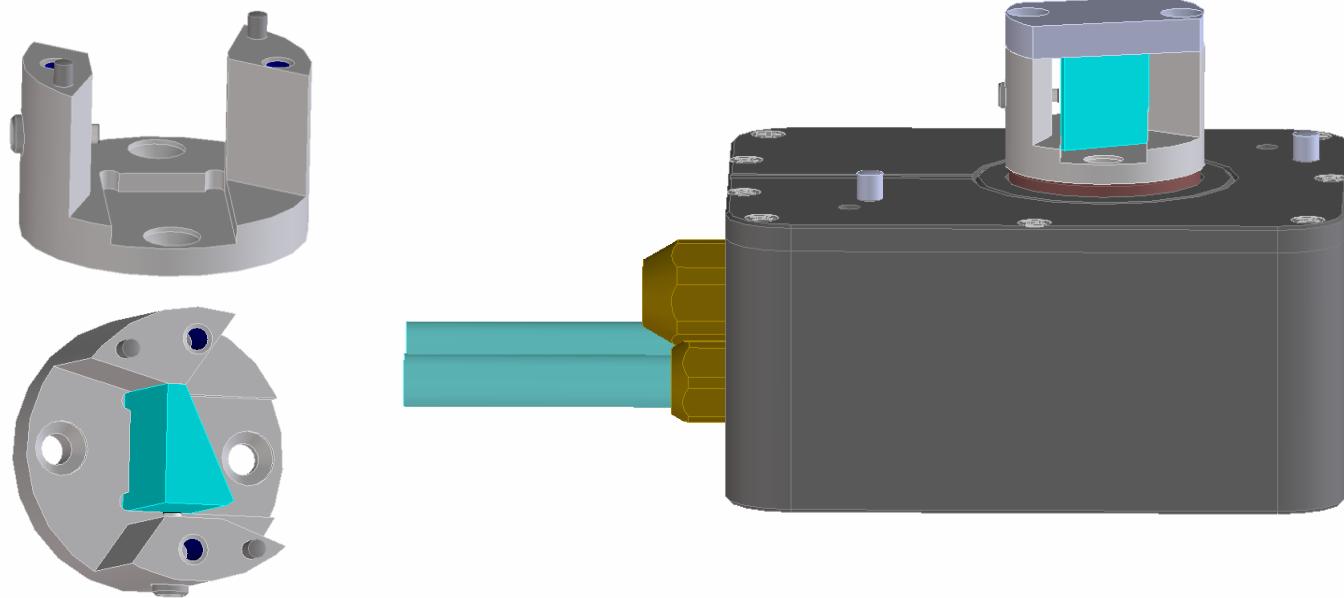


- サンプルをホルダのザグリに沿って設置

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

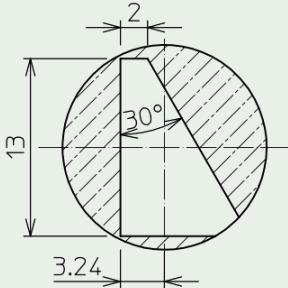
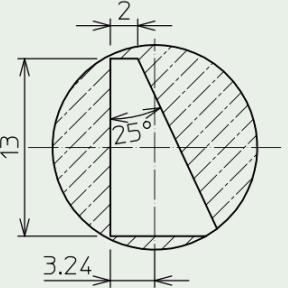
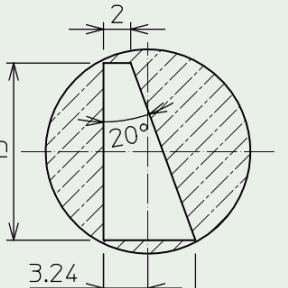
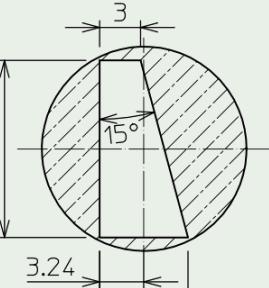


