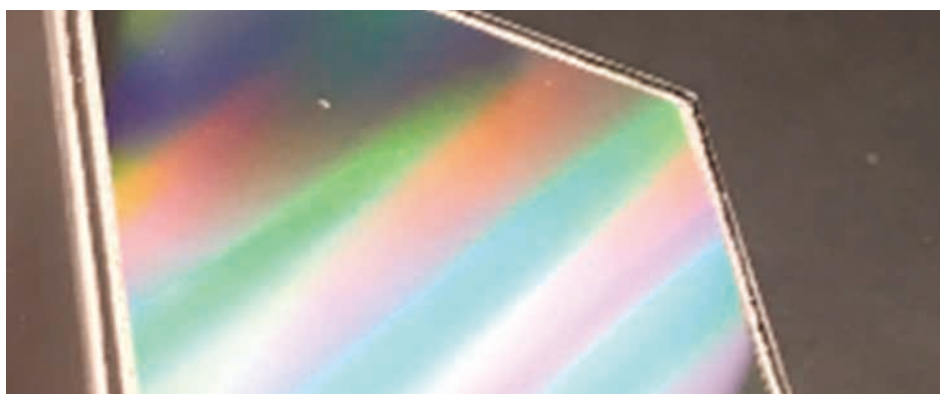


品質管理のための 回折格子効率の高速自動測定

Agilent Cary 7000 UMS による測定時間の短縮と
手動作業の低減



著者

Mark Fisher and
Travis Burt

Agilent Technologies,
Inc.

このアプリケーションノート
は、SPIE 論文からの抜粋
です (詳細は [5 ページ](#)を
参照)。

はじめに

回折格子は、白熱光や日光などの広帯域光源から特定波長の光を分離するように設計されています。光を照射すると、回折格子がプリズムのように作用して光が波長ごとに分離され、よく知られる虹状の色のスペクトルが現れます。入射光を特定の波長に分離することで、アプリケーションで以降必要になる波長の選択が可能になります。現代のすべての分光光度計には回折格子が組み込まれています。回折格子が商業利用されるようになって 60 年以上経ちますが、その実用的で効率的な特性解析は常に課題となってきました。

その課題の一因は、格子特有の角度に依存する幾何学的性質または軸外散乱にあると言えます。光は、波長が短いほど小さな角度で回折し、波長が長いほど回折角は大きくなります (図 1)。

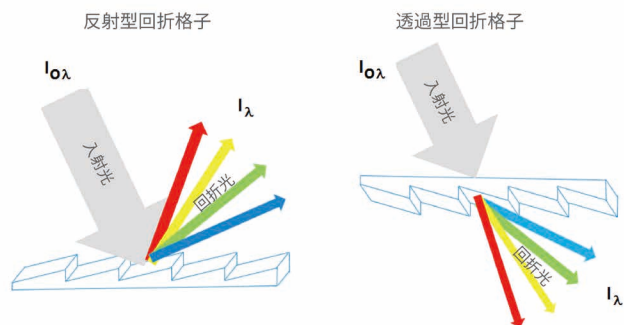


図 1. 反射型回折格子と透過型回折格子のビーム経路を示す概略図。入射光の強度は波長 $l_0\lambda(\lambda)$ の関数として、また回折光は波長 $l(\lambda)$ の関数として表されます。

回折格子は、その迷光をいかに抑制するかによって、分光光度計の性能、特にスペクトル分離能やダイナミックレンジなどのパラメータに影響を与えます。分光光度計の製造においては、格子の品質および性能を一貫して確保するように十分にコントロールすることがきわめて重要になります。

格子の重要な性能特性の 1 つに回折効率があり、格子の品質基準として広く使用されています。次の式に示す絶対効率は、目的とする波長の回折光の強度と入射光の強度の比として定義されています。

$$\% \text{ 絶対効率 } AE(\lambda) = I_r / I_{0r} \times 100 \%$$

相対効率は、参照ミラーを基準に測定されます。回折効率は、格子定数 (1 ミリメートルあたりの溝数)、溝の形状、およびその規則性 (間隔と平行度が一定であること) によって決まります。特定の格子では、回折効率は波長に依存し、入射角 (AOI) に応じて変化します [1]。

通常、格子の回折効率曲線は、多くは柔軟性のない (AOI や回折角が 1 つのみ)、または頻繁にユーザーの介入を必要とするカスタム社内システムによって測定されます [2]。これらのシステムは、オペレータの時間を大量に消費し、測定完了までの時間が長く、採取後のデータ処理にかなりの手間を必要とするものがほとんどです。1 つの回折格子サンプルの特性解析に丸 1 日かかることも珍しくありません。

