

鉄鋼プロセスにおける
オンライン計測に関する研究

宮崎 幸雄

①

鉄鋼プロセスにおける
オンライン計測に関する研究

宮崎 孝雄

目 次

第1章 緒 言	1
---------	---

第2章 3チャンネル型高速エリブソメータ

2. 1	まえがき	4
2. 2	偏光の基礎	6
2. 3	従来のエリブソメータと問題点	13
2. 4	3チャンネル型エリブソメータの原理	16
2. 5	試作装置とオフラインテスト	24
2. 6	鉄鋼プロセスラインへの適用	28
2. 7	装置の小型化	42
2. 8	むすび	46
	第2章参考文献	47
	第2章補遺	49

第3章 光ファイバ濃度センサ

3. 1	まえがき	60
3. 2	基礎実験	61
3. 3	考察	63
3. 4	オンライン濃度計への応用	69
3. 5	むすび	78
	第3章参考文献	79
	第3章補遺	81

第4章 高炉内ガス流速センサ

4. 1	まえがき	84
4. 2	開発目標と課題	85
4. 3	加熱式流速センサの原理と課題	86
4. 4	2重コイル型シールドセンサ	92
4. 5	高炉オンライン試験	99
4. 6	むすび	103
	第4章参考文献	104
	第4章補遺	105
第5章 結 言		109
謝 辞		111

第1章 緒言

各製造プロセスには、プロセスが効率よく、かつ安定に操業できるように各種オンライン計測装置が設置されている。経済性の追求とともに測定すべき物理量の種類、測定精度などは次第に高度化し、新たな計測技術開発が要求される。

鉄鋼プロセスにおいても、競争力激化という経済状況の中で、製品品質の管理強化や製造コスト低減化に結びつくオンライン計測技術のニーズが従来に増して高まっている。

鉄鋼プロセスは、冶金プロセスから圧延・加工プロセス、表面処理プロセスなど技術的に広範囲にわたるプロセスから成り立っている。各プロセスに要求されるオンライン計測技術も多岐にわたりそれぞれ特徴をもっている。

その中で、特に最近の鉄鋼プロセスにおけるオンライン計測の重要課題として以下の点を挙げることができる。

1) 表面処理鋼板に関するオンライン計測技術の開発。

表面処理鋼板に代表される製品の高級化が、今後日本の鉄鋼業が目指すべき方向の一つである。製品の高級化および多品種・少量化にともない、製造プロセスが複雑になり、製品全体にわたる高度な品質管理が必要となってきた。加えて、競争激化により製品の部分的な欠陥や微細な欠陥が従来に増して重要な意味をもち、製品全体の品質保証が重要になってきた。

2) 合理化・省力化のための安価なオンライン計測技術の開発。

鉄鋼業をとりまく厳しい経済情勢の中で、合理化・省力化技術への要求はさらに強まっているが、同時に設備投資に対する経済効果の評価が厳しくなった。計測システムについても例外ではなく、低価格化が重要な課題となっている。

3) 製造コスト低減化に効果的な冶金プロセスのオンライン計測技術の開発。

これらのプロセスでのエネルギー消費比率は鉄鋼プロセス全体の50%以上に達し、ここでの僅かな効率向上は製造コスト低減効果としてきわめて大きい。このプロセスでは、測定環境条件が特に厳しく重要な物理量のオンライン計測がまだ多く残されている。

これらの各範囲におけるオンライン計測に要求される技術的特徴と現状について簡単に述べる。

最初に挙げた表面処理鋼板の品質管理や検査ニーズに要求される技術は、毎秒5m/s以上の高速ラインにおける計測技術であるために、特徴として、高速性と高感度・高精度を両立しなければならないこと、かつそれを環境的に厳しいプロセス条件下で達成しなければならない点が挙げられる。現状、ニーズに対するオンライン計測の実用化状況は必ずしも十分ではない。たとえば、つぎつぎと開発される高級表面処理鋼板の品質を決める化成処理被膜の膜厚計測は、一部を除いて一定の頻度で製品からサンプリングを行い、蛍光X線によるオフライン測定で管理を行っている。また、冷延鋼板の表面欠陥検査においても完全自動化には至らずまだ人間の目視管理に依存している部分が多い。抜き取り検査や目視に頼るかぎり、全ラインにわたる品質保証は困難であり、客先からのクレーム発生やプロセス異常が生じた場合の不良品の大量発生を避けることができない。

つぎの合理化・省力化に向けてのオンライン計測技術に関しては、現状のオフライン測定の測定原理や考え方は変えずに、サンプリングなどの操作をロボット化する考え方があがる。ここ数年このような観点からの省力化が検討されてきたが、設備が高価になり設備投資に見合う合理化効果が得られない場合が多いことが明らかになった。これに対して、従来のオフライン測定技術と異なる原理に基づくオンライン計測技術を探索することが、低価格化に向けての一つの有効なアプローチであると考えられる。

冶金プロセスの代表は高炉および転炉であるが、このプロセスは圧延以後の機械的プロセスと全く異なった特徴をもっている。ここでの、計測システムは、まず高温、高圧、多量の粉塵など厳しい測定環境で動作することが重要である。精度を多少犠牲にしても、効率向上に僅かでも寄与できれば、前述した量産効果から全体的な経済効果は莫大なものとなる。このプロセスでの計測ニーズは流量や温度など基本的な物理量が主体となるが、高炉や転炉の厳しい測定環境で機能するものを開発することは簡単ではない。

現状、プロセスの効率化に大きく関わる高炉炉内ガス流量分布、炉体延命対策に重要な炉壁厚測定、転炉プロセスにおけるオンライン溶鋼分析、連続溶鋼温度計測など基本的で有効な計測技術はまだ実現化されていない。

本論文は、鉄鋼プロセスのオンライン計測技術の代表として、高速かつ高精度が要求される品質管理計測技術、プロセス合理化に向けての新技術と低価格センサの開発、および厳しい耐久性が要求される高炉プロセスの計測技術開発に関して述べたものである。

これらの研究内容を通して、汎用装置では対応できないプロセス固有のニーズに適合した技術開発の進め方について何らかの貢献ができれば幸いである。

全体は5章から構成される。本論は第2章から第4章にかけて展開されている。

第2章は、高速ラインである表面処理プロセスのオンライン薄膜厚計測について論じている。この研究においては、従来、オフライン装置として使用されてきたエリブソメータを、高速で走行する測定対象に適合するように原理面から検討を行い、高感度、高速性が要求されるニーズに対応した例である。この新しいエリブソメータは、鉄鋼ライン以外のオンライン薄膜計測や表面解析に応用することも可能である。

第3章は、プロセス溶液濃度計に関するもので、従来の方式（サンプリングによるオフライン化学分析管理）とは異なる計測原理に基づく光ファイバ濃度センサを開発し、省力化を狙った研究例である。高感度であるが汚れに弱いとされる光学式センサであるが、サンプリング系の工夫によりロバスト性の高い小型・簡便なオンライン計測装置として完成させた。

第4章は、高温で多量のダスト、粒子を含みかつ機械的な振動・衝撃も大きい高炉炉内ガスの流速センサ開発について述べている。厳しい環境条件下で機能しなければならない冶金プロセスの計測技術開発の例であるが、このセンサは、高炉ガスに限らず高温で多くの微粒子を含むガスの流速センサとしても応用が可能である。

最後に、第5章において、全体のまとめと今後の展望を述べて本論文の結言とした。

第2章 3チャンネル型高速エリプソメータ

2.1 まえがき

鉄鋼プロセスにおいては、鋼板表面の油膜、酸化膜あるいは各種表面処理鋼板の表面被膜に対するオンライン膜厚計測へのニーズが大きい。これらの対象の膜厚は1 nmから1 μ mの広範囲にわたる。サブミクロンの膜厚を非接触で測定する方法として分光吸収法¹⁾ 偏光干渉計²⁾、光干渉分光法³⁾、エリプソメトリ⁴⁾などが考えられる。この中で、分光吸収法は、1 μ mオーダーの厚さと吸収スペクトル(3.4 μ m)をもつ有機化成処理鋼板のオンライン膜厚計に適用されているが、数10 nm以下の極薄膜に対しては感度に問題がある。また、偏光干渉計は半導体分野で利用されているが、パビネ・ソレイユ補償板を制御して光路位相差(膜厚)を求める原理のため一回の測定に数秒を要し、毎秒5 m以上で高速走行する鋼板への適用は難しい。また、分解能も10 nm以下は困難である。

