研究論文

Received January 15, 2009; Revised August 20, 2009; Accepted September 2, 2009

# 変調 ZnSe 系白色 LED を用いた低コヒーレンス干渉計測

太田 貴之\*・中野 万作\*・椎名 達雄\*\*・伊藤 昌文\*・岡村 康行\*\*\*

\* 和歌山大学システム工学部 〒640-8510 和歌山市栄谷 930

\*\*\* 大阪大学大学院基礎工学研究科 〒560-8531 豊中市待兼山町 1-3

## Low-Coherence Interferometry Using Time-Modulated ZnSe White Light-Emitting Diode

Takayuki OHTA\*, Mansaku NAKANO\*, Tatsuo SHIINA\*\*, Masafumi ITO\* and Yasuyuki OKAMURA\*\*\*

\* Faculty of Systems Engineering, Wakayama University, 930 Sakaedani, Wakayama 640-8510

\*\* Faculty of Engineering, Chiba University, 1-33 Yayoi-cho, Inage-ku, Chiba 263-8522

\*\*\* Graduate School of Engineering Science, Osaka University, 1-3 Machikaneyama-cho, Toyonaka 560-8531

The thickness measurement of SiO<sub>2</sub> thin film was performed by low-coherence interferometry using time-modulated ZeSe white light-emitting diode. The blue light component and the fluorescence component were separated at more than the time-modulation frequency of 500 kHz. The coherent length of the fluorescence component was approximately 1.6  $\mu$ m and it corresponded to the theoretical value. SiO<sub>2</sub> films with thickness of the order of 1  $\mu$ m were successfully measured by using the interference of fluorescence component.

Key words: low-coherence interferometry, white light-emitting diode, thickness measurement

## 1. はじめに

低コヒーレンス干渉法は、微小距離の測定や物体の微細 な構造や形状、屈折率などを計測する手法として開発され てきた。工学分野では、基板の膜厚や屈折率<sup>1)</sup>、温度<sup>2,3)</sup>、 ひずみ<sup>4)</sup>計測などに応用されている。また、非破壊、非侵 襲、高空間分解能で内部計測が可能なことから、眼底検 査<sup>5,6)</sup> や血管診断システム<sup>7)</sup> などの生体組織の断層画像を 得る光コヒーレンストモグラフィー (optical coherence tomography: OCT) として実用化されている。

低コヒーレンス干渉計において,光の干渉はビームスプ リッターから計測対象への光路長と参照ミラーへの光路長 の差がゼロのときを中心にコヒーレンス長以内でのみ起こ る.すなわち,計測対象が透明であるとき,その屈折率境 界面からの反射光により複数の干渉縞が生じる.これらの 干渉縞のピーク間隔を解析することにより,膜厚計測が可 能となる.そのため,低コヒーレンス干渉計の深度方向の 測定分解能は光源に依存し,光源がガウス型スペクトルの 場合のコヒーレンス長は以下の式で表される.

$$l_{\rm c} = \frac{2\ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \tag{1}$$

ここで $\lambda_0$ は中心波長,  $\Delta \lambda$ はスペクトル幅(半値全幅)で ある.式(1)より、コヒーレンス長すなわち測定分解能 は、光源のスペクトル幅と波長に依存しており、光源の スペクトル幅が大きいほど、また波長が短いほど小さく なる.

低コヒーレンス干渉計の光源として,スーパールミネセ ントダイオード (super luminescent diode: SLD) が幅広 く用いられており,コヒーレンス長はおよそ 10~20 µm である.低コヒーレンス干渉計の測定分解能を向上させる ためには,コヒーレンス長の小さい光源や測定法の開発が 不可欠となる.光源として,複数の LED 光を合波させて それぞれの LED 光の自己相関関数の和を用いたもの<sup>8,9)</sup>, 熱光源<sup>10,11)</sup>,スーパーコンティニュウム光<sup>12,13)</sup> などがあ る.また,近年 OCT 分野では、単一波長走査型光源を用

<sup>\*\*</sup> 千葉大学工学部 〒263-8522 千葉市稲毛区弥生町 1-33

E-mail: ohta@sys.wakayama-u.ac.jp



Fig. 1 Schematic illustration of emission of white LEDs. (a) ZnSe-based white LED, (b) GaN-based white LED.

