

## 高通量光学组件测试

使用配备固体自动进样器的 Agilent Cary 7000 全能型分光光度计 (UMS)



### 作者

Travis Burt

Farinaz Haq

安捷伦科技有限公司

### 前言

高质量多层光学镀膜的制造商需要使用可靠的方法来准确测量薄膜材料的光学性能。传统方法通过两次单独的测量来实现：垂直入射透射率 (T)，通常在分光光度计的样品室内进行测量，以及近法线反射率 (R) 测量，这需要使用单独的反射附件。由于在 R 和 T 测量之间的仪器配置变化期间样品重新定位，因此使用这种方法很难确保两次测量都在样品上的同一部位。而 Cary 7000 UMS 解决了这一难题，可在样品表面完全的同一点处测量多角度透射率和绝对反射率，无需重新定位样品。此方法可以避免采用不同 %R 和 %T 测量技术时通常由入射角 (AOI) 细微变化引起的系统误差。

## 光学薄镀膜的 QA/QC

光学薄镀膜的有效质量保证和质量控制 (QA/QC) 基于镀膜过程中和完成时进行的准确光谱测量。目前的 QA/QC 测试通常仅限于为测试目的引入镀膜工艺的代表性见证片 (witness pieces)。在大批量多样品测试中，每次分析的成本过高，因此见证片测试比大量成品的综合测试更受欢迎。

在本研究中，我们使用配备安捷伦固体自动进样器的安捷伦 Cary 7000 UMS 对多个未镀膜的熔融石英样品进行自动化、无人值守的多角度 R/T 分析，从而提高了分析效率并降低了每次分析的成本。

## 实验部分

### 仪器

- Agilent Cary 7000 全能型分光光度计
- 安捷伦固体自动进样器

Cary 7000 UMS 是最新一代高性能 UV-Vis-NIR 分光光度计，专为波长范围为 250-2500 nm 的多角度光度光谱 (MPS) 应用而设计。MPS 测量样品的绝对反射率和/或透射率，角度范围从近法线入射角到倾斜入射角<sup>[1]</sup>。UMS 可在不同角度下测量样品同一部位的透射率和绝对反射率。透射率可以通过入射到样品上的线偏振光来测量，然后以样品为轴将检测器旋转到反射光的位置来测量反射率。UMS 还能用作测角分光光度计，测量非镜面反射表面的漫反射率和半透明材料的漫透射率。添加的自动偏振器有助于进一步实现 S、P 或用户指定偏振角的准确测量。

Cary 7000 UMS 的 Cary UMA 配件（通用型测量附件）是为现有 Cary 4000/5000/6000i UV-Vis-NIR 分光光度计用户提供的升级选项。

固体自动进样器是独立控制的样品支架，专为 Cary 7000 UMS 和 UMA 设计。如图 1a 所示，它可以固定在 Cary 7000 UMS 测量室内部。除 UMS 提供的入射角 (AOI) 控制 ( $\theta$ ) 外，固体自动进样器还提供了两个额外的自由度，即入射光束轴 ( $I_0$ ) 的径向 (z) 和旋转方向 ( $\phi$ )。不同的样品支架可装载多个样品（最多 32 × 1 英寸直径，图 1b）或单个大直径样品（8 英寸直径）。

研究表明，纳入超出近法线入射角度的 MPS 数据可以更好地执行复杂薄膜的逆向工程<sup>[2]</sup>。此外，多角度光度光谱数据还提供了电介质薄膜中总损耗振荡的信息<sup>[3]</sup>。使用 Cary 7000 UMS 执行的 MPS 测量已被用于验证和优化在镀膜生产运行期间应用的逆向工程策略<sup>[4]</sup>。



