

平成24年度戦略的基盤技術高度化支援事業
「干渉縞直接測定方式によるナノレベルパーティクルの検出技術の開発」

成果等報告書

平成25年3月

委託者 近畿経済産業局

委託先 公益財団法人新産業創造研究機構

目 次		頁
第 1 章	研究開発の概要	1
1-1	研究開発の背景・研究目的及び目標	1
1-2	研究体制	4
1-3	成果概要	4
1-4	当該研究開発の連絡窓口	6
第 2 章	本文	
2-1	バブル発生対応の実験ラインの開発	7
2-1-1	概要	7
2-1-2	作動	7
2-1-3	成果と課題	8
2-2	バブルによる干渉縞の理論的解析	10
2-2-1	実験装置および実験方法	10
2-2-2	実験結果	12
2-2-3	干渉縞発生メカニズムの検討	22
2-3	バブル対応パーティクル検出器の開発	23
2-3-1	概要	23
2-3-2	作動	23
2-3-3	成果と課題	28
2-4	高温薬液対応の実験ラインの開発	29
2-4-1	高温対応実験ラインの概要	29
2-4-2	作動	30
2-5	高温薬液対応パーティクル検出器の開発	32
2-5-1	概要	32
2-5-2	作動：薬液試験	32
2-5-3	成果と課題：薬液試験	34
2-5-4	作動：高温試験	34
2-5-5	成果と課題：高温試験	36

2-6	紫外線レーザー対応部材選定	37
2-6-1	概要	37
2-6-2	部材に関して	37
2-6-3	実験環境の構築	40
2-7	超純水対応パーティクル検出器の開発	41
2-7-1	概要	41
2-7-2	差動	41
2-7-3	266 nm における 50 nm PLS 検出困難な原因に関する検討	49
2-7-4	結論	52
第3章 全体総括		
3-1	各サブテーマの研究開発成果および今後の課題に関して	53
3-1-1	バブル発生対応の実験ラインの開発	53
3-1-2	バブルによる干渉縞の理論的解析	53
3-1-3	バブル対応パーティクル検出器の開発	53
3-1-4	高温薬液対応の実験ライン開発	54
3-1-5	高温薬液対応パーティクル検出器の開発	54
3-1-6	紫外線レーザー対応部材選定	54
3-1-7	超純水対応パーティクル検出器の開発	54
3-2	事業展開に関して	55

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究開発目的及び目標

今後、ますます微細化・短時間化・低コスト化が進む電子デバイス製造に対し、洗浄に用いられる超純水や薬液に含まれる微粒子（パーティクル）は川下企業製品の歩留まりを悪化させる重要な形成阻害要素であり、川下企業のニーズに対応した、流体中の微小物体の計数技術を開発する。これまで、干渉縞方式による100nmまでのパーティクル計測技術の開発を行っているが、本事業では実用化のための開発課題として、下記の3点を挙げる。

- バブルと固体パーティクルの分別
- 高温薬液対応（バブルの混入した165℃薬液中で、100nm以上のパーティクルの計測実現）
- 超純水対応（50nm以上のパーティクルの計測実現）

開発サブテーマごとの開発内容と今年度の作業内容を以下に記す。

① バブル発生対応の実験ライン開発

微小バブルを発生させてパーティクルサンプルと共に液中に混入、循環させ、試作のパーティクルカウンターを取付けるとともに計測器類も組み込んで、バブルとパーティクルの切り分け評価試験ができる実験ラインを完成させる。

今年度は、H23年度のサブテーマ②の試験に使用した結果から、少量のバブル投入及び測定用標準粒子の投入など、バブルの発生効率向上と安定供給のための改造を行い、サブテーマ③の評価試験用に供する。

② バブルによる干渉縞の理論的解析

内部が空洞透明であるバブルと固体不透明であるパーティクルで、結像面に発生する干渉縞にどのような差異が発生するか調査を行なう。国立大学法人筑波大学が理論モデルを検討し、国立大学法人筑波大学と北斗電子工業株式会社が試験評価及び調査検証を行う。

今年度は既存の方法で用いられている平行光と本事業において対象とする集束光によって、干渉縞の発生にどのような差異があるかについて、干渉縞の挙動ならびにダイオード出力の相関を調べる実験を行うことによって、干渉縞の発生原理について理論的な検討を

行う。

平成22年度に導入した干渉縞測定評価機器の微粒子投入機能の改造及び測定光学系の改造を実施する。平成23年度に導入した集束/平行光解析装置のゼロ水製造ラインの改良を行い、100nm標準粒子での評価を行う。スクリーン投影による可視化と測定電圧による相関を明確にするため、現象解析用微粒子駆動装置を導入して、評価を実施する。

③ バブル対応パーティクル検出器の開発

発生する干渉縞を受けた受光素子が出す電気信号の特性解析を行い、発生パルス信号特性差異を際立たせる条件の探索をして、信号の形状的差異を解析して分別のデジタルロジックへ落とし込む。バブル対応試作機（機構構造&電子回路&ソフトウェア）の詳細設計&試作、評価を行い、実用に向けてのプロトタイプ機試作製造と評価並びに量産化への課題を抽出する。超純水またはバブルのみのある液に対しては計測数0を、100nmのパーティクル投入量に対して表示値は±30%以下を目標値とする。

今年度はH23年度製作の第2次試作機をサブテーマ①の実験ラインに組込んで行った評価試験の結果を反映させ、実験ラインの改造に対応して、測定液系（流速、セルサイズ）、レーザー系（レーザースポットサイズ、フォーカス位置）、受光系（PDの選定、スリットサイズ）などを変動させて、バブルとパーティクルの測定特性を取得、比較検討を行う。その成果を基に改良型の第3次試作機（高温薬液対応の第2次試作機と共用）を完成させ、評価試験を行って最終目標を達成する。

④ 高温薬液対応の実験ライン開発

『フッ酸』に耐えて、高温薬液を巡回させ、排気設備及び薬液処理設備も考慮して、耐熱性能の評価試験を可能とする実験ライン（耐熱設計温度165℃、温度調整機能付き）を完成する。

今年度は試作検出器の評価のため、H22年度に試作した高温薬液対応の実験ラインに測定用標準粒子の投入及び長期間の高温評価などができるよう、改造調整を行う。引き続き、改造した実験ラインをサブテーマ⑤の評価試験用に供する。

⑤ 高温薬液対応パーティクル検出器の開発

被測定液温が 90℃以上の超純水であるという条件下で粒径が 100nm 以上のパーティクルを計測でき、投入量に対し表示値が±10%以内となる検出器を開発する。また、165℃の試薬を連続的に流し続けた場合の筐体内温度が 60℃以下となる温度調節機能を持たせる。

今年度は H23 年度に行った第一次試作をサブテーマ④の実験ラインに組み込んでの評価試験の結果から、特に連続加熱ラインでの耐久性向上（200Hr 以上）をめざし、設計された改良型の第 2 次試作機（バブル対応の第 3 次試作機と共用）を製作し、高温薬液中での検出能力に関しては、純水への PSL 標準粒子測定時と比較して 30%以内の変動を実現する。

⑥ 紫外線レーザー対応部材選定

安全対策を行った紫外線エキシマレーザー発振機、200nm 以下波長光対応光学部品、紫外線対応フォトダイオード等を耐久性、コスト性を考慮して選定する。

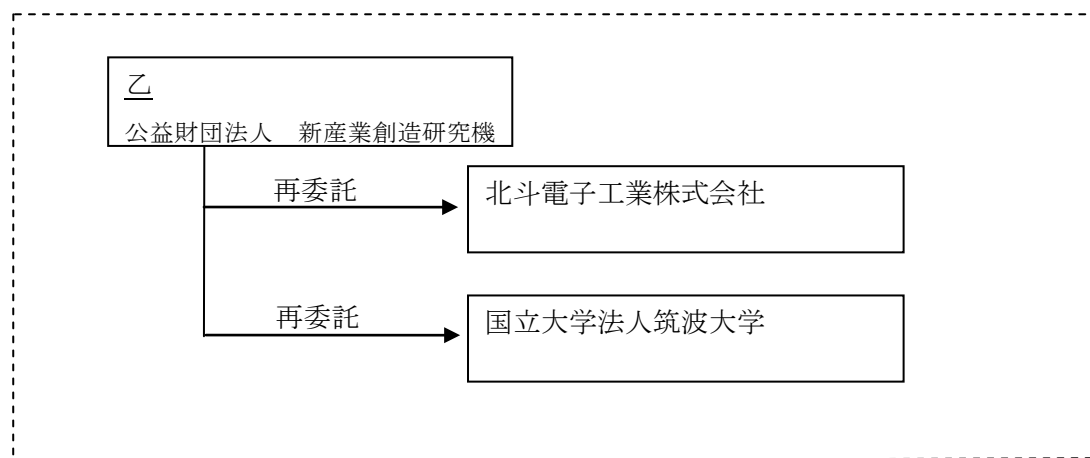
今年度は H23 年度に引き続き、サブテーマ⑦の第 2 次試作機に組み込んで評価試験を継続するとともに、その結果を反映し製作された第 3 次試作機に組み込む。

⑦ 超純水対応パーティクル検出器の開発

投入量に対し表示値が±10%以内で常温超純水中に存在するパーティクルの可測下限粒径=50nm の検出器を開発する。

今年度は H23 年度に行った第 2 次試作機の評価試験を継続し、その結果を反映した改良型の第 3 次試作機を製作して評価試験を行い、最終目標を達成する。

1-2 研究体制



総括研究代表者（PL）

所属：北斗電子工業株式会社

役職：代表取締役会長

副総括研究代表者（SL）

所属：公益財団法人新産業創造研究機構

役職：研究一部 部長

1-3 成果概要

①バブル発生対応の実験ライン開発

微小バブルが安定に流れるように、流路の改善、タンクの清浄化、発塵対策を行った。これにより、バブル水をより測定しやすい流路が出来た。しかし、パーティクルの完全な除去には至っていない。

今回の改造したラインを用いて測定を行なう際はある程度のパーティクルがあることを前提に測定を進めていく必要がある。

②バブルによる干渉縞の理論的解析

レーザー光学系、フローセル、受光部および循環ポンプから成る実験装置と共に、個別のパーティクルの発生状況を模擬できる微粒子駆動装置を試作し、フローセル内の流動状況を観察できる状態で平行光と集束光での干渉縞の発生状況を観測し、解析した。

干渉縞測定評価機器ならびに現象解析用微粒子駆動装置に10 μm から100 nmの直径を持つ標準微粒子と数十 μm の微細気泡を用いることで、干渉縞発生のメカニズムについて検討した。実験結果より、集束光の照射によって、ひとつの微細気泡ならびに微粒子からひとつの円形の干渉縞が形成されることが確認された。また、粒径10 μm から1 μm の微粒子による干渉縞と比べ、粒径400 nm以下の干渉縞は縞が不鮮明になることがわかった。

③バブル対応パーティクル検出器の開発

第2次試作機を用いてサブテーマ①の実験ラインを用い、実験ライン改造後のバブル発生を確認した。また、バブル発生による検出量の増加も改めて確認することが出来た。

第3次試作機ではこれまで3次元的にしぼっていた収束光から、面のビームであるリボンビームを作成し、これを小さくしぼることにより、大粒径ではあるが、粒子を検出することができた。このリボンビームの検出能を向上させることにより、バブルとパーティクルの電気的な信号差もより得やすくなると考えられる。

④高温薬液対応の実験ライン開発

高温薬液対応実験ラインは安全装置を試作・追加し、当初予定していた200時間連続の高温評価実験に使用し、パーティクルセンサの放熱性能、高温時の電子回路動作、セルの耐熱性について確認することが出来、今年度の目標を達成することが出来た。

⑤高温薬液対応パーティクル検出器の開発

硫酸水溶液中においてパーティクル添加量に対して検出数がリニアに変化していく結果を得ることが出来た。また、今回用いた硫酸自身の持つパーティクルの量の測定も行なっており、そこにパーティクルを添加していく過程での測定であるため、被測定液のオフセット込みの測定が出来ているといえる。

高温評価実験ではパーティクルセンサの放熱性能、高温時の電子回路の正常動作、セルの耐熱性の3点において評価実験を行い、いずれも目標が達成できた

⑥紫外線レーザー対応部材選定

昨年度までの深紫外線レーザー発振機及び深紫外線領域短波長光に対応する光学部材では、レンズの球面収差と色収差の改良を行った。光学調整を行い⑦の超純水対応パーティクル検出器に組込んだ。

⑦超純水対応パーティクル検出器の開発

干渉縞信号のバックグラウンド軽減のため、PDを変更した。406nmと266nmの波長のレーザーで50nmの粒径のパーティクル計測実験を行った。

406nmのレーザーでは50nmのパーティクル検出を確認した。266nmでは検出ができなかったが出力不足が原因と考えられる。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

所属・役職： 公益財団法人 新産業創造研究機構 研究一部長

氏名： 大築 康生

電話： 078-306-6802

FAX： 078-306-6812

E-mail： otsuki@ri.niro.or.jp

第2章 本文

2-1 バブル発生対応の実験ラインの開発

2-1-1 概要

(1) 実地内容

本章のテーマは、実施計画書のサブテーマ No①：バブル発生対応の実験ラインの開発に相当する。

微小バブルを発生させてパーティクルサンプルと共に液中に混入、循環させ、試作のパーティクルカウンターを取り付けるとともに計測器類も組み込んで、バブルとパーティクルの切り分け評価試験ができる実験ラインを完成させる。

今年度は、H23 年度のサブテーマ②の試験に使用した結果から、少量のバブル投入及び計測用標準粒子の投入など、バブルの発生効率向上と安定供給のための改造を行い、サブテーマ③の評価試験用に供する。

(2) 平成 23 年度までの問題点と改造点

平成 23 年度までの改造により、バブルを貯水タンク内で発生させることが出来たが、発生場所から評価器までの流路の距離が長いことが問題となっていた。また、貯水タンク内が清浄にならず、タンク内の既存の汚れからくるパーティクルが問題となっていた。さらに、バブル発生装置からの発塵も懸念された。

上記の問題点を改善するために、今年度は流路の改善、タンクの清浄化、バブル発生装置からの発塵対策を行なった。

まず、バブル発生場所から測定器までの距離が遠い流路に関しては、バブル発生場所を測定器の近くに持つことにより、改善を行なった。

これにより、バブル発生箇所から評価器まで遠い場合はバブルが消えてしまう可能性や流路途中の流れによりバブル水の状態が変わることを避け、再現性の高いバブル水が作りやすくなった。

次に、バブル発生前の貯水タンクに関しても、今回はタンク上面が外せる構造にしており、簡単に内部の洗浄を行いやすい構造とした。さらにタンク内にオーバーフローを設け、水漏れ対策とオーバーフローによる内部洗浄をしやすい構造とした。

次に、バブル発生装置からの発塵対策として、バブル発生装置後、バブル発生タンクの前にフィルターを設け、バブル発生装置からの発塵を出来るだけカットできる構造にした。

2-1-2 作動

今年度の改造後、バブル発生対応ラインの評価を行なった。

まず、バブル発生に関して、改造前はバブル発生口のついているタンクに戻る水がメインであり、評価ラインに入れる水の量の割合は少なかった。今回の改造では流量の変更をしていなかったため、動作後圧が足りなくなり、バブルを発生させる事が出来なかった。これを踏まえ、流路

にバルブを追加し、タンクへ戻る量を減らし、バブル発生口のついている流路への圧力、流量を高めバブルが発生するようにした。

また、バブル発生装置後にフィルターを設置すると、バブル水がフィルターを通過することができなかつた。これは加圧溶解された水がフィルターに入る際に、圧力差でバブルが発生し水と空気の層ができることで、フィルターを通過する程の圧力に達さなかつたと考えられる。

この為、今回は加圧溶解された水はフィルターを通さずに、直接バブル発生口に流し、バブルを発生させる流路に変更を行なつた。この改造により、バブル発生装置通過後の加圧溶解水はバブル発生タンク内のバブル発生口によりバブル水を発生させることが出来るようになった。

2-1-3 成果と課題

以下の図 2-1.1 に今回改造を行なつたバブル対応ラインの配管系統図を示す。

バブル評価装置改造

配管系統図

v2.2

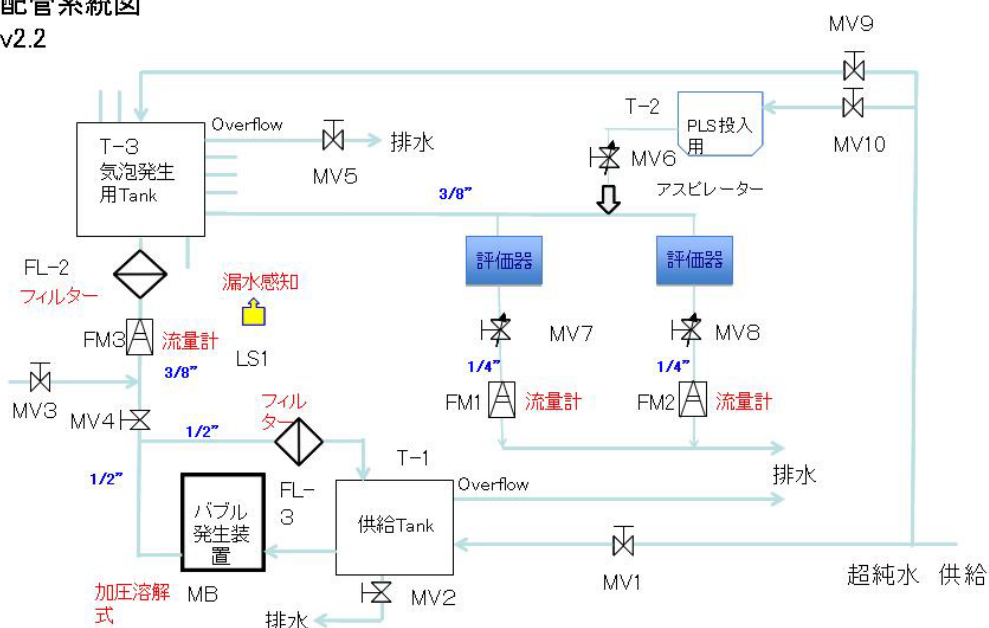


図 2-1.1 バブル発生対応ライン：配管系統図

次に装置改造後の全体写真を図 2-1.2 に示す。



図 2-1.2 バブル発生対応ライン：改造後外観図

今回の改造により、バブル水をより測定しやすい流路が出来た。ただし、バブル発生装置自身の発塵を考えた対策によるフィルターの設置はバブル発生そのものを阻害し、パーティクル対策にはいたらなかった。

また、その結果バブル発生装置による発塵の影響か、タンク内が洗いきれずに不浄なままなのかの判断も難しいといえる。

今回の改造したラインを用いて測定を行なう際はある程度のパーティクルがあることを前提に測定を進めていく必要がある。

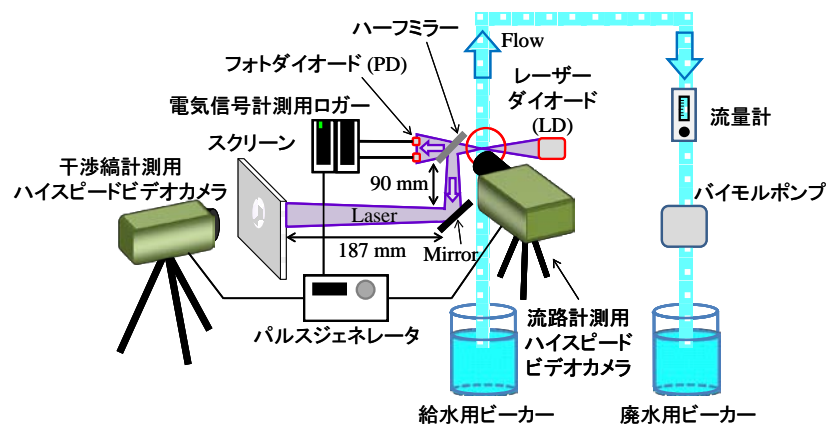
2-2 バブルによる干渉縞の理論的解析

2-2-1 実験装置および実験方法

電気信号と微粒子挙動ならびに干渉縞挙動の同期計測

図2-2.1に実験装置の概略図を示す。本実験装置は大きく分けて、給水用ビーカー、フローセル、レーザーダイオード、光学系、フォトダイオード、スクリーン、液相流量計、バイモルポンプ、廃水用ビーカーから構成されている。

