

Readout

HORIBA Technical Reports

特集 半導体プロセス計測

August 1996 ■ No.13

高性能汎用 FT-IR FT-700 シリーズ

High-performance, General-purpose FT-IR FT-700 Series

西村 克美

Katsumi NISHIMURA

(Pages 69-74)

株式会社 堀場製作所

高性能汎用FT-IR FT-700シリーズ

High-performance, General-purpose FT-IR FT-700 Series

西村 克美
Katsumi NISHIMURA

【要旨】

汎用のフーリエ変換赤外分光光度計(FT-IR)は、現在幅広い分野に普及し、いろいろなユーザーに使用されており、誰でもが簡単に、きれいなスペクトルが得られることが求められている。この度堀場製作所では、10000:1の高S/N、高安定性を実現し、メンテナンスが極めて容易でしかも操作性の良いFT-700シリーズを開発した。本稿ではFT-700シリーズのハードウェアの技術要素とソフトウェアの特長について紹介する。

Abstract

General-purpose Fourier Transform Infrared Spectrometers (FT-IR) are currently being applied in a wider range of fields, and are being used by a variety of users. Moreover, sharp-looking spectra must now be obtained easily from FT-IRs by inexperienced users. HORIBA has developed the easy-to-operate FT-700 series. Besides a high S/N ratio of 10000:1 and high stability, the FT-700 series is extremely easily to maintain. This paper introduces the technological constituent of the FT-700 series hardware and the features of the software.

1. はじめに

赤外分光法により得られるスペクトルは、試料に依存する物質固有のものであるため、分子構造の解析や物質の同定等に古くから使われている。以前は回折格子を使った分散分光法による赤外分光光度計が一世を風靡した。しかし、コンピュータ技術の進歩と共に、高速フーリエ変換 (Fast Fourier Transform:FFT) がパソコン等の安価なシステムでも速く行えるようになり、現在はフーリエ分光法によるフーリエ変換赤外分光光度計 (Fourier Transform Infrared Spectrometer:FT-IR) が主流となっている。また、1994年秋には日本薬局方が改正され、FT-IRが薬品の確認試験の機器として正式に認められた。そのため、研究開発だけでなく品質管理の分野にまで普及している。

その結果、FT-IRに関する専門的な知識や技術を持たないで使うケースも増えてきており、簡単に測定ができるだけでなく、データ処理の自動化や装置の日常点検と記録を行うバリデーション機能、メンテナンスの容易性も求められている。

FT-IRにはマイケルソン干渉計と呼ばれる二光束干渉計を搭載している¹⁾。測定は一方の鏡を一定速度で走査して測定光を周波数変調し、インターフェログラ

ムと呼ばれる干渉波を検出する。そのインターフェログラムを高速フーリエ変換(FFT)して周波数解析することにより、分光スペクトルが得られる。このようにFT-IRは多色光を同時測光(マルチプレクシング)するため、分散形分光器と比較して測定時間が短いことが特長の一つである。しかし、光量のスループットの小さなATR法やDRS法等で測定する場合に、装置のS/Nが悪いと積算回数を多くして測定しなければならず、測定時間短縮のメリットが十分活かせなくなる。そのため、性能面ではよりS/Nの良い装置が求められている。

この度開発したFT-700シリーズ(図1)は、コーナー・キューブ・ミラーを使用した干渉計を採用し、高い安定性を実現すると共にアライメント(微調整)を不要とした。また、高輝度セラミック光源と往復サンプリングシステム等の採用により、10000:1の高S/Nを達成している。

