

光を用いた微粒子計測に関する研究（第2報）

木島一広・清水章良・中村卓

Study on Particle Measurement Using Optical Method (2nd Report)

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~100 nm 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 30 年度は、プリズム表面にエバネッセント波を発生させ、表面に付着した微粒子により散乱された光を、半導体光検出素子である MPPC (Multi Pixel Photon Counter) によって検出する実験系を作成し、ポリスチレンラテックス製の標準粒子を用いて各種条件について散乱実験を実施した。

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る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粒子径は~100 nm 程度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等のいわゆる“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。これらの材料を取り扱う際には、作業者の安全確保を目的として、材料の飛散度合いを確認する必要がある。

このように、産業が高度化するにつれて~100 nm 程度の小さい粒子を手軽に測定する需要が生じている。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~100 nm 程度の大きさの粒子を測定可能な計測器は比較的高価であり、手軽さという点において課題が残る。

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、~100 nm 程度の微細な粒子をより安価に計測可能とする手法の開発を目指して基礎検討を実施した。

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。

平成 30 年度は、プリズム表面に全反射条件でレーザーを入射することで、プリズム表面にエバネッセント波を発生させ、表面に付着した微粒子により散乱された光を、

MPPC によって検出する実験系を作成しポリスチレンラテックス製の標準粒子を用いて各種条件について散乱実験を実施した。

2. 実験方法

本研究では、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することを検討した。

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⁾が、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^{1), 2)}ため、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。

これらの理由により、100 nm 以下の粒子検出には高感度な測定が要求され、現状では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。一方で、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法として、背景光の極めて少ない環境での微弱蛍光観察を実現している。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⁾。

実験の概略図を図1に、実際に用いた実験系の写真を図2に示す。

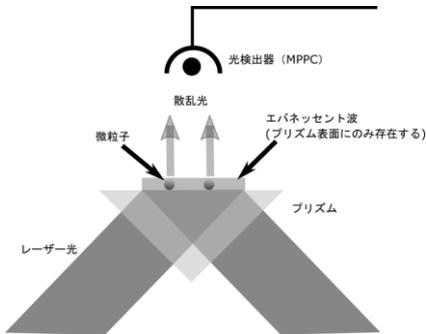


図1 実験の概略図

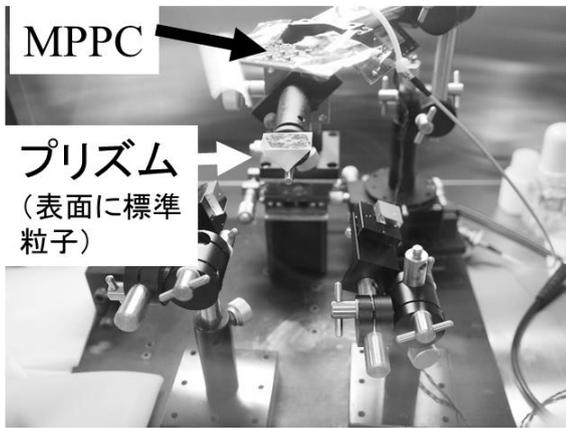


図2 実際に用いた実験系

表面にポリスチレンラテックス標準粒子を付着させた直角プリズム（ソーラボ PS908 BK7）をグローブボックス中に設置し、プリズムに対しに全反射条件で半導体レーザー（ソーラボ LP450-SF15 波長447.8 nm）の光を入射しMPPC（浜松ホトニクス S13360-1350CS）により散乱光を検出した。標準粒子は懸濁液スポイト一滴を30 mlの純水に2度希釈したものをプリズム上に滴下し乾燥させて使用した。また、偏光制御のため半導体レーザー光は偏光ビームスプリッタと $\lambda/2$ フレネルロムを通過させて入射している。光学系の概略を図3に示す。

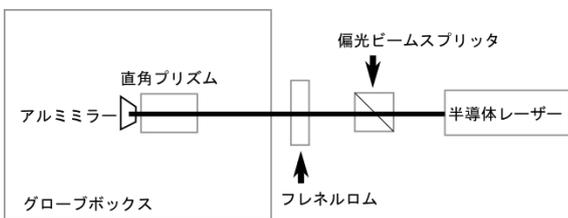


図3 光学系の概略

3. 結果と考察

3-1 検出信号の入射光強度依存

光の検出限界を探るため、入射レーザー光強度を変化させ、散乱光検出を実施した。ポリスチレンラテックス標準粒子には、95 nm 径のもの（Thermo Scientific OptiBind 81000397100290）を用いた。取得波形の一例を図4に、時間波形変化を図5、図6に、ヒストグラムを図7に示す。

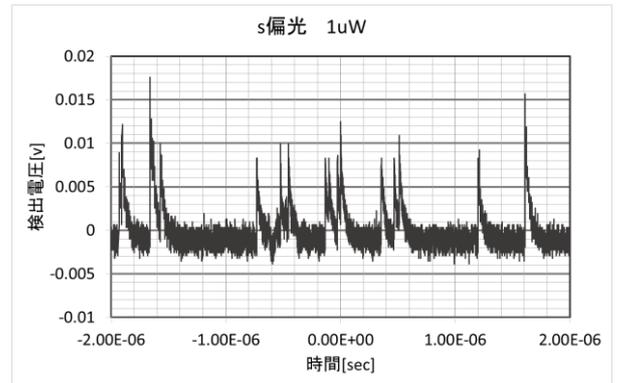


図4 取得波形の一例

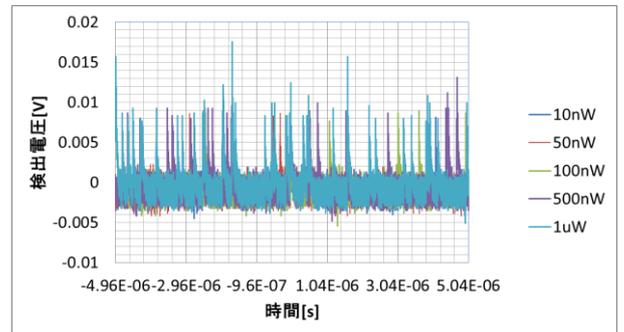


図5 レーザ強度を変化させた時の時間波形変化 (微弱光の場合)