フローセルの直接撮影と干渉縞挙動の可視化計測には2台のハイスピードビデオカメラを用いている。1台のハイスピードビデオカメラはフローセルの直接撮影に用いており、フローセル内でレーザー光に照射されている微粒子の散乱光をフローセル正面から撮影した。カメラのレンズには顕微鏡用対物レンズを使用して撮影した。レーザーダイオードの反対側にはハーフミラーを設置し、レーザー光をハーフミラーにより分岐させる。一方のレーザー光は2つのフォトダイオードへ向かい、光量の変化が計測される。得られた光量の情報はフォトダイオードから電流の変動として出力され、AV変換された後に電圧変動としてロガーに入力され記録される。2つのフォトダイオードは光軸から左右に離れた位置に設置している。ハーフミラーから出たもう一方のレーザー光はトレーシングペーパーを張り付けた透明アクリル製のスクリーン上に照射され、真裏側からフローセル撮影用とは別の干渉縞計測用ハイスピードビデオカメラを用いて撮影する。2台のハイスピードビデオカメラの撮影開始時刻ならびに電気信号計測のロガーの計測開始時刻はパルスジェネレーターを使用することで同期させた。



光の概略図を図2-2.3に示す。平行光のときはレーザー断面を拡大した後に集束させず、そのままフローセルに照射する。集束光ならびに平行光ともにフローセルを透過した後にハーフミラーを通してフォトダイオードへ照射され、一方はスクリーンに照射される。使用したレーザー光の波長は406 nmである。

使用した微粒子は、粒径10 μm~100 nmのPSL粒子を用いた。作動流体は蒸留水を使用した。

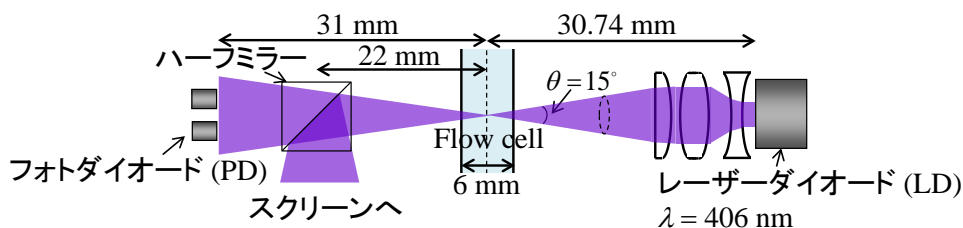


図2-2.2 集束光のレーザー形状の概略図

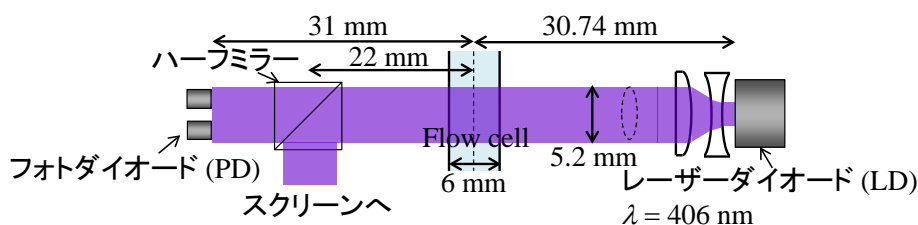


図2-2.3 平行光のレーザー形状の概略図

微粒子駆動装置用校正サンプルによる干渉縞計測実験

流体中の微粒子や微細気泡はフローセル内をランダムに流れていくため、レーザーの焦点位置に対して微粒子や微細気泡の位置を指定することはできず、対象物のレーザーの焦点に対する位置が計測に与える影響について十分に明らかにされていない。また、流体中の微粒子や微細気泡をサンプルとしてフローセルの外に持ち出すことはできないため、スクリーン上に投影された個々の干渉縞と計測された微粒子や微細気泡の個々の撮影画像を直接比較することはできなかった。本研究では、これらの議論が行えるよう、ガラスプレート上に微粒子や微細気泡を含んだ校正サンプルを作製し、実験を行った。

実験装置を図2-2.4に示す。光源はYAGSHレーザー（波長 $\lambda = 532$ nm、出力0.35 W）を用い、各レンズ系を通してサンプル表面に焦点が生じるような集束光を作る。サンプルを透過したレーザー光はミラーを通して、スクリーン上に映し出され、干渉縞が計測される。レーザーの焦点位置に対してxyzの3次元方向にサンプルを手動で移動させることができ、任意の位置を決めることができる。また、一

定速度でサンプルをレーザーの照射を垂直に横切るように移動させることができる。レーザーの照射を横切るようにサンプルを運動させることで、微粒子や微細気泡の流動を再現できると考えられる。

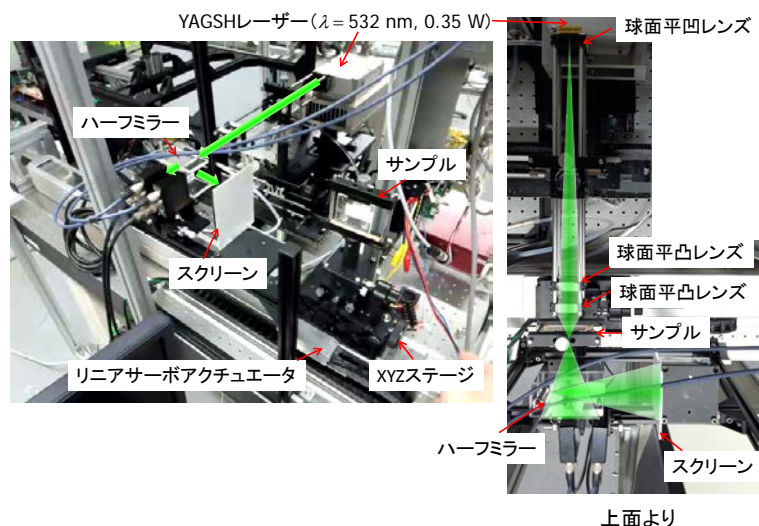


図 2-2.4 微粒子駆動装置用校正サンプルによる干渉縞計測実験

サンプルは二種類の方法で作製した。ひとつはガラスプレート上に直接微粒子を含んだ液滴を滴下し、そのガラスプレート上の微粒子を可視化計測する。しかしながら、この方法では液滴中においても微小な流動が生じているため、スライドガラス上における微粒子の位置を固定させることはできない。そこで、微粒子を含んだ液滴を液状のエポキシ樹脂内に混入させ、十分に攪拌した後、硬化剤を加えてガラスプレートに滴下し、自然凝固させることで校正サンプルを作製した。この方法では微粒子や微細気泡を分散させたまま位置を固定させ、顕微鏡で可視化計測した個々の微粒子や微細気泡とそれらの干渉縞とを直接比較することができる。しかし、微粒子や微細気泡の周囲の溶媒は樹脂であるため、水との屈折率と異なる点に注意が必要である。

実験手順としては、まずサンプルを直接撮影し、微粒子ならびに微細気泡の直接撮像を得る。微粒子や微細気泡の存在を顕微鏡で確認した後、レーザー照射を行う。使用した微粒子については、直接ガラスプレートに微粒子を滴下する方法では直径 400 nm の PSL 粒子、樹脂内に封じ込めた微粒子には直径 10 μm の PSL 粒子を用いた。

2-2-2 実験結果

集束光の入射角度ならびにスポット径の確認

集束光の入射角度ならびに焦点におけるスポット径を確認するため、フローセル正面よりハイスピードビデオカメラで撮影を行った。図2-2.5に撮影画像を示す。画像両端の縦筋はフローセル壁面である。中央にリボン状に輝いている領域はレーザーの照射領域である。レーザーの軌跡はリボン状になっており、フローセル中心で集束していることが撮影画像より分かる。画像より入射角度と集束点のスポット径を見積もったところ、レーザーの角度は 15° 、集束点におけるスポット径は $10\mu\text{m}$ 以下であった。

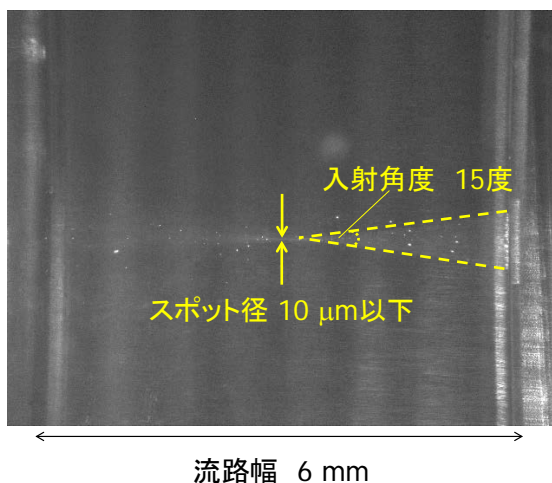


図2-2.5 レーザーの入射角度とスポット径

微粒子挙動と動的干渉縞挙動の対応

粒径 $5\mu\text{m}$ 、 $1\mu\text{m}$ 、 400nm 、 200nm 、 100nm のPSL粒子を流した時のフォトダイオードより得られた電気信号計測ならびに電気信号のピーク発生時刻におけるフローセル内の可視化計測結果とスクリーン上に投影された干渉縞の可視化計測を行った。

図2-2.6に粒径 $5\mu\text{m}$ のPSL粒子の場合の計測結果を示す。電気信号計測結果のふたつのグラフは上流側のフォトダイオードと下流側のフォトダイオードで得られた電圧信号となっている。SL粒子に対して、多数の電気信号のピークが確認できる。このピークが確認された時刻の可視化計測結果を確認すると、フローセルの直接撮影結果よりフローセル内に白い粒が確認された。これは微粒子からの散乱光を捉えたものと考えられる。また同時に、スクリーン上で干渉縞が計測された。このことからひとつの微粒子からの光散乱現象によって干渉縞が生成されることが確認された。

これらの結果は $1\mu\text{m}$ のPSL粒子を用いたときでも同様であった。しかしながら、粒径 400nm 以下のPSL粒子を用いると、電気信号のピーク時に微粒子からの散乱光を計測できない場合が多数見られた。また、電気信号のピーク時に干渉縞は計測されたものの、 $5\mu\text{m}$ や $1\mu\text{m}$ のPSL粒子を用いたときよりも干渉縞の縞が薄く

なっていることが確認された。これらの原因として、微粒子の粒径が波長以下となることで、粒子からの散乱光が弱くなったためと考えられる。

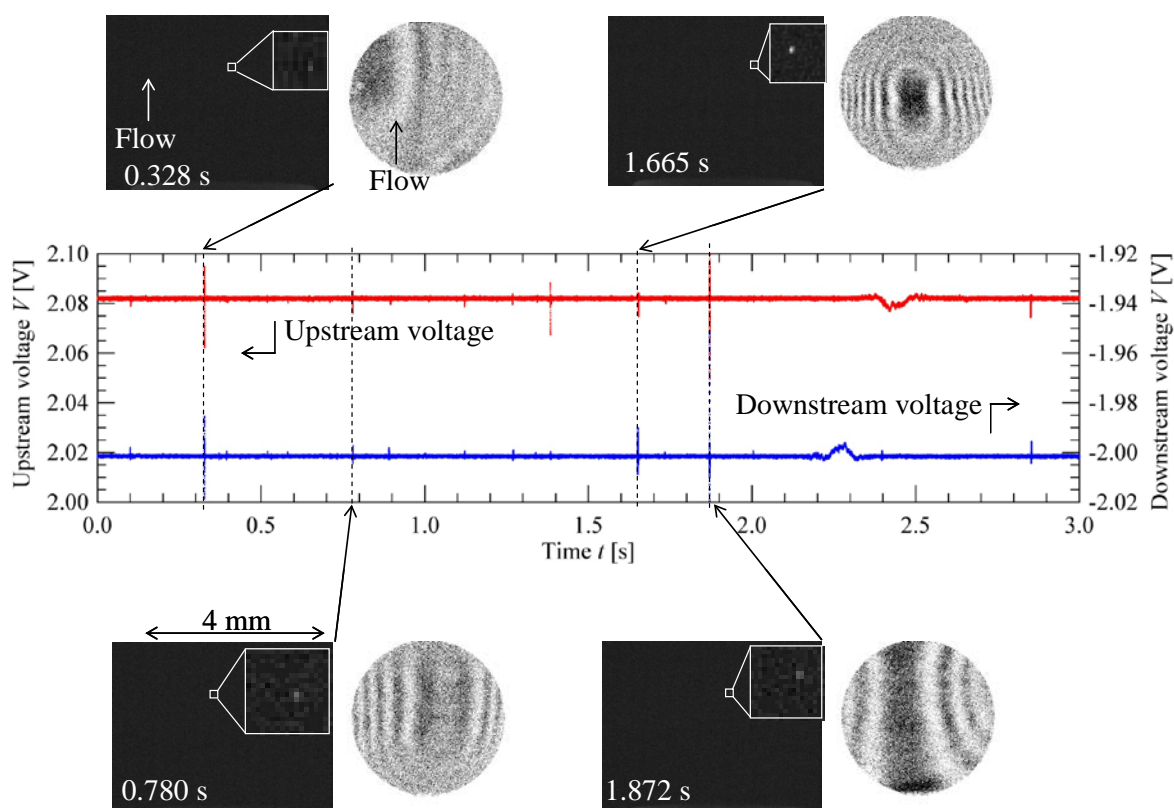


図 2-2.6 微粒子の散乱光と干渉縞の撮影ならびにフォトダイオードからの電気信号計測の同期 (5 μm)

電気信号が持つ物理的意味

電気信号のピークが持つ物理的意味について議論するために、電圧ならびに時間スケールを狭めた結果を図 2-2.7 に示す。スケールを狭めると、図 2-2.6 で得られたピークは上流下流ともに裾を持つ谷山型の信号として計測される。この上流側の電圧の振幅を ΔV_{up} [V]、下流側を ΔV_{down} [V] とする。電圧振幅の定義は図 2-2.7 のように振幅のないときの電圧と振幅の最大振幅の差の絶対値とする。また、上流と下流の信号は必ずしも同時刻に発生しているわけではなく、ミリ秒から数百マイクロ秒程度の時間差を持つ。この時間差を Δt ($\Delta t = t_{down} - t_{up}$) [s] とする。時間差は、下流のフォトダイオードで得られた電気信号の山の頂点から、対となる上流のフォトダイオードで得られた電気信号の谷の頂点までの時間幅とする。

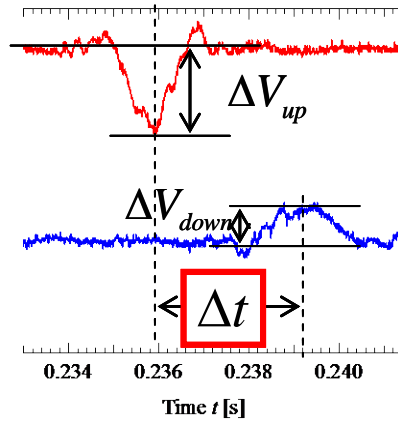


図2-2.7 電圧差 ΔV と時間差 Δt

図2-2.8は時間差 Δt とフローセル断面方向に対する粒子の位置 x の相関を示したグラフとなっている。 x 座標の原点はフローセル断面中心を示す。粒子位置 x はフローセルの直接撮影によって得られた散乱光の位置から見積もった。時間差 Δt は図2-2.7で定義した電気信号の時間差より求めた。結果を見ると、粒径によらず、右肩下がりの線形的な分布が確認された。特にフローセルの左半分（フォトダイオード側）において $\Delta t = t_{down} - t_{up}$ が正であり、フローセルの右半分（レーザーダイオード側）では $\Delta t = t_{down} - t_{up}$ は負であった。このように、微粒子の位置がレーザーの焦点の前か後ろかで上流下流の電圧変動の出力の順番が逆転する。

次にこのような線形の相関を持つメカニズムについて考察を行った。そのメカニズムの概略図を図2-2.9に示す。フローセル内においてレーザーはフローセル中心で集束するため、図2-2.9のように各フォトダイオードの計測領域は白い点線上であると考えられる。粒子の移動速度がレーザー断面方向に対して一定であれば、

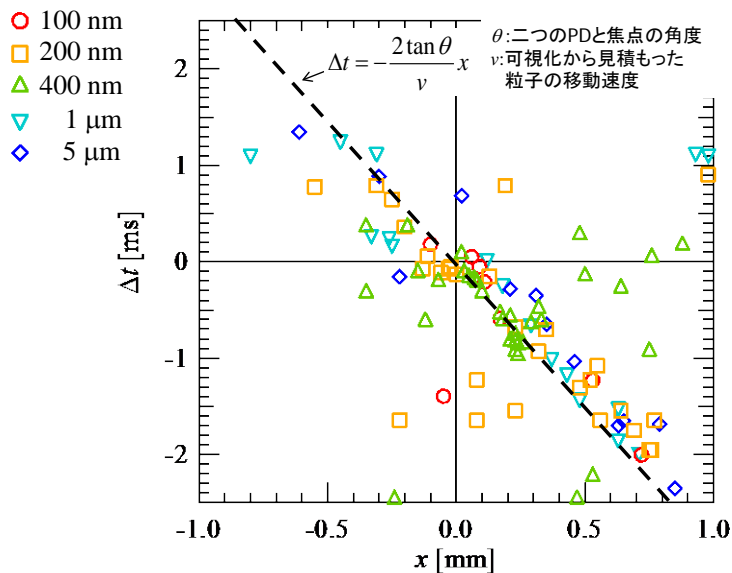


図2-2.8 電圧振幅の時間差 Δt と流路断面方向の位置 x の相関関係

図2-2.9のようにフローセル断面方向 x とフォトダイオードとレーザーの焦点を結んだ白い点線とのなす角を θ

とすると、レーザー焦点からのフローセル断面方向の距離 x と焦点から流れ方向の距離 y の関係は、

$$\tan \theta = -\frac{y}{x} \quad (2.1)$$

となる。このとき粒子の流速を v とすると、粒子がふたつのフォトダイオードを横切る移動距離 $2y$ は、

$$2y = v \cdot \Delta t \quad (2.2)$$

であり、両式より y を消去すると、電気信号の時間差 Δt と x には以下の関係が成り立つ。

$$\Delta t = -\frac{2 \tan \theta}{v} x \quad (2.3)$$

これは、粒子が横切るのに要する時間から粒子がフローセル断面方向のどの位置を通過したかが分かることを意味する。

Δt と x の相関式を図2-2.8の点線で示す。このとき粒子の移動速度 v は流路の直接撮影から得られたある時間における散乱光の移動距離を撮影時間で除算することで求めた。このように上流下流のフォトダイオードの電圧振幅の時間差 Δt を得ることで、粒子の断面方向位置を推定することができる。

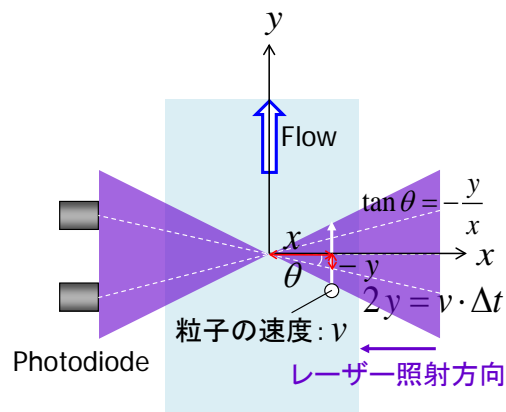


図2-2.9 電圧振幅の時間差 Δt と流路断面方向の位置 x の相関関係のメカニズム概略図

次に電圧振幅 ΔV [V]と時間差 Δt の相関を図2-2.10に示す。ここで電圧振幅 ΔV は対となる ΔV_{up} もしくは ΔV_{down} の大きい方の値を用いた。結果より粒径によらず、 Δt の絶対値が0に近いほど電圧幅 ΔV が大きくなることがわかる。これらの結果は断面方向位置 x に対する単位面積当たりのレーザーのエネルギー密度の変化を反映している。 Δt が大きいとき x も大きく、レーザーの断面積も大きい。そのため単位面積当たりのレーザーのエネルギー

密度は減少し散乱光強度も低下する。つまり、元の光のエネルギーに対してどれだけの光が散乱されて減衰されたかがフォトダイオードによる計測で理解できる。Mieの理論により散乱強度は粒径に依存することから、この方法によって散乱強度を推定することで、粒径の逆算が期待できる。そこで、図2-2.10の結果を用いて得られた電圧幅 ΔV をレーザーのエネルギー密度で規格化した値 $\Delta V/\varepsilon$ [$V/(W/m^2)$]と粒径の相関を図2-2.11に示す。ここで縦軸に用いているエネルギー密度 ε [W/m^2]は以下の式で定義される。

$$\varepsilon = \frac{E_0}{A} = \frac{E_0}{\pi r^2} = \frac{E_0}{\pi(x \tan \theta)^2} \quad (2.4)$$