- サンプルをホルダのザグリに合わせて設置
- 上からの押さえ（フタ）は固定と熱伝導を兼ねる

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

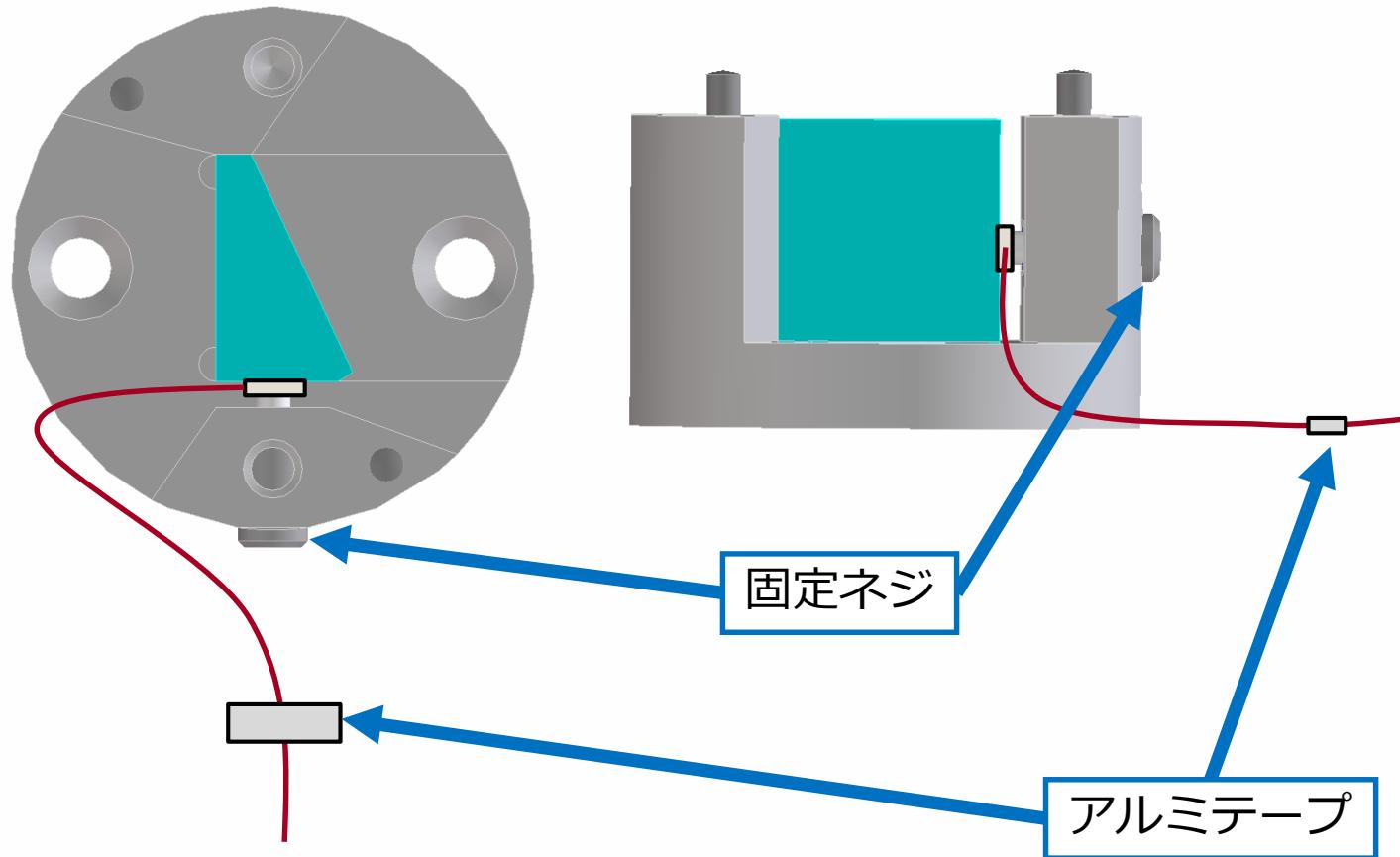
- 温調ホルダ用
 - サンプルの屈折率に応じて頂角を決定

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

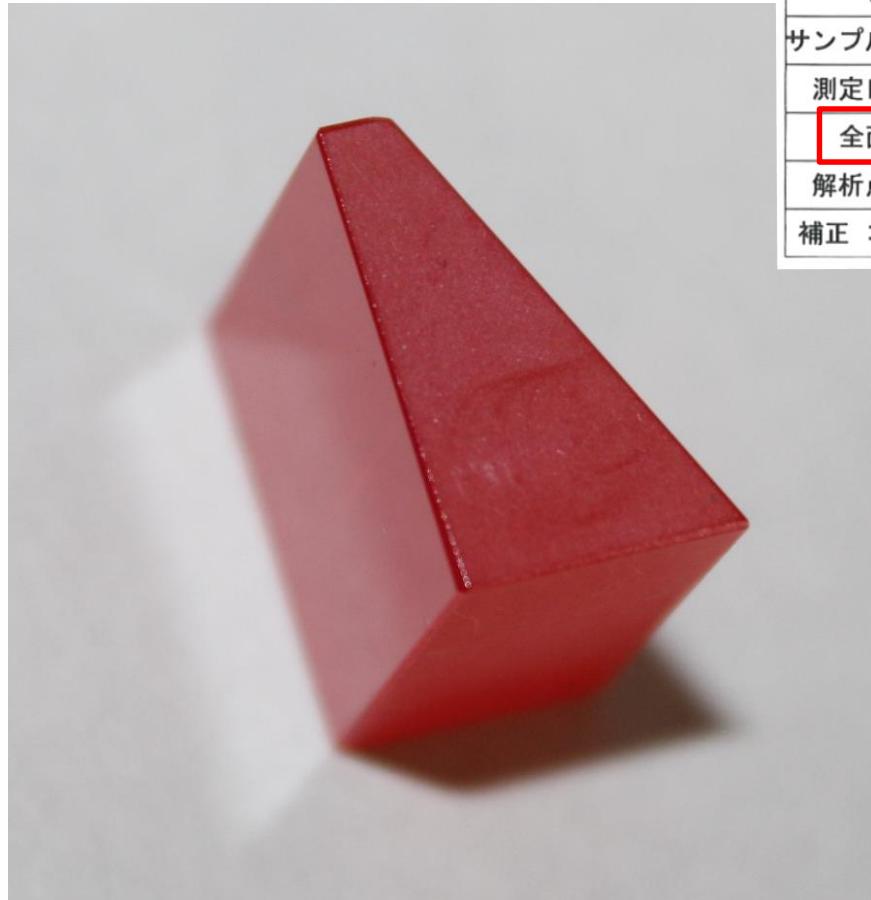
サンプルの温度計測

- ・白金センサ



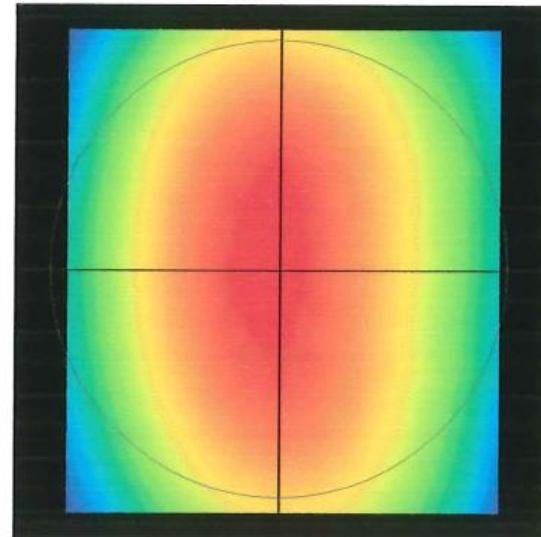
作製したサンプル

- KRS-5



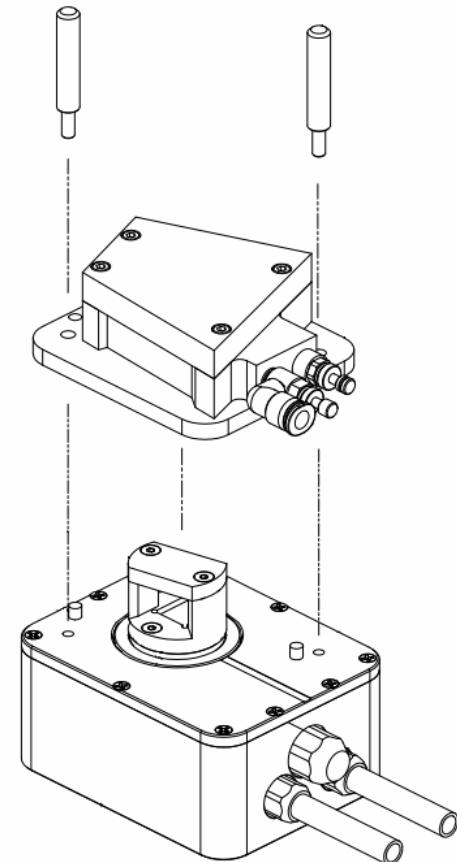
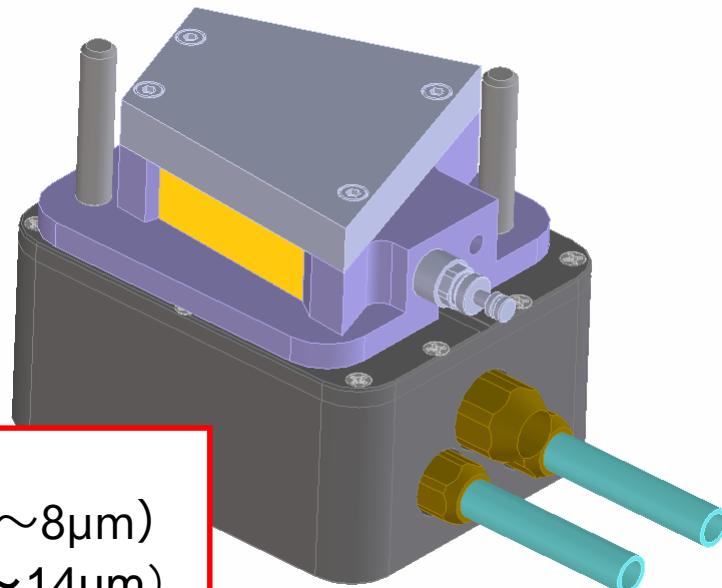
メモ :
サンプルNo :
測定日時 : '18 05.30 10:58
全面PV : 4.151 wave
全面rms : 0.850 wave
解析点数 : 71064 点 低モジュレーション点 : 0 点 輝度値
補正 : 傾き 測定波長 : 0.6328 μ m 表示波長 : 0.6328 μ m