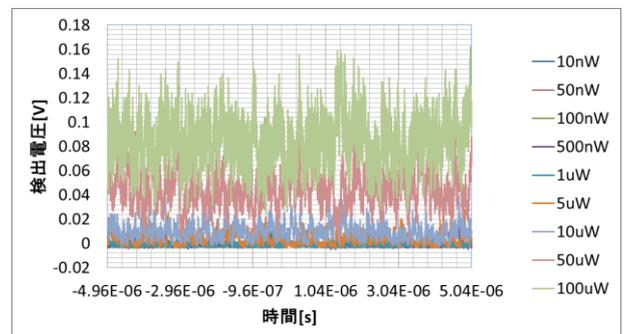


図6 レーザ強度を変化させた時の時間波形変化 (強度を強めた場合)

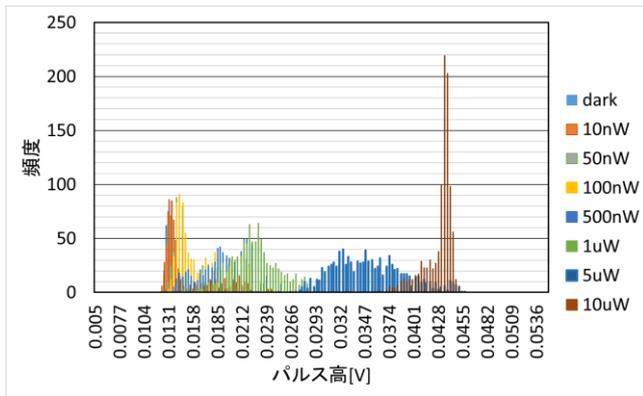


図7 レーザ強度を変化させた時のパルスのヒストグラム

偏光は s 偏光（プリズム表面と平行の向きで電界が振動する向きの変更）としている。“dark”と書かれているものは、レーザー光未入射時の暗ノイズを示している。時間波形では読み取りにくいですが、ヒストグラムの変化から、レーザー光強度が強くなるにつれて、検出パルス高が高くなるのがわかる。同じくヒストグラムから、入射光が 50nm 程度でも、“dark”と書かれた暗ノイズと区別することができ、信号として十分に検出が可能であることが確認できた。

3-2 検出信号の入射光偏光依存

検出信号の入射光偏光依存を探るため、入射レーザー光の偏光を変化させ、散乱光検出を実施した。ポリスチレンラテックス標準粒子は、強度依存と同じく 95 nm 径のものを用いた。取得したヒストグラムを図 8 に示す。

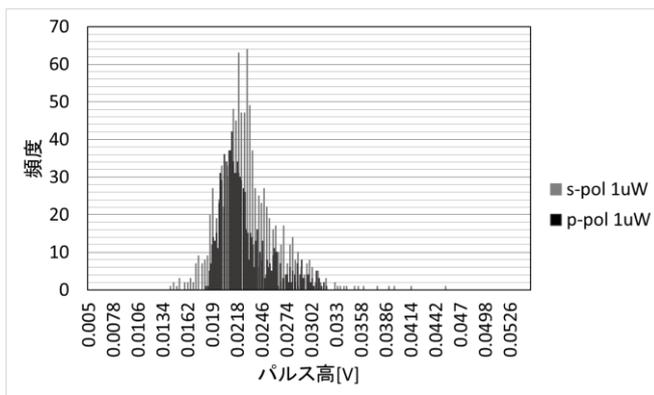


図8 偏光を変化させた時のパルスのヒストグラム

レーザー光強度は $1\mu\text{W}$ とした。プリズム表面と並行に電場が振動する s 偏光入射と、それに垂直な p 偏光入射を比較すると、s 偏光入射のほうがパルス高が高く、また、全体の頻度も多い傾向があることが明らかとなった。これは、高感度粒子計測には、s 偏光入射が適している

ことを示唆した結果であると思われる。

4. 結 言

産業が高度化するにつれて重要となる、 $\sim 100\text{ nm}$ 程度の小さい粒子測定をより手軽に実現するための基礎検討として、本研究では、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 30 年度は、プリズム表面に全反射条件でレーザーを入射することで、プリズム表面にエバネッセント波を発生させ、表面に付着した微粒子により散乱された光を、光測定感度が高い半導体光検出素子である MPPC によって検出する実験系を作成し、ポリスチレンラテックス製の標準粒子を用いて各種条件について散乱実験を実施した。これらを通して、エバネッセント波照射による微粒子計測につながる知見を得た。本研究で得られた成果は、半導体製造、ナノ粒子応用製品等の製造工程管理に用いるための粒子計測器などに用いることが考えられる。

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—ナノ光科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）