E_0 [W]はレーザーの出力、 r [m]は断面方向距離 x に対するレーザー断面の半径を表す。縦軸の $\Delta V/\varepsilon$ は図2-2.14で得られた電圧振幅 ΔV を用いて得られた $\Delta V/\varepsilon$ を各粒径ごとに平均化した結果を示す。横軸は実験条件である各微粒子の粒径である。図2-2.11より粒径 $5 \mu m$ のときの $\Delta V/\varepsilon$ が最も大きく、粒径 $1 \mu m$ は粒径 $5 \mu m$ の $\Delta V/\varepsilon$ よりも小さくなる。さらに粒径 400 nm のときはより小さくなるのがわかる。このように粒径が小さいほど $\Delta V/\varepsilon$ は小さくなると考えられる。しかしながら、粒径 200 nm や 100 nm では $\Delta V/\varepsilon$ が粒径 400 nm のときよりも大きくなっていることがわかる。これは図2-2.10から考えると、粒径 200 nm や 100 nm の結果については他の粒径での計測数より少ないことや混入させた微粒子以外の塵が計測されたことなどが原因として考えられる。

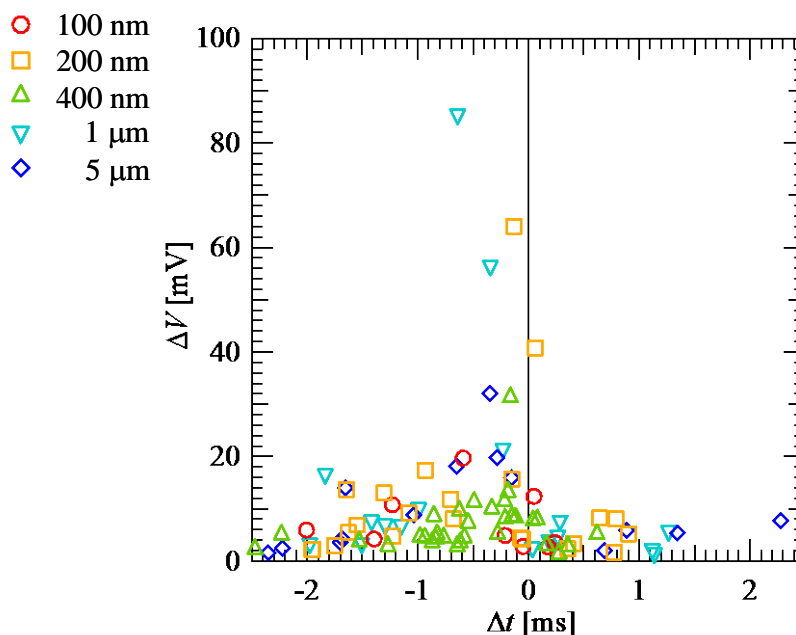


図2-2.10 電圧振幅 ΔV と時間差 Δt の相関関係

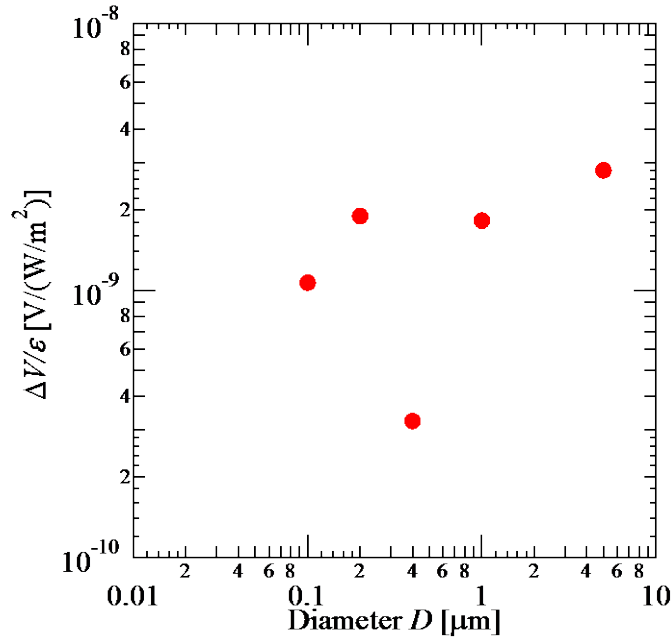
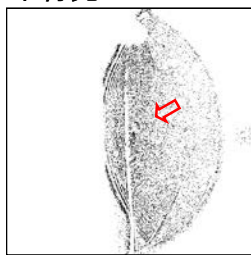


図 2-2.11 $\Delta V/\epsilon$ と微粒子径の相関関係

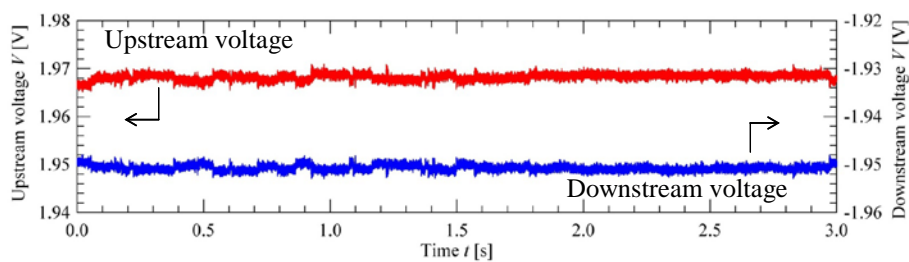
平行光と集束光の比較

集束光と平行光による微粒子へのレーザーの照射の違いによる微粒子計測への影響について考察するため、フローセルの直接撮影、干渉縞の撮影ならびにフォトダイオードによる電気信号の同期計測を行った。図 2-2.12 に平行光と集束光の干渉縞ならびに電気信号の計測結果を示す。共に使用した微粒子は直径 10 μm の PSL 粒子で液相流量は 10 mL/min である。干渉縞の撮影結果を比較すると、平行光の干渉縞は集束光の干渉縞よりも不明瞭であり、集束光が円形であるのに対して、平行光の干渉縞は縦に歪んだ楕円状の縞となった。また干渉縞挙動に着目すると、集束光ではフローセル断面方向の位置によって上流もしくは下流から干渉縞が移動するのに対して、平行光では常に上流から下流に向けて干渉縞が移動し、フローセル断面方向の微粒子位置に対する干渉縞挙動の違いは確認できなかった。電気信号を比較すると、平行光の電気信号は集束光の電気信号と比較して、目立ったピークは確認されない。このように平行光では集束光よりも広範囲の計測が期待できるものの、信号強度が小さく、集束光のように断面方向の微粒子の位置を特定することはできない。

-平行光-



スクリーン上の干渉縞



フォトダイオードによる電気信号

-集束光-

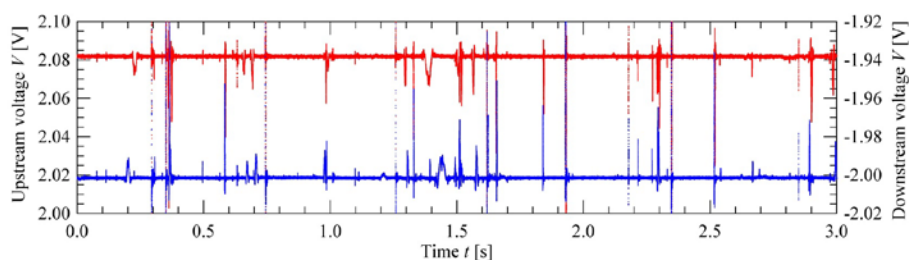
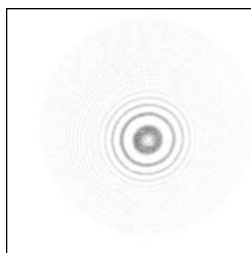


図 2-2. 12 平行光と集束光における干渉縞ならびに電圧振幅の計測結果

微粒子の高数密度における微粒子計測

微粒子の数密度を高くしたときに計測が可能かどうかを判定するため、多量の微粒子を計測溶液中に混入させ、実験を行った。フローセルの直接撮影、干渉縞の撮影ならびに電気信号の計測結果を図 2-2. 13 に示す。使用した微粒子は直径 $1\ \mu\text{m}$ の PSL 粒子である。またレーザーは波長 $406\ \text{nm}$ の集束光を用いている。フローセルの直接撮影より、フローセル内のレーザーの照射領域に多数の微粒子からの散乱光を確認できる。一方、干渉縞計測用のスクリーン上には円形の干渉縞は確認されず、霧のような不規則な模様が映し出され、それらの模様が揺れ動く挙動を確認した。電気信号の計測では、多数のピークが確認されたものの、それらを 図 2-2. 7 のようなひとつ谷と山の対として判別することができなかった。これらの結果は微粒子個々の干渉縞が重なりあうことによって起きた現象と考えられる。このことから本計測手法は微粒子の数密度に対して計測限界があり、微粒子の適切な数密度について検証が必要と考えられる。

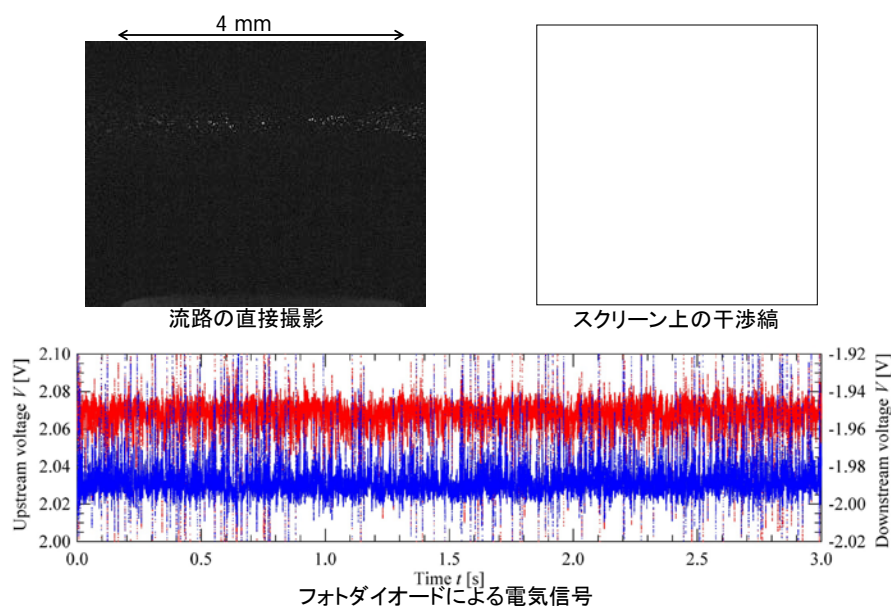


図2-2.13 高粒子数密度におけるフローセル、干渉縞の撮影ならびにフォトダイオードからの電気信号

集束光の焦点位置に対する干渉縞の比較

微粒子駆動装置用校正サンプルによる干渉縞計測実験装置を用いて、集束光の焦点からの微粒子位置に対する干渉縞の比較を行った。校正サンプルにはガラスプレートに微粒子液を直接滴下したサンプルを使用した。図2-2.14は直径400 nmのPSL粒子による干渉縞パターンと集束光の焦点位置の対応関係を模式的に示した図ならびに各位置における干渉縞の時系列可視化計測結果である。このとき焦点位置を±0 mmとし、レーザーダイオード側を負、スクリーン側を正とする。実験は最初レーザー側にあったサンプルを撮影しながらゆっくりスクリーン側に移動させることで行った。各位置の干渉縞画像の時刻0 sは対象とする干渉縞が最初に確認された時刻を示す。このとき液滴内の微粒子は重力によって下向きに流れる。

干渉縞の動きに注目すると、微粒子がレーザー側にあるときとスクリーン側にあるときで干渉縞形が上下左右に反転していることが確認された。この結果は図2-2.8のように上流下流のフォトダイオードからの電気信号のピークが現れる順と微粒子の位置の相関を裏付ける結果である。

また、レーザー焦点にサンプルが位置するときに現れる干渉縞の計測時間が短いことを確認できる。この結果は焦点近傍で計測された微粒子に対して、上流下流のフォトダイオードの電気信号の時間差 Δt が小さくなることを裏付ける結果である。さらに各干渉縞の形状に着目すると、焦点から離れた位置で微粒子が計測されたときの干渉縞よりも焦点で微粒子が計測されたときの干渉縞のほうが円形から外れ、歪んでいることがわかる。この原因として光学系における球面収差によって焦点が一点に集

束していないことが考えられる。干渉縞の形状は微粒子の計測に大きな影響を及ぼすと考えられるので、焦点近傍においても円形の干渉縞を生成させる必要があり、レンズ系の改良が必要と考えられる。

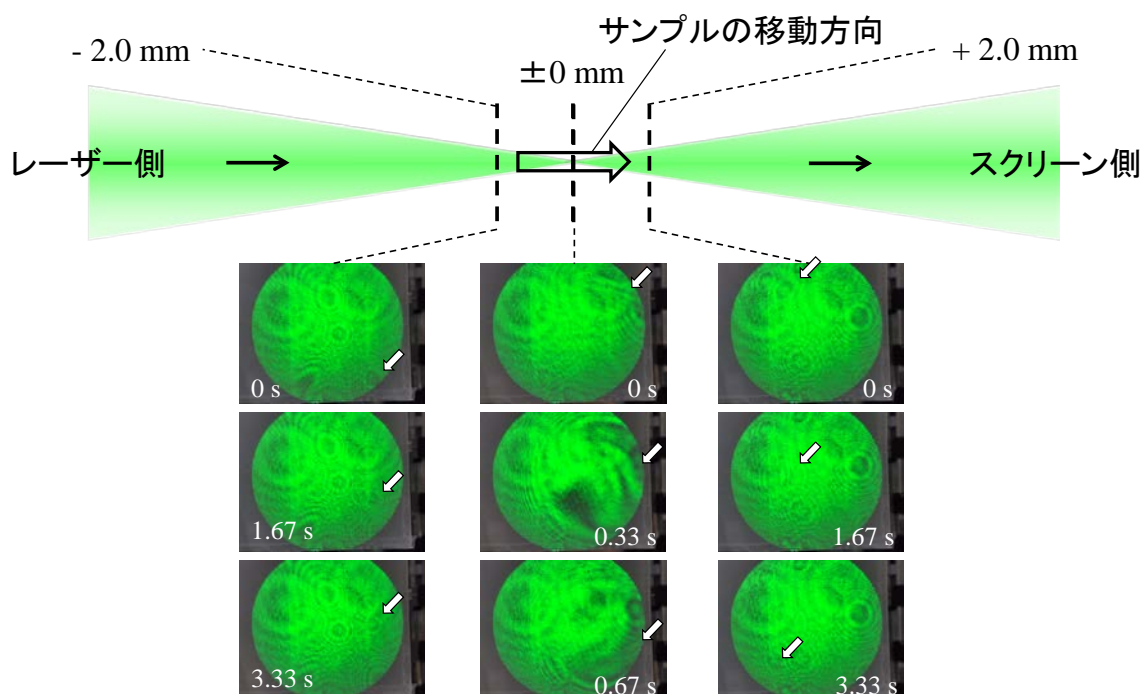


図2-2.14 集束光の焦点位置に対する干渉縞パターンの比較

微粒子ならびに微細気泡の直接撮像と干渉縞の比較

樹脂内に微粒子ならびに微細気泡を分散封入したサンプルを用いて微粒子と微細気泡の直接撮像と干渉縞の比較を行った。図2-2.15に直径 $10\ \mu\text{m}$ の PSL 粒子ならびに微細気泡のマイクロスコープによる直接撮像と干渉縞の比較を示す。各対応関係は図中の数字で表す。このとき①、③、⑥は樹脂内の傷であり、この傷を目安に直接撮像と干渉縞の比較を行った。②は直径 $10\ \mu\text{m}$ の PSL 粒子、④、⑤、⑦、⑧は直径 $70\ \mu\text{m}$ 程度の微細気泡である。このように傷や微粒子の位置ならびに微細気泡の位置がマイクロスコープによる直接撮像と干渉縞で一致していることから、従来の手法では困難であった微粒子や微細気泡の直接撮像と干渉縞の対応関係を得る手法を確立した。この手法によって、微粒子である②、微細気泡である④、⑤、⑦、⑧からわかるように、ひとつの微粒子ならびに微細気泡に対してひとつの円状の干渉縞が得られることが確認された。このことから、図 2-2.6 で得られた流体中の微粒子よる円状の干渉縞もひとつの微粒子によって得られた干渉縞と考えられる。また、①、③、⑥の樹脂内の傷のように長細い対象物に対しても、直接撮像で得られた形状と同様な形をした干渉縞を得ることができる。このことから干渉縞の計測によって形状の判定も可能であると考えられる。

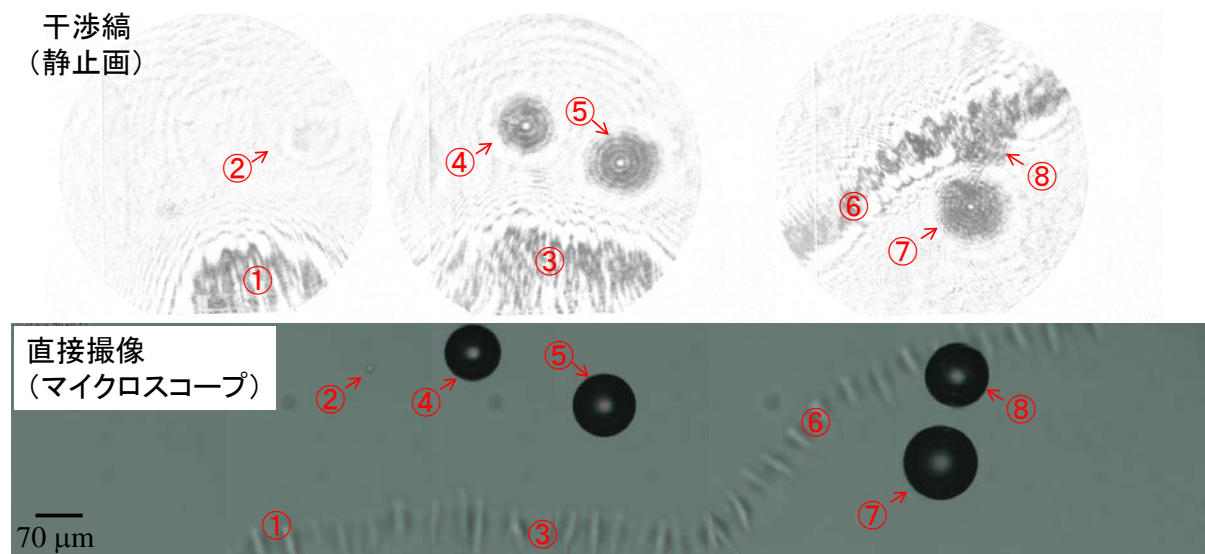


図2-2.15 微粒子ならびに微細気泡の直接撮像と干渉縞の比較

2-2-3 干渉縞発生メカニズムの検討

干渉縞測定評価機器ならびに現象解析用微粒子駆動装置に10 μmから100 nmの直径を持つ標準微粒子と数十 μmの微細気泡を用いることで、干渉縞発生メカニズムについて検討した。実験結果より、集束光の照射によって、ひとつの微細気泡ならびに微粒子からひとつの円形の干渉縞が形成されることが確認された。また、粒径10 μmから1 μmの微粒子による干渉縞と比べ、粒径400 nm以下の干渉縞は縞が不鮮明になることがわかった。

2-3 バブル対応パーティクル検出器の開発

2-3-1 概要

(1) 実地内容

本章のテーマは、実施計画書のサブテーマ No③：バブル対応パーティクル検出器の開発に相当する。

発生する干渉縞を受けた受光素子が出す電気信号の特性解析を行い、発生パルス信号特性際を際立たせる条件の探索をして、信号の形状的差異を解析して分別のデジタルロジックへ落とし込む。バブル対応試作機（機構構造&電子回路&ソフトウェア）の詳細設計&試作、評価を行い、実用に向けてのプロトタイプ機試作製造と評価ならびに量産化への課題を抽出する。超純水またはバブルのみのある液に対しては計測数 0 を、100nm のパーティクル投入量に対して表示は±30% 以下を目標値とする。

(2) 平成 24 年度目標

今年度は H23 年度製作の第 2 次試作機をサブテーマ①の実験ラインに組み込んで行なった評価試験の結果を反映させ、実験ラインの改造に対応して、測定液系（流速、セルサイズ）、レーザ系（レーザースポットサイズ、フォーカス位置）、受光系（PD の選定、スリットサイズ）などを変動させて、バブルとパーティクルの測定特性を習得、比較検討を行なう。その成果を基に改良型の第 3 次試作機（高温薬液対応の第 2 次試作機と共用）を完成させ、評価試験を行なって最終目標を達成する。

2-3-2 作動

(1) バブル水作成に関して

バブル発生に関してはサブテーマ①バブル発生対応の実験ラインの開発で今年度改造を行なったバブル発生対応ラインを用いた。バブル発生装置は水中に空気を加圧溶解(0.35~0.4 MPa)させ、その圧力を開放させることによってバブルを発生させる仕組みである。バブルは、パーティクルセンサを通り、その後ポンプ、流量計を通り排水される。

