

赤外域における分光計測技術研究の展開 (Development of Infrared Spectroscopic Measurement Technology)

大阪ライフエレクトロニクス研究センター

湊 秀幸, 石堂能成

1. 研究の背景

地球大気では、赤外域において大気ガス分子の振動や、回転による吸収帯をもつが、人間活動の増大に伴い、地球温暖化現象との関わりが問題となっている。このような大気環境の計測では、常温レベルでの赤外放射や、吸収の絶対値を精度良く計測することが重要である。このため、高精度の赤外分光放射校正技術の確立が宇宙、気象、地球環境等の関連分野において強く要望されている。しかしながら、以下の研究内容で紹介するように、赤外域では、輝度の高い連続スペクトル光源や可視域のような高感度検出器が少なく、測定環境には常温付近の測定器などからの背景放射や、大気による吸収が存在するため、正確な測定を行うにはいろいろの測定技術上の工夫や補正を必要としており、このような赤外域の特異性を充分考慮した新しい計測技術の開発が望まれている。一方、人の生活環境では、常温域での赤外線放射の使用を前提とした赤外線関連材料の利用が期待されている。このような様々な利用形態における物質の光学的特性を代表するものが放射率や拡散反射率であり、これらをどのような条件下で適正に評価するかが非常に重要な問題となっている。また、最近では、民生機器分野において、冷暖房をより快適にするため、従来の冷風・温風を送る方式ではなく、赤外放射による放射冷房・放射暖房にする必要性がさげばれている。このような様々な赤外放射の利用形態において、物質の拡散反射率や放射率の値を知る必要性がますます増大している。しかしながら、冷放射応用技術研究についてはヨーロッパに比べ10年遅れていると言われており、赤外域における拡散反射率標準については散発的な報告がなされているだけで、系統的な研究は進んでいない。このような多くの課題を背景として、赤外放射計測ラボでは以下の研究を展開している。

本稿では、熱的赤外光の分光計測システム基盤技術の研究及び赤外域における分光反射率標準の研究の展開を中心に、当ラボにおける赤外域での分光計測技術の開発とその展望を述べる。

2. 研究経過と現状

当該研究に至る要素研究の課題と、行ってきた内容の概要を以下に述べる。

2.1 赤外分光吸収計測技術の研究

固体試料等の赤外吸収スペクトルを非破壊的に測定することを目的とし、KRS-5の光熱偏向効果による赤外分光吸収計測技術の研究を行ってきた。従来より、光ビーム偏向効果(光熱偏向効果)による吸収測定では、試料周辺媒質として、四塩化炭素(CCl_4)などの液体がよく用いられている。これは、液体の光学的屈折率の温度係数が空気のそれより2桁以上大きいことから、試料の発生する熱によってプローブビーム光が大きく偏向し、より高感度の測定が行えるためである。しかし CCl_4 のような液体を用いる場合には、(1) 試料への媒質の化学的作用、(2) 赤外域での媒質自身の複雑な吸収特性の存在、(3) 媒質用容器の必要性、などの問題があり、赤外域での非破壊吸収測定への適用はやや困難と考えられる。そこでこの研究では、液体の光熱偏向効果による吸収測定のような特別な容器を必要としない非破壊吸収測定を可能にするため、臭化ヨウ化タリウム(KRS-5)を用いた固体材料の光熱偏向効果による赤外吸収測定手法を提案した。この手法を実現するための赤外吸収測定装置の光学系は、図1に示すように、KRS-5の結晶のブロック、XY移動ステージ、非軸パラボリック反射鏡、He-Neレーザ、光位置検出器等を用いて構成されている。この光学系では、FT-IR分光器と組み合わせて、固体試料の非破壊吸収測定