結局、nmオーダーの極薄膜から数100 nmオーダーの広い範囲の計測ニーズに対応できる測定原理としては、エリプソメトリと光干渉分光法が適している。両方式とも現在半導体製造プロセスで最も広く利用されているものであり、原理的にも膜と基板間の多重反射干渉を利用する点では共通する。多重反射成分の合成和の絶対値を測定する光干渉分光法に対して、合成和の偏光成分比を測定するのがエリプソメトリである。

エリプソメトリの長所は、偏光成分比を測定するため光源光量の変化に強いこと、光量は相対値測定で十分であり光学系が単純にできること、および膜厚が測定パラメータと解析式で結ばれ理論計算によるシュミレーションができることなどが挙げられる。他方、原理的に斜入射光学系を用いなければならない制限条件がある。

光干渉分光法の長所は、垂直入射光学系が利用でき、光軸調整が容易で測定スポットサイズを小さく絞れることが挙げられる。測定方法は、複数のスペクトルをもつ光源を用い波長ごとに膜厚に対する分光反射特性を予め計算してデータベースを作成し、実測値と最も近い反射分光曲線から膜厚を求めるもので方法としては複雑である。対象表面が鏡面で材質の種類も限定され、また微小領域の膜厚計測が必要となる半導体分野では広く利用されている。光学系は、反射率の絶対値を測定する必要があるためエリプソメトリに比較し

てより精巧さが要求される。特に対象が、鋼板のように拡散性の表面をもつ場合は注意を要する。

光干渉分光法を鋼板における膜厚測定に適用しようとした場合、測定スポットを小さくする必要はなく垂直入射の利点は小さい。また、鋼板は種々の表面粗さを持ち、その複素屈折率および反射率は複雑に変化するため、データベース作成の労力がきわめて大きくまた実測データを解析しなければ適用可能性が評価できない点は弱点となる。さらに、オンライン装置として実現しようとした場合、光学系が複雑で高価になる点もマイナス要因である。これに対して、エリブソメトリでは単波長での測定が可能であり、また、反射光の拡散に関しては、正反射条件を満たす反射光成分の測定を行えばよく測定光学系もより簡単にできる利点がある。

以上の理由によって、エリブソメトリを鉄鋼のオンライン薄膜計測技術のシーズ技術として選定した。しかし、従来の高速エリブソメータは、測定データの取込に際して、偏光子や検光子などの光学素子を機械的に回転する方式のため、原理上、各測定点のエリブソパラメータ Δ 、 Ψ は、一定の有限時間内の物理情報から求めざるを得ないという制限があった。つまり、従来のエリブソメータは、静止した測定対象あるいはデータ取込時間に対して測定点の移動や変化が無視できるゆっくりした測定対象を前提としており、鉄鋼ラインのように毎秒数m以上の高速で走行するようなオンライン測定に適用することは困難であった。他方、KDP結晶(KD_2PO_4)など電気光学素子を利用した高速消光方式の開発も行なわれたが、KDP素子の温度による特性変化が大きいために、温度変化への耐久性が要求されるオンライン測定では結局成功しなかった。

このため、エリブソメトリの原理から検討を進め、従来のエリブソメータの課題を解決し鉄鋼ラインに適用できる新しい高速エリブソメータを提案した。新方式は、偏光光学系に、ビームスプリッタと3つの固定検光子を設けて可動部分をなくすとともに、同時刻の3つの光量信号からエリブソパラメータ Δ 、 Ψ を求める原理を用いたもので、言わば3チャネル型エリブソメータと呼ぶことができる。この方式によれば、測定対象の移動速度を制限するものは光検出器の応答速度のみである。さらに、光学系には温度特性の大きな電気光学素子などを使用しないために長期的に安定した測定が可能となり、オンライン計測装置としての適性を有したものとなっている。以下において、この3チャネル型エリブソメータの開発内容について述べるが、エリブソメータの原理を理解するためには偏光解析の理解が不可欠であるため、多少の冗長を顧みず偏光の基礎から記述することにした。

2. 2 偏光の基礎

通常、偏光を用いた計測を行う場合、近似的に単色光とみなせる狭帯域スペクトル光源を用い、かつ平行に近いビームとして利用する。この条件においては、偏光状態は、電場ベクトル（単色平面波）の直交2成分の複素表示を構成要素とする Jones ベクトル^{41, 42}で最も適切に表現される。この表現方法を用いると、すべての偏光光学素子が 2×2 の Jones マトリクスで表され、さらに偏光光学系における偏光状態の変化は、Jones マトリクスによる Jones ベクトルの1次変換の形で決定される。本論文においても、この表現方法に基づいて議論を進める。

2. 2. 1 偏光の定義

平面波（光の電磁場ベクトルの作る振動面と光の進行方向ベクトルが垂直をなす）における偏光とは、模式的には、光の電場ベクトルの先端が波面内で描く軌跡が時空間的に保存されている状態と定義できる。自然光のように、電場ベクトルの振動方向がランダムな状態を無偏光といい、またきわめて短い瞬間内では振動モードが保存されているが、長期的には保存されていない状態を部分偏光という。偏光計測では偏光状態のみを扱うため、以下の議論はすべて完全偏光状態を前提とする。

図2-1は、偏光の伝播にともなう電場ベクトルの軌跡模式図であり、 ps 面が波面、 z 軸が進行方向を表す。電場ベクトルは2次元調和振動することを考慮すると、図2-1から偏光電場が波面内で描く最も一般的な軌跡は楕円となる（楕円偏光）。この楕円の特珠なケースとして、直線振動モードと円を描くモードが存在する。これらは、それぞれ直線偏光、円偏光と呼ばれる。

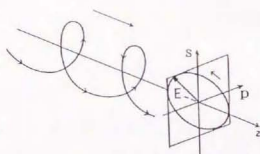


図2-1 偏光の伝播模式図

光の電磁場のうちの電場のみに着目してよい理由は、光学においては誘電体を主たる対象とし、この場合は対象との相互作用の大きさは、電場に比較して磁場の影響は無視できるほど小さいことによる¹¹⁾。以下において、いま述べてきた議論を数式で表現する。

電場ベクトル（単色平面波）の成分は次式で表される。

$$E_p = A_p \cos(\omega t + \phi_p) \quad (2-1)$$

$$E_s = A_s \cos(\omega t + \phi_s) \quad (2-2)$$

ここで、 p 、 s は振動面内の直交座標軸を表し¹²⁾、 A_p 、 A_s は、それぞれ p 、 s 方向の振幅である。

(2-1)、(2-2)式から時間項 ωt を消去すると次式を得る。

$$(E_p/A_p)^2 + (E_s/A_s)^2 - 2(E_p E_s/A_p A_s) \cos \delta - \sin^2 \delta = 0 \quad (2-3)$$

ここで、 $\delta = \phi_s - \phi_p$ は、 p 、 s 成分の位相差を表す。

(2-3)式は、楕円の式に他ならない。つまり、電場ベクトルは振動面内で楕円を描き、 δ 、 A_s/A_p が時空間的に一定であれば楕円の形は保存される。つまり、偏光の一般的な形は楕円偏光であることが証明された。

注1) 電磁場が電子に及ぼす力は、Lorentz力 $F = eE + e(v \times B)$ で表される。電場および磁場による力の大きさを f_e 、 f_m とすると、 $f_e = eE = e\mu cH$ 、 $f_m = evB = ev\mu H$ となる。したがって、 $f_m/f_e = v/c$ (7.7×10^{-3} : 線偏光の場合) $\ll 1$ である。

ここで、 v : 電子の速度、 c : 光速、 μ : 誘電体透磁率、 e : 電子の電荷を表す。

注2) 座標系は、 p 、 s 軸と光線の進行方向 z が右ねじ系になるように選定する。

2. 2. 2 偏光の定式化

偏光を表す電場ベクトルは(2-1)、(2-2)式で表される。この直交する2成分の複素表示を要素とするベクトルEを以下のように定義し、これをJonesベクトルとよぶ。

$$E = \begin{pmatrix} E_y \\ E_x \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} A_y \exp[j(\omega t + \phi_y)] \\ A_x \exp[j(\omega t + \phi_x)] \end{pmatrix} = A_x \exp[j(\omega t + \phi_x)] \begin{pmatrix} 1 \\ \tan \psi e^{i\delta} \end{pmatrix} \quad (2-4)$$

ここで、 $\tan \psi = A_y/A_x$ (振幅比, 正の値)、 $\delta = \phi_y - \phi_x$ (位相差)