バブル量はバブル発生装置の空気調整弁によって調節される。バブル発生装置の空気調節弁を全開にした際のバブルは非常に高い濃度のものが出来ている。

バブル水の取り出しに関しては、タンク下部にある取り出し口から取り出した。

(2) バブル水の実測

次にバブル水の測定結果を示す。パーティクルセンサの測定モードはパーティクル (or バブル) 通過時に発生する干渉縞を測定した電気パルスが 1 つのパーティクル (or バブル) が通るたびに 1 つのパルスが出るため、そのパルスをカウントするモードにて計測を行なった。

計測の際は初めバブル発生タンク内に水を送り、その水を測定し、途中からバブルを発生させ、

バブル計測を行なった。

以下の図 2-3-1 に測定結果を示す。

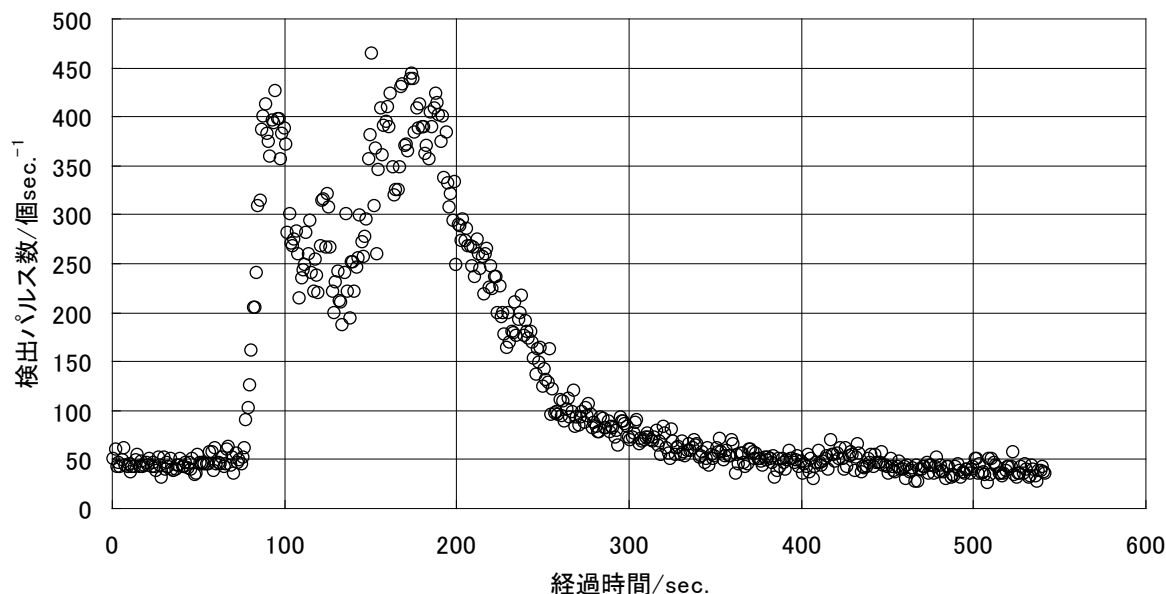


図 2-3.5 バブル水測定結果

図 2-3.1 より、通常の水のみの時のパルスカウントは 50 パルス (個/min⁻¹) ほどであり、バブル発生装置稼働後は約 400 パルス (個 / min⁻¹) ほどにまで検出数が増加した。その後パルス数が経過時間 = 130 秒ほどで減少しているのは、バブル発生装置を止めることにより、バブル水を取り出しているタンク下部のバブル水濃度が減少している為と考えられる。その後再度一定濃度まで上昇した後、緩やかな減少傾向がみられ、最終的にバブル発生前と同程度の検出数に収束した。このことは、バブル発生器からのパーティクルの発塵のみならず、バブルもカウントが出来ており、バブルの消滅によるバブル数の減少が今回の実験結果の検出数の減少であることを裏付ける。

(3) 第3次試作機

第3次試作機として、リボン型のビーム (以下リボンビーム) による検出評価を行った。

まず、これまでの収束光は円錐型に光を収束させ、検出を行ってきた。その際、焦点付近でのレーザーのエネルギー密度は高い為、焦点付近での検出能が非常に高いといえる。その反面、焦点から離れるほどエネルギー密度は下がり、得られるデータにばらつきを持ってしまうビーム形状である。特にエネルギー密度が均一でないことから得られるデータのばらつきは、同一粒径のパーティクルが焦点付近、焦点から離れた場所を流れることによって、得られるデータがことなることを示す。この理由により、粒径の同定が困難であることを示す。また、セル内で焦点を結んでいる際、焦点は点である為光の当たらない部分が生じる。この光の当たらない場所をパーティクルが流れても、検出ができないため、これも検出能を下げる要因の 1 つとして挙げられ

る。

今回評価を行ったリボンは、収束光での問題点のうち、光の当たらない場所がある問題を解決できるビームである。厚さがごくごく薄いリボンビームを用いることにより、セルに対して面で光が入ることとなる。収束光の焦点付近のエネルギーには劣るが、リボンビームの厚みを出来る限り薄くすることにより、ビーム強度の低下を抑えた。また、レーザ光源として、現在使用している波長 406 nm の青色半導体レーザから、波長 637 nm の赤色半導体レーザを使用した。

以下の図 2-3.2 にセルにリボンビームを当てた写真を示す。

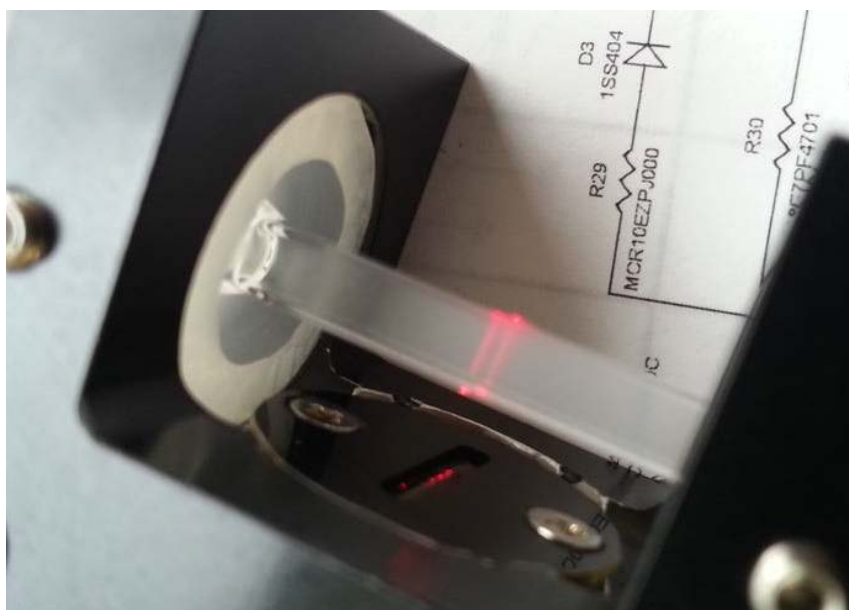


図 2-3.2 セルへのリボンビーム照射

図 2-3.2 より、厚みの薄い面状のリボンビームが形成されていることが確認出来る。このリボンビームを用いて、パーティクルの検出実験を行った。

まず、粒径の大きな $10 \mu\text{m}$ から測定を行った。このとき、平行なままの光では検出が難しかった為、レンズ配置を少し変え、ビームを少し絞る形での測定をおこなった。以下の図 2-3.3 にハイコーダによる測定結果を、図 2-3.4 にオシロスコープによる波形測定結果の例を示す。

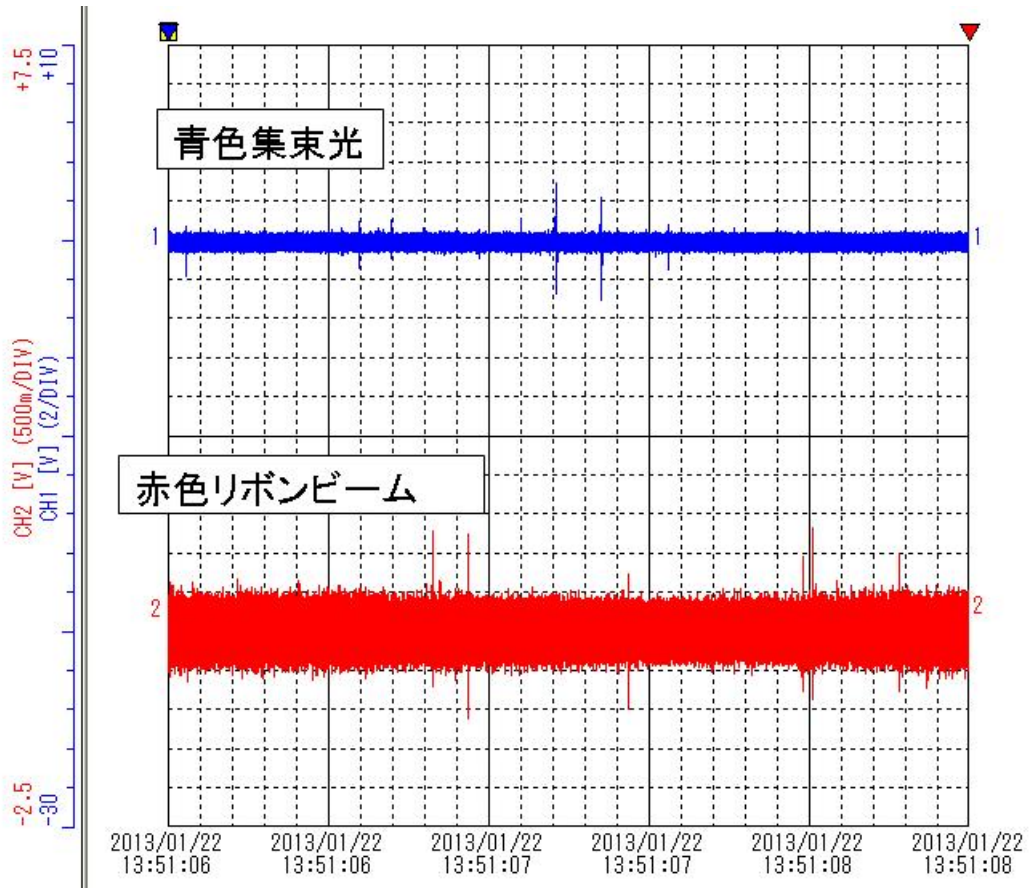


図 2-3.3 リボンビームの 10 μm 測定結果

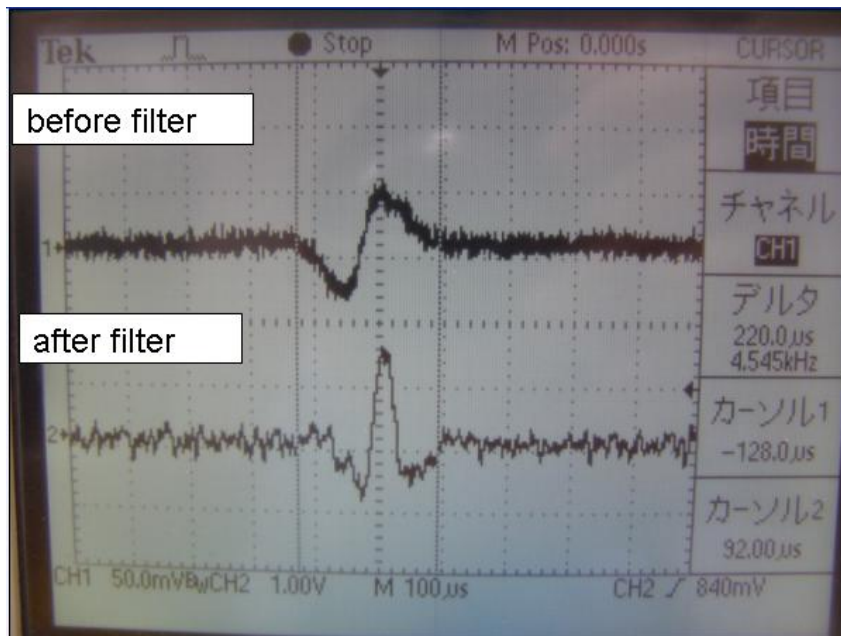


図 2-3.4 リボンビームの 10 μm 測定結果

上図 2-3.3 より、青色収束光に比べて検出能や SN はよくないといえる。しかし、図 2-3.4 のパーティクル由来の波形自身は青色収束光での場合と同様の波形が得られており、測定自身は出来ているということが出来る。

次に粒径 2 μm の PLS による測定結果を示す。図 2-3.5 にハイコーダによる測定結果を、図 2-3.6

にオシロスコープによる波形測定結果例を示す。

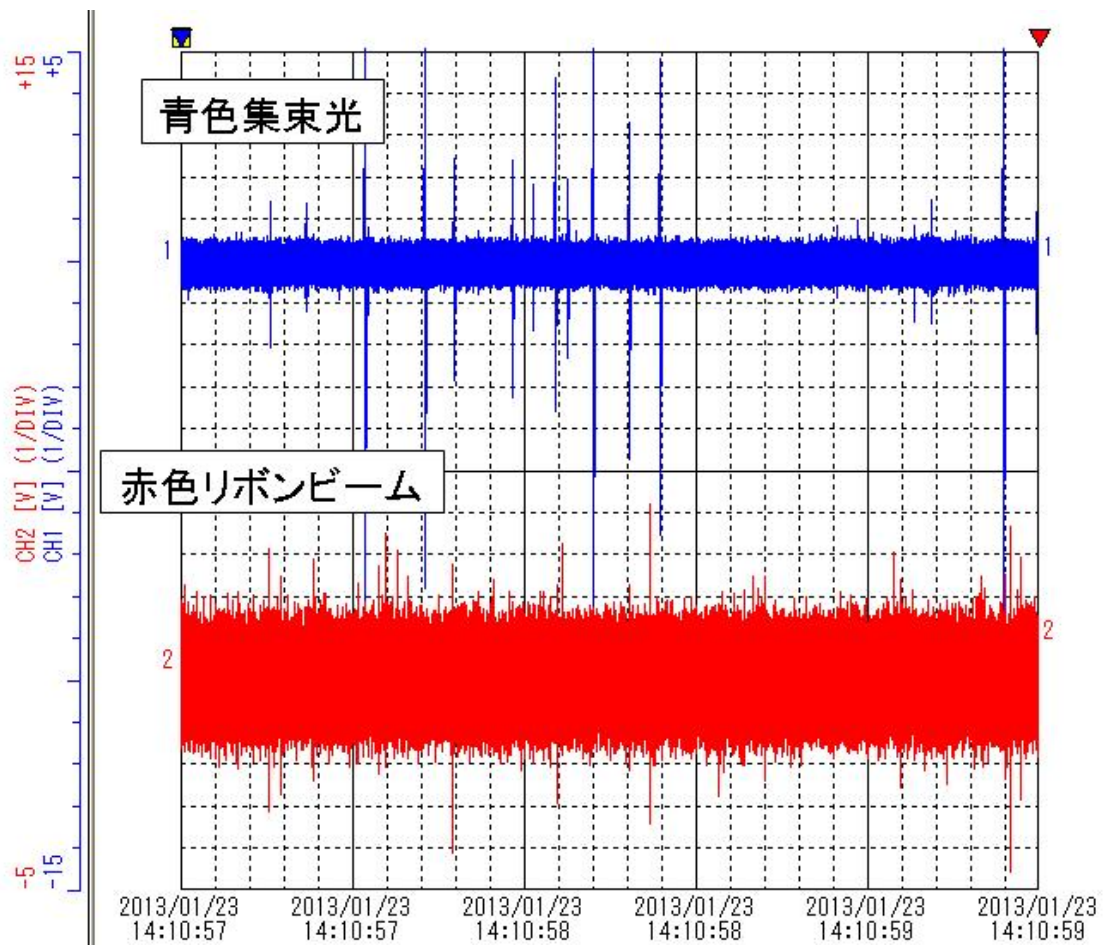


図 2-3.5 リボンビームの $2 \mu\text{m}$ 測定結果

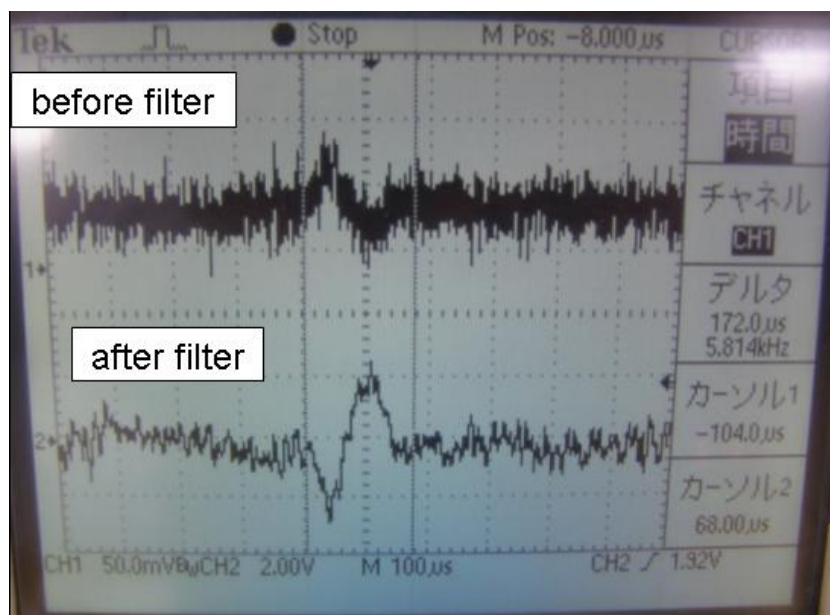


図 2-3.6 リボンビームの $2 \mu\text{m}$ 測定結果

10 μm PSL 同様、青色収束光よりは検出能、SN とも低い結果である。こちらも波形としては確認が可能である。しかし、500 nmPSL 等の小さな PSL の検出は出来なかった。

2-3-3 成果と課題

今年度は第 2 次試作機を用いてサブテーマ①の実験ラインの評価を行い、実験ライン改造後のバブル発生を確認した。また、バブル発生による検出量の増加も改めて確認することが出来た。

第 3 次試作機ではこれまで 3 次元的にしぼっていた収束光から、面のビームであるリボンビームを作成し、これを小さくしぼることにより、大粒径ではあるが、粒子を検出することができた。このビームの絞り角が小さいことにより、これまでの収束光の問題となっていた得られるデータのバラつきを抑えることが出来ると考えられる。よって、焦点位置やビーム形成方法の再検討により、このリボンビームの検出能を向上させることにより、バブルとパーティクルの電気的な信号差もより得やすくなると考えられる。

2-4 高温薬液対応の実験ラインの開発

2-4-1 高温対応実験ラインの概要

本年度に開発する実験ラインは、200時間連続でシリコンオイルを160°Cに加熱して行うので火災対策が必要になる。煙や油漏れを検知して、オイルヒーターとポンプを停止させる機能を持った仕様で作成した。

(1) 高温対応実験ラインの装置の構成

煙感知、油漏れ感知及びタイマーの機能を持った安全装置を作成した。図 2-4.1 に安全装置の構成を示す。

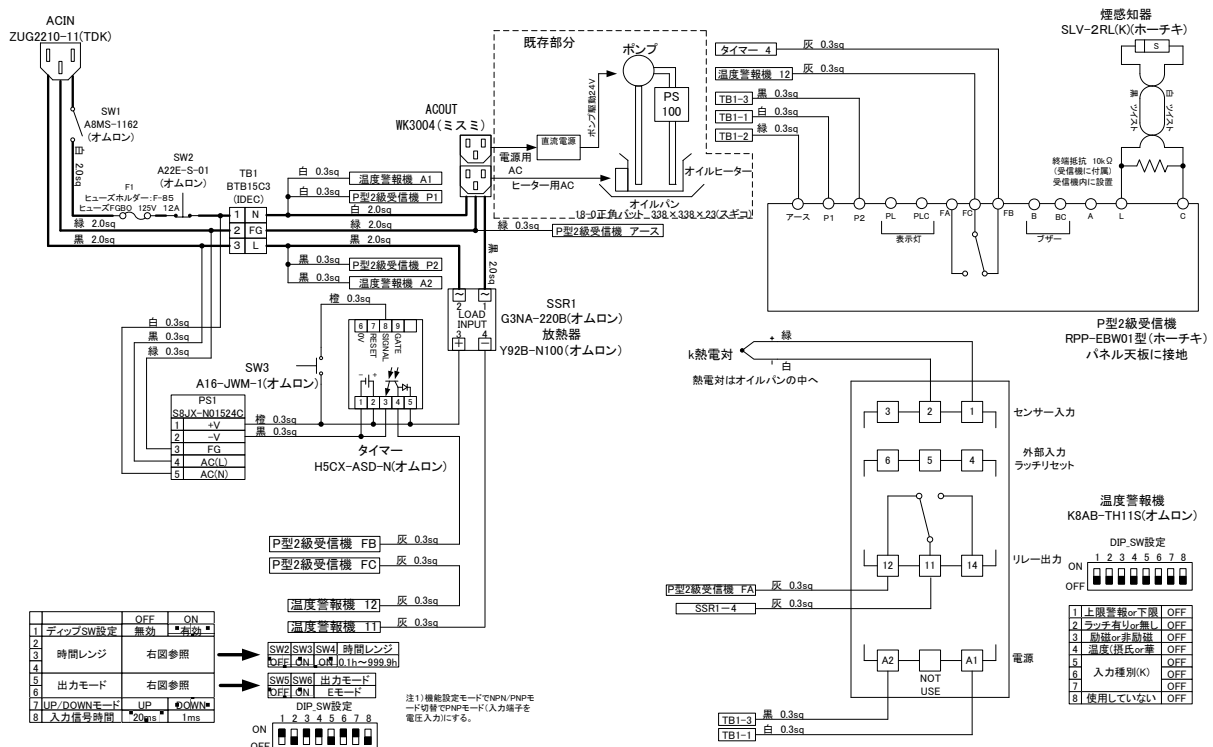


図 2-4.1 高温実験安全装置構成図

- ・油漏れ感知、煙感知、タイマー時間切れのどれかが発生すれば実験を中止させられる。
- ・油漏れはオイルパンに設置した K 熱電対が温度上昇を検知することで温度警報器のリレーを動作させポンプとヒーターの電源を遮断する。一度、温度警報器のリレーが動作した後はリセットを押さないとリレーは復帰しない為、ポンプとヒーターが勝手に再動作する心配が無い。
- ・煙はドラフターの天井に取り付けた煙感知器で感知する。煙を検知すると受信器のリレーが動作し、ポンプとヒーターの電源を遮断する。
- ・タイマーで実験開始から 200 時間経過後に自動的にポンプとヒーターの電源が遮断される。
- ・その他の異常対策として、非常停止スイッチを備えている。