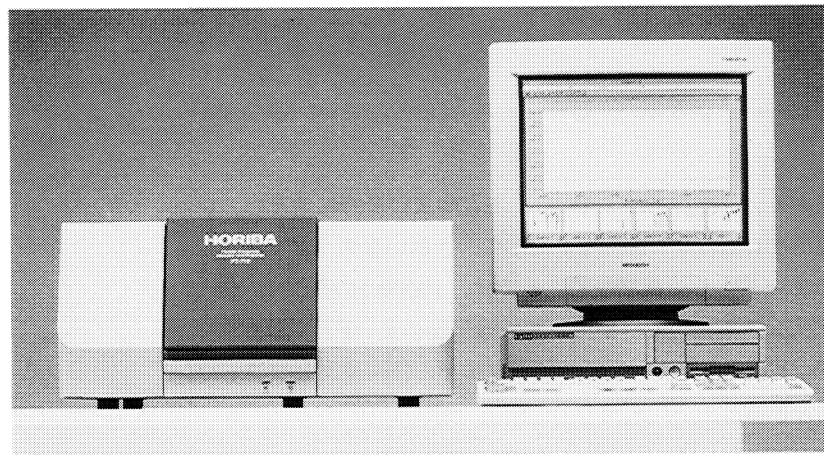


図1 フーリエ変換赤外分光光度計FT-700
Fourier transform infrared spectrometer FT-700

2. ハードウェア構成

FT-700シリーズの内部の光学系の配置および信号処理ブロック図を図2、図3に示す。赤外光源からの赤外光は、一旦光学ストップに集光された後、放物面鏡で平行光に変換され干渉計に入射する。干渉計で変調を受けた赤外光は試料室中央で集光され、楕円面鏡で検出器に導かれる。一方、He-Neレーザの光も同様に変調されて、干渉計の制御およびデータのサンプリングクロックに使用される。

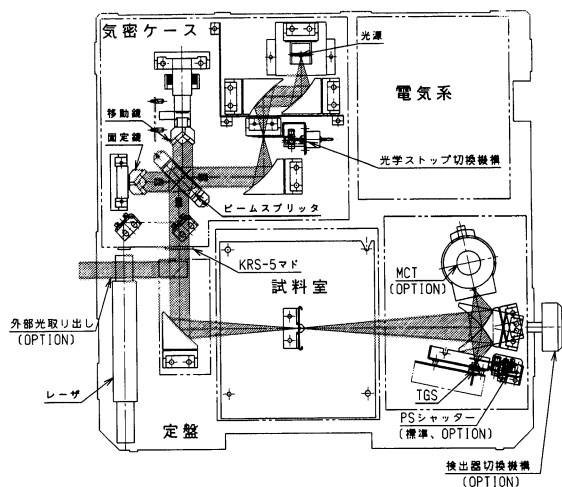


図2 光学系配置図
Layout of optical system

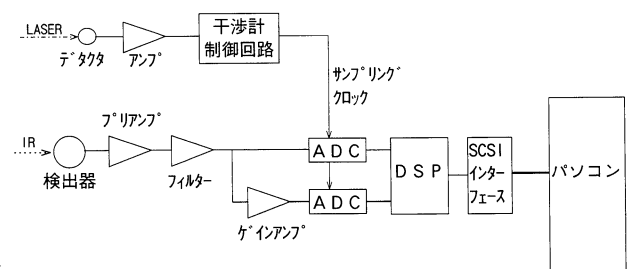


図3 信号処理ブロック図
Signal processing block diagram

測定光は検出器でアナログ信号に変換され、アンプで増幅後デジタル信号に変換されて、インターフェログラムデータとしてCPUに取り込まれる。取り込まれたインターフェログラムデータは、SCSIインターフェースによってパソコンに送られ、そこで高速フーリエ変換されてスペクトルとして表示される。

以下にFT-700シリーズで採用している技術要素について解説する。

2.1 赤外光源

光源には高い輝度と光量の変動が少ないことが要求される。従来当社では、特殊抵抗金属線をコイル状に巻いたものを使用してきた。しかし、更なるS/Nの向上のために、より高輝度のセラミック光源を新たに開発し採用を開始した。

図4に新・旧の光源のパワースペクトルの比較を示す。このセラミック光源の光量は従来の光源の約1.5倍もあり、しかも幅広い面発光体である。電源には専用の安定化電源を使用して、安定した光量が得られるようにしている。また、非金属のため酸化による劣化がなく長寿命である。