KEY WORDS: 赤外分光放射率, 赤外分光拡散反射率, 赤外分光放射輝度, 赤外分光応答度, フーリエ変換赤外分光法, 空洞型検出器

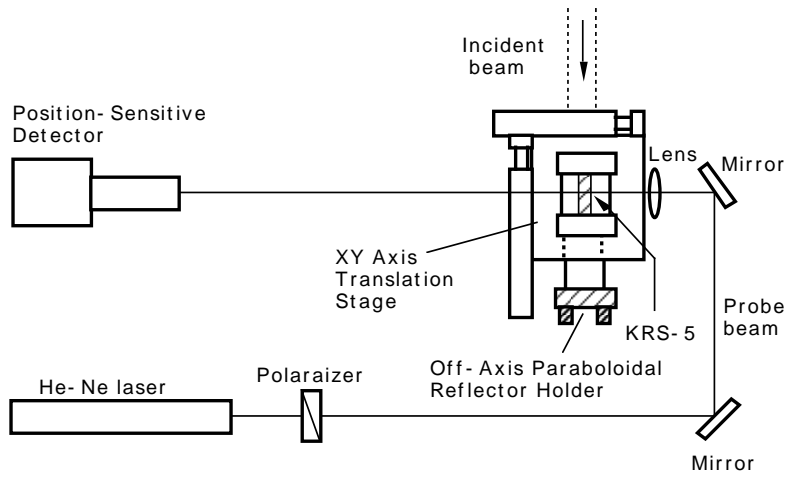


図1 KRS-5の光熱偏向効果による赤外分光吸収計測システムの光学系

はもとより、低濃度試料の高感度測定が行い得る可能性があり、 $1(\text{mW}/\text{mm}^2)$ の照射光で $\sim 10^{-4}$ 程度までの吸光係数が測定できる感度を持っている。

実際の吸収スペクトル測定では、試料への入射光は、FT-IR分光器の干渉計からの出射放射束を回転チョッパーを用いて変調し、図1に示す光学系へ入射するようにした。この際、FT-IR分光器における測定は、ステップ走査方式によって行うようにした。従って、光位置検出器における光熱偏向信号に対応するインターフェログラムは、回転チョッパーによる変調信号を参照信号としてロックイン増幅器を用いて測定するようにした。このステップ走査方式の採用の主な目的は、(1)各試料の吸収スペクトルを波数(波長)に対して一定の変調周波数による光熱偏向信号出力を得ること、(2)低い変調周波数によって大きい光熱偏向信号出力を得ること、などにある。このようなFT-IR分光器を用いた各種試料の赤外吸収スペクトル測定の実験的検討結果は、試料の透過率測定方式と比較し、両者はよく一致するとともに、開発した測定手法は、高感度で、非破壊の赤外分光吸収測定方法として極めて有用であると推測された。

2.2 微弱赤外放射の分光計測技術と天空放射に関する実験研究

雲及び大気などの微弱赤外放射の高感度測定と精密校正技術の開発にあたり、操作性にすぐれ、高性能な赤外分光器、高感度赤外検出器等を導入し、近赤外～中赤域における精密分光放射測定を実施可能にすることが必要であった。そこでこの研究では、現在の

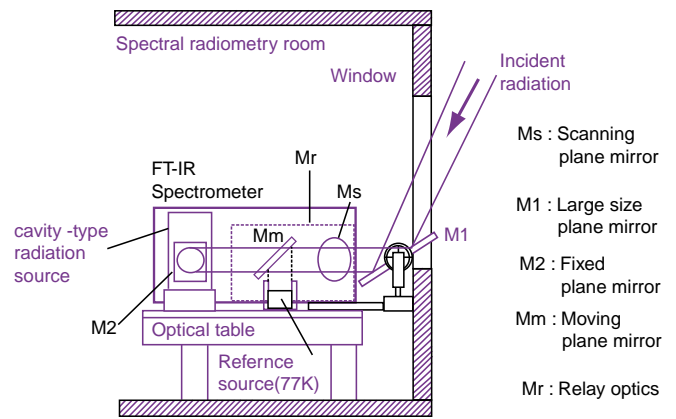


図2 雲および大気観測用赤外分光放射測定システムの構成

赤外分光器の主流と考えられるFT-IR分光器、極低温複合式ボロメータ検出器の設置・製作を行うと共に、低温度放射の参照光源として各低温度レベルを設定可能な空洞型放射光源を整備し、常温環境における低温度放射測定の実験的検討を行った。また、このような低温度の赤外分光放射測定では、分光測定器自身の放射、即ちバックグラウンド放射の正確な補正が必要となるが、装置の性能評価実験では、このような補正を厳密に行い、測定可能な放射温度レベルや、測定の限界性・再現性等を明らかにした。