图 1a. 安装有固体自动进样器的 Cary 7000 UMS 测量室俯视图



图 1b. 多样品支架，可安装多达 32 × 1 英寸直径的样品

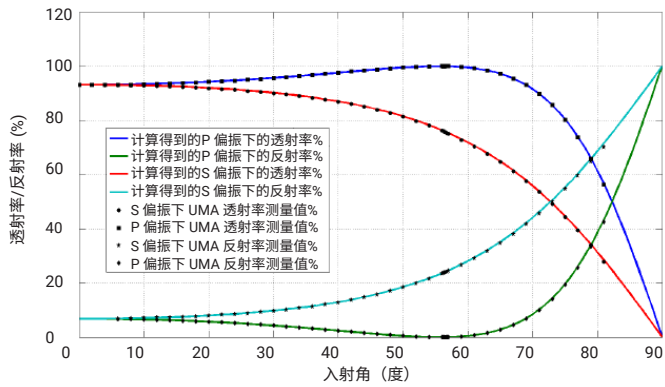


图 2. 将 1 mm 厚石英样品板的绝对反射率和透射率作为入射角的函数。实线根据菲涅耳方程计算得出，符号是使用 Cary 7000 UMS 测量的值。测量波长：500 nm；熔融石英样品的物理尺寸将 AOI 范围限制在 0–82°

## 结果与讨论

### 单个样品分析

使用 Cary UMS 提供 1 mm 厚熔融石英（同一样品部位）的绝对镜面反射率和直接透射率的连续多角度测量结果，无需重新定位样品（图 2）。这种对 1 mm 厚熔融石英板的透射率和反射率的简单测量，分别在 S 偏振光和 P 偏振光的 0 至 82° 透射角和 6 至 82° 反射角下进行。在样品表面入射光束不偏离的情况下，石英样品的物理尺寸将可测量的入射角范围限制在 < 82°。显示的测量值包括前表面和内部后表面反射和透射的测量结果。各单独的点表示测量值，点下面的实线表示通过菲涅耳方程预测的总反射率和总透射率：

s 偏振光和 p 偏振光的反射 (R) 和透射 (T) 系数

$$R_s = \left| \frac{n_1 \cos \theta_i - n_2 \cos \theta_t}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \cos \theta_t} \right|^2 \quad R_p = \left| \frac{n_1 \cos \theta_t - n_2 \cos \theta_i}{n_1 \cos \theta_t + n_2 \cos \theta_i} \right|^2$$