いた OCT が研究されており, swept-source<sup>14,15)</sup> やフーリ エドメインモードロッキング方式<sup>16)</sup>の光源などさまざま な研究が報告されている。しかし,複数の LED 光を合波 させたものは,分散性媒質の計測時にそれぞれの自己相関 関数のゼロ次位置がずれること,またその他の光源は高価 で大掛かりなシステムになるといった欠点をもっている。 そこで,われわれは,安価で容易に高分解計測が期待でき る白色 LED に注目した。

Fig. 1 (a) に、本研究で用いた ZnSe 系 白色 LED (WZB-52:住友電気工業(株))の構造を, Fig. 1 (b) に広 く市販されている GaN 系白色 LED の構造を示した17,18). ZnSe 系白色 LED はn型 ZnSe 基板上にエピタキシャル 成長させた ZnSe 系 LED の 480~490 nm の EL (electro luminescence)の青色光と、その光を励起光とした基板中 の不純物(ドーパント)による 585 nm をピークとする緑 から赤に至る幅広い自己活性化発光(蛍光)の合成により 高輝度の白色光が発せられる。一方で, GaN 系白色 LED は GaN (gallium nitride) 系青色 LED チップの表面に YAG (yttrium aluminum garnet) 蛍光体が分散した樹脂 を塗布し、チップから放出された青色光の一部を YAG 蛍 光体に吸収させて黄色光に変換し (PL: photo luminescence),直接外に向かった青色光と混合させることで白 色光を得ている19). Fig. 2 に、本研究で用いた ZnSe 系白 色 LED のスペクトルを示す。490 nm 付近の EL 起因の青



intensity (a.u.)

Fig. 2 Emission spectrum of ZnSe-based white LED.

色光と,600 nm をピークとした幅広い自己活性化発光起 因の蛍光色が発光していることがわかる。ZnSe 系白色 LED の特徴として長寿命・高速応答・低消費電力・小型 軽量等が挙げられ,安価で扱いの容易な光源である。

本研究では、ZnSe 系白色 LED の青色光と蛍光の発光 原理の違いに起因する変調応答速度の違いに着目し た<sup>20,21)</sup>.適当な周波数のパルス変調をかけて ZnSe 系白色 LED を発光させることにより、青色光と蛍光成分に分離 し、ブロードな発光スペクトルを示す蛍光成分のみを抽出 した。この変調 ZnSe 系白色 LED 光源の蛍光成分を用い た低コヒーレンス干渉計により SiO<sub>2</sub> 薄膜の膜厚計測を行 った.

#### 2. ZnSe 系白色 LED の変調特性

ZnSe 系白色 LED はその構造と原理から、駆動電流の 振幅変調をすることによって青色の EL 発光と蛍光の自己 活性化発光の応答速度が異なる. そのため, パルス電流を 印加し振幅変調をかけることで、発光色の分離が可能とな る. Fig. 3 に (a) 50 kHz および (b) 300 kHz の振幅変調 をかけたときの青色光発光と蛍光の強度を示す。青色光は 492 nm, 蛍光は 590 nm の強度を測定した。青色光応答は 印加パルスの形を保持しており, EL 発光が印加電流に対 してリニアに応答していることがわかる。90%の強度ま での立ち上がり時間が約80nsである一方で、蛍光応答は 約2µsである。このことから、青色光応答に対して蛍光 応答は約25倍の時間を要しており、応答性にかなりの差 があることがわかる。 蛍光応答が遅い理由として, 青色 EL 光が基板中のドーパントを励起したのち,自己活性化 発光を生じるという発光原理に起因していることが挙げら れる。また、発光している ZnSe 系白色 LED への電流の 印加を止めると、青色光はほぼ即時に消光を完了するが、 蛍光はゆっくり消光していく. このことから, 蛍光が消光



Fig. 3 Pulse waveforms of blue light and fluorescent light. (a) 50 kHz, (b) 300 kHz.