図2は、実験室の窓から天空の赤外放射を観測することを考慮し、天空放射導入用の入射光学系と共に設置した赤外分光放射測定装置の側面図を示す。同図における入射光学系は、走査平面反射鏡Ms、大型平面反射鏡M1、固定平面反射鏡M2、移動型平面反射鏡Mm等から構成され、観測方向は、大型平面反射鏡M1の角度調

整により、方位各一定で、天頂角を20～50度の範囲で設定することができる。この光学系による天空の赤外分光放射測定では、図に示されている走査型平面反射鏡 M_s と移動型平面反射鏡 M_m によって光路の切り換えを行い、常温付近の基準の空洞型放射光源、及び光学系におけるバックグラウンド放射を差し引くための77Kの液体窒素表面を交互に測定し、これを用いて天空からの入射放射束に対応する分光放射輝度が決定される。

図3は、図2の赤外分光放射測定装置において、液体窒素温度(77)の参照光源の場合に得られる測定系のバックグラウンドと等価な分光放射輝度の測定例を示す。また、図3では、20°C～-71°Cの黒体型放射光源の分光放射輝度の測定例を重ねて示している。図に示すように、測定系のバックグラウンドと等価な分光放射輝度(S/N=1.0)は、リレー光学系等における4.3 μm 、および15 μm 付近の炭酸ガスによる放射、および6 μm 帯の水蒸気による放射等の大気の放射が重畳し、波長によって大きく変化することが分かる。一方、同図に示した-71°C黒体型放射光源の分光放射輝度の結果は、各波長においてS/N<1.0であると推察されるが、理論的に算出される同温度の黒体放射との比較結果はよい一致であった。すなわち、バックグラウンド放射と等価なS/N=1.0に対応する分光放射輝度は測定限界の指標となると考えられるが、S/N<1.0であっても、感度と安定性に優れた測定システムを構築することにより、我々の行った常温環境における低温度放射測定では、少なくとも-71°Cレベルに至る赤外分光放射輝度が十分測定可能であると推測された。

一方、図2の赤外分光放射測定装置では、上述のように、大気の窓(8～13 μm)を中心とした雲及び大気の赤外分光放射特性等の実験研究を行っており、晴天時における天空放射の天頂角度依存性、曇天時における天空放射(雲)の天頂角度依存性、天空放射の時間的変動の測定、等を行い、それぞれの条件下の特徴を示唆する観測データを取得している。さらに、天空の高分解(0.5 cm^{-1})分光放射観測等も実施し、大気の窓を中心とした波長域における青空、及び雲の高分解分光放射スペクトルデータを得ると共に、青空で260K前後の雲が移動している状態下での時系列的スペクトル変化を観測可能であることを明らかにした。なお、この研究は、気象研究所を幹事所とする「雲が地球温暖化に及

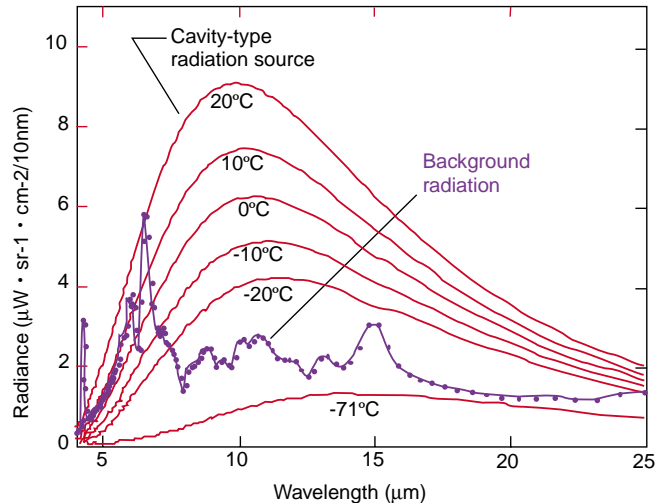


図3 測定系のバックグラウンド放射と空洞型放射光源の分光放射輝度測定例

ぼす影響解明に関する研究」(JACCS)10年計画プロジェクトの一環として、雲の実用分光観測機器の校正技術の開発および、大気の窓領域での雲等の赤外分光放射観測を目的として行ってきたものである。