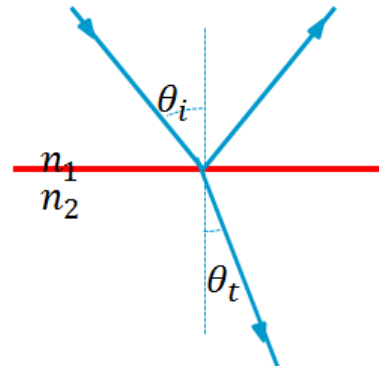
$$T_s = 1 - R_s \quad T_p = 1 - R_p$$

$n_1$  = 入射介质的折射率

$n_2$  = 样品的折射率

$\theta_i$  = 入射角

$\theta_t$  = 透射角



其中  $n_1$  为 1.00（空气）， $n_2$  为由塞尔迈尔方程计算得出的熔融石英的折射率：

$$n_2(\lambda) = 1 + \sum_i \frac{B_i \lambda^2}{\lambda^2 - C_i}$$

$\lambda$  = 波长

$B_i$  和  $C_i$  = 塞尔迈尔系数

塞尔迈尔系数通常随透明材料的光学数据表一起提供。

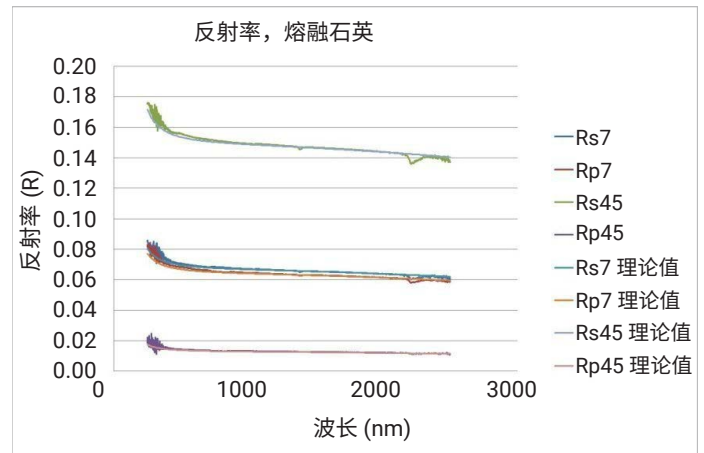


图 3a. 熔融石英在多样品支架的样品位置 #1 处的反射率。理论线根据菲涅耳方程计算。使用配备固体自动进样器的 Cary 7000 UMS 测量结果

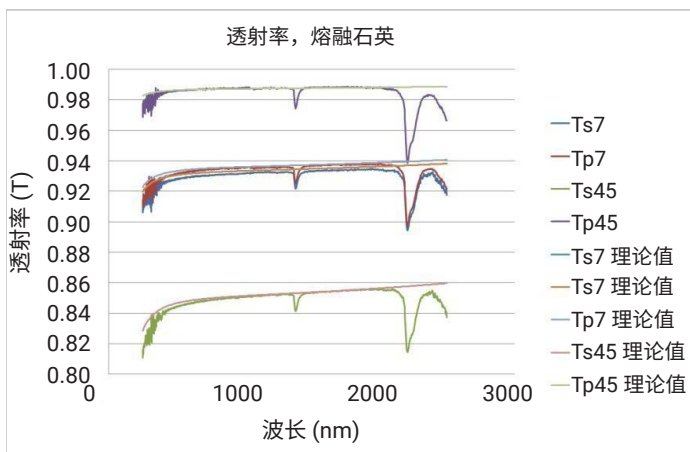


图 3b. 熔融石英在多样品支架的样品位置 #1 处的透射率。理论线根据菲涅耳方程计算。使用配备固体自动进样器的 Cary 7000 UMS 测量结果

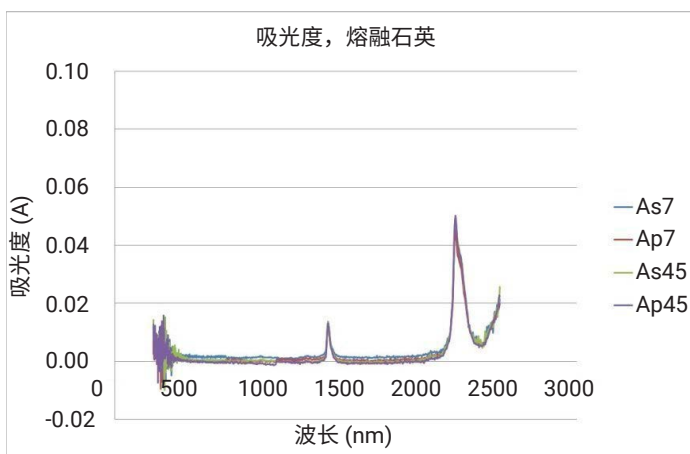


图 3c. 熔融石英在多样品架的样品位置 #1 处的吸光度 (A)。吸光度数据使用 T 和 R 数据，通过  $A = 1 - R - T$  公式计算得出。除了约 1400 nm 处的水吸光度谱带外，500–2000 nm 间的吸光度数据预计约为 0.00

## 多样品分析

使用固体自动进样器可将 MPS 测量从单片熔融石英扩展到 11 片未镀膜的熔融石英 (38 mm × 42.5 mm × 1 mm)，波长范围为 250–2500 nm。在 S 偏振光和 p 偏振光下，在 AOI ±7° 和 AOI ±45° 下测量每个样品的 R 和 T 值。采集数据后，自动平均正 (+) 和负 (-) 收集角度，最终光谱表示为 Ts7、Rs7、Tp7、Rp7、Ts45、Rs45、Tp45、Rp45。每个样品 16 个光谱所需的采集时间约为 40 分钟，11 个样品的总采集时间不到 8 小时。数据在一次无人值守的过夜运行中采集，没有进一步的用户干预。吸光度定义为，

$A = 1 - R - T$ ，用于每个角度和偏振的计算。

样品 #1 的全光谱范围结果如图 3a、3b 和 3c 所示，在多种信号水平、角度、偏振状态和波长范围内与理论结果保持一致。残差计算为中心波长 1500 nm 处的值与菲涅耳理论值的差异，如表 1 所示。