偏光解析では、電場ベクトルの描く楕円の大きさは本質的ではなく、楕円の形を問題とするため振幅比と位相差が意味をもつ。つまり、偏光はこの2つのパラメータで決定される。したがって、つぎの複素数 χ を偏光パラメータとして定義することができる。

$$\chi = E_y/E_x = \tan \psi e^{i\delta} \quad (\text{偏光パラメータ}) \quad (2-5)$$

ここで、 $0 \leq \psi < \pi/2$ 、 $0 \leq \delta < 2\pi$ と定義する。

図2-2は、楕円の形状パラメータ (方位角 ξ 、楕円率 ε) と偏光パラメータ (振幅比 ψ 、位相差 δ) の関係を幾何学的に示したものである。

楕円率 ε :

$$\varepsilon = \frac{b}{a} = \sqrt{\frac{\tan^2 \psi - \tan^2 \xi}{1 - \tan^2 \psi \tan^2 \xi}}$$

方位角 ξ :

$$\tan 2\xi = \tan 2\psi \cos \delta$$

楕円形状パラメータ (ξ 、 ε) と偏光パラメータ (ψ 、 δ) は等価である。

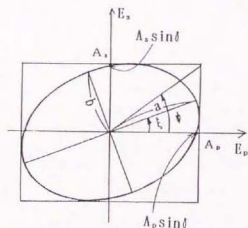


図2-2 偏光の定量化と幾何学的関係

(2-5) 式を、楕円の形状パラメータである方位角 ξ と楕円率 ε を用いて表現すると幾何学的イメージが描きやすく便利であるため以下に示す。

$$\chi = \tan \psi e^{j\delta} = \frac{\tan \xi + j\varepsilon}{1 - j\varepsilon \tan \xi} \quad (2-6)$$

よく利用する特殊な偏光パラメータの例を以下に示す。

1) 直線偏光(楕円率 $\varepsilon = 0$): $\chi = \tan \xi$ (ξ : 方位角)

((2-6)式において、 $\psi = \xi, \delta = 0$ を代入)

2) 円偏光(楕円率 $\varepsilon = \pm 1$): $\chi = \pm j$ (+ 右回り、- 左回り)

((2-6)式において、 $\tan \psi = 1, \delta = \pm \pi/2$ を代入)

3) 楕円偏光(標準形)(方位角 $\xi = 0^\circ$): $\chi = \pm j \varepsilon$ (+ 右回り、- 左回り)

((2-6)式において、 $\tan \psi = \varepsilon, \delta = \pm \pi/2$ を代入)

また、偏光の光量 Φ は Jones ベクトルの絶対値の2乗で表される。

$$\Phi = |E|^2 = E^t E^* \quad , \quad {}^t E^* \text{ は } E \text{ のエルミート共役を表す。} \quad (2-7)$$

つぎに偏光状態を変化させる種々の偏光光学系の定量化について考える。通常の偏光解析においては光学系の物性が電場に依存して変化すること(非線形効果)は無視できるため、任意の光学素子あるいは光学系への入射偏光電場ベクトル E_i と出射偏光ベクトル E_o は、一般につぎの線形関係式で表される。



図 2-3 偏光光学系の入出力関係

$$\begin{aligned} (E_p)_o &= a(E_p)_i + b(E_s)_i \\ (E_s)_o &= c(E_p)_i + d(E_s)_i \end{aligned} \quad (2-8)$$

係数 a, b, c, d は光学系の偏光特性を表す定数（一般に複素数）で、光学系の偏光特性を表す 2×2 の偏光マトリクスの成分である。（2-8）式は次式の形に書ける。

$$E_o = T E_i, \quad T = \begin{pmatrix} a & b \\ c & d \end{pmatrix} \quad (\text{偏光マトリクス}) \quad (2-9)$$

また複数の光学素子や光学系を順次連続して使用する場合は、最終的な結果はそれら各マトリクスの積として表すことができる。ただし、一般的には、各マトリクスは可換ではないため、積の順序は光が光学素子を通過する順序に一致させなければならない。

（2-9）式の偏光マトリクスを Jonesマトリクスと呼ぶ。光学的異性がない光学素子は、対角マトリクスになる。偏光解析に用いられる代表的な光学素子の Jonesマトリクスを補遺 2-1 に示す。

2. 2. 3 エリブソメトリ（偏光解析）の基礎

エリブソメトリとは、一定の偏光状態 χ_i の光を測定対象に照射し、反射した光の偏光状態 χ_r を測定して、反射に際して入射偏光が被った偏光パラメータの変化を求めるものである。

一般に、光の電場ベクトルの入射面に平行な成分（p-成分）と垂直な成分（s-成分）では反射率が異なる。各成分の反射率は、表面や膜の複素屈折率、膜厚および入射角によって決まる。

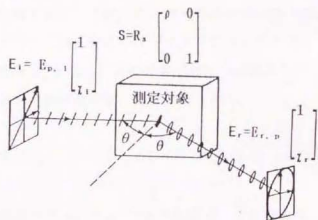


図 2-4 エリブソメトリの原理

入射偏光ベクトル E_i と反射偏光ベクトル E_r は、測定対象の振幅反射率 R_p, R_s を用いて次式によって関係づけられる。

$$E_r = S E_i \quad (2-10)$$

$$\text{ここで、 } E_r = \begin{pmatrix} E_{p,r} \\ E_{s,r} \end{pmatrix} = E_{p,r} \begin{pmatrix} 1 \\ \chi_r \end{pmatrix}, \quad E_i = \begin{pmatrix} E_{p,i} \\ E_{s,i} \end{pmatrix} = E_{p,i} \begin{pmatrix} 1 \\ \chi_i \end{pmatrix}$$

$$S = \begin{pmatrix} R_p & 0 \\ 0 & R_s \end{pmatrix} = R_s \begin{pmatrix} \rho & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (\text{反射偏光マトリクス})$$

上式で、(2-5)式で導入した偏光パラメータと類似の概念として、測定対象のエリブソパラメータ ρ を定義する。

$$\rho = R_p / R_s = \tan \Psi e^{i\Delta} \quad (\text{エリブソパラメータ}) \quad (2-11)$$

ここで、 $0 \leq \Psi < \pi/2$, $0 \leq \Delta < 2\pi$

エリブソパラメータは、一般に複素数であり2つの実数パラメータ Ψ, Δ によって決定される。(2-11)式は、(2-5)式と比較すると、p成分とs成分の比が逆になっている。このように定義すると、後に述べるように、消光法エリブソメータにおいてパラメータ Δ, Ψ の値が求めやすくなること、また $R_p = 0$ による ρ の発散がなくなる利点が生まれる。(2-10)式を偏光パラメータを用いて書きなおすと次式が得られる。

$$\chi_r = (1/\rho) \chi_i \quad (2-12)$$

エリブソメータとは直接的には反射光の偏光パラメータ χ_r つまり角度 ψ, δ を測定する装置であるが、入射偏光パラメータ χ_i は既知であるため、反射対象のエリブソパラメータ ρ つまり角度 Ψ, Δ を測定することと等価になる。 Δ, Ψ が測定できれば、次の(2-13)、(2-14)式により対象の複素屈折率や膜厚を求めることができる。

ここで、基本的なエリプソパラメータを2つ示す(補遺2-2参照)。

1) 表面反射エリプソパラメータ ρ_r (複素屈折率の測定に利用)

測定対象の反射マトリクスの反射係数 R_p 、 R_s は、境界面におけるフレネル反射係数となるため、エリプソパラメータ ρ_r は次式で表される。

$$\rho_r = \tan \Psi e^{i\Delta} = \left(\frac{N_1 \cos \theta - N_0 \cos \zeta}{N_1 \cos \theta + N_0 \cos \zeta} \right) \left(\frac{N_1 \cos \zeta + N_0 \cos \theta}{N_1 \cos \zeta - N_0 \cos \theta} \right) \quad (2-13)$$

$$N_0 \sin \theta = N_1 \sin \zeta \quad (\text{Snell's Law})$$

ここで、 N_1 : 測定対象の複素屈折率、 N_0 : 測定環境の複素屈折率(空気では、 $N_0=1$)

θ : 入射角、 ζ : 屈折角 である。

N_0 、 θ が既知であれば、 Δ 、 Ψ の測定値から、 N_1 が求まる。

2) 表面に一樣な膜が存在する場合のエリプソパラメータ ρ_f (膜厚測定に利用)

未知数である膜厚 d とエリプソパラメータ ρ_f の関係は陰関数の形になる。したがって、膜厚 d は変数分離して解くことはできず、 ρ_f の測定値から数値計算によって求めることになるが、これには市販の計算プログラムを利用することができる。

$$\rho_f = \tan \Psi e^{i\Delta} = \left(\frac{r_{01,p} + r_{12,p} e^{i\beta}}{1 + r_{01,s} r_{12,s} e^{i\beta}} \right) \left(\frac{1 + r_{01,p} r_{12,p} e^{i\beta}}{r_{01,p} + r_{12,p} e^{i\beta}} \right)$$

$$= F(\theta, N_0, N_1, N_2, \lambda, d) \quad (2-14)$$

$$N_0 \sin \theta = N_1 \sin \theta_1 = N_2 \sin \theta_2 \quad (\text{Snell's Law})$$

$$\beta = 4\pi N_1 d \cos \theta_1 / \lambda$$

ここで、 d : 膜厚、 λ : 波長、 N_0 : 測定環境の複素屈折率(空気時、 $N_0=1$)