今後、このような天空の赤外放射観測では、さらに画期的な手法での雲および大気放射観測技術の開発が期待されることはもとより、大気の窓領域における分光放射輝度と輝度温度のより正確な決定の問題等の検討や、いろいろの気象条件での観測を長期的に続行することが重要と考えられる。

2.3 赤外域における分光応答度・分光放射輝度測定技術の研究

赤外・遠赤外線分光的測定を必要とする分野は近年ますます増大している。これにともない測定精度の要求もきわめて高くなっている。しかし、このような赤外域での分光測定において、物質の分光的透過率、あるいは吸収率等の厳密な測定体系に比べ、検出器の赤外分光応答度や赤外分光放射輝度等の測定体系は、現在のところ、まだ充分確立されていない。

この研究では、従来とは異なる新しい赤外分光応答度測定方法として、光束利用率、分解能、波数精度等に優れたフーリエ変換赤外(FT-IR)分光法の原理に着目し、2つのFT-IR分光器とほぼ黒体とみなし得る空洞型赤外放射光源を用いた赤外線検出器の分光応答度測定手法を提案した。この方法は、分光応答度の基準として、黒体とみなし得る空洞型赤外分光放射光

源を用いることにより、サーモパイル法のような赤外域における黒化物質の分光特性の波長依存性の問題がほとんど無視できることや、明るい光学系の分光器を適用するため、高感度、高精度の測定が可能になるなどの特徴をもつ。なお、この方法は、「白色干渉光の利用による赤外線検出器の分光応答度測定方法」として特許を取得している。

さて、前述のような2つのFT-IR分光器を用いる測定手法において考慮されるべき事項がある。それは、黒体とみなし得る正確な赤外分光放射輝度標準光源が実在する場合では検出器の分光応答度測定手法として有用であるが、理想的な空洞型絶対放射計が実在する場合は、逆に放射光源の分光放射輝度測定手法として適用できるということである。図4は、前者の赤外分光応答度測定システムを改善し、後者の手法として実現するために整備を進めてきた赤外分光放射輝度測定システムの構成を示す。このシステムは、近い将来において、赤外域での電力置換法による理想的な空洞型絶対放射計が実現できることを前提としているが、このような絶対放射計を用いる方法は、すでに可視域での測光標準を新しい定義にするために採用されており、国際的にも通用し得るものと考えられる。しかし、赤外域での絶対放射計は、赤外域に適した空洞型絶対放射計を採用する必要がある、空洞としての確からしさや、その補正方法など理論的にも吟味しておく

必要等の問題が残されている。

放射光源の赤外分光放射輝度測定技術の今後の展開としては、次節以降で述べる当該研究課題における適用を目指す。すなわち、低温域における物質の分光放射輝度測定を行い、放射率測定技術として展開する。

3. 予測される効果

赤外放射計測ラボでは、上述のように、赤外域を中心として、特に常温域から氷点下100°Cあたりまでの物質または物体から出る微弱な赤外放射に関わる精密分光計測技術、並びにこれらの技術に基づいた赤外域における材料の特性評価等に関わる研究を行ってきている。これらの研究は、赤外域における精密分光計測技術の向上に資すると共に、地球環境計測や、気象観測等での反射特性、放射特性、及び温度等を正確に知る上で極めて重要と考えられる。そして、光源開発、センサーの開発、放射温度計測、材料の分析評価等への産業応用に寄与することが期待される。