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



屈折率の求め方

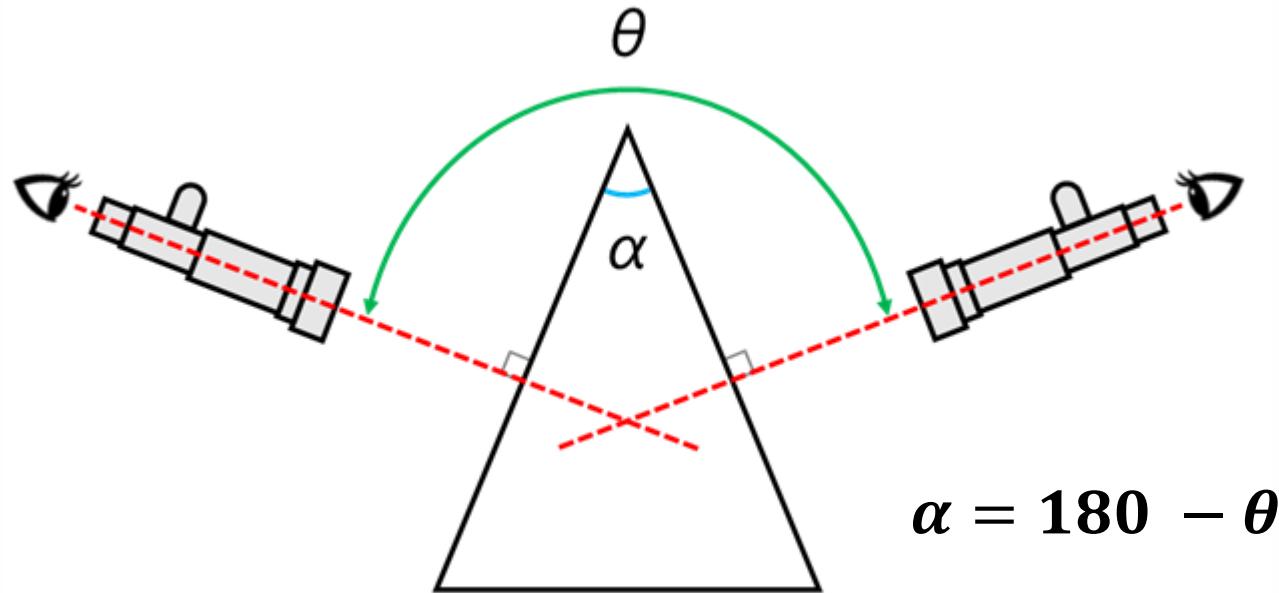
- 最小偏角法による屈折率の算出式
 - 頂角 α
 - 最小偏角 δ_{min}

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

測定項目はサンプルの「頂角」と「最小偏角」

頂角測定の原理

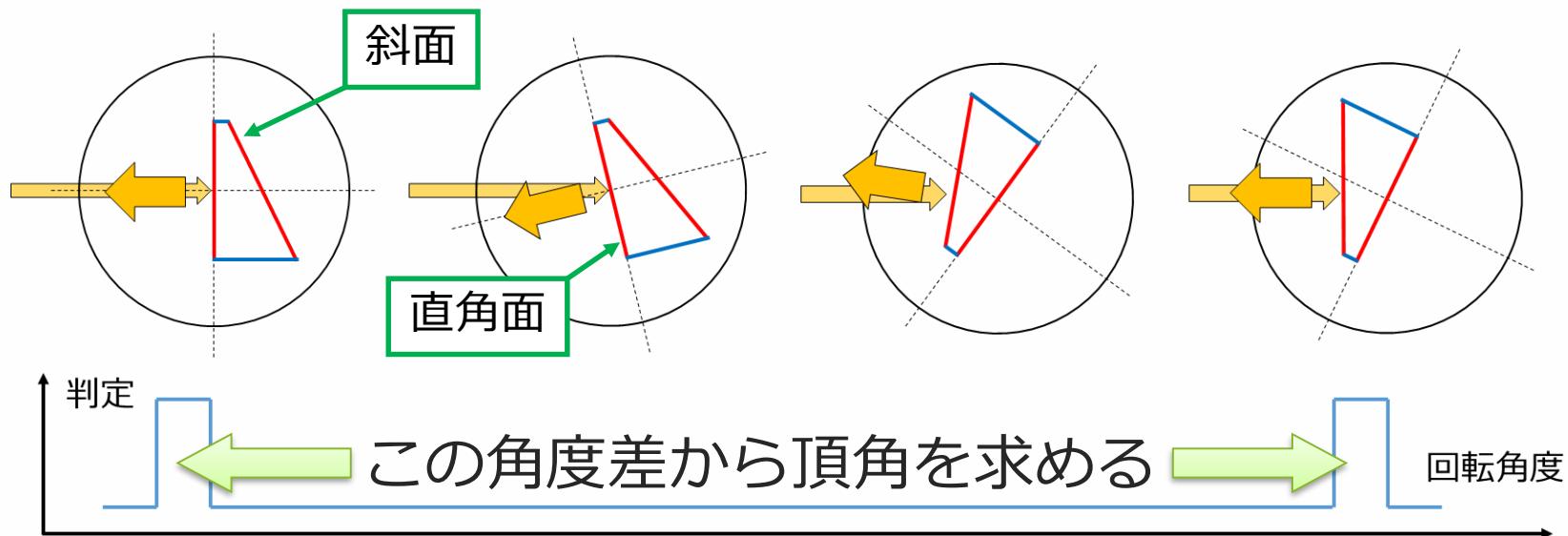
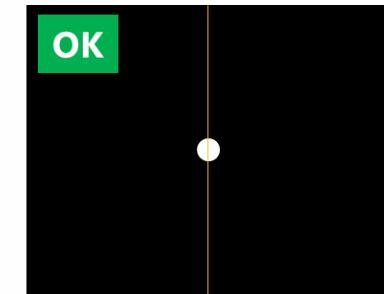
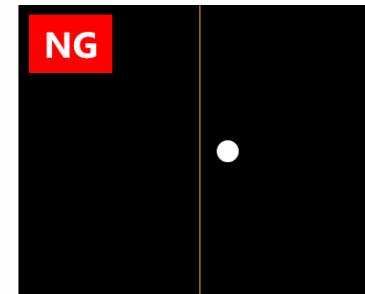
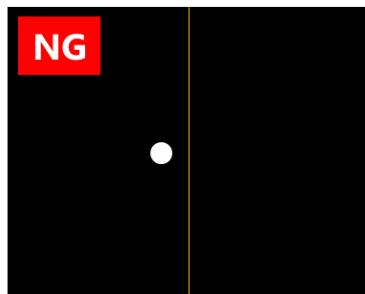
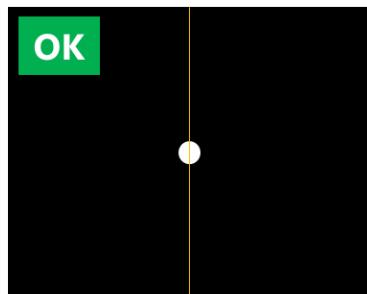
- ・オートコリメーション法