N_1 : 膜の複素屈折率、 N_2 : 基板の複素屈折率、 θ : 入射角

θ_1 、 θ_2 : 膜、および基板への屈折角

$r_{01,p}$ 、 $r_{01,s}$: 周囲環境と膜の境界の p 、 s 成分のフレネル反射係数

$r_{12,p}$ 、 $r_{12,s}$: 膜と基板の境界の p 、 s 成分のフレネル反射係数

である。

λ 、 θ 、 N_0 、 N_1 、 N_2 が既知であれば、 Δ 、 Ψ の測定値から上式により膜厚 d が求まる。

2. 3 従来のエリプソメータと課題点

エリプソメータは、基本的には図2-5
に示す光学系をもち、消光式と測光式に
分類することができる。

消光式は、偏光子P、検光子Aを回し
ながら検出器Dの光量出力が最小になる
消光点を見つけるもので、そのときの偏
光子角 P_0 、検光子角 A_0 からエリプソバ
ラメータ Ψ 、 Δ を求めるものである⁶⁾。

今までの議論から、偏光子の方位角を
P、移相子(1/4波長板)の一方の光学軸
(slow軸)の方位角をC、対象表面の反射マトリクスをS、検光子の方位角をAとすると、
光量検出器前の偏光ベクトル E_0 は次式で表される。

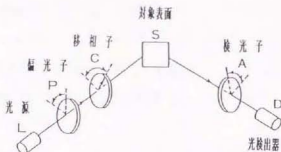


図2-5 従来のエリプソメータ光学系

$$E_0 = \text{Const. } A(A) S C(C) P(P) E_i \quad (2-15)$$

ここで、 $A(A)$: 検光子を表すマトリクス、 S : 測定対象の反射マトリクス

$C(C)$: 移相子を表すマトリクス、 $P(P)$: 偏光子を表すマトリクス

E_i : 入射偏光ベクトル、 Const. : 測定系の各素子の透過率、反射率

上式から $|E_0|$ が0になる条件を直接求めてもよいが、ここでは別の考え方で消光条件を求める。反射偏光が検光子によって消光されるためには、対象表面Sからの反射偏光が直線偏光になる必要がある。偏光パラメータで表現すれば、(2-12)式から χ_1/ρ が検光子の方位角Aと直交する直線偏光パラメータ(実数)に等しくなることである。

$$\chi_1/\rho = \tan(A \pm \pi/2), \quad 0 \leq A < \pi \quad (2-16)$$

補遺2-1(4)に示したように、偏光子と1/4波長板(移相子)の組合せは任意の楕円偏光 χ_1 を作ることができるため、(2-16)式を満たす χ_1 は必ず存在する。

偏光子の方位角を P 、 $1/4$ 波長板の方位角 C を $\pi/4$ に設定すると、 χ_1 は次式で表される。(補遺2-1、(2A-9)式参照)

$$\chi_1 = e^{j(2P - \pi/2)}, \quad 0 \leq P < 2\pi \quad (2-17)$$

χ_1 は複素平面上で、原点を中心とする半径1の円 Γ を表し(図2-6参照)、 $1/\rho$ に対して(2-18)式を満たす Γ 上の2つの点で(2-16)式が成立する。

$$\arg(\chi_1) + \arg(1/\rho) = 0, \pi \quad (2-18)$$

(2-17)式を(2-18)式に代入すると、 $\Delta = 2P_0 \pm \pi/2$ を得る。つぎに、この結果を(2-16)式に代入して $\Psi = \pm A_0$ を得る。

Ψ 、 Δ の満たすべき範囲を考慮すると、消光条件を満たす偏光子角 P_0 と検光子角 A_0 との間に、最終的に以下の関係式が成立する。

$$\Psi = A_0 \quad (2-19)$$

$$\Delta = 2P_0 + \pi/2 \quad (2-20)$$

(2-19)、(2-20)式を満たす偏光子角、検光子角の近傍においては(2-15)式の光量は P_0 、 A_0 を極小点とする2次式で表される。(2-19)、(2-20)式を(2-15)式に代入すると次式が得られる。

$$|E_0|^2 = \text{Const.} \cdot \{ (A - A_0)^2 + 4 \tan^2 A_0 \cdot (P - P_0)^2 \} \quad (2-21)$$

この関係を利用して、偏光子、検光子をサーボモータで制御する消光式の自動エリプソメータが開発されている⁷⁾。しかし、測定に数十秒以上必要とするため、鉄鋼ラインへの適用は不可能である。

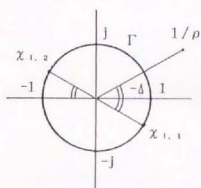


図2-6 複素面上の χ_1 と ρ の関係

もう1つの方式はKDP結晶を可変移相子として利用するものである。KDP結晶は電圧によって位相差を任意に変調できる。この素子を、図2-5の1/4波長板の後に設置し、電圧により位相差を δ 変化させたとすると、これは等価的に偏光子の角度 P を $\delta/2$ だけ回転させたと同じ働きをする(補遺2-1、(2A-10)式参照)。したがって、この場合は高速の消光方式が可能となるが³⁾、KDP結晶は温度によって特性が大きく変化するため、環境的に厳しいオンライン計測への適用には成功していない。

これらに対して、測光式の回転検光子法³⁾は高速エリプソメータとして、現在最も広く利用されている。その光学系は、図2-5において偏光子 P 、移相子 C は固定とし、検光子 A を一定角速度で回転させるものである。回転位置と同期させた光量信号を計算機に取り込み離散型フーリエ変換により Δ 、 Ψ を求めている。入射光の偏光としては、直線偏光か円偏光を用いるが、実際には 45° の直線偏光を利用するため移相子 C は不要である。

この場合、(2-15)式において移相子のマトリクスを1とし、 $P=45^\circ$ を代入して計算すると、光量 $I=|E_o|^2$ は次式で表される。

$$I = K \sin^{-2} \Psi (1 + \alpha \cos 2\Delta + \beta \sin 2\Delta) \quad (2-22)$$

ここで、 K : 定数、 $\alpha = -\cos 2\Psi$ 、 $\beta = \sin 2\Psi \cos \Delta$

検光子の一回転を N 等分し、各角度における光量を、 I_1, I_2, \dots, I_N とすると、以下の式を得る(ここで、一回転の間に対象は変化しないことを前提としている)。

$$I_j(j\Delta\theta) = I_0 \{1 + \alpha \cos(2j\Delta\theta) + \beta \sin(2j\Delta\theta)\}, \quad (j=1 \sim N)$$

ここで、 $I_0 = K \sin^{-2} \Psi$ 、 $\Delta\theta = 2\pi/N$

これらから、 α 、 β 、 I_0 が次式で表される。

$$\alpha = \left(\frac{2}{NI_0}\right) \sum_{j=1}^N I_j \cos(2j\Delta\theta), \quad \beta = \left(\frac{2}{NI_0}\right) \sum_{j=1}^N I_j \sin(2j\Delta\theta), \quad I_0 = \left(\frac{1}{N}\right) \sum_{j=1}^N I_j$$

したがって、最終的に Δ 、 Ψ が次式で求められる。

$$\cos \Delta = \beta \sqrt{1 - \alpha^2}, \quad \cos 2\Psi = -\alpha \quad (2-23)$$

検光子の回転速度を300rpmとすると、 Δ 、 Ψ の測定時間は0.2秒とかなり高速になるが5m/s以上で走行する鉄鋼プロセスラインに適用すると1回の測定中に測定点は1m以上移動することになる。この間、鋼板表面の表面粗さ、複素屈折率は連続的に変化しておりさらに高速化を図らなければ精度の良い測定は期待できない。また、振動があるプロセス現場に回転体をもつ装置を設置することは耐久性の面で弱点となる。

2.4 3チャンネル型エリプソメータの原理

鉄鋼ラインのように高速で移動する対象に適用できるエリプソメータは、測定時間中の対象の移動が無視できる、従来タイプに比較して桁違いの高速性が必要である。方式としては、フィードバック制御が必要な消光法は超高速化が難しく測光法が適している。

