

光を用いた微粒子計測に関する研究

木島一広・清水章良・中村卓

Study on Particle Measurement Using Optical Method

Kazuhiro KIJIMA, Akio SHIMIZU and Takashi NAKAMURA

要 約

産業が高度化するにつれて重要性が増している、数 nm~100nm 程度の粒子測定をより手軽にする手法を開発するため、本研究では、測定レンジが広く様々な材質に対応していることから広く用いられている、光散乱による粒子計測手法に焦点をあて研究を実施した。平成 29 年度は光の照射方法を検討するとともに、微弱な散乱光検出のため、半導体素子のため特性が安定していて、光測定感度が高い MPPC (Multi Pixel Photon Counter) を用いた光検出回路を設計、作成した。

1. 緒 言

半導体やディスプレイなどの製造にはクリーンルームにより清浄な環境が必要となり、清浄度は粒子カウンターなどによりモニタリングされ管理されている。近年は、半導体パターンの微細化が進んでおり、モニタリング対象の汚れの粒子は数 nm~100nm の大きさまで小さくなってきている。

他方、ナノテクノロジーの普及によって、カーボンナノチューブやフラーレンなどの“ナノ材料”と呼ばれる物質を取り扱う機会が増加している。これらの材料を扱う際には、作業者の安全確保のため、材料の飛散度合いの確認をする必要が生じている。

このように、産業が高度化するにつれて、数 nm~100nm 程度の小さい粒子をより手軽に測定する必要性が生じている。このため、安価に微細な粒子を測定できる手法を開発し、提供することは有益であると考えられる。しかし、現状は数 nm~100nm 程度の粒子を測定できる計測器は、比較的高価であるため、手軽に利用できるものとはいえない。

そこで、本研究では、測定レンジが広く、様々な材質に対応していることから、広く用いられている光散乱による粒子計測手法に焦点をあて、数 nm~100nm 程度の微細な粒子をより安価に計測することを可能にする手法の開発を目指して研究を実施した。

平成 29 年度は光の照射方法を検討するとともに、微弱な散乱光検出のため、半導体素子のため特性が安定していて、光測定感度が高い MPPC (Multi Pixel Photon Counter) を用いた光検出回路を設計、作成した。

2. 光照射方法の検討

現在広く普及している粒子計数器では、機器内に計測対象粒子を導入し、自由空間を伝搬するレーザー光を照射させてその光散乱を検出する手法が用いられている¹⁾。その模式図を図 1 に示す。

対象粒子が光の波長よりも十分小さい領域においては、散乱光の強度は対象粒子径の 6 乗に比例し、入射光波長の 4 乗に反比例することが知られている^{1), 2)}。

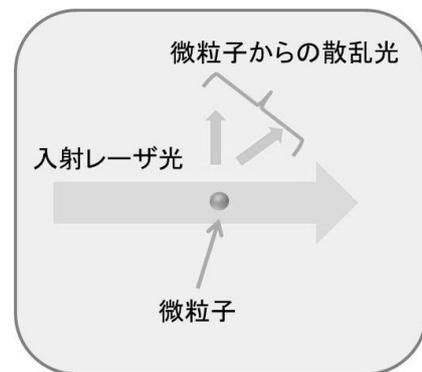


図 1 微粒子による自由空間伝搬光の散乱

光散乱を用いた粒子計測では、これらの理由により対象粒子が小さくなるにつれて、検出する散乱光強度は極端に弱くなるため高感度な測定が要求される。そのため 100nm 以下の粒子検出は、現状高出力のレーザーを用いて入射光強度を上げることで対応している。また、自由空間を伝搬するレーザー光を用いている場合、微弱な散乱光を S/N 比良く検出するためには、散乱光以外の光についてはオプティカルトラップなどの対策により迷光対策を施す必要がある。筆者らは、これらの対策が機器の