(2) 高温対応実験ライン装置の写真

図 2-4.2～2-4.4 に高温実験安全装置の写真を示す。



図 2-4.2 高温実験安全装置正面写真

装置正面には非常停止スイッチ、タイマースタートスイッチ、タイマーが設置され、操作可能になっている。装置背面には AC100V のインレットとアウトレット、電源スイッチ、ヒューズホルダ、K 熱電対の取り出し口がある。装置上面には火災感知器の受信器を固定している。

図 2-4.3 に油漏れを検知するためのオイルパンに K 熱電対を設置した様子の写真を示す。



図 2-4.3 K 熱電対をオイルパンに設置した様子

2-4-2 作動

(1) 動作確認

高温実験安全装置の完成後、200 時間の高温評価実験を行う前に動作確認を実施した。確認した内容は以下の通りである。

- ・ AC アウトレットから AC100V の出力を確認した。
- ・ 非常停止スイッチの押下で AC アウトレットの遮断及び非常停止スイッチの復帰で AC アウトレットの出力を確認した。
- ・ 油漏れ検知の K 熱電対を熱湯に接触させ、温度警報器のリレーの動作及び AC アウトレットの遮断を確認した。温度警報器のリセットを押さない限り復帰しないことも確認した。
- ・ 火災受信器の火災作動試験スイッチの受信器のリレー動作を確認し、AC アウトレットの遮断を確認した。
- ・ タイマーの設定時間経過後に AC アウトレットの遮断することを確認した。

(2) 高温薬液対応パーティクル検出器の評価実験

平成 22 年度に製作した高温薬液対応実験ラインを使用して、高温薬液対応パーティクル検出器の 200 時間連続高温評価実験を行った。

図 2-4. 4 に高温評価実験時の安全放置の様子を示す。

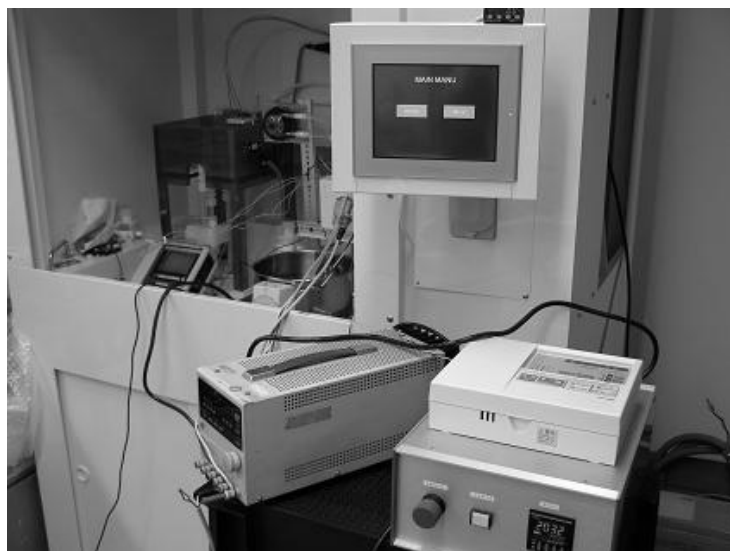


図 2-4. 74 高温評価実験時の実験ラインの様子

オイルパンの上にオイルヒーター、ポンプ、評価器を設置しデータロガーも同様にドラフター内に設置した。安全装置と外部電源はドラフターの外に置いて作動させた。

薬液評価実験は実験に使用する硫酸の廃棄の問題から、兵庫県工業試験場で行った。

(3) 成果

高温薬液対応実験ラインは当初予定していた 200 時間連続の高温評価実験に使用することができ、パーティクルセンサの放熱性能、高温時の電子回路動作、セルの耐熱性について確認することが出来、今年度の目標を達成することが出来た。

200 時間の実験実施中に煙や油漏れが原因で実験ラインが停止することは無かった。

2-5 高温薬液対応パーティクル検出器の開発

2-5-1 概要

(1) 実地内容

本章のテーマは、実施計画書のサブテーマ No⑤：高温薬液対応パーティクル検出器の開発に相当する。

被測定液温が 90℃以上の超純水であるという条件下で粒径が 100 nm 以上のパーティクルを測定でき、投入量に対し表示地が ±10%以内となる検出器を開発する。また、165℃の試薬を連続的に流し続けた場合の筐体内温度が 60℃以下となる温度調節機能を持たせる。

(2) 今年度目標

今年度は H23 年度に行なった第 1 次試作機をサブテーマ④の実験ラインに組み込んでの評価試験の結果から、特に連続加熱ラインでの耐久性向上（200 時間以上）をめざす。また、部材の再選定評価と電装など測定値の変動を比較して評価を行ない、改良型の第 2 次試作機（バブル対応の第 3 次試作機と共用）を製作する。高温薬液中での検出能力に関しては、純水への PSL 標準粒子測定時と比較して 30%以内の変動を実現する。

2-5-2 作動：薬液試験

(1) 昨年度との評価方法の違いに関して

昨年度は硫酸水溶液中に SiC パーティクルを添加しても検出数が増加せず、逆に下がる傾向がみられた。これは、当時のパーティクル数の算出のアルゴリズムが不完全で、計算が破綻していたためと考えられる。特に、硫酸水溶液のみでもパーティクルは混入しており、その大きさや数は不明であった。その為、特にアルゴリズムによる計算が困難であったと考えられる。

今年度はそれを踏まえ、測定方法の変更を加えた。本研究におけるパーティクルセンサは光路をパーティクル等の光を遮る物体が通ることによって、干渉縞を発生させる検出原理である。また、その干渉縞をフォトダイオードで受けることによって電気パルスの信号を得ている。原理的に 1 つのパーティクルが光路を横切るたびに 1 つのパルスを観測することが出来る。今回の薬液の測定に関しては、このパルスをカウントすることにより、硫酸中の既存パーティクルのカウント、SiC パーティクル添加時のパーティクルカウントの測定を行なう。

(2) 実験

本実験に関しては兵庫県立工業試験センター内のドラフトを使用し、実験を行なった。試験は硫酸と蒸留水を 2:1 の割合で混合した溶液を使用した。この時、溶液を混合した際の発熱により混合液温度は上昇するが、室温まで温度を下げてから測定を行なった。SiC パーティクルは超純水により希釈した溶液を用いた。この SiC パーティクルの粒径は 0.5 μm である。

実験は初め 2:1 硫酸水溶液のみを測定し、その後 SiC 溶液を添加していき、添加ごとの変化を

測定した。また、実験中は常に溶液内をガラス棒での攪拌を行なった。昨年度の測定においては SiC パーティクルの添加量を 7000 μ l までしか入れなかったが、今回は 8000 μ l まで SiC パーティクルを添加し、リニアな傾向を保つことが出来た。

この薬液データに関して、SiC 未投入である、SiC 滴下量 0 のときの計測値を各データから引き、プロットすると図 2-5.1 となる。

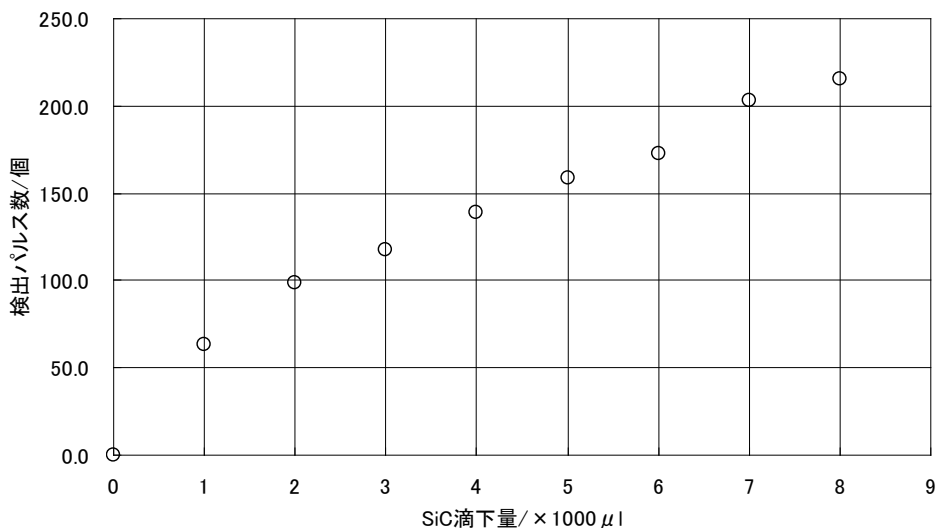


図 2-5.1 硫酸試験：オフセット差し引き

次に、上記薬液を測定したパーティクルセンサとは測定日、調整内容が多少異なるが、同 SiC パーティクルを純水中に滴下した際の実験結果を図 2-5.2 に示す。

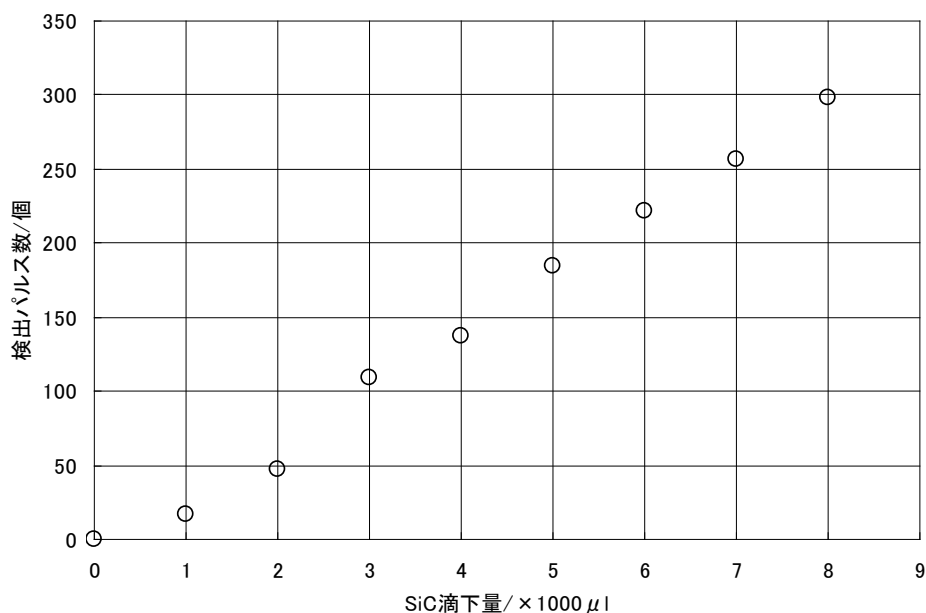


図 2-5.2 純水中における SiC パーティクル測定結果

上図のように、純水中においても SiC パーティクル投入量に対して検出パルス数がリニアに変化していく結果が得られ、両試験を 1 つのグラフにまとめると、図 2-5.3 のようになる。

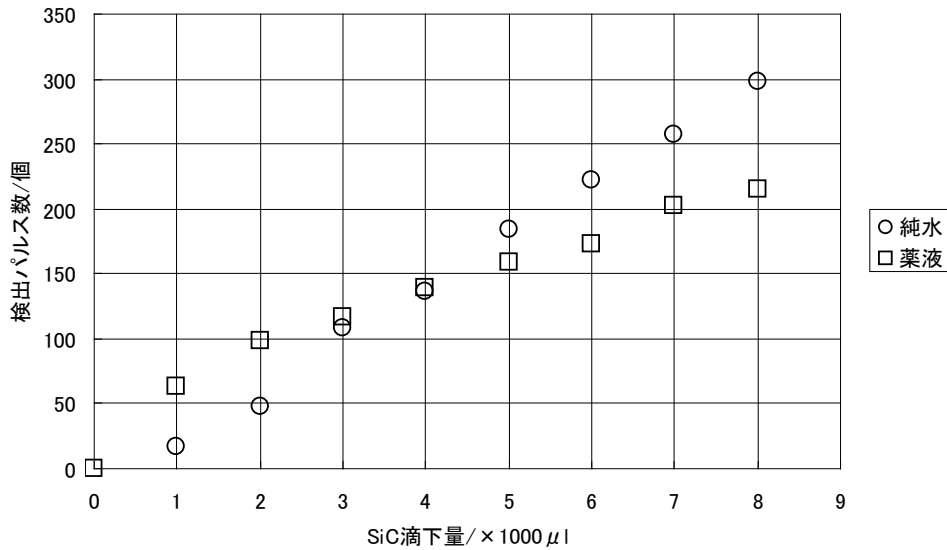


図 2-5.3 薬液試験と純水試験結果比較

図 2-5.3 からは変化の傾きは違うものの両測定とも特定の投入量に対して検出量が大きく変化していないことがわかる。

2-5-3 成果と課題：薬液試験

今年度における薬液試験においてパーティクル添加量に対して検出数がリニアに変化していく結果を得ることが出来た。また、今回用いた硫酸自身の持つパーティクルの量の測定も行なえており、そこにパーティクルを添加していく過程での測定であるため、被測定液のオフセット込みの測定が出来ているといえる。以上により、純水中のみに限定せず、薬液中に含まれるパーティクルも測定が可能であるといえる。

課題として、今回の測定に関しては、測定中にガラス棒により手で攪拌している為、測定中において均一性が保たれているとはいえず。そのため、より信頼性の高いデータを得るには、スターラー等により決まった攪拌を行なえるとよい。

また、薬液試験と純水試験の比較結果は、当初目標としていた「純水への PSL 標準粒子測定と比較して 30%以内の変動」を達成することはできなかった。しかし、今回は薬液実験の際の機体と純水中を測定する際の機体が異なった影響が強いと考えられ、同一機体であれば、この差が小さくなると予測される。本課題に関しては改めて再実験を行い、結果の確認を行う予定である。

2-5-4 作動：高温試験

試作機に関して、高温動作テストを行った。

昨年度の実験でパーティクルセンサ内部の温度が 70℃近く迄上昇していたが、使用部品の中に動作範囲温度が - 50℃～ + 60℃のチップフェライトビーズが存在した。高温時の正常動作を確実にするために、このチップフェライトビーズを、インピーダンス特性の似た動作範囲温度が一

55 °C ~ +125 °Cの物に変更した。チップフェライトビーズのサイズは交換後も変わらないので、基板の設計変更は行っていない。

試験は160 °Cに過熱したシリコンオイルをポンプでパーティクルセンサの流路に流し、200 時間連続で循環させることによるパーティクルセンサ内部の温度上昇、正常動作、セルの耐熱性に対するの確認を行った。

温度上昇に関してはシリコンオイルの温度は測温抵抗体、パーティクルセンサ内部の基板及びヒートシンクはK熱電対を接触させ、データロガーにて1分間毎のデータを取得した。動作の正常性に関しては、PC側において10秒間隔で送られてくるデータが取れているかで確認した。

図 2-5.4 に 200 時間連続高温評価実験中の写真を示す。

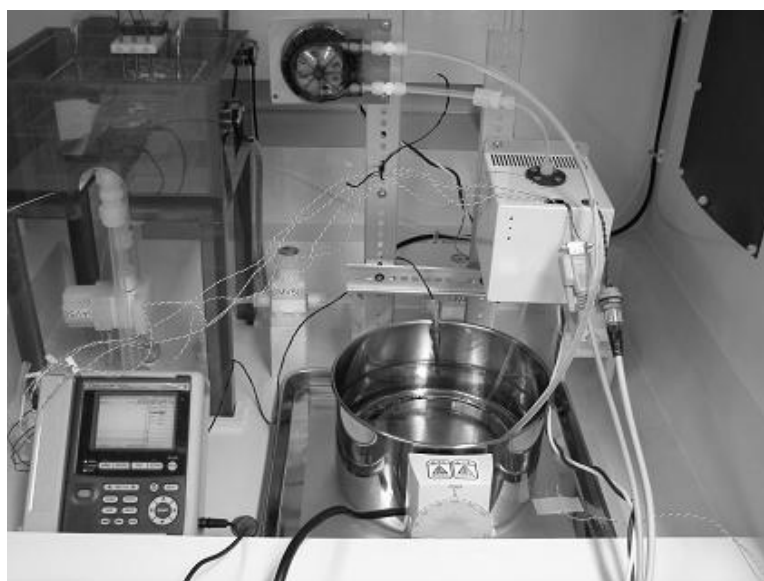


図 2-5.4 高温評価実験風景

図 2-5.5.に 200 時間のシリコンオイルとパーティクルセンサ内部の温度測定の結果を示す。パーティクルセンサ内部 4 箇所の測定温度結果を示す。

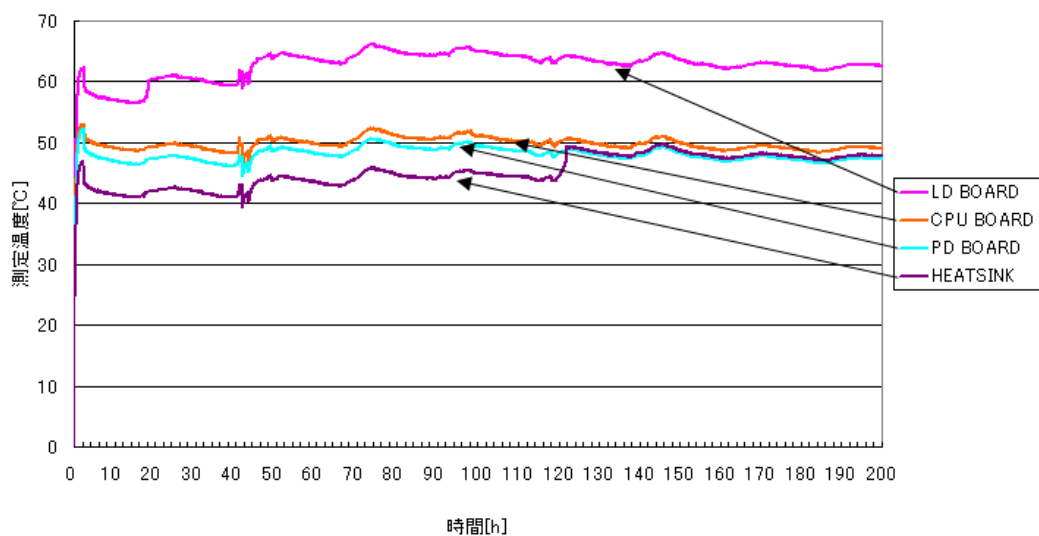


図 2-5.5 温度上昇測定結果

上図よりパーティクルセンサの内部の温度上昇はほぼ一定であったので、パーティクルセンサの放熱性能が確認できた。

パーティクルセンサで使用している電子部品の動作範囲温度は低いもので 70 °C なので、この実験結果の測定温度から基板の温度上昇は動作に支障の無い範囲で収まっているといえる。