可能会影响这些测量的准确度的因素包括，系统对称性的残余不确定性、样品安装和仪器的长期漂移。

- 对正 (+) 角和负 (-) 角的光谱数据取平均值，以帮助校正测量中的任何光学不对称性
- 样品通过其正面相对于精密机械加工表面的周长来定位。然后将样品夹在两个板之间，帮助确保样品可以重复定位并垂直于入射光束  $I_0$ 。
- 全自动数据采集在无人值守的情况下进行，无需打开测量室。在分析 11 个样品之前采集初始基线数据。未应用漂移校正

获得数据的质量以及测量结果与理论结果之间良好的一致性表明，系统的重现性和稳定性足以进行全自动和无人值守的数据采集，并且 Cary 7000 UMS 的系统对称性非常接近理想状态。

表 1. 多样品支架的 11 个样品中，每个样品在 8 个收集条件下的残差计算

残差	样品编号											平均值	标准偏差
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11		
Ts7	0.01	-0.01	-0.02	-0.01	-0.01	-0.01	-0.02	-0.03	-0.03	-0.05	-0.07	0.02	0.019
Rs7	-0.06	-0.05	-0.06	-0.06	-0.05	-0.06	-0.06	-0.05	-0.05	-0.07	-0.05	0.06	0.005
Tp7	0.00	-0.02	-0.02	-0.01	-0.02	-0.03	-0.04	-0.05	-0.06	-0.08	-0.10	0.04	0.030
Rp7	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.01	0.02	0.004
Ts45	-0.04	-0.06	-0.07	-0.07	-0.05	-0.07	-0.08	-0.08	-0.09	-0.10	-0.12	0.08	0.024
Rs45	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.16	-0.17	-0.17	-0.17	0.16	0.004
Tp45	-0.04	-0.05	-0.06	-0.05	-0.05	-0.06	-0.07	-0.08	-0.09	-0.11	-0.14	0.07	0.031
Rp45	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.02	0.03	0.002
平均值	0.04	0.05	0.05	0.05	0.05	0.06	0.06	0.06	0.07	0.08	0.09		
标准偏差	0.049	0.048	0.048	0.050	0.048	0.047	0.044	0.048	0.047	0.049	0.056		

## 结论

事实证明，配备固体自动进样器的安捷伦 Cary 7000 UMS 可对未镀膜的熔融石英进行多样品、自动化和无人值守的常规光学特性测量，测量结果与理论结果一致性良好。与非 MPS 方法所需数天相比，11 个样品仅需一次无人值守运行，总采集时间不到 8 小时。7000 UMS 可提高分析效率，大幅降低每次工业光学组件分析的 QA/QC 成本。

此外，固体自动进样器提供了多种的功能，可在各种镜面和/或漫反射样品表面的同一位置上进行绝对反射率和透射率的常规 MPS 测量。测量多种 AOI 的光谱数据可以更好地表征用于精密光学器件的材料和镀膜的性能。这些数据还可以减少镀膜参数逆向工程中的不确定性，从而帮助验证光学镀膜设计。

## 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*. Proceedings of the Optical Interference Coatings (OIC) OSA Topical Meeting, Canada, **2013**

2. Tikhonravov, A.V.; Amotchkina, T.V.; Trubetskov, M.K.; Francis, R.J.; Janicki, V.; Sancho-Parramon, J.; Zorc, H.; Pervak, V. Optical characterization and reverse engineering based on multiangle spectroscopy. *Appl. Opt.* **2012**, *51*, 245-254
3. Amotchkina, T.V.; Trubetskov, M.K.; Tikhonravov, A.V.; Janicki, V. J.; Sancho-Parramon; Razskazovskaya, O.; Pervak, V. Oscillations in the spectral behavior of total losses (1 – T – R) in the dielectric films. *Opt. Exp.* **2012**, *20*, 16129-16144
4. Amotchkina, T.V.; Trubetskov, M.K.; Tikhonravov, A.V. Schlichting, S., Ehlers, H., Ristau, D., Death, D., Francis, J.J. and Pervak, V. Quality control of oblique incidence optical coatings based on normal incidence measurement data. *Opt. Exp.* **2013**, *21*, 21508-21522 (2013)

## 更多信息

这项工作的更详细描述首次发表于 *Opt. Exp.* **2013**, *21*, 18, 21508-21522

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://www.agilent.com/chem/contactus-cn)

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

[LSCA-China\\_800@agilent.com](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

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

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。