一般に、効率曲線は新しいマスタ格子すべてについて採取されますが、製造された格子のルーチン分析や QC/QA には多くのメーカーが頭を悩ませています。Agilent Cary 7000 多角度可変自動測定分光光度計 (UMS) が発売されるまで、回折格子の特性解析を迅速に効率よく正確に行える市販機器はありませんでした。

Cary 7000 UMS は高性能の UV-Vis/NIR 分光光度計で、絶対反射率および透過率を波長範囲 250 ~ 2500 nm にわたってほぼあらゆる角度で自動的に測定することができます。検出器の位置とサンプルの角度は、個別に自動コントロールされます。そのため、サンプルを配置しなおすことなく、1 回の測定により、事前に設定された一連の測定形状で透過率および反射率のデータを採取できます。また、偏光子が自動的に調整されるため、S、P、またはユーザー指定の任意の偏光角での正確な測定が可能です。

今回の研究では、製造環境における回折格子のルーチン分析への Cary 7000 UMS の適用について調べました。

実験方法

4 種類の回折格子 (1 mm あたりの溝数がそれぞれ 300 本、1200 本、1800 本、3600 本) の散乱スペクトルを Cary 7000 UMS で測定しました。格子の効率は、入射光線の偏光に左右される可能性があるため、S 偏光および P 偏光の両方についてスペクトルを採取しました。



図 2. (左) 1 mm あたりの溝数が 300 本の格子をキューブビームスプリッタのサンプルホルダに取り付けた状態。(右) Cary 7000 UMS のサンプルステージにセットされたサンプルホルダ。検出器は 10° に保持。

図 2 に示すように、格子サンプルを Agilent キューブビームスプリッタホルダに取り付けた後、測定のため Cary 7000 UMS のサンプルコンパートメントにセットしました。この状態で、格子の反射特性を固定反射角で分析しました。分析時には、検出器の角度を 10° に固定しました。光が格子から反射される角度は、入射光の波長によって異なります。すべての波長について反射光が検出器に 10° で当たるようにするために、波長ごとに自動的に入射角を変更しました。自動化は、カスタムソフトウェアプログラムによって行いました。プログラムは、アジレント独自のアプリケーション開発言語 (ADL) プログラムで作成しました (「関連情報」を参照)。このプログラムによって格子を移動することで各分析波長について入射角を一定に保ち、偏光角も設定しました。

各スペクトルは、最初にデータ間隔 1 nm で、次にデータ間隔 10 nm で再度採取しました。その目的は、結果の精度に対するデータ採取速度の影響を調査することです。

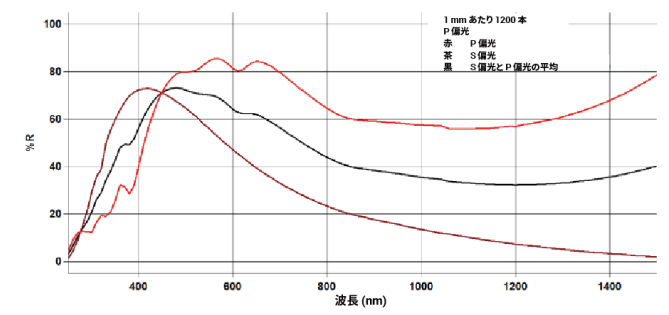
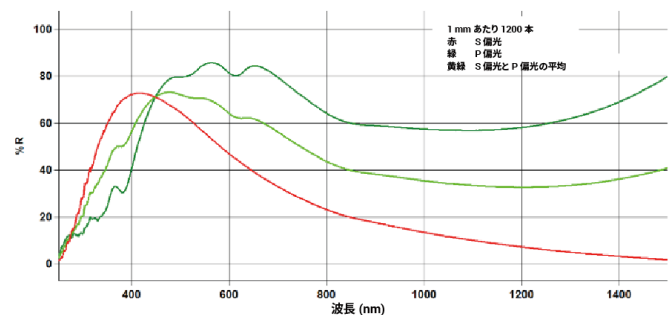
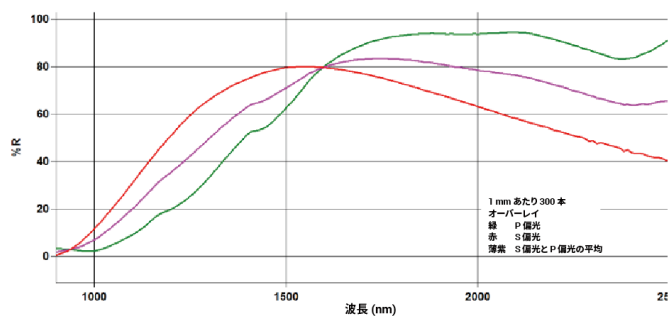
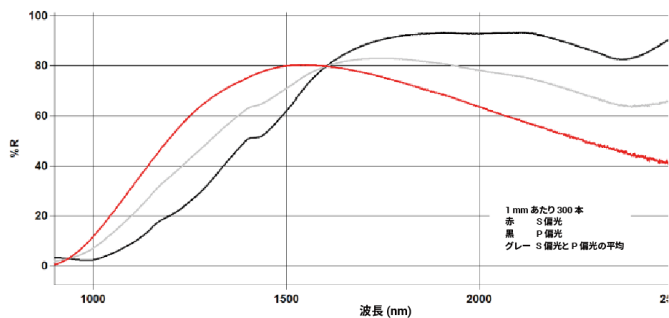
分析には、表 1 のパラメータを使用しました。