パーティクルセンサから PC に送られてくる通信も試験中途絶えることなく、記録できたので電子回路部の動作も確認できた。

実験終了後、パーティクルセンサを分解し、高温によるセルのへこみや変形及び油漏れを確認したが異常は見られなかった。

図 2-5.6 に高温実験後のセルの写真を示す。

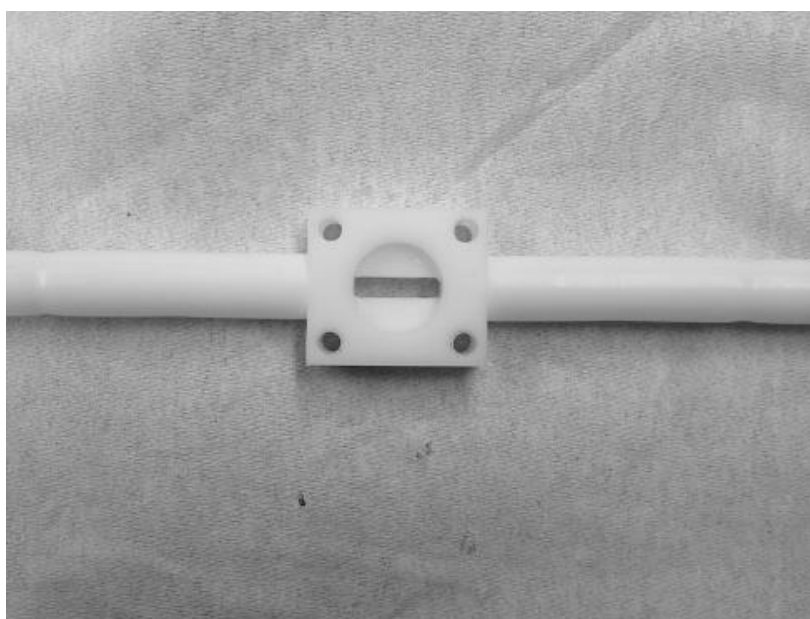


図 2-5.6. 高温実験後のセルの様子

高温実験後に 0.6 MPa、20 分の耐圧試験を実施したが、試験中の圧力の低下及び水漏れは見られなかったため、200 時間の高温実験でもセルの耐熱性を確認することが出来た。

2-5-5 成果と課題：高温試験

高温評価実験ではパーティクルセンサの放熱性能、高温時の電子回路の正常動作、セルの耐熱性の 3 点において評価実験を行い、いずれも今年度の目標が達成できた。

2-6 紫外線レーザー対応部材選定

2-6-1 概要

(1) 実施内容

本章のテーマは、実施計画書のサブテーマ No⑥：紫外線レーザー対応部材選定に相当する。

安全対策を行なった紫外線エキシマレーザー発振機、200nm 以下波長対応光学部品、紫外線対応フォトダイオード等を耐久性、コスト性を考慮して選定する。

(2) 平成 24 年度目標

今年度は H23 年度に引き続き、サブテーマ⑦の第 2 次試作機に組み込んで評価試験を継続するとともに、その結果を反映し製作された第 3 次試作機に組み込む。

2-6-2 部材に関して

(1) 昨年度までの部材に関して

昨年度までの実験では、紫外線レーザーを用いた超純水中におけるパーティクルの検出は困難であった。その要因として挙げられるのは、レンズにおける球面収差、色収差の影響が考えられる。球面収差はレンズによって焦点に 1 点で集められるはずの光がレンズの面精度によって必ずしも 1 点に集光しないことである。また、色収差とは波長の違いから、レンズ通過時に屈折率の違いが生じ、焦点で集光されないことをさす。特に 266 nm では波長が短く、影響をうけやすいと考えられる。色収差は単一波長を用いている場合問題にはならないが、本装置では初めに青色レーザーで光学調整をしてから、紫外線レーザーで調整、測定を行なう為、色収差が小さくないと正しい光学調整にならないことになる。

よって、今年度は球面収差、色収差のより少ないレンズの選定を行なった。結果、レーザー射出後のレンズ系において、ビームエキスパンダー、対物レンズの選定を行なった。ビームエキスパンダーは短波長対応の 1~8 倍の間で拡大が可能である。対物レンズに関しても短波長対応、使用波長で色収差補正のついたレンズを選定した。

以下の図 2-6.1 にビームエキスパンダーの写真、図 2-6.2 に対物レンズの写真を示す。

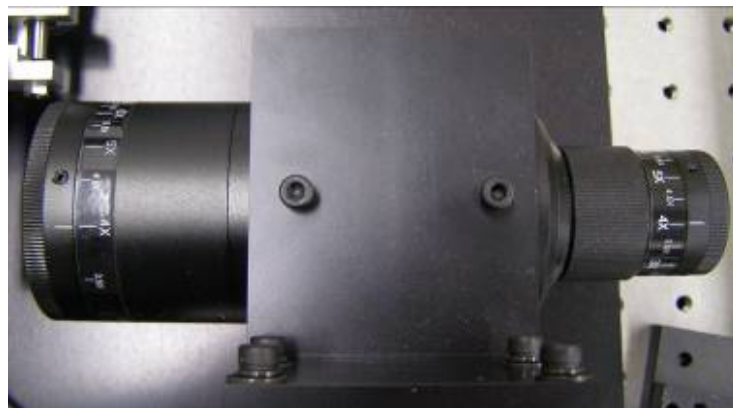


図 2-6.1 ビームエキスパンダー

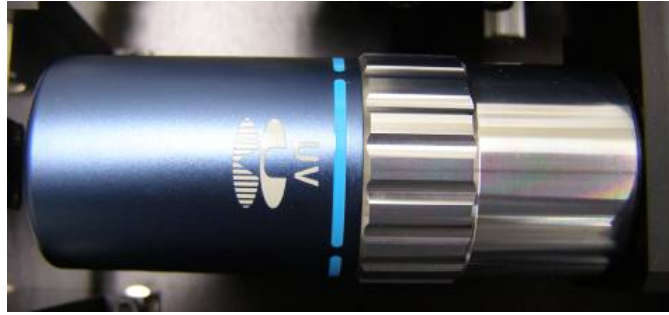


図 2-6.2 対物レンズ

また、深紫外線レーザー使用中にレーザーパワーが安定しない状況が発生した。この修理で、レーザー内のアナログ回路部に問題があることがわかり、同タイプの改良版との交換となった。それに伴い、レーザーをのせる治具も改めて作成した。

フォトダイオードに関しても、より作動性能の高い S4349PD (浜松フォトニクス) を選定した。S4349PD は、1 セル内に 4 つの受光部を持ち、それぞれで受光レベルを設定出来る。今までの使用していた PD は 1 素子 1 素子が単体の PD であったので、PD の受光素子を囲う部分があった。しかし、S4349PD に関しては、作動間隔が小さくなり、より作動の効果が得やすくなっている。

昨年度まで使用していた S1337PD を図 2-6.3 に示す。

この PD はこれまでの紫外線用ではないパーティクルセンサーと同型の PD であり、その中で紫外線領域でも感度を持つ PD として選定し、使用してきた。この PD のサイズは検出部の長さ 5.9mm、巾 1.1mm、囲いの幅 0.8mm である。

次に今年度選定した S4349PD の写真を図 2-6.4 に、サイズを図 2-6.5 に示す。

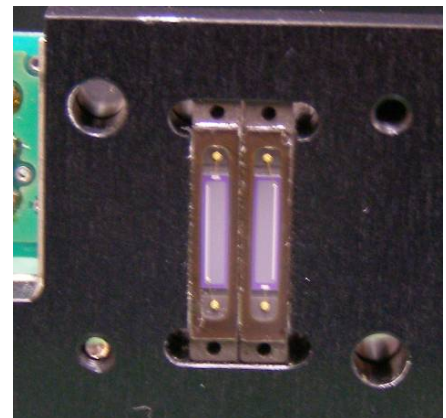


図 2-6.3 S1337PD

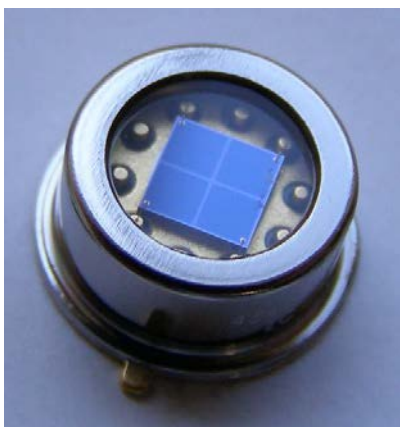


図 2-6.4 S4339PD

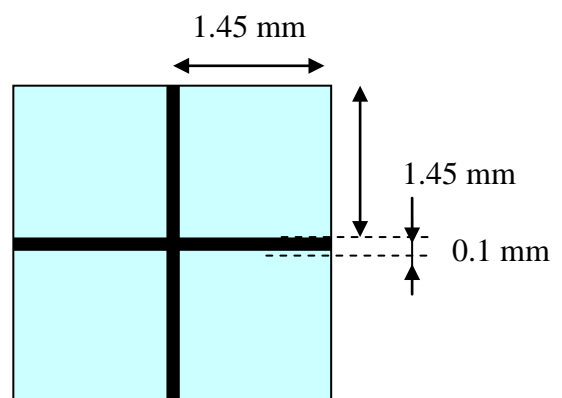


図 2-6.5 S4349PD のサイズ

この PD は 1 つの受光素子が 4 分割されている Si PIN フォトダイオードである。以前使用していた S1337PD は 1 つ 1 つの PD を横に並べて使用していた。この S1337PD を 2 つ並べた際の 2 つの受光素子間の距離は 1.6 mm となっている。それに比べて S4349PD は隣の受光素子範囲までの距離が 0.1 mm となっている。この隣の受光素子までの距離差が小さければ小さいほど 2 つの素子からくる信号の差動出力を取った際に差動の効果が得やすい。よって今年度はこの S4349PD の導入検証、及び測定を行なった。

また、この S4349PD を使用する際、4 分割されている PD のうち上部 2 つの受光素子を使用して参照) 測定を行なった。

改良型 266nm レーザの光学データを表 2-6.1 に示し、レーザプロファイルを図 2-6.6 に示す。

表 2-6.1 改良型 266 nm レーザの光学データ

Table 5: Optical Data		
Parameter	Value	Unit
Wavelength	266	nm
Output Power *	10	mW
Spatial Mode	TEM00	-
Spectral Linewidth	< 0.3	MHz
Polarization Ratio	> 100 : 1 vertical	-
Beam Quality M^2	≤ 1.3	-
Beam Divergence (full angle)	< 0.8	mrاد
Beam Diameter (at exit)	$0.60 \pm 20\%$	mm
Power Stability (8 hours, rms)	< 1%	-
Noise (100kHz-10MHz, rms)	< 0.5%	-

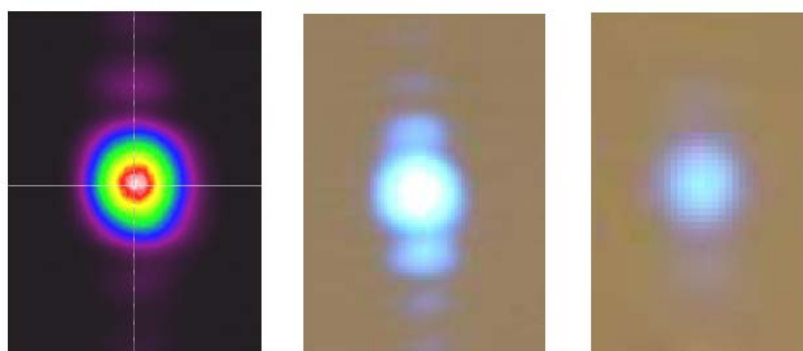


図 2-6.6 改良型 266 nm レーザのレーザプロファイル

2-6-3 実験環境の構築

2-6-2における選定をまとめ、各光学部材を治具に設置した（図2-6.7）。

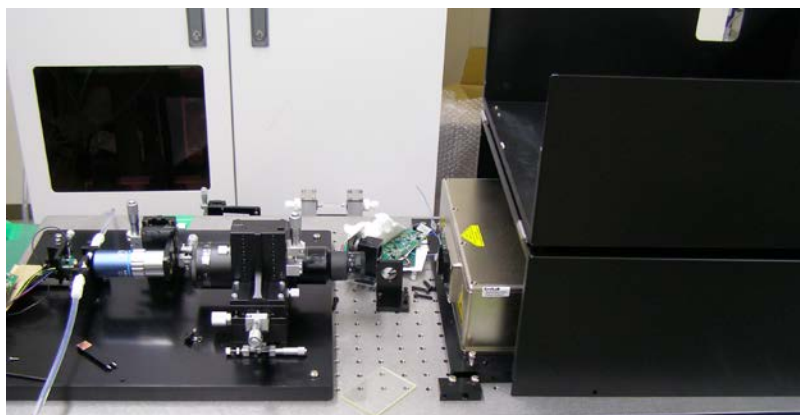


図 2-6.7 選定光学部材の設置写真

上記光学系を用いて、レーザ発振を行い、光学調整を行った。光学調整を行った後のビーム焦点周りの写真を以下の図2-6.8に示す。この時光を当てている液体は蛍光液を純水で薄めた液である。

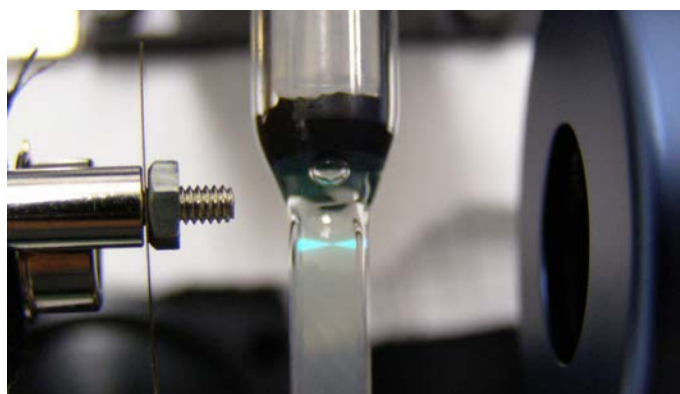


図 2-6.8 光学調整後の焦点付近の写真

上記写真より、266 nm レーザはビームエキスパンダーにより拡大、対物レンズにより集光されている事が確認された。

2-7 超純水対応パーティクル検出器の開発

2-7-1 概要

(1) 実地内容

本章のテーマは、実施計画書のサブテーマ No⑦：超純水対応パーティクル検出器の開発に相当する。

投入量に対し表示値が $\pm 10\%$ 以内で常温超純水中に存在するパーティクルの可測下限粒径=50 nm の検出器を開発する。

(2) 平成 24 年度目標

今年度は H23 年度に行なった第 2 次試作機の評価試験を継続し、その結果を反映した改良型の第 3 次試作機を製作して評価試験を行い、最終目標を達成する。

2-7-2 差動

(1) 青色 (406 nm) レーザを用いた測定

今年度初めは深紫外線 (266 nm) レーザの発振に不具合があった為、レーザの交換、及びレーザ設置用光学台、光学治具の再検討、作製を行なった。レーザは納期が長かったため、先に入手することが出来た 266 nm 用光学台において、406 nm レーザを使用した測定を行なった。この時、PD のみ紫外線に感度のある S1337-BQ ではなく、より青いに感度を持つ S1337-BR を用いて光学調整、測定を行なった。また、青色レーザは高温薬液機やバブル機等で使用する際は LD-PD 間が約 20 mm 程度であるが、今回の 266 nm レーザ用の光学台ではビームエキスパンダー、対物レンズの大きさ、稼動範囲を考慮し、レーザ出射口から PD までの距離が約 450 mm となっている。距離が長いと、空気中における散乱や吸収の影響が大きい為、高温薬液機やバブル機等と同等のレーザパワーではパワーが足りなかったため、レーザパワーを上げて実験を行なった。

以下に 266 nm 用光学台でのレーザパワーをあげた 406 nm レーザの測定を示す。まず、500 nmPSL のハイコーダーによる測定結果を図 2-7.1 に示す。



図 2-7.1 266nm レーザ用光学台上の 406 nm レーザ検出テスト

次に、上記測定中における、各波形のオシロスコープ測定結果を図 2-7.2~2-7.4 に示す。

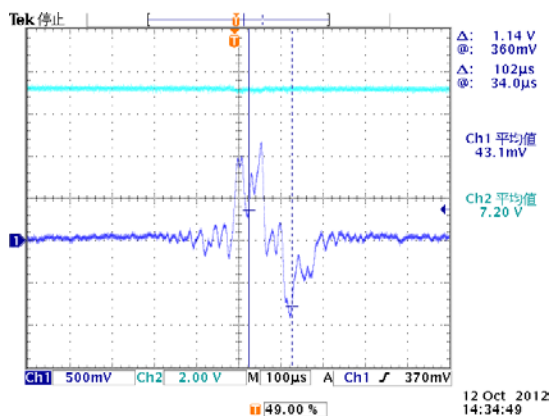


図 2-7.2 406 nm レーザ測定波形 1

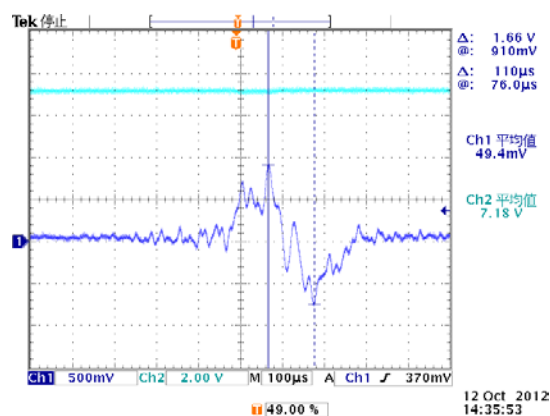


図 2-7.3 406 nm レーザ測定波形 2

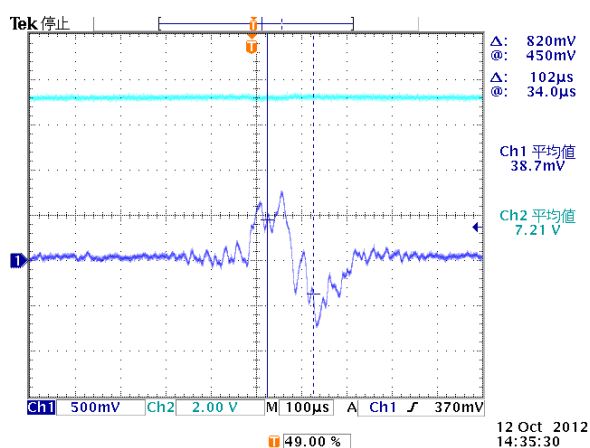


図 2-7.4 406 nm レーザ測定波形 3

上図 7-1~7-4 により、パーティクルが検出されていると考えられる。図 2-7.2~2-7.4 において、3 つの波形とも「山-谷」タイプの波形が得られている。この時、焦点の位置はセルの中心からわずかに離れた位置にあることがわかる。この位置からマイクロメータを用いて焦点位置をずらすことによって、「山-谷」「谷-山」の両タイプの波形が得られる場所、その場所を過ぎると「谷-山」タイプの波形のみが得られる場所があることを確認している。

(2) 266 nm レーザによる PSL の測定

次に 266 nm レーザによる、100 nm PSL の測定結果を示す。測定は 406 nm レーザを用いた薬液対応器 (PS 実機) と並べて測定を行ない、検出能の差を比較した (ただし、同じ箇所を測定を行っているのではなく、PS 実機を流れた後に 266 nm レーザのセルへと流れこむ流路としている)。まず図 2-7.5 にハイコーダーによる測定結果を示す。