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



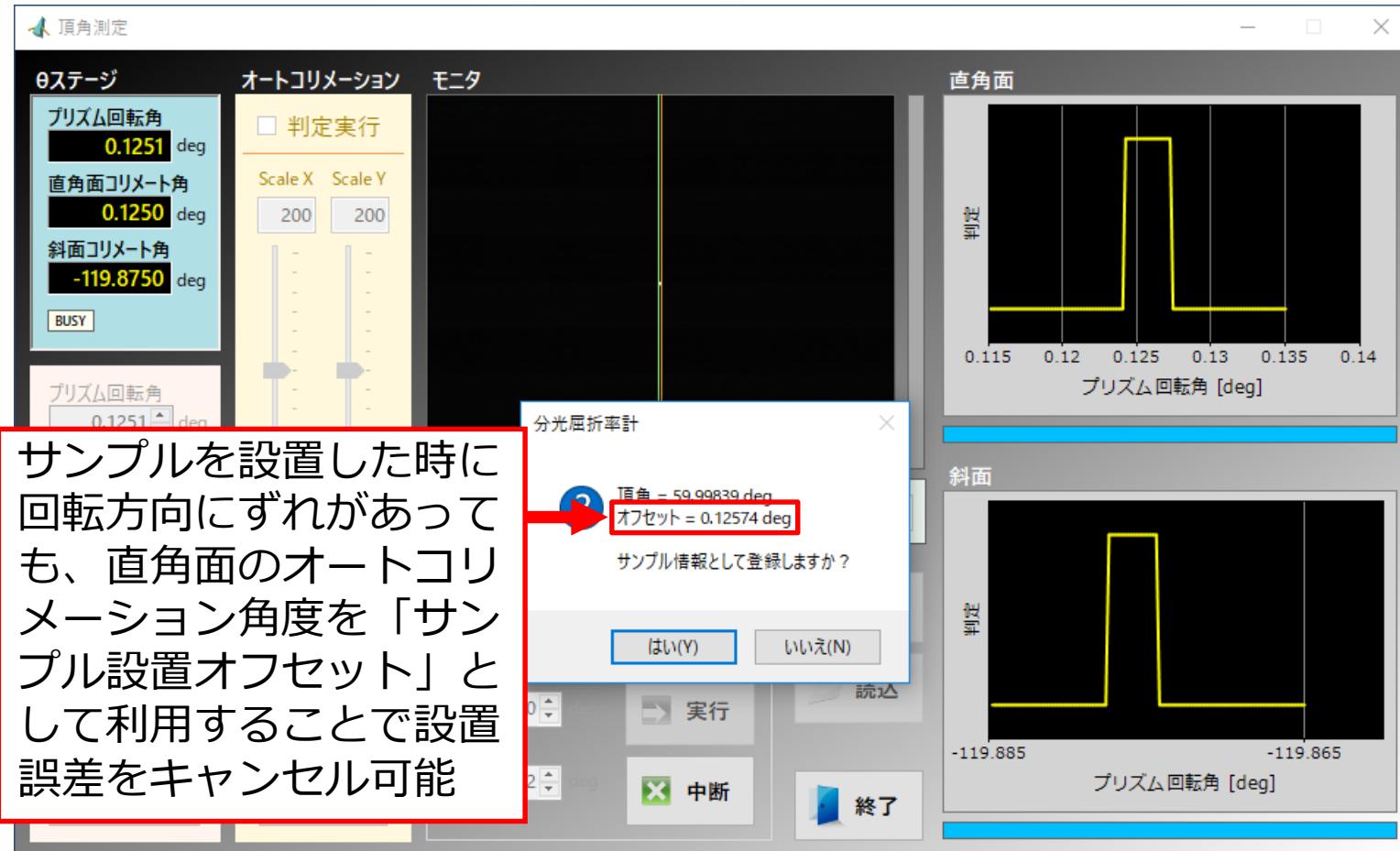
頂角測定

・測定画面



頂角測定

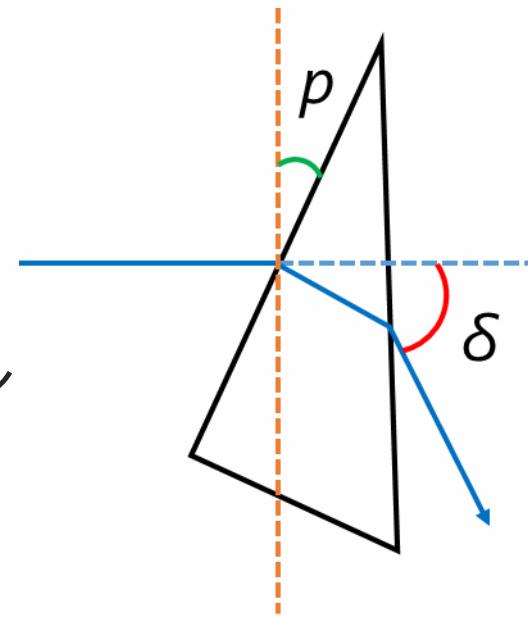
- 測定終了



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

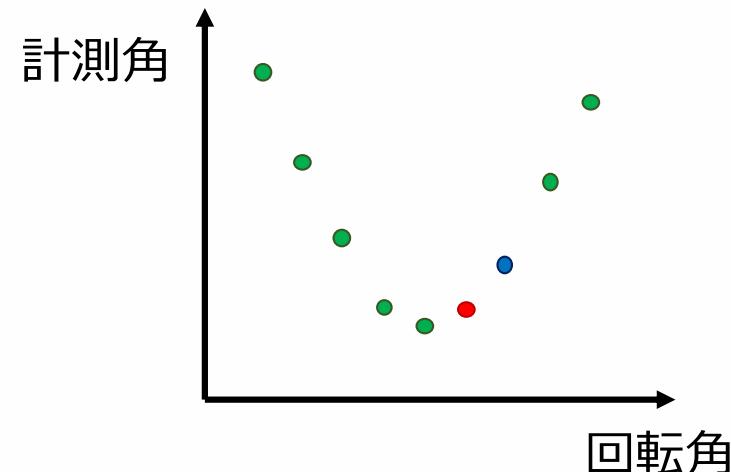
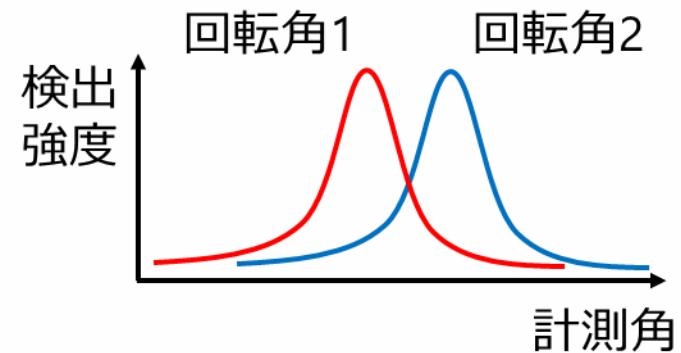
→ そのまま偏角となる

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
(\Rightarrow 回転角) における
検知器の回転角度
(\Rightarrow 計測角) と検出強度を
取得する