そこで、楕円偏光パラメータを決定するのに必要な最少限の光量情報について考える。楕円偏光ベクトルの描く楕円の形状は中心対称であり、また(2-3)式に示したように E_{θ} 、 E_{ϕ} のベクトル成分の位相差は常に一定に保存される。よって、楕円偏光の楕円は、数学的な一般方程式と比較すると自由度が3つ少ない3つの未知数をもった方程式で表現される(補遺2-3参照)。したがって、原理上、楕円上の最低3つの座標値、すなわち3つの異なる方位角における動径ベクトル値(光量値)が判明すれば、楕円の形状が決まり偏光パラメータが決定される。

この3つの光量値を同時に求めることができれば、目的とする超高速エリプソメータが可能となる。しかし、対象からの反射光の偏光パラメータを全く変えずに3つ光量を同時に測定することは不可能である。そこで、定数の補正は許容するが偏光状態は本質的に変えないという条件のもとで、3つの光量の同時測定方法について検討した。

その結果、所定の仕様と配置をもつビームスプリッタにより反射偏光を3つに分岐し、分岐ビーム毎に所定の透過方位角をもつ検光子を設け、検光子を通過後の光量値からエリプソパラメータを求める方法を考案した。以下にビームスプリッタに要求される特性を示す。

- 1) ビームスプリッタは光学的に異方性をもたず一様な特性を持ち、温度や湿度により偏光特性が変化しない光学素子であること。つまり、ビームスプリッタの偏光マトリクスは対角マトリクスになること。ビームスプリッタが、異方性をもつと偏光が本質的に変化する状態を求めることは困難である。

- 2) 表面にコーティング処理がないこと。またビームスプリッタでの1回反射、あるいは1回透過ビーム光を利用すること。その理由は、表面の膜やビームスプリッタ間での多重反射光が入りこむと、膜やビームスプリッタの厚さが偏光マトリクスの要素に直接影響を及ぼす。これらは、温度変化によって変化するため定数とみなすことはできなくなる。(補遺 2-4 参照)
- 3) 分岐した3つのビームのうち、2つはビームスプリッタでの偏光マトリクスが等しくなるようにする。この条件により、3つの光量値から精度よく、容易にエリブソパラメータが測定できるようになる。本方式の本質はこの条件にある。

図2-7に、この新型エリブソメータの光学系を示す。その原理的特徴から3チャンネル型エリブソメータと名付けた。

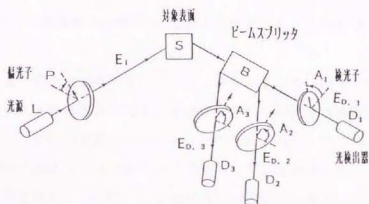


図2-7 3チャンネル型エリブソメータの光学系

この光学系は、入射光として直線偏光または円偏光を利用するが、通常は一定の直線偏光を利用するために偏光子は固定とし移相子は用いない。

図2-7において検光子Aを通過した後の偏光ベクトル $E_{0,j}$ は、次式で表される。

$$E_{0,j} = k_j A(A_j) B_j S E_i, \quad j = 1 \sim 3 \quad (2-24)$$

ここで、 k_j ：各チャンネルの光学系全体の振幅透過率

B_j ：各チャンネルのビームスプリッタでの偏光マトリクス

S : 対象の反射マトリクス

$$S = \left[\begin{array}{c|c} R_p & 0 \\ \hline 0 & R_s \end{array} \right] = R_s \left[\begin{array}{c|c} \rho & 0 \\ \hline 0 & 1 \end{array} \right], \quad \rho = \tan \Psi e^{i\Delta} \quad (2-25)$$

ここで、 $0 \leq \Psi < \pi/2$, $0 \leq \Delta < 2\pi$

E_i : 入射偏光ベクトル

$$E_i = \left[\begin{array}{c} E_p \\ E_s \end{array} \right] = E_p \left[\begin{array}{c} 1 \\ \chi_i \end{array} \right], \quad \chi_i = \tan P e^{i\delta} \quad (2-26)$$

ここで、 $0 \leq P < \pi/2$, $0 \leq \delta < 2\pi$

$A(A_1)$: 透過軸方位角が A_1 の検光子マトリクス (補遺 2-1 参照)

である。

前述した仕様を満たす具体的なビームスプリッタとして、図 2-8 に示すように均質で透明な光学ガラスから製作された平行平板を互いに平行に 3 枚配置したものを用いた。

(4 枚用いると、3 つの光量レベルがオーダ的に同レベルとなり光検出回路の前増幅器のゲインに極端な差がなくなり特性を合わせやすい効果がある)。また、図 2-9 に示すように各平行平板においては、厚さを考慮して多重反射光を除き、1 回反射および 1 回透過光のみを利用するように工夫した。これらの対策により (2-24) 式の B_1 が実数の対角マトリクスになる。

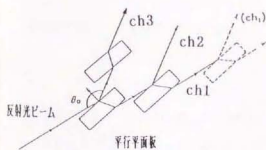


図 2-8 ビームスプリッタの構成

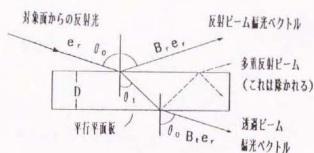


図 2-9 平行平板での反射・透過ビーム

ここで、平行平板での表面反射、透過特性を表す偏光マトリクス B_p 、 B_s を考え
ると、それぞれ次式で表される。

$$B_p = (r_{01})_p \begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \sigma_1 \end{vmatrix}, \quad \sigma_1 = (r_{01})_s / (r_{01})_p \quad (2-27)$$

$$B_s = \begin{vmatrix} (t_{01})_p & 0 \\ 0 & (t_{01})_s \end{vmatrix} \begin{vmatrix} e^{j\eta} & 0 \\ 0 & e^{j\eta} \end{vmatrix} \begin{vmatrix} (t_{10})_p & 0 \\ 0 & (t_{10})_s \end{vmatrix} = [1 - (r_{01})_p^2] e^{j\eta} \begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \sigma_2 \end{vmatrix}$$

$$\sigma_2 = \{ [1 - (r_{01})_s^2] / [1 - (r_{01})_p^2] \}, \quad (\text{補遺 2-2、(2A-14) 式を利用})$$

$$\eta = (2\pi D / \lambda) (n^2 - \sin^2 \theta_0)^{1/2} \quad (2-28)$$

ここで、

$(r_{01})_p, (t_{01})_p, (r_{01})_s, (t_{01})_s$: フレネル反射、透過係数 (透明ガラスの場合、ともに実数)

D, n : 平行平板の厚さ、屈折率、 θ_0 : 平行平板への入射角、 λ : 波長である。

σ_1, σ_2, η はともに実数である。しかし、平行平板での多重反射が入ると、補遺 2-4 に示すように σ_2 は D を含む複素数となり、温度による D の微小な変化が位相変化として効くために、もはや σ_2 を定数とみなすことができない。

また、各平行平板を平行に固定することにより各面における反射マトリクスおよび透過マトリクスはすべて等しくなる。(2-27)、(2-28)式を用いて、(2-24)式における B_i を求めると以下ようになる。

$$\begin{aligned} \text{チャネル 1} \quad B_1 &= B_1^2 = \text{Const.} \begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \sigma_2^2 \end{vmatrix} \\ \text{チャネル 2} \quad B_2 &= B_1 B_2 = \text{Const.} \begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \sigma_1 \sigma_2 \end{vmatrix} \end{aligned} \quad (2-29)$$

$$\text{チャネル 3} \quad B_3 = B_1 B_2 = B_1 B_2 = B_2$$

いずれも、正の実数の対角マトリクスとなる。また、チャネル2と3は、同じマトリクスとなる。前述したように、この点が本方式の本質である（補遺2-5参照）。

ここで、3チャネル型エリブソメータの定式化を行う。図2-7に示した各チャネルの光検出器 $D_1 \sim D_3$ において検出される光量 Φ_j は、(2-24)式の偏光電場ベクトルの絶対値の2乗で表される。 B_j として、(2-29)式を代入すると以下の結果を得る。

$$\text{ch. 1 } \Phi_1 = |k_1|^2 |c_1|^2 \{ \tan^2 \Psi \cos^2 A_1 + 2\sigma_1^2 \tan P \tan \Psi \cdot \cos(\Delta - \delta) \sin A_1 \cos A_1 + \sigma_1^4 \tan^2 P \sin^2 A_1 \} \quad (2-30)$$

$$\text{ch. 2 } \Phi_2 = |k_2|^2 |c_2|^2 \{ \tan^2 \Psi \cos^2 A_2 + 2\sigma_1 \sigma_2 \tan P \tan \Psi \cdot \cos(\Delta - \delta) \sin A_2 \cos A_2 + \sigma_1^2 \sigma_2^2 \tan^2 P \sin^2 A_2 \} \quad (2-31)$$

$$\text{ch. 3 } \Phi_3 = |k_3|^2 |c_3|^2 \{ \tan^2 \Psi \cos^2 A_3 + 2\sigma_1 \sigma_2 \tan P \tan \Psi \cdot \cos(\Delta - \delta) \sin A_3 \cos A_3 + \sigma_1^2 \sigma_2^2 \tan^2 P \sin^2 A_3 \} \quad (2-32)$$