しきらないうちに再び電流を印加し発光させると、蛍光は 連続発光を示す状態にすることができ、青色光は電流の 印加と同期して連続発光する.Fig.3 (b)のように約300 kHz以上のパルスを印加すると、白色光(青色光+蛍光) と蛍光が交互に現れる色分離状態にすることができる.す なわち、コヒーレンス長の短い蛍光スペクトルのみを用い た干渉計測が可能となった。Fig.4は、印加したパルスの 変調周波数と ZnSe 系白色 LED の光強度の関係をオシロ スコープで観測したものである。帯状信号の上側が白色光 の強度を,下側が蛍光の強度を示している。変調周波数が 500 kHz 付近まで増加するにつれて白色光の強度は小さ くなり、蛍光の強度は大きくなっていることがわかる。こ れは, 蛍光成分の応答が印加電流の変調に追従できないた めに、上述のように変調周波数が増加するに従い、連続発 光状態になるためである。変調周波数が100,300,500 kHz における白色光強度に対する蛍光強度の割合は、そ れぞれ 39%, 51%, 57% となった。したがって, 白色光 成分に対して相対的に大きな蛍光成分の干渉波形が得られ るため、蛍光成分を用いた干渉計測の精度が向上する。ま た,変調周波数 500 kHz 以上では,白色光と蛍光の強度 の割合にほぼ変化がなかった。これらの結果から、本研究 では変調周波数 500 kHz を用いた。

## 3. 干涉 実 験

## 3.1 実験方法

Fig. 5 に ZnSe 系白色 LED を用いた干渉計測の光学系 を示す.用いた ZnSe 系白色 LED の出力は 1.9 mW であ る.また,変位計測用光源として波長 850 nm の近赤外 laser diode (LD)を用い,LD の干渉フリンジ数をカウン トすることにより ZnSe 系白色 LED の干渉波形のピーク 間隔,すなわち計測サンプルの膜厚を算出した.ZnSe 系 白色 LED 光および LD 光は誘電多層膜ビームスプリッタ ーで分割され,それぞれ Si-PIN フォトダイオード (PD) と光電子増倍管 (PMT)で測光した.両光源の光路の位 置の違いを利用して,サンプルアームにおいて ZnSe 系白 色 LED 光は計測サンプルにより,近赤外 LD 光は計測ミ ラーによりそれぞれ反射させた.また,PMT の前にバン



Time [20ms/div]

Fig. 4 Dependence of modulation frequency on emission intensities of white light and fluorescent light.



Fig. 5 Experimental set up for low-coherence interferometry using time-modulated ZnSe-based white LED. LED: light emitting diode, LD: laser diode, PD: photo detector, PMT: photomultiplier, BPF: band pass filter.

ドパスフィルター (BPF) を入れることにより, ZnSe 系白 色 LED 光を除去した。参照ミラーの走査速度は 80 µm/s とした。

## 3.2 ZnSe 系白色 LED の干渉波形

Fig. 6 に変調をかけない場合の ZnSe 系白色 LED の干 渉波形を示す.干渉波形全体は光路長で約16 µm となり, そのエンベロープはガウス型とは異なった概形をしてい る.これは,ZnSe 系白色 LED の干渉波形が青色光成分 と蛍光成分の干渉波形の合成によりできているためであ る.また,各色成分の干渉波形のピーク位置が互いにずれ ていることがわかる.このずれは,誘電多層膜中や分散性 媒質中における青色光成分と蛍光成分の屈折率が異なるた め波長分散を生じ,干渉のピーク位置がずれるものと考え られる.

前章で示したように, ZnSe 系白色 LED にパルス変調



Fig. 6 Interference waveform of ZnSe-based white LED.