2.2 光学ストップ

光学ストップとは別名ジャキノー・ストップとも呼び、干渉計への斜め入射光を制限する円形のアパーチャで、測定スペクトルの波数シフトを防止している。その径 r (mm)は測定分解能 δ (cm⁻¹)と測定最大波数 σ (cm⁻¹)、コリメータ鏡の焦点距離 f (mm)から次の式で決まる。

$$r = 2f/(\sigma/\delta)^{1/2}$$

複数の分解能の設定が可能にも拘らず、光学ストップの径が最高分解能用の一つしか装備されていないと、低分解能の測定で光量不足によるS/Nの低下を招いてしまう。そのため、FT-700シリーズでは測定する分解能に応じて、その径を切り換える機構を装備している。

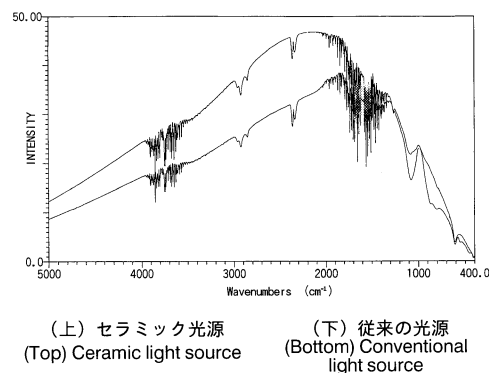
2.3 干渉計

FT-IRの最も重要な要素は干渉計であり、その性能の優劣が装置の安定性やS/Nに大きく影響する。干渉計に求められる性能は厳しく、光路差の発生速度の安定性(1%以下)と、ミラー移動時の光軸の傾きの変動の抑制(1秒以下)が要求される。

FT-700シリーズではこれらの性能達成のために、コーナー・キューブ・ミラーを干渉計の2つの鏡(移動鏡、固定鏡)に採用している。コーナー・キューブとは3枚の平面鏡を互いに垂直になるように配置したもので、図5のようにどのように傾いても、入射した光は入射光軸と平行に戻る性質を持っている。その精度はどれだけ正確に互いのミラーが垂直になっているかによるが、高精度の干渉計に使用するには1秒以下が要求される。コーナー・キューブを干渉計に採用したことにより傾斜の影響を受けないため、移動の手段は直動メカニカル・ベアリング機構でその目的を達した。また、使用中のアライメントが不要となるため高安定性を実現できた。

2.4 検出器

検出器は標準では焦電検出器のTGS (Triglycine Sulphate) 検出器を使用している。高感度測定をする場合には、オプションで光伝導型半導体検出器のMCT (Mercury Cadmium Telluride) 検出器を搭載し、楕円面鏡の光路を切り換えて使用することが可能である。MCT検出器は液体窒素(77K)で冷却して使用するも



(上) セラミック光源 (下) 従来の光源
(Top) Ceramic light source (Bottom) Conventional light source

図4 光源スペクトルの比較
Comparison of light source spectra

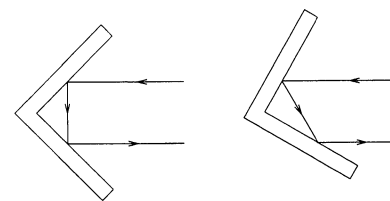


図5 コーナー・キューブ・ミラーの特長
Features of corner cube mirror

のが一般的であるが、液体窒素の補給の手間や長時間の連続測定ができないこと、そしてランニングコストの面から液体窒素を使わない検出器が求められていた。そこで、この度ペルチェ素子を冷却手段にした新しいMCT検出器を採用し、ラインナップに加えた。分光感度は多少低くなるが、今後連続測定の必要なプロセス監視分野等でのFT-IRの応用に使用可能である。

2.5 信号処理系

インターフェログラムは光路差0のセンターバースト付近の強度が非常に大きく、光路差が大きくなるほど信号の強度は小さくなる。そのため、高S/Nを実現するためには、できるだけ広いダイナミックレンジを持つADC(Analog to Digital Converter)を使わなければならない。FT-700シリーズでは18bitの高速・高分解能ADCを採用している。また、それだけでなく同時にサンプリングするADCを2つ搭載し、一つはセンターバースト付近を1倍のゲインで、もう一つはそれ以外のデータを高ゲインでサンプリングし、CPUにて一つのデータに合成する処理を行っている。これにより、更にダイナミックレンジが広がり、実質20bit以上になっている。