ここで、 $c_1 \sim c_3$ は、各マトリクスやベクトルの外に出たすべての振幅係数の積を表す定数である。ここで、ch. 2とch. 3のビームスプリッタの偏光マトリクスが等しい結果として、(2-31)、(2-32)両式の括弧内各項の係数が等しくなる。

光量 Φ_j は、線形特性をもつフォトダイオードによって電圧出力に変換される。この変換係数および増幅回路ゲインを含めた、各チャネルの測定系のトータルゲインを G_1 、 G_2 、 G_3 と表すと、各チャネルの電圧出力 I_j は(2-33)式で表される。

$$I_j = G_j \Phi_j ; \quad (j=1 \sim 3) \quad (2-33)$$

このトータルゲイン G_j の値は、各チャネルの検光子角 A_j をすべて 0° に設定したとき、すべてのチャネルの出力が等しくなるように決定する。

今、エリブソパラメータ $\rho_0 = \tan \Psi_0 e^{jA_0}$ をもつある測定対象に対して、このようにして得られた各チャネルの出力を次式で表すものとする。

$$I_1(A_1=0) = I_2(A_2=0) = I_3(A_3=0) \equiv I_0 \tan \Psi_0 \quad (2-34)$$

ここで、(2-34)式を(2-30)～(2-32)式、および(2-33)式に代入すると、各チャネルのトータルゲイン G_j は以下の(2-35)式で表される。

$$G_j = I_0 / (|k_j|^2 |c_j|^2) ; \quad (j=1\sim 3) \quad (2-35)$$

(2-33)および(2-35)式を、(2-30)～(2-32)式に代入し各チャネルの検光子角をあらためて、 $A_1=0^\circ$ 、 $A_2=45^\circ$ 、 $A_3=-45^\circ$ に設定^{注3)}すると、各チャネルの出力電圧 I_j は、以下の(2-36)～(2-38)式で表現される。

$$\text{ch. 1} \quad I_1 = I_0 \tan^2 \Psi \quad (2-36)$$

$$\text{ch. 2} \quad I_2 = (I_0/2) \{ \tan^2 \Psi + 2\sigma_1 \sigma_2 \tan P \tan \Psi \cos(\Delta - \delta) + \sigma_1^2 \sigma_2^2 \tan^2 P \} \quad (2-37)$$

$$\text{ch. 3} \quad I_3 = (I_0/2) \{ \tan^2 \Psi - 2\sigma_1 \sigma_2 \tan P \tan \Psi \cos(\Delta - \delta) + \sigma_1^2 \sigma_2^2 \tan^2 P \} \quad (2-38)$$

したがって、(2-36)～(2-38)式からエリブソパラメータは最終的に(2-39)、(2-40)式で与えられる。

$$\cos(\Delta - \delta) = \frac{I_2 - I_3}{2 I_1} \sqrt{\frac{I_1}{I_2 + I_3 - I_1}} \quad (2-39)$$

$$\tan \Psi = \sigma_1 \sigma_2 \tan P \sqrt{\frac{I_1}{I_2 + I_3 - I_1}} \quad (2-40)$$

注3) 一般的には、 $A_1=0^\circ$ 、 $A_2 \neq A_3$ であれば、 I_1 、 I_2 、 I_3 から2つのエリブソパラメータが求められる。ただし、計算式がやや複雑になる。(補遺2-5参照)

ここで、 $\tan P$ 、 δ は、(2-26)式で示した入射光の偏光パラメータ、 σ_1 、 σ_2 は(2-27)、(2-28)式で示される定数である。定数 σ_1 、 σ_2 は、ビームスプリッタの屈折率、ビームスプリッタ入射角 θ_0 が決まれば計算できるが、複素屈折率が既知である任意の測定対象を測定し、(2-13)式を用いて測定データと一致するように σ_1 、 σ_2 を決定してもよい。いずれかにより、定数 σ_1 、 σ_2 はあらかじめ求めておく必要がある。

入射光を 45° の直線偏光とすると次式を得る ($P=45^\circ$ 、 $\delta=0^\circ$)。

$$\cos \Delta = \frac{I_2 - I_1}{2 I_1} \sqrt{\frac{I_1}{I_3 + I_2 - I_1}} \quad (2-41)$$

$$\tan \Psi = \sigma_1 \sigma_2 \sqrt{\frac{I_1}{I_3 + I_2 - I_1}} \quad (2-42)$$

ところで、(2-41)式は、 Δ が0や π の近傍では感度が鈍る欠点があるため、それを避けたいときは、入射光を円偏光とすれば良い ($\tan P=1$ 、 $\delta=90^\circ$)。その場合は、(2-43)式を得る。 $\tan \Psi$ については、(2-42)式と変わらない。

$$\sin \Delta = \frac{I_2 - I_1}{2 I_1} \sqrt{\frac{I_1}{I_3 + I_2 - I_1}} \quad (2-43)$$

以上、本節の最初で述べたように、3つの光量値から定数の補正のみで、2つのエリブソパラメータが求められることが示された。特に、位相差 Δ に関しては全く補正の必要がない。振幅比 $\tan \Psi$ に関しても、定数 σ_1 、 σ_2 の単純積の補正であり精度、信頼性の面でほとんど不利とはならない。

他方、図2-8に示した平行平板4枚を用いた場合の定式化について触れると、(2-29)式においてチャンネル1のビームスプリッタのマトリクス B_1^2 が B_1 、 B_1^2 に置き変わるが、最終結果の(2-39)～(2-43)式は影響を受けずそのまま成立する⁴⁾。

注4) チャンネル1は検光子角を $A_1=0^\circ$ に設定するため、最終的に、(2-30)式中の第1項のみしか残らず、マトリクス変更の影響が効いてこないことによる。

最後に、ビームスプリッタの設定角についての注意点について触れる。

図2-10にガラスのフレネル反射係数を示すが、平行平板への入射角 θ_0 がブリュースタ角 θ_B になると r_p が0となる。したがって、この角度は避けなければならない。 θ_0 が θ_B より大きい場合、 r_p 、 r_s はともに絶対値が大きくビームスプリッタにおける反射光量確保の点で有利となる。また σ_1 は正の実数となるために位相変化も0となる。

この点を考慮し、 θ_0 は70から80°の間に設定すべきである。

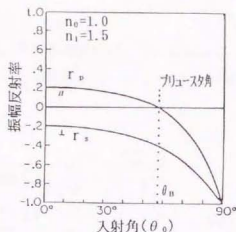


図2-10 ガラスに対するp, s偏光成分の反射特性¹⁵⁾

ここで、3チャンネル型エリプソメータの特長を以下にまとめる。

- 1) エリプソパラメータ Δ 、 Ψ が、同時刻の情報 $I_1 \sim I_3$ から求められるために、きわめて高速で移動する測定対象にも適用可能である。測定時間としては1ms/点以下が可能であり、従来の回転検光子型の1000倍の高速化が可能となる。
- 2) 光学系はすべて固定であり可動部をもたない。光学系は、温度による特性変化などが無視できる光学ガラス、偏光子、検光子のみで構成されており、堅牢でオンライン向きの装置である。

2. 5 試作装置とオフラインテスト

光源としてHe-NeレーザとArイオンレーザ、信号処理部にパーソナルコンピュータを利用したオンライン用3チャンネル型エリブソメータを試作した。図2-11に装置の構成図を示す。

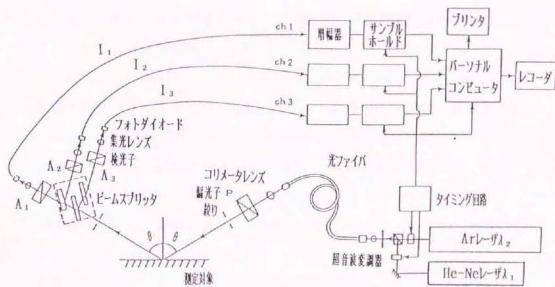


図2-11 3チャンネル型エリブソメータの試作装置構成図

光源に2波長を用いたが、これは波長による膜厚感度係数の違いと表面粗さに対する感度の差を利用して、鉄鋼ラインの膜厚計測に適用した場合に問題となる鋼板の表面粗さの影響を除くためである。測定ヘッド部と光源部は、コア径300 μm の石英光ファイバで結合した。通信用の50 μm ファイバを用いると、モードスペクルノイズの影響を受けて出力が不安定になりやすいため、大径ファイバを用いる必要がある。光ファイバ利用の効果として、ラインへの設置上の融通性向上と2つの波長の光を混合して同一入射角で投光することが容易になる点が挙げられる。また、光源の直線偏光をいったん無偏光に変える働きもする。