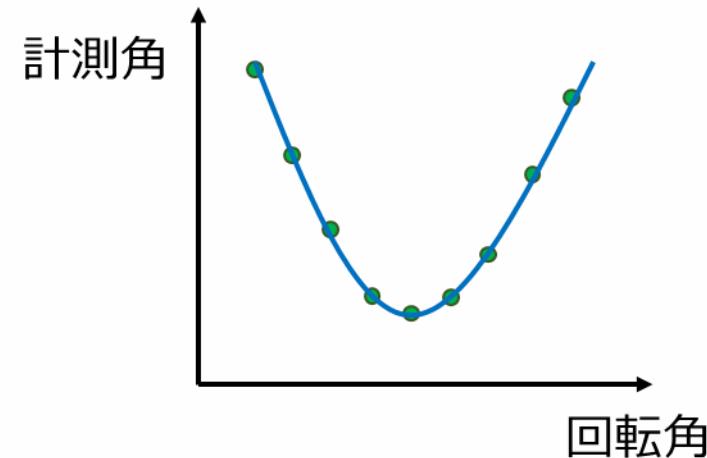
「回転角」と「計測角」を
プロットする



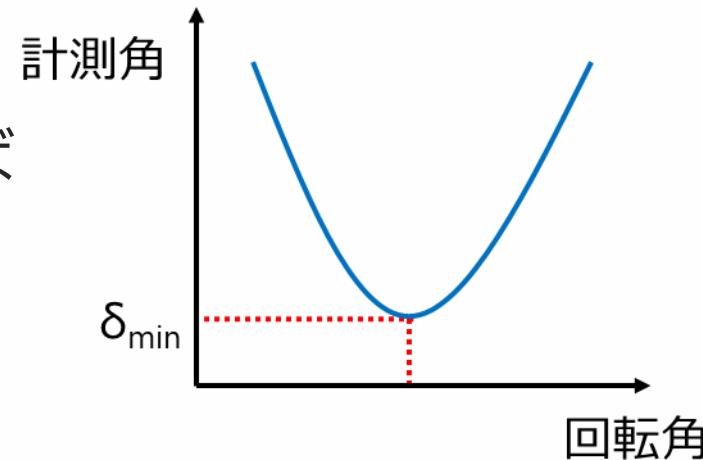
最小偏角の測定原理

・ 最小偏角の決定

高次の多項式で近似する

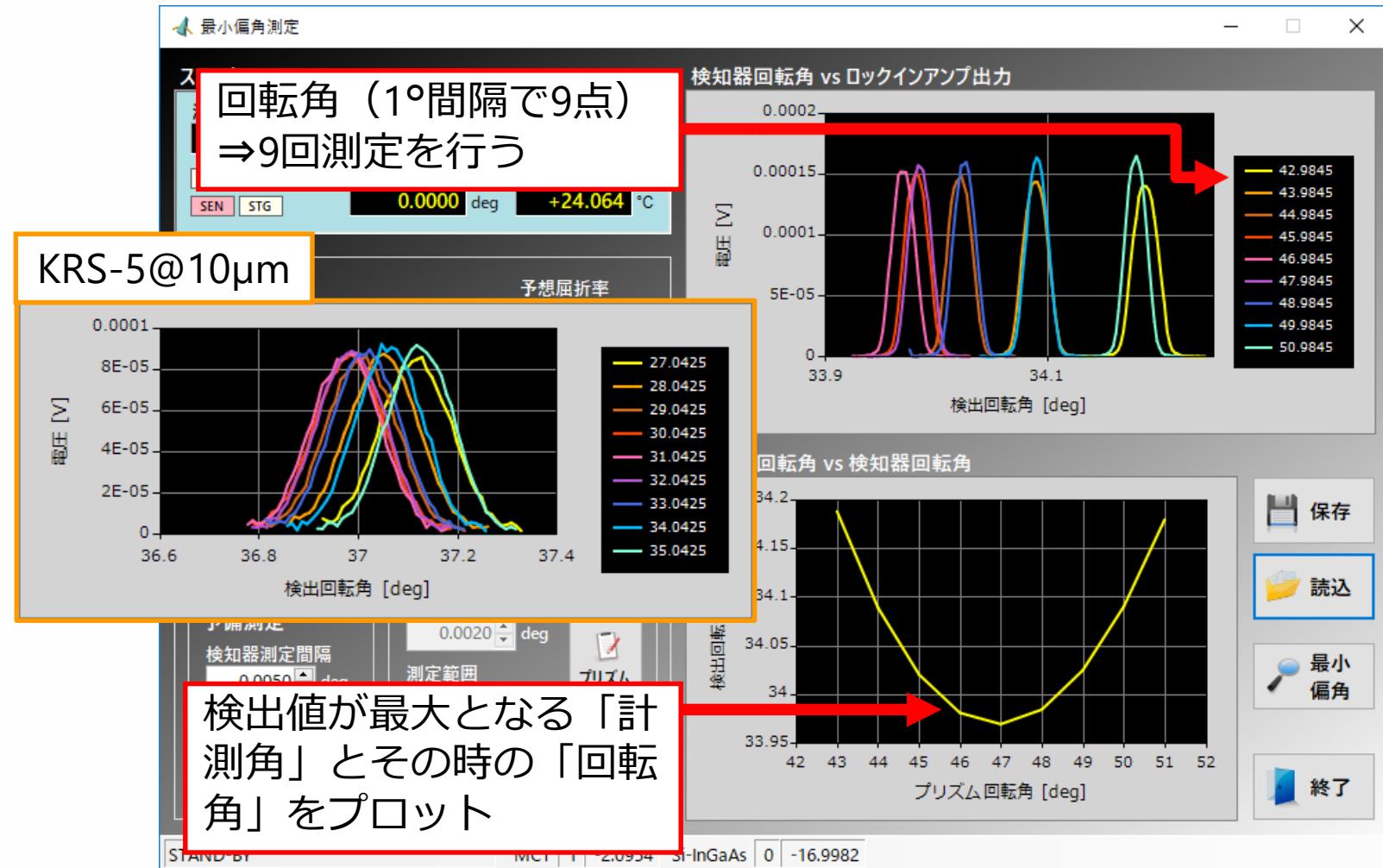


変曲点（極小値）を求めれば
最小偏角 δ_{min} が求まる



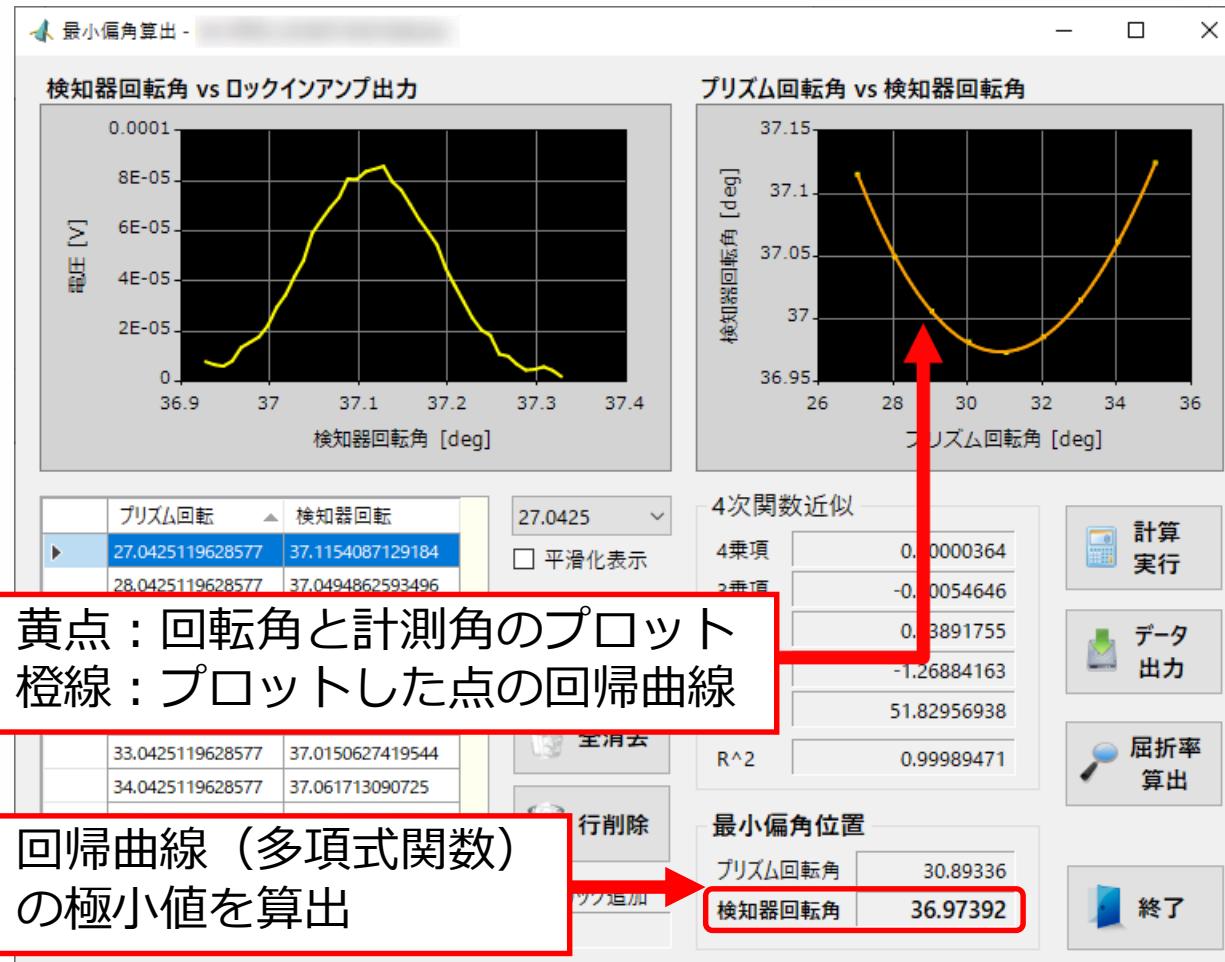
最小偏角測定

・測定画面