今回、測定の効率を上げるためにデータのサンプリング方式にも、図6に示すような往復サンプリングという技術を導入している。従来は1スキャンにつき移動鏡が前または後ろに向かう時のみサンプリングを行っていた。データ取り込み完了後、高速で鏡をスタート位置に戻して次のスキャンに備えていたが、これでは単位時間当たりに測定できるデータ量が少なかった。FT-700シリーズでは前向きの移動時も後向きの移動時も、両方サンプリングを行っている。この方式により測定効率が2倍に改善され、少ない測定時間で高S/Nが得られるようになった。

以上のように非常に高速で大量のデータを扱う高度な信号処理を行っているが、これには信号処理用CPUにDSP(Digital Signal Processor)を採用することで実現した。

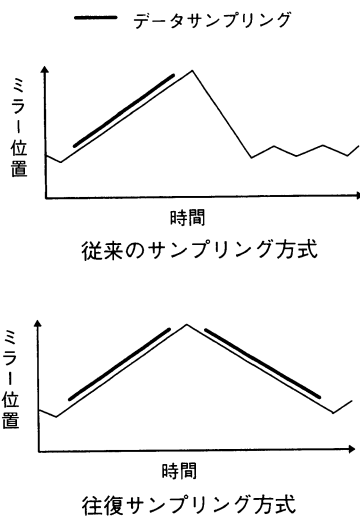


図6 データサンプリング方式の違い
Difference between sampling methods

2.6 測定例

FT-IRにおけるS/Nの評価は、バックグラウンド、サンプルともに大気を測定した100%Tスペクトルで行う。図7にFT-730で測定した、分解能 4cm^{-1} 、1分間積算の100%Tスペクトルを示す。

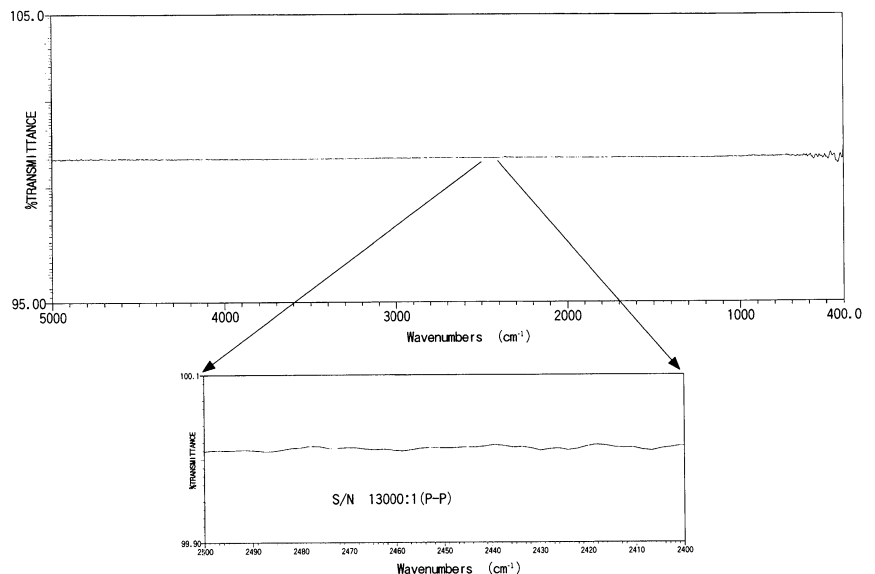


図7 100%スペクトル測定例
Example of 100% spectrum measurement

3. ソフトウェアの特長²⁾

パソコンの普及に伴い、操作性の良いマイクロソフト社のMS-Windows™(以下Windowsという)の使用がFT-IRでも一般的になってきた。FT-700シリーズの測定、データ処理、ファイル、印字等の操作は、このWindowsアプリケーションソフトウェアで行っている。以下にその特長を挙げる。

FT-IRでは複数のスペクトルを同時に表示させて、比較やデータ処理を行うことが多く、操作性の向上のためにはいかにデータの選択を容易にするかが重要である。そこで、FT-700シリーズのソフトウェアには、メモリウィンドウとしてメモリに格納されているスペクトルを画面下部に小さく表示させ、データの選択や表示コントロールを行えるようにした。