4. 今後の研究展開

赤外放射計測ラボの研究展開における現時点での計測・標準技術に関わる研究課題と、今後の研究展開の概要を以下に述べる。なお、以下の研究課題は、新法

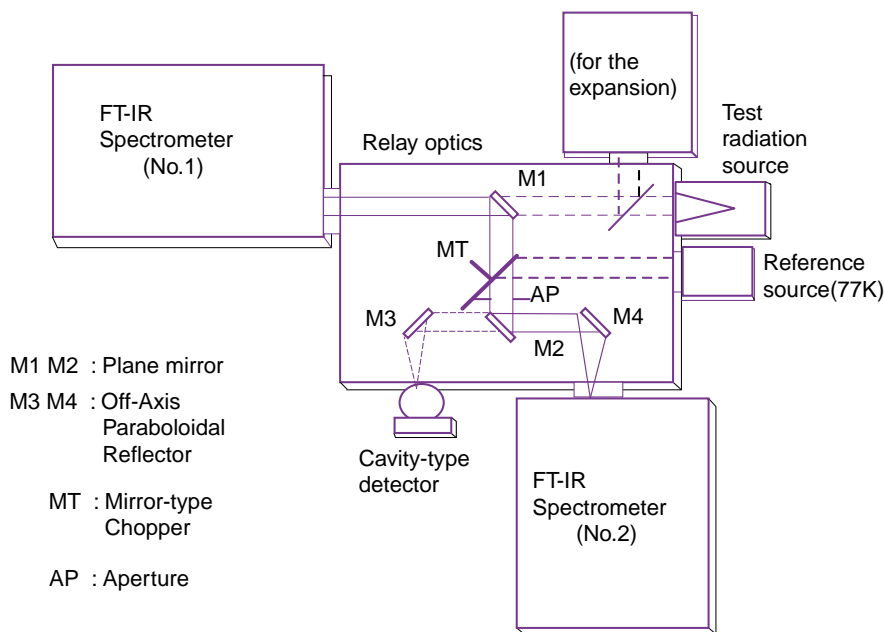


図4 検出器の分光応答度に基づく赤外分光放射輝度測定システムの構成

人の研究体制に移行後も継続して行うことを前提としている。

4.1 熱的赤外光の分光計測システム基盤技術の研究

この研究では、人の生活環境において自然に生ずる熱的な赤外光のふるまいを把握する基本量である放射率および拡散反射率を精密に計測評価する技術基盤を確立し、その応用あるいは標準化への指針を得るため、以下の研究を行う。

- 1) 常温域以下での放射率の高精度実用測定法の開発を行う。
- 2) 熱型検出用空洞の最適設計手法の開発を行う。

この研究の展開としては、現在のところ常温域以下での放射率測定のため、極低温冷凍機、試料冷却・加熱ユニット等から構成される分光放射率測定系の基本設計を行い、この測定系の試作を進めている段階であるが、次のようなステップで進める。まず、図4に示した赤外分光放射輝度測定システムを物質の分光放射率を測定できるように光学系を拡張して測定システムを整える。次に、このシステムにおいて、分光放射輝度、及び放射率測定技術の評価実験を行う。さらに、この測定技術と、黒体型空洞放射光源に基づく放射率測定技術との比較検討を行い、物質の分光放射率測定に有効な測定技術の提供を図る。また、これらと並行して、検出器用空洞の設計手法の開発のため、設計基本原理の提案、既存手法との比較検討、及び計算手法を確立し、空洞型検出器を製作すると共に設計手法の評価を行う。

4.2 赤外域における分光反射率標準の研究

赤外域での分光拡散反射率とその方向特性は物質の吸収特性や、地球環境計測での反射特性、放射特性、及び温度等を正確に知る上で極めて重要である。しかし赤外域における拡散反射率標準の確立は我が国ではいまだ行われていない。本研究は赤外域での分光拡散反射率標準の作成を目的とし、赤外分光拡散反射率測定装置の開発、及び特定角度範囲での分光反射率標準・校正技術の確立を目指す。

この研究の展開としては、まず、赤外域における拡散反射材料の方向特性を把握することが必要であるため、その光学実験装置を試作し、赤外域での拡散反射材料の方向性反射特性評価の実験的検討を行い、絶

対拡散反射率測定及び標準試料作成に向けての基礎データを得る。次に、赤外域用精密積分球、及び高感度赤外線検出器等から構成される赤外分光拡散反射率測定システムを設計・試作し、積分球方式による赤外分光拡散反射率測定技術の実験的検討を行う。さらに、測定手法の評価・実験、標準試料の作成・実験等を行うと共に、赤外域における分光拡散反射率評価技術を確立する。

関連ラボ

赤外放射計測ラボ

(Infrared Radiometry Lab.)

研究項目及び研究期間

熱的赤外光の分光計測システム基盤技術の研究

(平成11年度～15年度)

赤外域における分光反射率標準の研究

(平成12年度～16年度)