試作装置の主な諸元を表2-1に示す。

表 2-1 3チャンネル型エリブソメータ試作装置の仕様

光源	He-Neレーザー($\lambda_1=633\text{nm}$), Arイオンレーザー($\lambda_2=476\text{nm}$)
入射光	45° 直線偏光; 入射角 $\theta=70.84^\circ$ または 62°
ビームスプリッタ	平行平板3枚 (HBBK-7, 硝子 50mm, 厚さ D=25mm) 入射角 $\theta_0=75^\circ$, $\sigma_1\sigma_2=1.308$
変調信号	5 kHz, duty 25% 矩形波, 2系統 (位相差 π)
コンピュータ	PC-9801 VM2 (A/D・D/A・D1/08087)
データ取込時間	200 μs for $(I_j)_{\lambda_1}, (I_j)_{\lambda_2}$; $j=1\sim 3$
計算時間	1.4 ms for $(\cos \Delta)_{\lambda_1, \lambda_2}, (\tan \Psi)_{\lambda_1, \lambda_2}$
繰り返し精度(2 σ)	5.0×10^{-4} 以下 for $(\cos \Delta, \tan \Psi)_{\lambda_1, \lambda_2}$

2つの波長 λ_1, λ_2 のマルチプレクシングと背景光の除去を行うために、各レーザービームをA/D変調器によりパルス変調し交互に発光させるようにした。測定信号の復調は光源変調に同期させてサンプルホールドを行い、フォトダイオードの受光パルス高をA/D変換してデータ処理系に伝送する。背景光の除去は、発光時のパルス高と消光時のパルス高の差を取るによって行う。出力は波長 λ_1, λ_2 毎の $\cos \Delta, \tan \Psi$ および膜厚を計算し、それらをプリンタあるいはD/A変換して記録計に出力させる。

繰り返し精度は、位相角 Δ に換算して、以下の値に相当する。

0.03° ($\Delta=90^\circ$ 近傍の場合)、0.04° ($\Delta=140^\circ$ 近傍の場合)

1.81° ($\Delta=0^\circ, 180^\circ$ の場合)

よって、 Δ が 0° または 180° の近傍を除けば、実用精度として十分と考えられる。

3チャンネル型エリプソメータの原理的妥当性を確認する目的で、汎用の消光式エリプソメータとの比較試験を実施した。

使用したサンプルは、ガラス基板上(槽BK-7, 寸法40mm×40mm×10mm)に金属クロムを1μmの厚さに蒸着して下地とし、その上にSiO₂膜を3水準(101Å, 181Å, 480Å)蒸着したものである。各サンプルの物性値を表2-2に示す。

表2-2 オフラインテスト用標準サンプル物性値(メーカ測定値)

サンプルNo.	Cr 膜 (干膜厚率標準)	SiO ₂ 膜 (膜厚率標準、膜厚)	
#1	N ₂ =2.94-2.82j	N ₁ =1.45	101 Å
#2	N ₂ =2.25-2.24j	N ₁ =1.472-0.02j	181 Å
#3	N ₂ =2.30-2.40j	N ₁ =1.499-0.02j	480 Å

(メーカ測定値は、回転検光子型エリプソメータを使用)

表2-3 3チャンネル型と消光式エリプソメータの測定値比較

サンプル No.	3チャンネル型エリプソメータ				消光式エリプソメータ		相 差	
	cosΔ	tanΨ	Δ (°)	Ψ (°)	Δ ₀ (°)	Ψ ₀ (°)	Δ/Δ ₀ -1	Ψ/Ψ ₀ -1
#1	-0.2679	0.5164	105.54	27.31	106.01	27.32	-0.0044	-0.0004
#2	0.0760	0.5354	85.64	28.16	85.49	28.20	0.0018	-0.0014
#3	0.3182	0.7254	71.44	35.96	71.29	35.92	0.0021	0.0011

表2-3は、表2-2に示したサンプルを用いて、3チャンネル型エリブソメータと従来の消光式エリブソメータによるエリブソパラメータ測定値の直接比較を示したものである。

測定値 Δ 、 Ψ の相対差は、 Δ が0.44%以下、 Ψ が0.14%以下と小さく、両者の結果は良く一致した(測定条件: 使用波長 $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ 、入射角 $\theta = 70.84^\circ$)。

表2-4は、表2-2に示したメーカによるサンプルの物性測定値から、(2-14)式によって求めたエリブソパラメータおよび膜厚の測定値と3チャンネル型エリブソメータによる測定結果を比較したものである(メーカ測定値に*マークを添付)。

表2-4 従来型と3チャンネル型エリブソメータ測定値との比較






サン プル No	3チャンネル型エリブソメータ 測定値			メーカ測定値 (消光式エリブソメータ)			相 差		
	$\Delta (^{\circ})$	$\Psi (^{\circ})$	$d (\text{\AA})$	$\Delta (^{\circ})$	$\Psi (^{\circ})$	$d (\text{\AA})$	$\Delta/\Delta^* -1$	$\Psi/\Psi^* -1$	$d/d^* -1$
#1	105.54	27.31	114	107.88	27.06	101	-0.0217	0.0092	0.13
#2	85.64	28.16	172	85.81	28.46	181	-0.0020	-0.0105	-0.05
#3	71.44	35.96	466	71.35	35.79	480	0.0013	0.0047	-0.08

この場合は、測定誤差を含む物性値を介した計算結果との比較になるため、表2-3の結果よりも一般に一致度は悪くなる。この点を考慮すれば、表2-4の結果も両者の一致度は高いと結論できる。これらの結果から、3チャンネル型エリブソメータの原理的な正しさが実験的に確認された。

2. 6 鉄鋼プロセスラインへの適用

エリブソメータは、2. 2節で述べたように、表面の物性（複素屈折率）や薄膜の膜厚を測定する装置である。この観点からオンラインエリブソメータが鉄鋼プロセスにおいてどのような応用が期待されるかをまとめたものが表2-5である。

表2-5 鉄鋼プロセスにおけるオンライン膜厚計測ニーズ

対象	膜の物性/構造	膜厚レンジ	現状の計測方法
錫めっき 鋼板	 塗膜 クロム酸被膜	20~ 90 Å	ハイドロフィルバランス法 (オフライン)
化成処理 無機被膜	 クロムート膜 (SiO ₂ を含む)	数100 Å	蛍光X線(オフライン)
化成処理 有機皮膜	 有機皮膜(SiO ₂ を含む) クロムート膜	1 ~ 2 μm	蛍光X線(オフライン) 赤外分光吸光法(オフライン)
鋼板表面 酸化膜	 酸化膜	数10~数100 Å	電解剥離法(オフライン)
不純物 表面欠陥	 Al ₂ O ₃ など	数10 Å	目視 (レーザ反射計探傷装置、CCDでは検出困難)

この中から、錫めっき鋼板のオンライン塗油量計に適用した例について詳しく述べる。この例は、オンライン試験をへて実用化に結びつけたものである。

2. 6. 1 錫めっき鋼板ライン塗油量計への応用

錫めっき鋼板製造ラインは、2～5 m/sのライン速度で鋼板を電氣的に錫めっきするプロセスである。このラインでは、錫めっき鋼板表面の擦り傷発生や光沢度保持のため、図2-12に示す静電塗油装置により表面に薄い油膜を塗付している。油膜が厚すぎると、印刷性やプレス成形性の低下を招くため、塗油量としては2～9 mg/m²（膜厚に換算すると、約20 Åから90 Åに相当する）の範囲で±1 mg/m²の管理精度で管理している。

作業中の塗油量の制御は、ライン速度に対応した経軌式にもとづき静電塗油装置の2次空気量を制御することにより行なっており、また実際の塗油量の測定と管理は、定期的に取り出したシートサンプルについて、オフラインでのハイドロフィルバランス法^{注5)}で行なわれている。このため、膜厚の規格外れに対する緊急な対応がとれないなどの課題が残されており、オンライン油膜厚計の開発が望まれているものである。この課題に対して、3チャンネル型エリブソメータを適用するに際し、以下の事前検討を行なった。