をかけることにより、白色(青色光+蛍光)と蛍光に分離 することができた.この結果から、スペクトル幅の広い蛍 光のみの干渉波形を抽出することにより、低コヒーレンス 干渉を用いた計測を分解能よく行うことができる。Fig. 7 に、本研究で用いた計測システムのブロック図を示す.変 調白色 LED 光源を用いた干渉計の干渉信号と変調用参照 信号を積演算することにより、白色成分の干渉波形が得ら れる.また,変調用参照信号を反転させ干渉信号と積演算 することにより、 蛍光成分の干渉信号が得られる. そし て,得られた白色成分から蛍光成分の干渉波形を差分演算 することにより, 青色光成分の干渉信号を得ることができ る. Fig. 8 (a) に変調 ZnSe 系白色 LED の干渉波形を示 す. 上側に白色成分干渉波形が, 下側に蛍光成分干渉波形 が現れていることがわかる。これは, Fig. 3 でみられるよ うに青色光成分と蛍光成分が混ざり白色成分となる光強度 と、 蛍光発光成分の光強度の差があるためである。 下側の 干渉波形をなす蛍光は変調に追従できず連続発光状態にな るため、グランドからのオフセット成分は蛍光成分とな る。ゆえに、変調白色 LED 光源の干渉波形は、上側が白 色成分の干渉で下側が蛍光成分の干渉となる。この測定し た干渉波形から,上述の処理を用いて分離した白色光成



Fig. 7 Block diagram for separating the interferences of white light, blue light, and fluorescent light from measurement result.



Fig. 8 Interference waveforms of time-modulated ZnSebased white LED. (a) Measured interference waveform, (b) white light, (c) blue light, (d) fluorescent light.



Intensity [a.u.]

ground

Fig. 9 Interference waveforms of time-modulated ZnSebased white LED on  $SiO_2$  thickness of 2015 nm. (a) Measured interference waveforms, (b) fluorescent light, (c) Gaussian fitting of interference (b).

分,青色光成分,蛍光成分の干渉波形をそれぞれ Fig. 8 (b)~(d) に示す.Fig. 8(d) のように,蛍光干渉波形の 各フリンジのピーク位置から,ガウス分布を仮定したエン ベロープ処理を行った結果,コヒーレンス長(ここでは干 渉波形の半値全幅とした)は約1.6μmとなり,変調をか けない ZnSe 系白色 LED を用いた干渉波形より,コヒー レンス長を短くすることができた.Fig. 2から蛍光スペク トルの中心波長を 600 nm,半値幅を 120 nm とすると, 式(1)からコヒーレンス長は約1.32μm となり,概ね計 測結果と理論値が一致する結果が得られた.これにより,



Fig. 10 Interference waveforms of time-modulated ZnSebased white LED on  $SiO_2$  thickness of 1043 nm. (a) Measured interference waveforms, (b) fluorescent light, (c) Gaussian fitting of interference (b).

変調 ZnSe 系白色 LED を用いれば、高分解能の干渉計測 が可能であることを示した。

#### 3.3 変調 ZnSe 系白色 LED を用いた厚さ計測

変調 ZnSe 系白色 LED を用いて,SiO<sub>2</sub> 薄膜の厚さを計 測した.サンプルは,Si 基板上にSiO<sub>2</sub> 薄膜を堆積したも のを用いて,SiO<sub>2</sub> 薄膜の厚さを変えて行った.Fig.9に, SiO<sub>2</sub> 薄膜が 2015 nm のときの結果を示す.SiO<sub>2</sub> 薄膜の膜 厚は触針段差計で測定し,5回測定の平均値である.測定 値のばらつきは 10 nm 程度であった.Fig.9(a)は,変調 ZnSe 系白色 LED を用いて SiO<sub>2</sub>/Si 界面から SiO<sub>2</sub> 表面で



Fig. 11 Thickness measurement of  $SiO_2$  film using time-modulated ZnSe-based white LED.