大型化や高価格化につながるものと考え、プリズムによる内部全反射を用いた光照射の適用を検討した。内部全反射による光照射は、顕微鏡による蛍光観察の照明として用いられており、背景光の極めて少ない環境での微弱蛍光観察が可能となっている。また、内部全反射によりプリズム上に発生するエバネッセント場と微小球との相互作用については研究されており³⁾、微小球によるエバネッセント光の散乱は、エバネッセント光を調査するためのプローブとしても用いられている⁴⁾。これらのことから、プリズム表面上に付着させた微粒子に内部全反射による光照射を適用し、エバネッセント光の散乱を微粒子計測へ適用させることは可能であると考えた。

内部全反射による微粒子の光散乱の状況については、FDTD (Finite-difference Time-domain) 法による電磁界シミュレーションを用いて解析を行った。解析に用いたモデルを図2に、解析結果の一例を図3に示す。モデルでは、ガラスプリズム上に誘電体微小球が付着している状況を模擬している。



図2 電磁界シミュレーションモデル

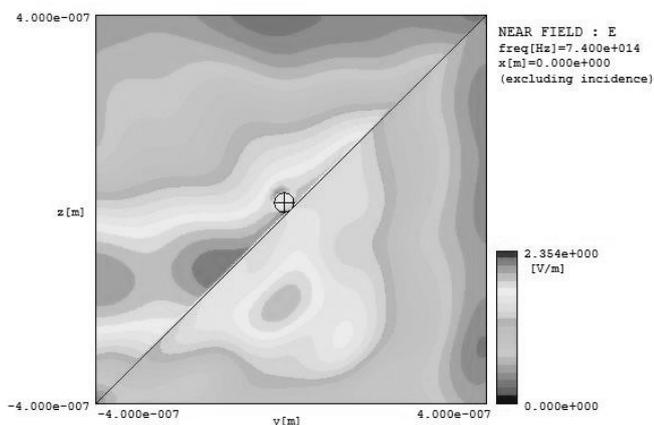


図3 電磁界シミュレーション結果の一例

現在、電磁界シミュレーションから求めた散乱光の散乱パターン結果に基づいて、受光素子を配置し光検出実

験を進めている。

3. 光検出回路の検討

本研究においては、対象微粒子が小さいことと、エバネッセント光散乱を用いていることから、散乱光強度が微弱であることが想定された。そのため、光検出素子として、MPPC (Multi Pixel Photon Counter)⁵⁾を採用した。MPPCの外観写真を図4に、模式図を図5に示す。

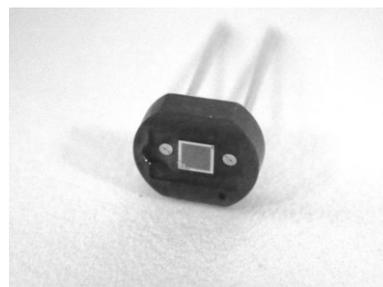


図4 MPPC外観写真

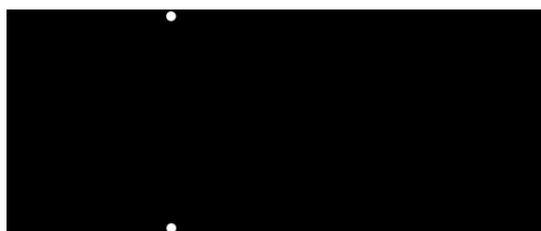


図5 MPPC 模式図

MPPC はガイガーモード (光が入射すると強度によらず素子固有の飽和出力を発生する動作モード) で動作するアバランシェフォトダイオードを1ピクセルとし、それを2次元的に配置し電気接続した構造を持っている⁵⁾。特徴としては、高い増倍率、低い動作電圧、衝撃に強い、入射光飽和による焼き付きがない、磁場の影響がないなどがあげられる。光が入射されると MPPC からはパルス状の波形が出力され、その数をカウントすることで光の強度を測定することができる。MPPC 駆動回路に接続し、実際に出力させた波形を図6に示す。