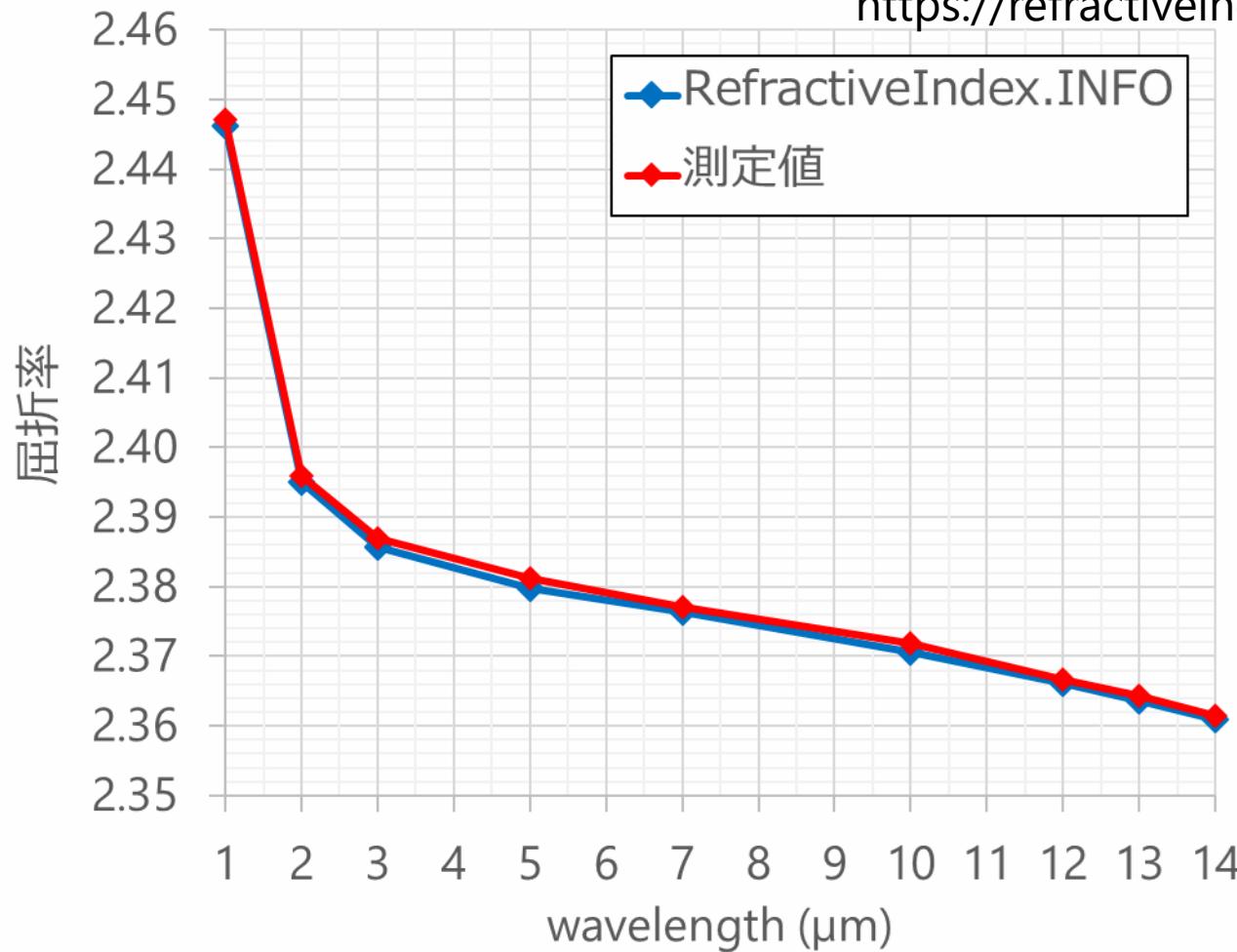
最小偏角測定

・ 最小偏角の算出



KRS-5の屈折率測定結果

RefractiveIndex.INFO
<https://refractiveindex.info/>



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

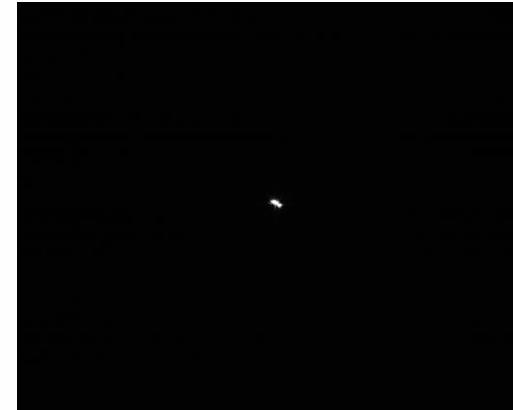
・オートコリメータのレーザー反射像

石英 (面精度 $\lambda/10$)