従来スペクトルを印字するフォーマットは、あらかじめ分光器メーカー側が決めたものを使わなければならない、フォーマットの変更は特注で行うか、あるいはデータを別の市販アプリケーションソフトウェアに取り込んだりしていた。FT-700シリーズのソフトウェアの最大の特長は、このフォーマットをオペレーターが自由に作成できることである。図8のような印刷レイアウト設定画面で、グラフ、測定条件、ピークテーブル、任意のテキスト文字等が、大きさ、配置はもとより、フォントまで指定することができる。レイアウトのイメージはプレビュー機能を使って、印刷しなくてもモニター上で確認できる。さらに、これらのレイアウトはファイルに保存できるので、いくつかの定型フォーマットを持つことも可能である。

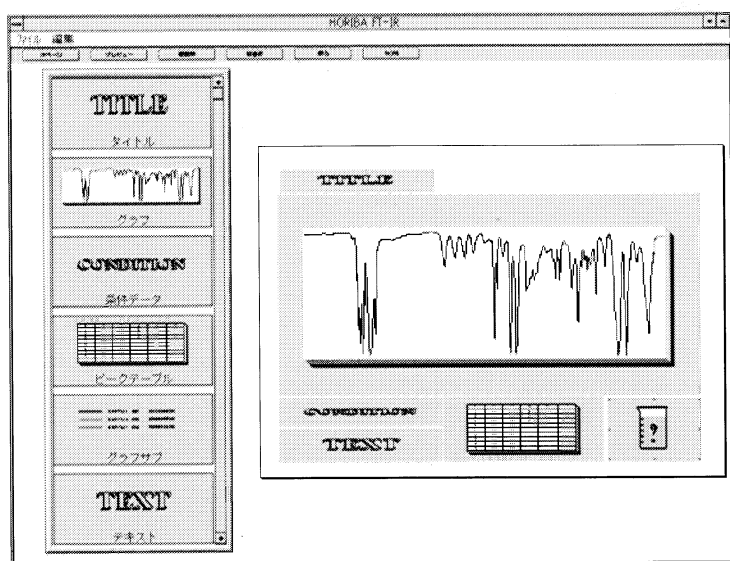


図8 印刷レイアウト設定画面
Printout layout setup menu

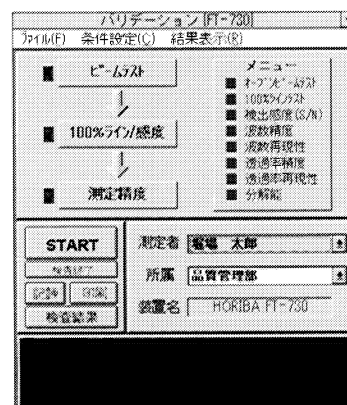


図9 バリデーションソフト画面
Validation software menu

また、品質管理の分野では必要不可欠な装置の日常点検と記録を行うバリデーションソフトウェアも装備している。検査方法は日本薬局方に完全に準拠している。操作は至って簡単で、ソフトウェアを起動すると図9の画面が表示され、STARTボタンを押すと後は自動的に測定し結果を表示する。結果は印字して保存でき、検査の履歴の一覧を残すことも可能である。

4. おわりに

FT-IRは近年やっとな分析機器の中の市民権を十分得た感がしている。また、それとともに市場では操作性の良い、高性能、高機能の装置が強く求められてきている。FT-700シリーズはこのような市場ニーズに、十分応えることができるものである。また、この度開発されたセラミック光源や、ペルチェ冷却のMCT検出器等は長時間の連続測定に適しており、プロセス監視や大気汚染の監視等の環境測定機器の分野でもその応用が始まっている。そして、今後ますますFT-IRのユーザーが増え、研究開発や品質管理等に役立つものと期待している。

<参考文献>

- 1) P.R.Griffiths, J.A.de Haseth, "Fourier Transform Infrared Spectrometry" Chemical Analysis Vol.83 John Wiley(1986)
- 2) 酒井ほか, "理化学分析計とMS-Windows™" Readout, No.11, p65-70(1995).



西村 克美

Katsumi NISHIMURA

科学計測開発部 主任

1987年入社

フーリエ変換赤外分光光度計の開発