測定された低コヒーレンス干渉波形と、LD によるフリン ジカウント用の干渉波形である. Fig. 9 (b) は, Fig. 7 の アルゴリズムを用いて抽出された蛍光成分の干渉波形であ る. この干渉波形は,抽出時に9項の移動平均を10回繰 り返すことにより、ノイズ除去を行った。この干渉波形を 2乗し、各フリンジのピーク位置からガウス分布を仮定し エンベロープ処理を行ったものが Fig. 9 (c) である. この エンベロープのピーク間隔から SiO<sub>2</sub> 薄膜の膜厚を算出し た結果, 2012 nm であった. また, このとき, ZnSe 系白 色 LED の干渉波形のピーク間隔を計測するための LD 干 渉フリンジのピーク位置のばらつきは約80 nm であった. 次に Fig. 10 に厚さ 1043 nm の SiO<sub>2</sub> 薄膜における結果を 示す. Fig. 10 (c) より, 変調 ZnSe 系白色 LED の蛍光成 分を用いて算出した SiO<sub>2</sub> 薄膜は 1106 nm と算出された. これらの結果を用いて, Fig. 11 に触針段差計で測定した 1~2 µm の SiO<sub>2</sub> 薄膜の厚さと,それらを変調 ZnSe 系白 色 LED による低コヒーレンス干渉計で計測した結果を示 す。横軸が段差計で測定した SiO<sub>2</sub> 薄膜の厚さで、縦軸が 変調 ZnSe 系白色 LED を用いて測定した SiO<sub>2</sub> 薄膜の厚 さである。段差計で測定した SiO<sub>2</sub> 薄膜の厚さと変調 ZnSe 系白色 LED を用いた測定値が、ほぼ線形に対応し ている結果が得られた。干渉計を用いた測定誤差の原因と しては、干渉波形の S/N 比が低いことと、Fig. 10 (a) か らわかるように、 ミラースキャナーの速度むらなどが原因 で、LD 干渉波形がきれいな正弦波になっていないことが 挙げられる。また、段差計の精度、ウエットエッチング時 の表面粗さ等も誤差の一因になっていると考えられる。以 上の結果より、変調 ZnSe 系白色 LED 光源を用いた低コ ヒーレンス干渉計により1µmオーダーのSiO₂薄膜の膜 厚計測が可能であることを示し,また大掛かりな光源を用

いない簡易な構成の干渉計で高分解能を達成した。

#### 4. ま と め

変調 ZnSe 系白色 LED を用いた低コヒーレンス干渉計 によって,安価で高分解能に膜厚を計測する手法を提案し た.本手法では、ZnSe系白色 LED の青色光と蛍光の発 光原理の違いに起因する変調応答速度に着目した。ZnSe 系白色 LED を約 50 kHz 以上のパルス変調で点灯させる と白色光(青色光+蛍光)と蛍光が交互に現れる色分離状 態にすることができることを見いだした。変調周波数500 kHz においてブロードな発光スペクトルを示す蛍光成分 のみを抽出することに成功し、その蛍光成分のみを用いた 干渉波形のコヒーレンス長は約1.32 µm となった.この 蛍光成分を用いた低コヒーレンス干渉計により、1µmオ ーダーのSiO<sub>2</sub>薄膜の膜厚計測を行うことができた。今 後, S/N 比の改善などを行うことで, 簡易な構成の低コ ヒーレンス干渉計システムを用いた光学パラメーター計測 等や半導体基板の温度計測などの応用を,高精度,高分解 能に行うことが可能になる。

#### 文 献

- M. Haruna, M. Ohmi, T. Mitsuyama, H. Tajiri, H. Maruyama and M. Hashimoto: "Simultaneous measurement of the phase and group indices and the thickness of transparent plates by low-coherence interferometry," Opt. Lett., 23 (1998) 966–968.
- 2) K. Takeda, Y. Tomekawa, T. Shiina, M. Ito, Y. Okamura and N. Ishii: "Temperature-measurement system using optical fiber-type low-coherence interferometry for multilayered substrate," Jpn. J. Appl. Phys., 43 (2004) 7737-7741.
- 3)太田貴之,伊藤昌文:"低コヒーレンス干渉計を用いたプラ ズマプロセス中の基板温度計測技術",計測と制御,47 (2008) 403-408.
- L. Yuan, L. Zhou and W. Jin: "Quasi-distributed strain sensing with white-light interferometry: A novel approach," Opt. Lett., 25 (2000) 1074-1076.
- 5) D. Huang, E. A. Swanson, C. P. Lin, J. S. Schuman, W. G. Stinson, W. Chang, M. R. Hee, T. Flotte, K. Gregory, C. A. Puliafito and J. G. Fujimoto: "Optical coherence tomography," Science, 254 (1991) 1178-1181.
- 6) B. E. Bouma and G. J. Tearney, ed.: *Handbook of Optical Coherence Tomography* (Marcel Dekker, New York, 2002).
- A. Mariampillai, B. A. Standish, E. H. Moriyama, M. Khurana, Ni. R. Munce, M. K. K. Leung, J. Jiang, A. Cable,