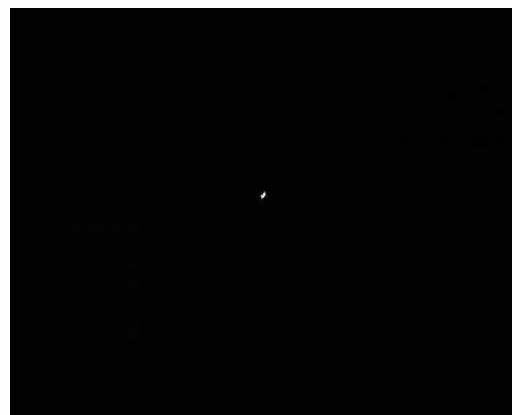


直角面

KRS-5 (面精度 $\lambda/4$)



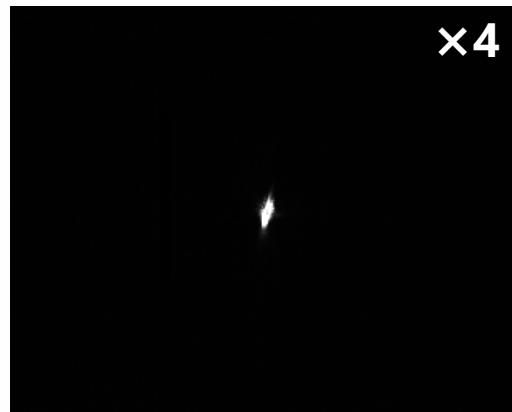
斜面



サンプルの面精度

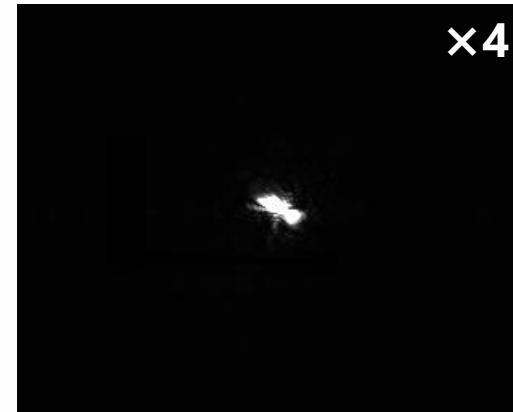
- オートコリメータのレーザー反射像

石英 (面精度 $\lambda/10$)

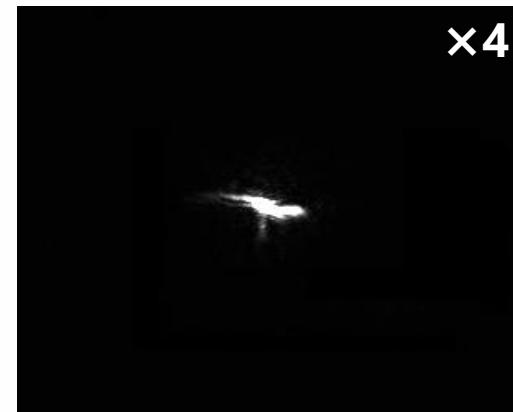
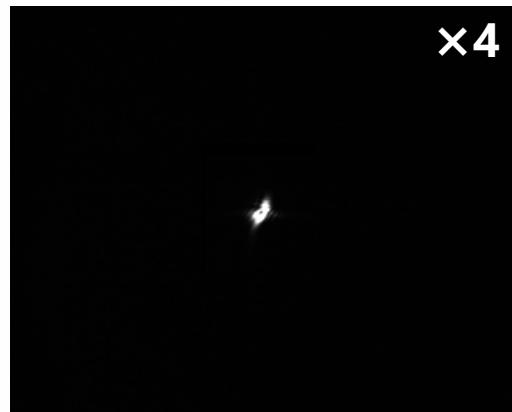


直角面

KRS-5 (面精度 4λ)