表 1. 4 種類の格子の %R スペクトルを採取するために使用した Agilent Cary 7000 UMS のパラメータ

パラメータ	設定値
入射角	一般に 15~45°
検出器角度	10°
波長範囲	250~2500 nm
データ間隔	10 nm および 1 nm
スペクトルバンド幅	2 nm
信号平均化時間	0.5 秒
偏光	S 偏光および P 偏光
入射ビーム開口部	3° x 1° (垂直方向 x 水平方向)
ベースライン補正	あり

結果と考察

図 3 に、4 種類の回折格子の反射スペクトルを示します。スペクトルは、最初にデータ間隔 1 nm で、次にデータ間隔 10 nm で再度採取しました。より長いデータ間隔を使用した場合は、採取データポイント数が減少し、スペクトルの採取に要する全体的な時間が短くなりました (表 2)。長短のデータ採取間隔を比較すると、10 nm 間隔で採取した反射スペクトルでも、1 nm 間隔で採取したスペクトルと同レベルの絶対格子効率が得られています。7000 UMS の優れたデータ忠実度により、分析の完全性を少しも損なうことなく、より高速なデータ採取パラメータを使用できることは明らかです。



表にまとめた結果 (表 2) から、幅広い波長範囲にわたる格子の特性と品質を数分の単位で自動的に測定できることがわかりました。また、狭いスペクトル分離能と短いデータ間隔を使用して、広いスペクトル範囲にわたってさらに詳細なスペクトルを採取する必要がある場合は、より長いスキャンを実行できます。このような詳細なスキャンは、夜間に無人で実行することも可能です。

格子のブレイズ波長のみでの狭い波長範囲にわたる非常に高速なピーク効率スキャンにも対応できます。この場合は、格子の品質に関するフィードバックがほぼ瞬時に得られます。

表 2. 4 種類の格子の %R スペクトルを採取するために使用した Agilent Cary 7000 UMS のパラメータ

サンプル	格子の 1 mm あたりの溝数	データ間隔 = 1 nm		データ間隔 = 10 nm	
		合計 所要時間	データ ポイント数	合計 所要時間	データ ポイント数
1	300	5 時間 29 分 15 秒	1601	34 分 38 秒	161
2	1200	4 時間 21 分 30 秒	1251	28 分 57 秒	126
3	1800	2 時間 52 分 50 秒	826	18 分 34 秒	83
4	3600	1 時間 41 秒	290	7 分 57 秒	29