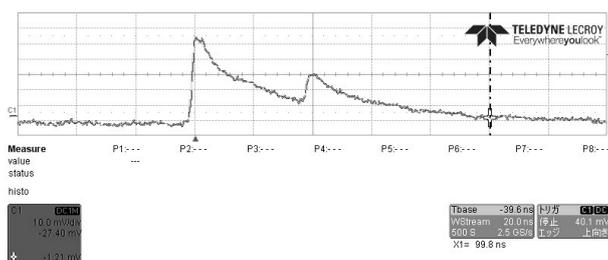


図6 MPPCからの出力波形

出力波形では、入射光子により発生するパルスの他に、アバランシェ増倍する過程で発生したキャリアが半導体素子などの欠陥に捕獲され、再度放出されることで、入射光子によるキャリアとともにアバランシェ増倍されることにより発生するアフターパルスが見られる⁵⁾。アフターパルスはパルス形状では区別できないため、パルス高により弁別するための回路を付加する必要がある。弁別回路については、電子回路シミュレーションを用いて特性を検討した上で設計、製作した。シミュレーションに用いた回路図を図7に、シミュレーション結果を図8に示す。

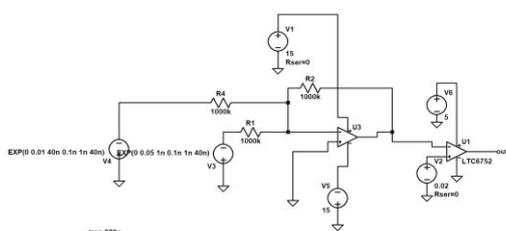


図7 弁別回路検討シミュレーション回路図

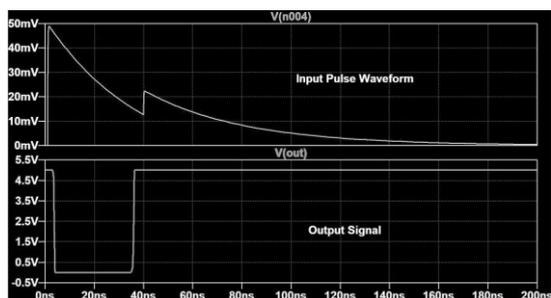


図8 弁別回路検討シミュレーション結果

回路シミュレーションでは、MPPCからのパルスを指数関数電圧源からの出力をオペアンプによる加算器で合成したもので模擬した。上に示したシミュレーションではコンプレータにより特定の波高をもったパルスだけが弁別される結果が得られている。これらの結果をもとに弁別回路の製作を進めている。

4. 結 言

産業が高度化するにつれて重要性が増している、数nm~100nm程度の粒子測定をより手軽にする手法を開発するため、本研究では、測定レンジが広く様々な材質に対応していることから広く用いられている、光散乱による粒子計測手法に焦点をあて研究を実施した。平成29年度は光の照射方法を検討するとともに、微弱な散乱光検出のため、半導体素子のため特性が安定していて、光測定感度が高いMPPC (Multi Pixel Photon Counter)

を用いた光検出回路を設計、作成した。これまでにFDTDを用いた電磁界シミュレーションにより散乱パターンの検討、電子回路シミュレーションを用いた弁別回路の検討を実施した。今後は得られた結果をもとに引き続き光散乱実験を実施し、粒子計測に適した条件を探っていく予定である。

参考文献

- 1) 松田朋信：気中パーティクルカウンタ，リオン株式会社 技術報告（2013）
- 2) J.D. Jackson（西田稔 訳）：ジャクソン電磁気学原書第2版（吉岡出版，京都），pp.506-508（1994）
- 3) 堀裕和，井上哲也：ナノスケールの光学—ナノ光学の電磁気学的基礎—（オーム社，東京），pp.154-156（2006）
- 4) Y. Ohdaira, T. Inoue, H. Hori, K. Kitahara：Local circular polarization observed in surface vortices of optical near-fields, OPTICS EXPRESS, Vol.16, No.5, pp.2915-2921（2008）
- 5) 浜松ホトニクス：光半導体素子ハンドブック，（浜松ホトニクス，静岡），pp.56-72