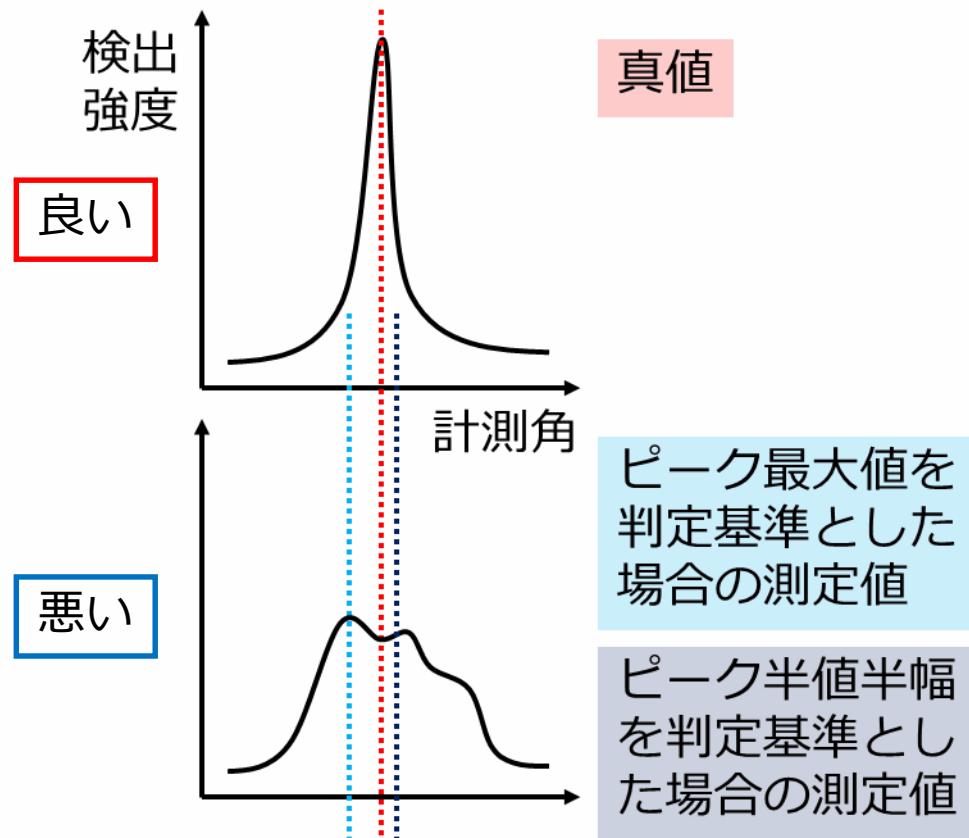


斜面



屈折率の誤差要因

・ 面精度による影響

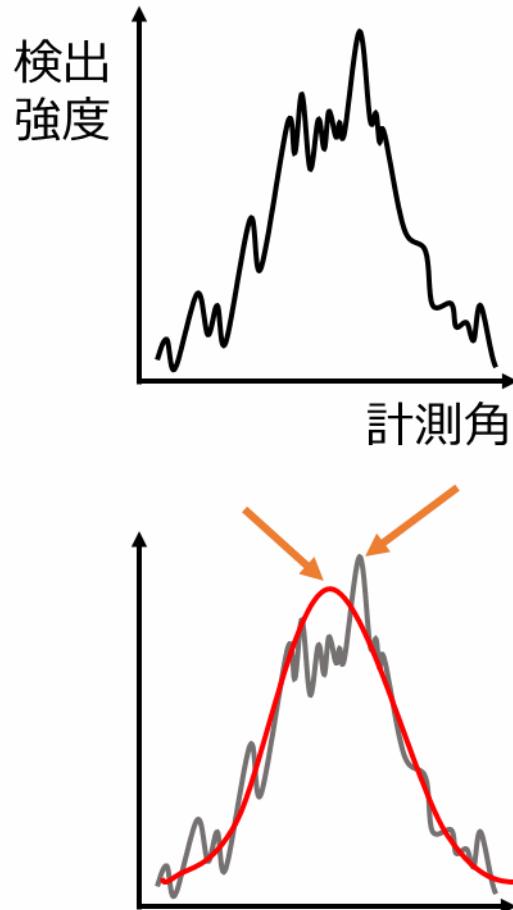


面精度の悪さによって得られる角度が真値からずれる可能性がある

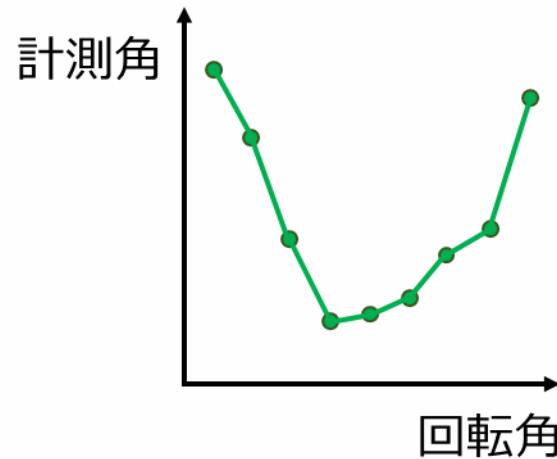
↓
屈折率に誤差が生じる

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クトップの判定方法によって得られる角度が変わることの可能性がある



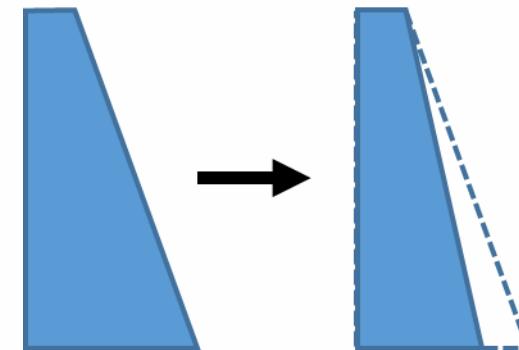
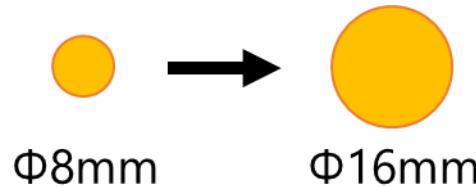
→ 再現性や信頼性が低い

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 : 0.78μm～25μm
測定原理 : 最小偏角法

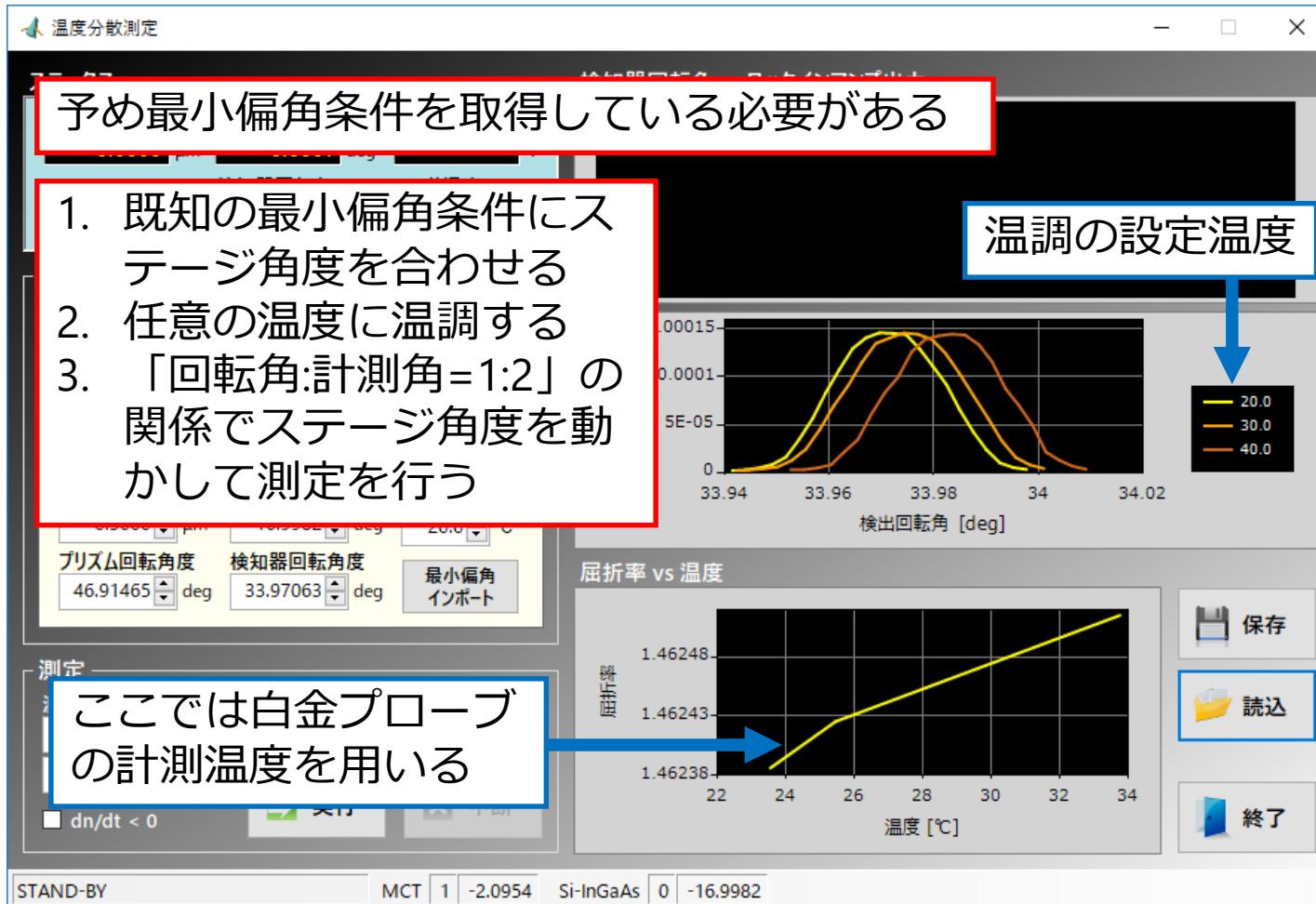
上記に準じるJIS規格が検討中



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



参考

• 波長依存測定例