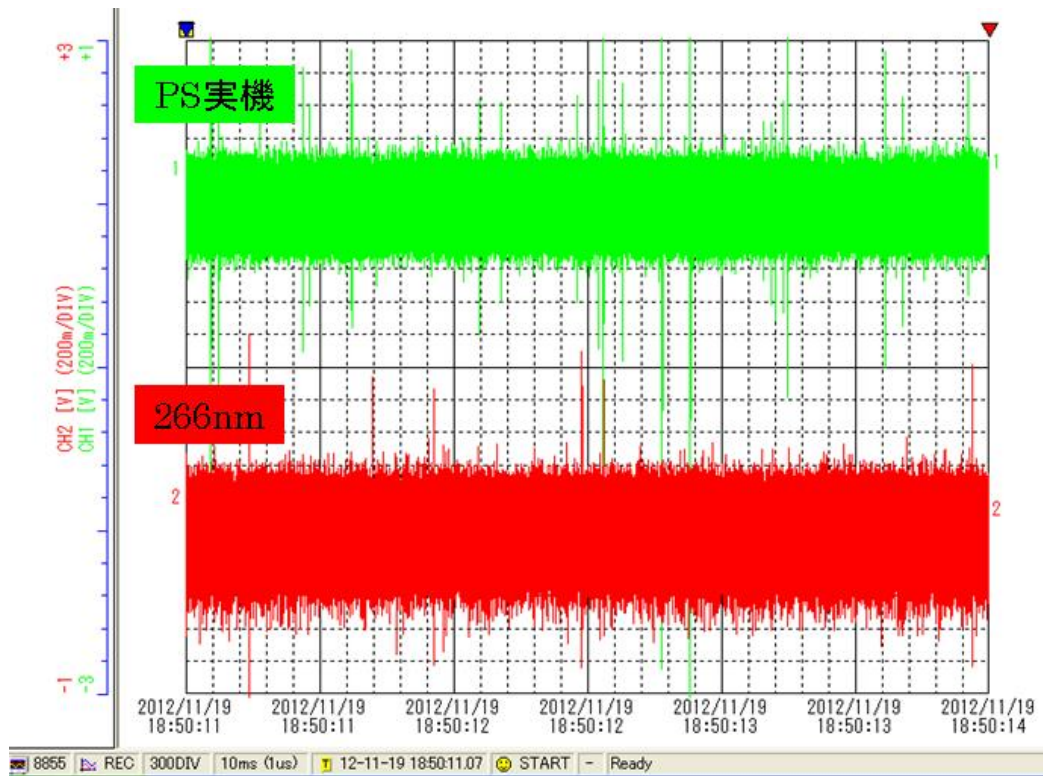


図 2-7.5 266 nm レーザと 406 nm レーザによる 100 nmPSL の測定結果

次に上記測定中におけるオシロスコープによる波形測定結果を図 2-7.6~2-7.8 に示す。

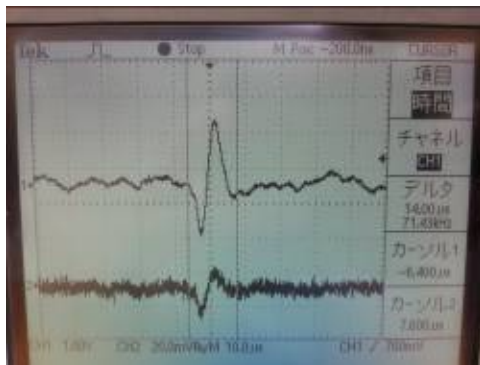


図 2-7.6 266nm レーザ測定波形 4

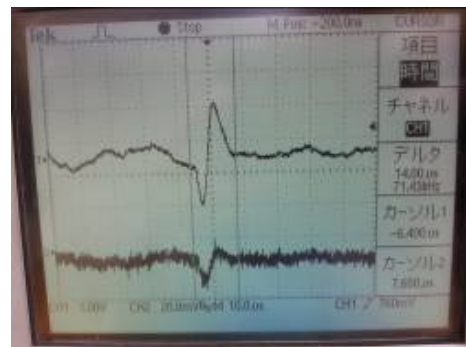


図 2-7.7 266 nm レーザ測定波形 5

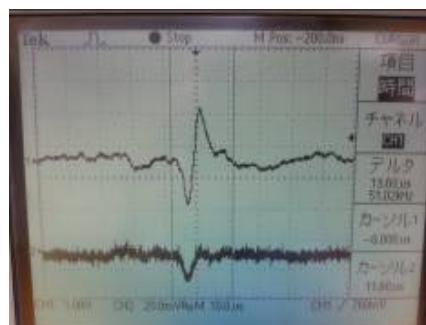


図 2-7.8 266 nm レーザ測定波形 6

上図から、266 nm レーザを用いて 100 nmPSL の検出は出来ているが、406 nm レーザと比べて検出能、S/N 比としても悪い。これは 266 nm レーザで 50 nm の PSL の測定をするためには、少なくとも 406 nm よりも検出能、S/N 比とも高くある必要がある。また、上記状態で 50 nmPSL を流しても、検出信号を得ることは出来なかった。

(3) 検出能と 406 nm レーザによる 50 nmPSL の測定検証

本測定方法における検出能というものを考えると、いかに PD が S/N よく干渉縞の通過を捉えることが出来るかである。これは大きなパーティクルが通過する時ほど、得られる干渉縞の濃淡は濃い（電気信号としても大きな差がある）、小さなパーティクルが通過するときほど干渉縞の濃淡が薄いことが大きく影響している。つまり、検出能を上げるには、干渉縞の濃淡を濃くするか、バックグラウンドをうまく排除できればよいのである。

ここで 406 nm レーザを用いて 100 nm PSL の信号の検討と 50 nm PSL の信号が出るのかのテストを行なった。まず、406 nm レーザによる 100 nm PSL の測定結果を示す。実験は高温薬液機（図 2-7.9）を用い、セルは 2 mm 角のセルを使用した。以下の図 2-7.10 にハイコーダーによる測定結果を示し、図 2-7.11~2-7.13 にオシロスコープによる波形測定結果を示す。

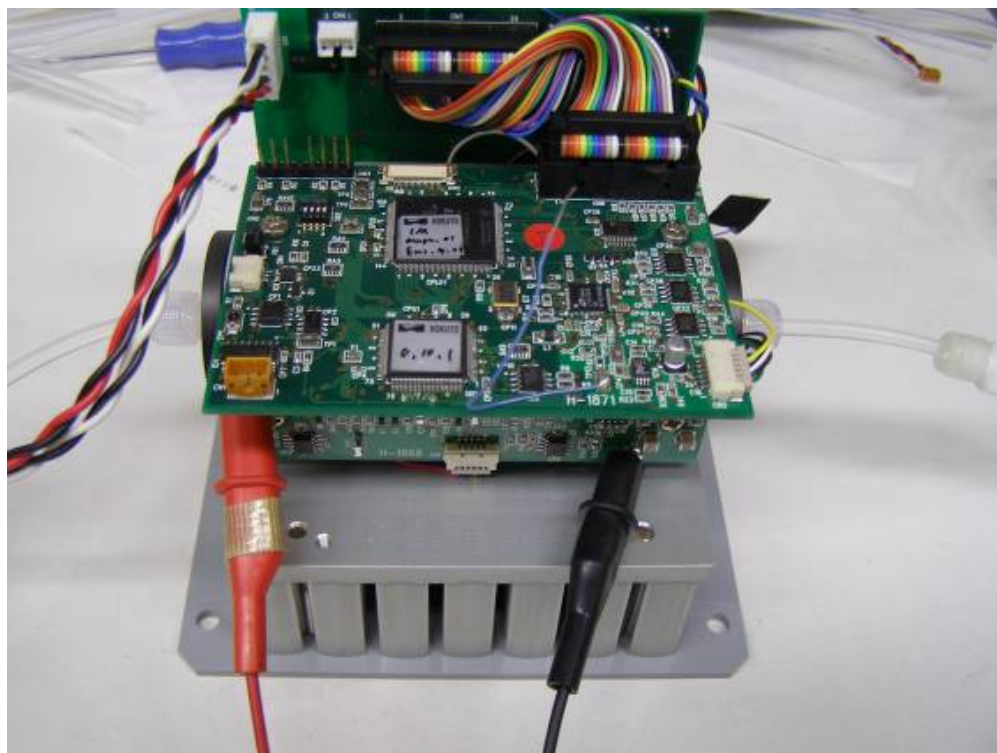
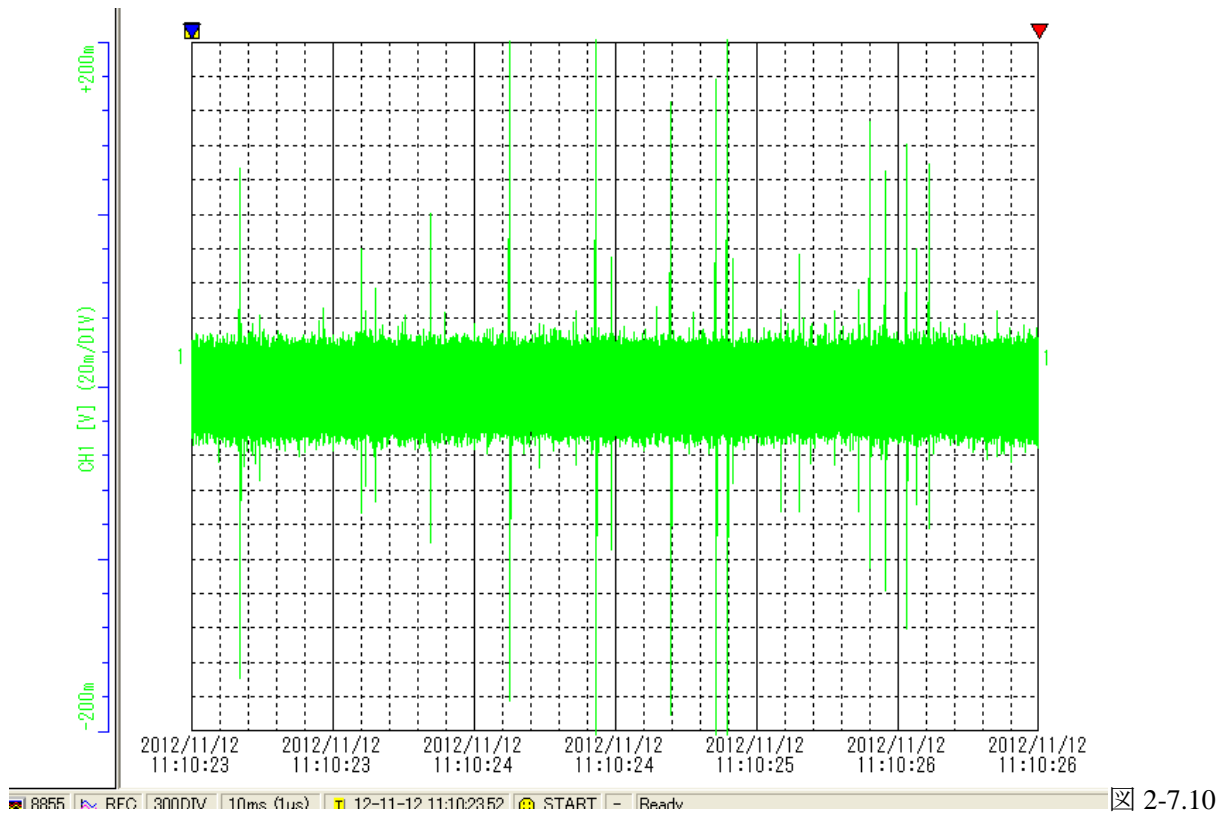


図 2-7.9 高温薬液機による PSL 測定



ハイコーダーによる 406 nm レーザの PSL 測定結果

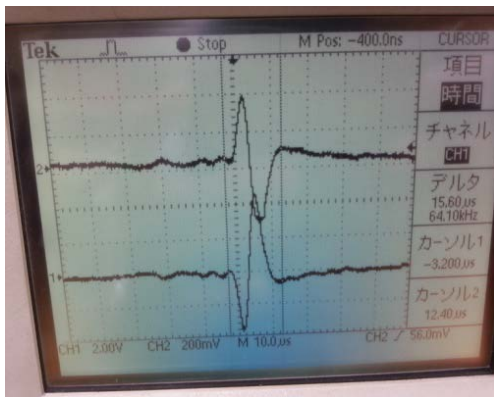


図 2-7.11 406 nm レーザによる測定結果 7

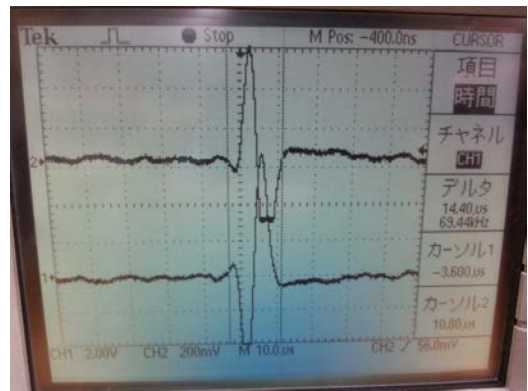


図 2-7.12 406 nm レーザによる測定結果 8

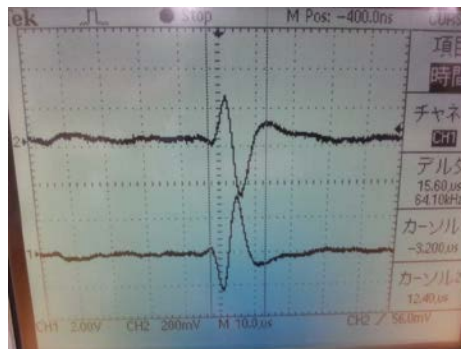


図 2-7.13 406 nm レーザによる PSL 測定結果 9

この時オシロスコープの波形の測定結果から 100 nm PSL の波形の周波数は約 70 kHz 前後とわかった。次に 50 nm PSL の測定を試みた。図 2-7.14 に 50 nm PSL 投入時のハイコーダーによる測定結果を示す。

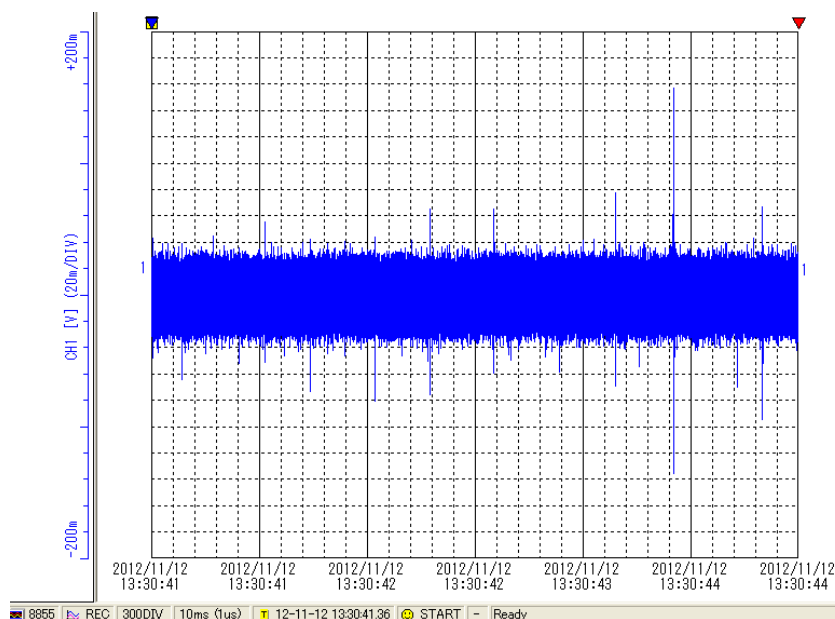


図 2-7.14 406 nm レーザの 50 nm PSL 測定結果

次に上図の測定中におけるオシロスコープの波形測定結果を図 2-7.15~2-7.17 に示す。

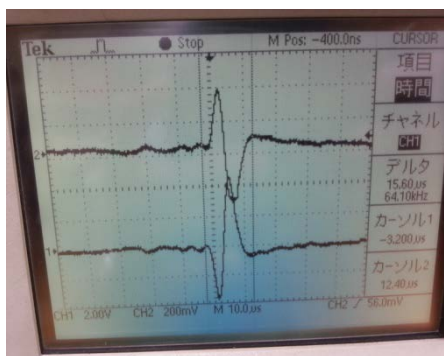


図 2-7.15 406 nm レーザによる測定結果 10

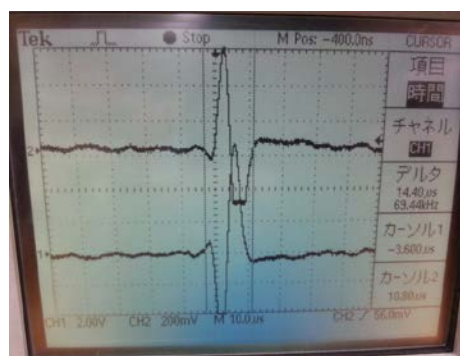


図 2-7.16 406 nm レーザによる測定結果 11

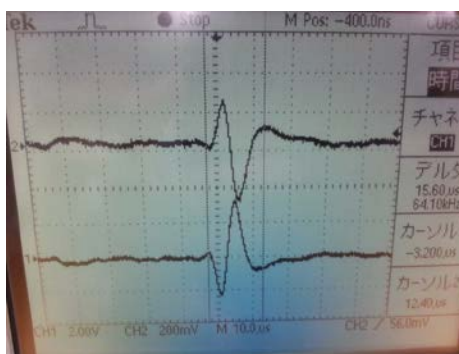


図 2-7.17 406 nm レーザによる PSL 測定結果 12

上記波形測定結果から、50 nm PSL を投入した際の主な周波数は 80 kHz 後半～90 kHz 前半にまとまっていることがわかった。100 nm PSL から得られる主な周波数帯は 70 kHz 前後であったため、今回 50 nm PSL を流して得られる周波数帯は 100 nm PSL とはことなり、50 nm PSL が測定できているということが出来る。

(4) 検出能向上に関する検討と 266 nm レーザによる 50 nm PSL の測定検証

今回 50 nm PSL が検出できた実機に関して、以前 50 nm PSL の測定を試みた時と回路定数、レーザのパワー等は特に変更していない。ただし、付け替え、調整の際に光学系や配置を何度かばらし、組みなおす作業は行なっていた。

この事から、今回 50 nm PSL が検出できた実機に関して、レーザの焦点がセル中心にうまく位置している可能性が考えられる。

セルの中を水が流れる時、管壁を通る水の流はほぼゼロで、中心に行くほど流速は増す (図 2-7.18 参照)。

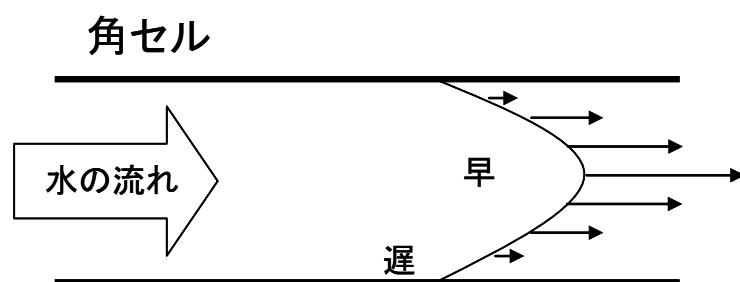


図 2-7.18 セル内の流れ分布

このことから、本研究における測定方法は移動粒子を捕らえることが出来る為、よりセルの中心部を流れる粒子の方が変化が顕著にみられ、測定しやすいと考えられる。よって、このセルの中心に焦点が来たときに一番検出能が上がると考えられる。(※焦点周りの検出能が高いのは言うまでもないが、その焦点がさらにセル中心にある時が最も検出能を得られると考えられる。)

この結果を踏まえ、266 nm レーザも焦点がよりセルの中心に位置するように調整を行った。しかし、266 nm レーザでは 100 nm PSL の検出はできても、50 nm PSL は出来なかった。

266 nm レーザにおいて、50 nm PSL の干渉縞を捉えることが出来ない理由として、他に干渉縞は出来ているが、PD で干渉縞をとれていないことが考えられる。これは、現在用いている 266 nm レーザによって出来る干渉縞の濃淡が薄く、現在の PD では捉えることが出来ていないという可能性である。これを解決するには、レーザ自身のパワーを上げることによって干渉縞の濃淡を濃くする。もしくは、バックグラウンドを減らすことによって、薄い干渉縞でも測定が可能になるようにする 2 つの方法が考えられる。前者の方法はレーザ自身を交換しなくてはいけないため、困難である。よって、今回は後者の方法によって、干渉縞を観察出来るように試みた。

現在、干渉縞は 2 つの PD によって観測している。そして、この二つの信号の差動をとること

によって、ベースノイズを減らす方法をとっている。これまで使用していた PD は図 2-6.3 に示す S1337 というタイプで 2 つの受光素子間の距離は 1.6 mm である。

今回この使用していた PD から新規に 2 - 6 - 2 で示した S4349PD (図 2.6-4) を用いて測定を行なった。この S4349PD は 1 つの受光素子を 4 分割しており、2 つの受光素子間の距離は 0.1 mm となっている (図 2-6.5 参照)。

差動をとる 2 つの受光素子間の距離が狭いほど、2 つの受光素子に入る光の差が小さくなるので、より差動の性能としては上がり、ベースノイズとして現れる部分が小さくなる。

この PD に変えた後に改めて PSL の測定を行なった。図 2-7.19 に S1337PD 時の測定結果を、図 2-7.20 に S4349PD に変えてからの測定結果を示す。