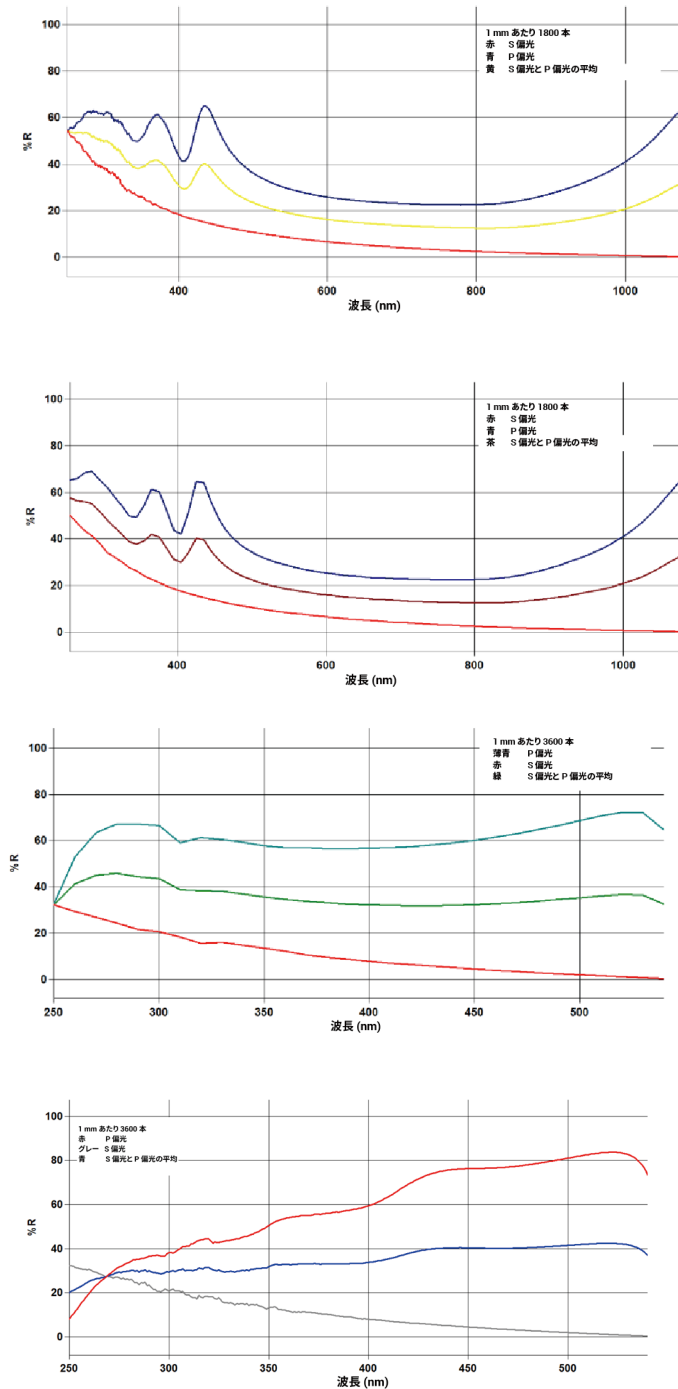


図 3. 検出器角度 10° で測定した 4 種類の回折格子 (300 l/mm、1200 l/mm、1800 l/mm、3600 l/mm) の反射スペクトル。グラフは各回折格子において、データ間隔 1.0 nm、SBW 2 nm、およびデータ間隔 10 nm、SBW 2 nm の結果をそれぞれ示しています。10 nm 間隔で採取したスペクトルの精度が、1 nm 間隔で採取したスペクトルと同レベルであることが示されています。

結論

以上より、Agilent Cary 7000 UMS が回折格子の特性解析に適した高速かつ実用的な分析ツールであることが実証されました。この機器により、複数の角度での光度分光測定を容易に分析し、格子の特性解析を選択した入射角で柔軟に行えました。また、格子と入射光の偏光をプログラムにより回転させ、サンプル測定プロセスをコントロールすることで、データ採取プロセスを全自動で実行できました。ほとんどの測定は 30 分未満で完了しました。また、ユーザーの介入が不要なため、長時間にわたる夜間測定も可能です。

注: Cary 4000、5000、および 6000i 機器は、Cary 多角度可変自動測定アクセサリ (UMA) を追加することにより、Cary 7000 UMS と同じ機能を持つようにアップグレードできます。

参考文献

1. Optical Grating Evaluator: [A Device for Detailed Measurement of Diffraction Grating Efficiencies in the Vacuum Ultraviolet](#), D. J. Michels, T. L. Mikes, and W. R. Hunter Applied Optics, Vol. 13, Issue 5, pp. 1223-1229, **1974** doi: 10.1364/AO.13.001223.
2. Hutley, M. Ch.: Spectroscopic Properties. In Diffraction Gratings, 1st Edn. Academic Press, (1982).

関連情報

このアプリケーションノートは、Mark R. Fisher および Travis C. Burt による [発表済みの SPIE 論文](#) 「Rapid, automated, quality control of diffraction grating efficiency」からの抜粋です (Proc. SPIE 10373, Applied Optical Metrology II, 1037300 (23 August 2017); [doi: 10.1117/12.2275526](#).)。

サンプルをコントロールするために使用した回折格子効率プログラムは、[こちらからダウンロードすることができます](#)。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2018

Printed in Japan, December 3, 2018

5991-9382JAJP