B. C. Wilson, I. A. Vitkin and V. X. D. Yang: "Speckle variance detection of microvasculature using swept-source optical coherence tomography," Opt. Lett., **33** (2008) 1530-1532.

- 佐藤 学,若木一郎,漆山慶一,渡部裕輝,丹野直弘:
  "Optical Coherence Tomography 用合成光源の基礎研究", レーザー研究,31 (2003) 663-667.
- Y. Zhang, M. Sato and N. Tanno: "Resolution improvement in optical coherence tomography by optimal synthesis of light-emitting diodes," Opt. Lett., 26 (2001) 205-207.
- L. Vabre, A. Dubois and A. C. Boccara: "Thermal-light full-field optical coherence tomography," Opt. Lett., 27 (2002) 530-532.
- M. Ohmi and M. Haruna: "Ultra-high resolution optical coherence tomography (OCT) using a halogen lamp as the light source," Opt. Rev., 10 (2003) 478-481.
- 12) B. Povazay, K. Bizheva, A. Unterhuber, B. Hermann, H. Sattmann, A. F. Fercher, W. Drexler, A. Apolonski, W. J. Wadsworth, J. C. Knight, P. St. J. Russell, M. Vetterlein and E. Scherzer: "Submicrometer axial resolution optical coherence tomography," Opt. Lett., 27 (2002) 1800–1802.
- 13) H. Lim, Y. Jiang, Y. Wang, Y.-C. Huang, Z. Chen and F. W. Wise: "Ultrahigh-resolution optical coherence tomography with a fiber laser source at 1 mm," Opt. Lett., **30** (2005) 1171-1173.
- 14) M. A. Choma, M. V. Sarunic, C. Yang and J. A. Izatt: "Sensitivity advantage of swept source and Fourier domain optical coherence tomography," Opt. Express, **11** (2003) 2183–2189.
- 15) Y. Yasuno, V. D. Madjarova, S. Makita, M. Akiba, A. Morosawa, C. Chong, T. Sakai, K. P. Chan, M. Itoh and T. Yatagai: "Three-dimensional and high-speed swept-source optical coherence tomography for *in vivo* investigation of human anterior eye segment," Opt. Express, **13** (2005) 10652–10664.
- 16) R. Huber, M. Wojtkowski and J. G. Fujimoto: "Fourier Domain Mode Locking (FDML): A new laser operating regime and applications for optical coherence tomography," Opt. Express, 14 (2006) 3225–3237.
- 17) K. Katayama, H. Matsubara, F. Nakanishi, T. Nakamura, H. Doi, A. Saegusa, T. Mitsui, T. Matsuoka, M. Irikura, T. Takebe, S. Nishine and T. Shirakawa: "ZnSe-based white LEDs," J. Crystal Growth, 214/215 (2000) 1064–1070.
- 18) 中村孝夫,武部敏彦: "ZnSe 系白色 LED とその応用",オプトロニクス,228 (2000) 126-131.
- 19) 石田通彰: "InGaN 系 LED とその応用",オプトロニクス, 228 (2000) 120-125.
- 20) T. Shiina, N. Izuhara, M. Ito and Y. Okamura: "Modulated white-LED interferometer," Proc. SPIE, **4920** (2002) 174– 181.
- 21) Y. Okamura, T. Shiina and M. Ito: "Characteristics of modulated white-LED and application to electrically controlled spectroscopy," Proc. SPIE, **4922** (2002) 43-50.