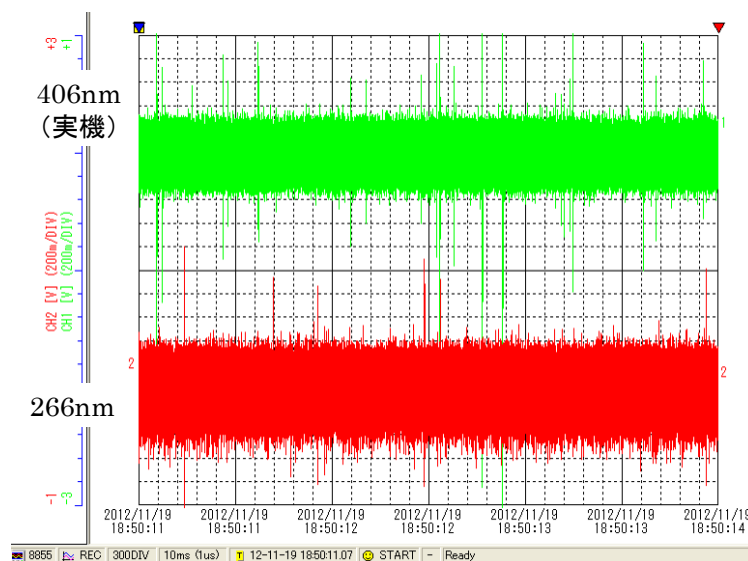


図 2-7.19 S1337PD 時の PSL100 nm の測定結果

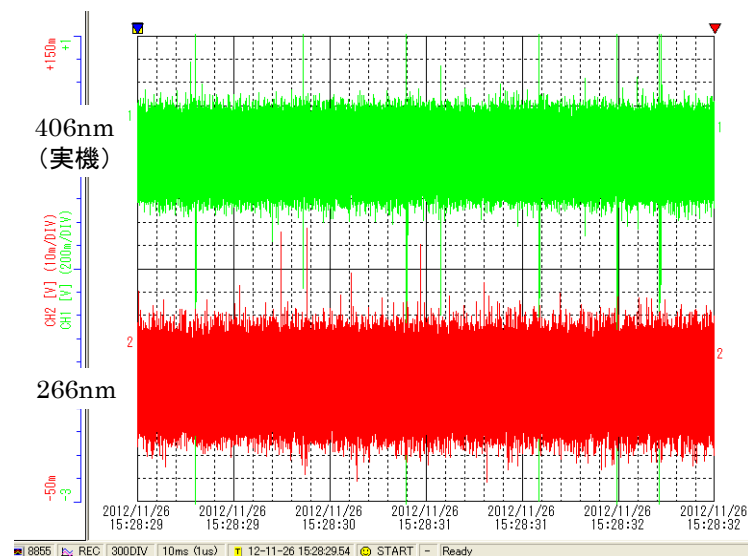


図 2-7.20 S4349PD 時の PSL100 nm の測定結果

S1337PD 時の SN は 2.57 (signal = 900 mV, noise = 350 mV)、S4349PD 時の SN は 2.4 (signal =

60 mV, noise = 25 mV) となった。全体のレベルとしては減っているが、SN として向上などは見られなかった。

これは 2 つの PD の受光感度が同程度である為かと考えられる。しかし、ベースノイズレベルとしてはさがっているため、これは差動効果が得られた結果である。以下表 2-7.1 に 2 つの PD の比較を示す。

表 2-7.1 2 つの PD の比較

	S4349	S1337	比率
受光面積	$1.45 \times 1.45 \times 2$ = 4.2	1.1×5.9 = 6.49	0.64
受光感度	0.12	0.13	0.92
信号処理部 利得	600 倍	1000 倍	0.6
雑音レベル	± 25 mV	± 400 mV	0.35

PD を変えることによって、上記の差があり、ベースノイズに関しては特に大きく下がったが、50 nm PSL の観測には至らなかった。

2-7-3 266 nm における 50 nm PLS 検出困難な原因に関する検討

結果として現状では 266 nm レーザを使用して 50 nm PSL の検出には至っていない。考えられる理由として、以下に挙げるいくつかの要因が考えられる。

まず図 2-7.21 に水の波長による吸収のグラフを載せる。

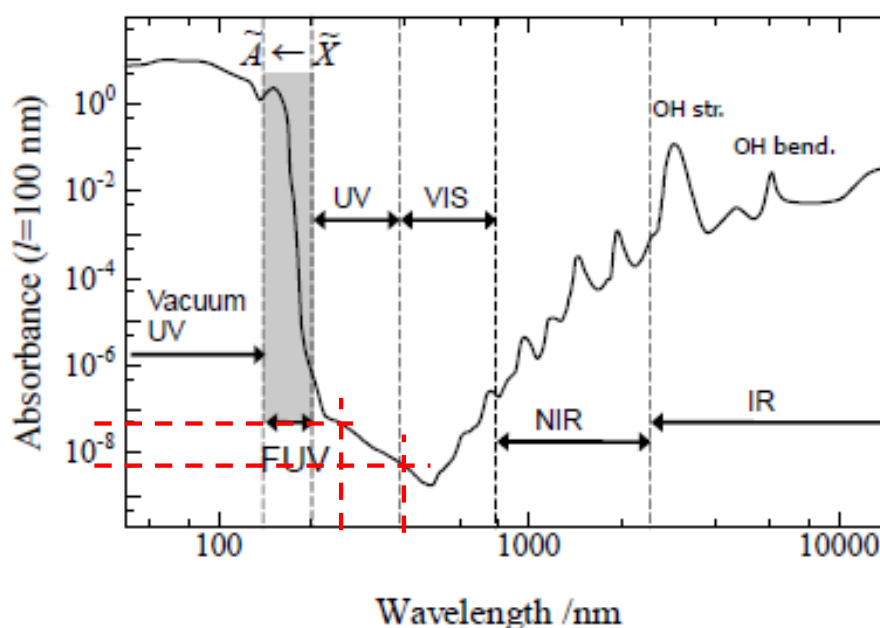


図 2-7.21 水の波長による吸収²⁻⁷⁻¹⁾

266 nm という波長において、水の吸収が目立って大きいわけではないが、406 nm の波長と比較

すると、1桁ほど吸収が大きいことの影響も考えられる。特に小さなパーティクルからの干渉縞は非常に濃淡として薄い為、さらに影響を受けやすいものと考えられる。実際の測定においても、図 2-7.22 において、水の有無を含む PD での受光レベルを評価した。このとき、水の有無によって出る受光レベルの差は 50 mV であった。この 50 mV に関して、S4349PD 使用中のベースノイズレベルから考えると、この水の有無が寄与する影響は十分大きいと考えられる。

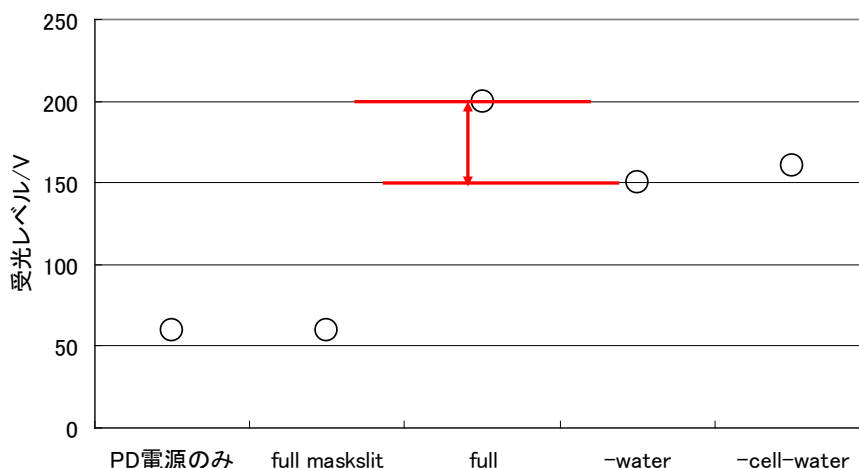


図 2-7.22 水の有無を含む PD 受光レベル評価

次に PD における受光感度のグラフを以下の図 2-7.23、2-7.24 に示す。

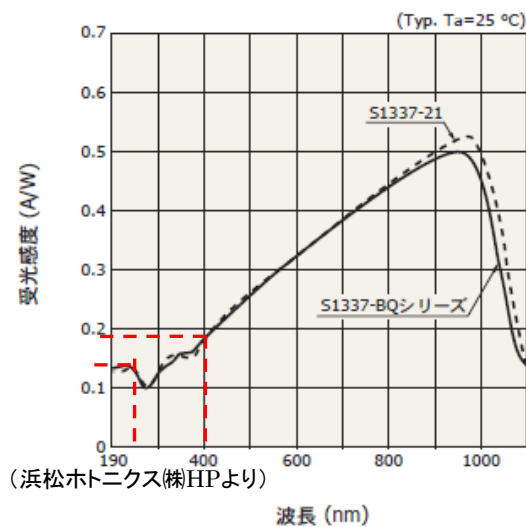


図 2-7.23 S1337PD における受光感度

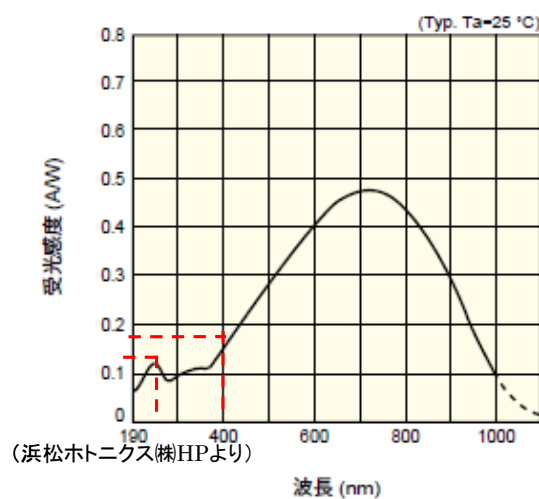


図 2-7.24 S4349PD における受光感度

ここにおいても、PD 自身の受光感度が 406 nm の波長より 266 nm の波長が低い。この事がより小さなパーティクルから出される濃淡の薄い干渉縞の測定を困難にする要因のひとつであると考えられる。

次にレーザから出射されるレーザ自身についての評価を行なう。まず、406 nm レーザが LD か

ら出て非球面レンズ2枚通過後のレーザープロファイルを以下の図 2-7.25 に示す。また、266 nm レーザがビームエキスパンダー、対物レンズ通過後のレーザープロファイルを図 2-7.26 に示す。

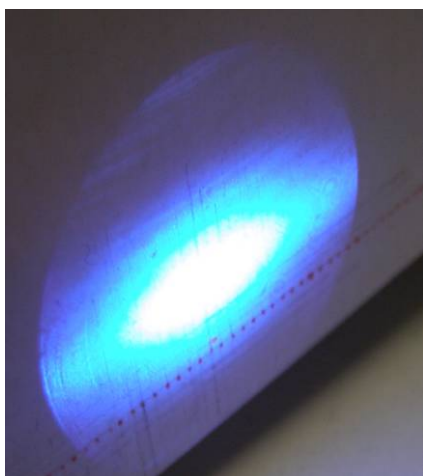


図 2-7.25 406 nm レーザプロファイル

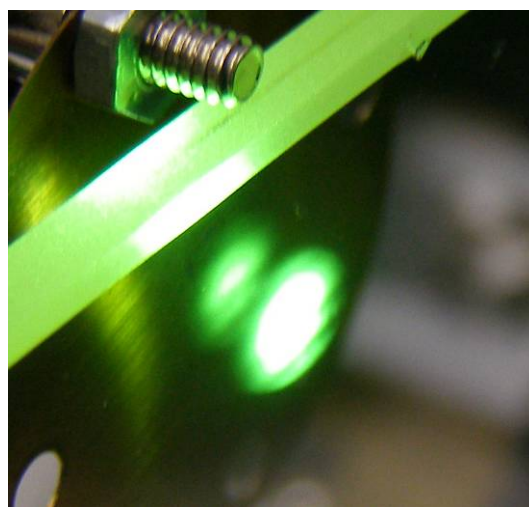


図 2-7.26 266 nm レーザプロファイル

上図より、406 nm レーザの方ではガウス分布をしているが、266 nm レーザの方ではビーム自身に干渉縞のような濃淡が現れていることが確認できる。266 nm レーザはレーザー発振機から出たままの形だと、特に乱れはないように見えるが、レンズ、ビームエキスパンダーを使用して、レーザー自身を拡大すると、上図のようなレーザープロファイルの乱れが確認できる。この事は、レーザー自身の中に濃淡があることから、強度分布にも大きく影響すると考えられ、PD で受けた信号から粒径等を同定する際に悪影響を与えたと考えられる。

次に、レーザー自身の出力パワーの測定結果を以下の表 2-7.2 に示す。

表 2-7.2 各レーザーの光量の測定結果

	レーザーパワー測定時の 光学構成	レーザーパワー
深紫外線 266 nm	レーザー発振機のみ	12.05 mW
青色(high power) 406 nm	LD+非球面レンズ	108.6 mW
青色(normal:実機) 406 nm	LD+非球面レンズ×2	41.3 mW

上記測定結果から、266 nm レーザと 406 nm レーザで出力しているレーザーパワーが大きく異なっていることがわかる。406 nm レーザに関して、焦点の微妙な位置の違いで 50 nm PSL が検出可能であるかどうかが決まることがわかった。この事から、パーティクルが検出領域を通った際にある程度の大きさのエネルギーを持った光で見に行かなくては検出が困難であると考えられる。

$E = h\nu$ (h : プランク定数)

から単純に考えると、406 nm と 266 nm の波長からはエネルギー的には 266 nm の方が約 1.5 倍のエネルギーを持っている。

また、光量計からの測定によると実機の方では 406 nm の方が約 3.4 倍、同じ光学系を用いた 406 nm (high power の方) では 406 nm の方が約 9 倍の光量を持つ。

この 2 種類のエネルギーは簡単に比較出来ないが、観測領域 (セル内) を通過する光子の量を考えると、やはり単位時間当たりの総エネルギーが大きいほうが高い検出能に結びつくと考えられる。

さらに、ビームウエスト半径 ω は

$$\omega = \lambda / (\pi \times \text{NA}) \quad \text{NA: ビームウエスト絞り角}$$
$$= \lambda / (\pi \times \sin \theta) \quad (\theta: \text{広がり角の半角})$$

として表される。 $\lambda=266\text{nm}$ の時、ビームウエスト半径の分布は図 2-7.27 のように計算される。

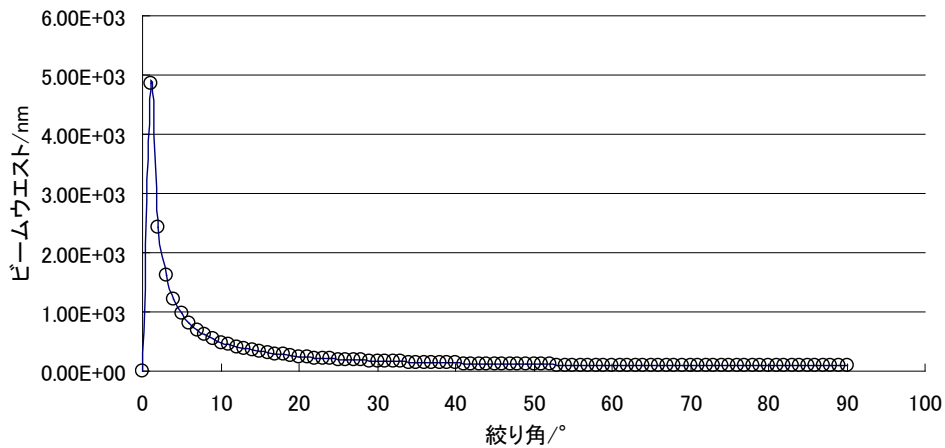


図 2-7.27 ビームウエストー絞り角 (NA)

この時、ビームウエストが大きいくほど、つまりはビームの絞り角が小さいほど、レイリー長 (焦点深度) も大きくなるため、小さな NA は焦点まわりでエネルギーを稼ぐのには不向きと考えられる。

2-7-4 結論

以上の検討より、今回用いている 266 nm レーザでは出力のエネルギーが足りていないと考えられる。

より強い光に大きな NA を付加することによって、パーティクルは検出しやすいと考えられる。

また、その際に焦点をセル中心に合わせることにより、セル内の流れの分布と合わさり、より検出効率は伸びると考えられる。

第3章 全体総括

3-1 各サブテーマの研究開発成果および今後の課題に関して

3-1-1 バブル発生対応の実験ラインの開発

微小バブルを発生させてパーティクルサンプルと共に液中に混入、循環させ、試作のパーティクルカウンターを取付けるとともに計測器類も組み込んで、バブルとパーティクルの切り分け評価試験ができる実験ラインを製作した。

実験ライン内での発塵や洗浄度が問題となったが改造を行い、バブル水が測定しやすい環境は完成した。課題点として完全な発塵防止には至らなかった為、ある程度のパーティクルがあることを前提に測定を進めていく必要がある。

3-1-2 バブルによる干渉縞の理論的解析

1 μ m以下の微小粒子に対して集束レーザー光を照射することで干渉縞の発生を確認した。レーザー発振器とフォトダイオード(PD)間にフローセルを設置し、流れる微小粒子の干渉縞とPDへの入力信号を同時に計測できる試験装置を完成した。また、最終年度はダミーの微小粒子や微小バブルを計測領域で任意の運動をさせる装置を製作した。

これらの装置を使用して、微小粒子の干渉縞は集束光の方が明確に観測されることが確認された。また、微小粒子の粒径、レーザービームの形状等と干渉縞の関係を解析し、基礎的な干渉縞発生機構のデータを得た。今後は微小粒子とバブルの干渉縞の差異の計測と解析を進める。

3-1-3 バブル対応パーティクル検出器の開発

バブルが混入している被測定液において、バブル由来の電気信号と不透明固体パーティクル由来の電気信号を弁別し、固体パーティクルの個数濃度を表示する計測器の開発と実用化を行った。

2次試作器で集束光でのバブルと固体パーティクルでは電気的特性に明確な差異が得られなかった。3次試作においてはリボンビームによる確認を行ったがバブルと固体パーティクルの弁別には至らなかった。課題としてリボンビームでの検出能向上が必要である。

3-1-4 高温薬液対応の実験ライン開発

高温薬液を巡回させ、排気設備及び薬液処理設備も考慮して、耐熱性能の評価試験を可能とする実験ラインを完成させた。安全対策を充実させ、最終的に 160℃のシリコンオイルで 200 時間の長期耐熱試験を実行し、目標機能の達成を確認した。

3-1-5 高温薬液対応パーティクル検出器の開発

高温での耐久性と薬液内のパーティクルの検出可能な検出器の開発を行った。

高温での耐久性については、耐高温部品の選定、部品材質の選定と形状の工夫等に依り最終的に 200 時間の長期耐久試験で正常動作が確認出来た。

また耐薬液についても硫酸を溶液とした実験ライン内のパーティクルの検出を確認し、開発目標を達成した。

3-1-6 紫外線レーザー対応部材選定

安全対策を行った紫外線エキシマレーザー発振機、266nm 波長光対応光学部品、紫外線対応フォトダイオード等を耐久性、コスト性を考慮して選定する。

波長の影響による球面収差等々の問題が発生したが、光学系の変更等により、266nm 波長の集束光を確認することが出来た。現状課題としてレーザーパワーのパワーが小さすぎて S/N が大きいため、更なるパワーアップの必要性が認められた。

3-1-7 超純水対応パーティクル検出器の開発

投入量に対し表示値が±10%以内で常温超純水中に存在するパーティクルの可測下限粒径=50nm の検出器を開発することを目標に、3次にわたる試作を行った。

406nm 波長での 50nm パーティクルの計測は実行できた。266nm 波長を用いて 50nm 以下のパーティクルは明確な測定ができなかったが、波長の影響による超純水中での吸収の悪影響が確認でき気中での使用の確認が出来た。また検出能がエネルギー密度に依存することが確認出来た。

3-2 事業展開に関して

元々、バブル・高温薬液・超純水でのパーティクル検出器は、世の中でのニーズがあるということによって今回の研究開発をスタートしたが、研究開発中にも、半導体関連の洗浄機メーカーや医薬品関連の洗浄機メーカーや飲料水関連のメーカーより問合せ等があり、世の中のニーズが確認できた。

検出する粒径に関しては、数 100nm のオーダーでの要望は少なく、数 10nm のオーダーでの要望が多い事が分かった。また多機能な測定器というより安価なセンサーとして、各社の装置またはシステムへ搭載することにより、付加価値を付けることで他社との差別化を図りたいという要望が多いことが明確になった。

今後の事業化展開としては、干渉縞直接測定方式が散乱光方式よりも、被検出粒子が濃度の高い領域まで測定可能であるメリットと本研究開発で行ったリボンビームを用いての検出確率の向上性を用いて、検出可能な粒径が数 100nm～数 10 μ m を中心とした商品の開発を考えている。

また液中での検出だけではなく昨今、問題となっている PM2.5 や黄砂、火山灰といった大気中に含まれる汚染物質の検出に関しても、本研究開発の成果が、活用出来ると思われる。

製品イメージとしては、装置もしくはシステムへの組み込みを配慮して出来るだけ小型化を図る。また機能的には、粒径分布測定といった機能では無く、通過粒子個数のカウント機能や粒子数による設定基準で OK/NG を出力する単純な機能でより安価なセンサーの商品開発を考えている。

この報告書には、委託業務の成果として、産業財産件等の対象となる技術情報（未出願又は未公開の産業財産件等又は未公開論文）、ノウハウ等の秘匿情報が含まれているので、通例の取扱いにおいて非公開とする。ただし行政機関の保有する情報の公開に関する法律（平成11年法律第42号）に基づく情報開示請求の対象の文書になります。

この印刷物はリサイクル適正を満足するものです