(1) 線形近似

一般に、エリブソパラメータ Δ 、 Ψ と膜厚 d の関係は2. 2節の(2-14)式で示すような複雑な複素関数で表されるが、計算速度を上げるためにはできるだけ簡単な式にすることが望ましい。幸いにも、金属基板上の透明膜の場合、その厚さが100 Å程度以下であれば、(2-14)式の線形近似が可能であることが明らかになっている¹⁰⁾。

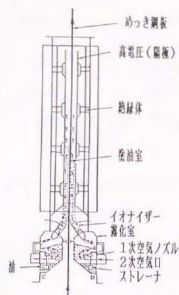


図2-12 静電塗油装置

注5) 一定面積の鋼板サンプル表面の油膜を水面に移行させ、単分子膜として水面に浮いた油膜の面積（一定の表面張力をもつ）から油の重量を求める方法。塗油量1 mg/m²は、油膜厚に換算して約11 Åに相当する。

油膜を除去した実際の錫めっき鋼板の複素屈折率 $N_2 = 1.17 - 4.34j$ 、油の複素屈折率 $N_1 = 1.46 - 0.0056j$ および波長 $\lambda = 6328 \text{ \AA}$ を (2-14) 式に代入し、膜厚 d とエリプソパラメータ $\cos \Delta$ の関係を計算したものが図 2-13 である。

膜厚 100 \AA 以下において、線形関係 (2-44) 式が成立することが確認された。

$$\cos \Delta - \cos \Delta_0 = kd \quad (2-44)$$

ここで、 Δ_0 : 錫めっき鋼板の位相差、 k : 比例係数 (入射角 θ で変化する)、 d : 油膜厚である。

図 2-14 は、塗油水準の異なる錫めっき鋼板サンプルの位相変化量と塗油量のオフライン実測値をプロットしたものであり、実験的にも (2-44) 式の線形近似が成立することが実証された。

他方、 $\tan \psi$ についても同様に線形関係が成立するが、この場合は、位相差 Δ に比較して感度が 1桁小さいため、ここでは利用しない。

線形関係が成立する極薄膜の場合は、このように 2つのエリプソパラメータのうち 1つだけ、今の場合、 Δ のみの測定で膜厚測定が可能である。どちらのパラメータを利用するかは、測定対象の物性値を用いて (2-14) 式によって感度評価を行い、感度の高い方を用いれば良い。金属が基板の場合は、一般に位相差 Δ の方が振幅比 ψ より感度が高い傾向にある。

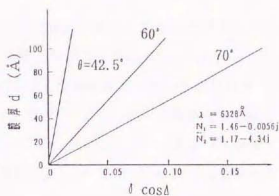


図 2-13 油膜厚と位相差変化の関係 (計算値)

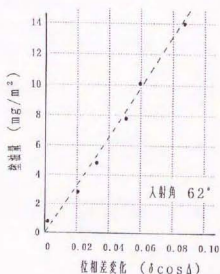


図 2-14 塗油量と位相差変化の関係 (オフライン実測値)

(2) 誤差評価

実際のオンライン測定における誤差要因として、下地基板の粗さの変動および入射角の変動が考えられる。下地基板である錫めっき鋼板は種々の粗さのものがあり $\cos \Delta$ は一定ではない^{11), 12)}。しかし、(2-44)式における比例係数 k が変わらなければ、 $\cos \Delta$ を補正することにより測定が可能である。図2-15は、種々の粗さをもつ錫めっき鋼板サンプルの複素屈折率を測定し複素平面上にプロットしたものである(入射角 $\theta = 70^\circ$ 、サンプル数100)。測定値は、平均値 $N_{z, av} = 1.17 - 4.34j$ を中心に分布し、平均値を中心とした円形領域を考えると、すべての測定値は半径が平均値 $N_{z, av}$ の絶対値の20%以内に入り、かつ90%以上の確率で半径10%の円内に入ることが確認された。

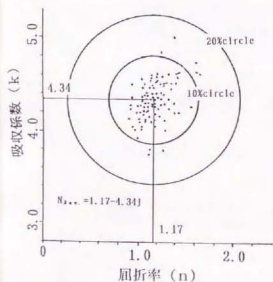


図2-15 錫めっき鋼板の複素屈折率

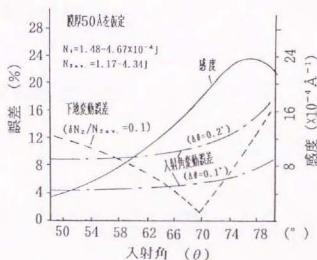


図2-16 入射角と感度、誤差の関係

この10%円内の任意の N_z に対して(2-14)式を計算し(2-44)式の関係を求めると、比例係数 k の変化は2%以内 ($|dk/k_{av}| < 0.02$) であり、20%円内の点に関しても5%以下であることが確認された。誤差は感度と同じく入射角に関係するため、測定に関しては感度と誤差の両方の側面から検討し、最適な入射角を選定する必要がある。図2-16は、下地変動、入射角変動に起因するそれぞれの膜厚測定誤差と感度の入射角依存性を示したものである。本測定対象においては、入射角 70° 近傍が全体の誤差が最も小さくなり、他方、感度は十分大きいことから、最適な入射角ということができる。

測定誤差として膜厚 $\pm 5 \text{ \AA}$ 以下を確保するためには、図2-16から入射角変動を $\pm 0.2^\circ$ 以下にする必要がある。そこで、オンライン測定を実施した場合の入射角変動および距離変動に関して予備調査を行った。オンライン測定の測定場所として予定したロール部の鋼板に、レーザービームを照射し反射光の振れ量から入射角角度変動および対象までの距離変動を推定した。図2-17に、測定要領図を示す。反射ビームスポットをTVカメラで捕らえ、高速のXYトラッカーで振れ幅を測定した(振動周波数は $\sim 20 \text{ Hz}$)。図2-18は、XYレコーダ出力結果である。

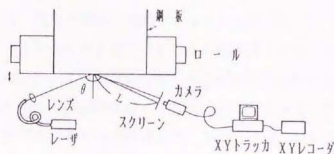


図2-17 実ライン振動測定実験

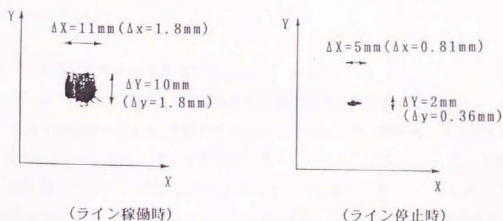


図2-18 反射ビームスポット変動測定結果

レーザー反射スポットの変動量は次式で表される。

$$\Delta x = \Delta h \tan \theta + 2L \Delta \theta, \quad \Delta X = M_1 \Delta x$$

ここで、 Δx : スクリーン上の変動幅、 ΔX : レコーダ出力値、 Δh : 距離変動、 $\Delta \theta$: 角度変動、 M_1 : 変換係数(6.2)、 θ : 入射角(50°)、 L : 反射ビーム筒の長さ(510mm)、である。

測定値から、以下の結果を得た。

a) 最大角度変動幅 $\Delta \theta_{max}$ ($dh=0$ とて) : 0.09° (稼働時)、 0.05° (静止時)

b) 最大距離変動幅 Δh_{max} ($d\theta=0$ とて) : 1.5 mm (稼働時)、 0.7 mm (静止時)

入射角の最大変動幅は、 $\pm 0.05^\circ$ 以内であり問題とならないことが判明した。対象までの距離変動の場合は、反射ビームは平行にシフトするためにビームスプリック部でビームの一部が欠けることが無いが原理的には影響を受けない。實際上、距離変動幅に関しては $\pm 1.5\text{ mm}$ 以内であれば誤差は無視できる。測定結果は $\pm 0.75\text{ mm}$ 以下であり、この点に関しても問題にならないことが確認された。

以上の議論の結果、静電塗油機の前後で $\cos \Delta$ を測定し、その差をとれば表面粗さにかかわらず油膜厚つまり塗油量を測定できることが確認された。しかし、この場合は静電塗油機の前後の距離は数 10 m 離れるため、それぞれの測定時における鋼板表面粗さが異なっている可能性があり、測定精度を上げるためにはラインをトラッキングして同じ下地基板における測定値での差をとる必要がある。この方式は、測定装置が2台必要でありトラッキング用の設備投資も必要であることから、試作機としては一台の測定装置で下地基板の補正を同時に行う方式の可能性を探ることにした。以下に、その方式としての2波長法について述べる。

(3) 2波長法による下地位相値補正

(2-44) 式の線形関係は、光源波長 λ が変化しても保存される。ただし、比例係数 k や下地基板位相値 $\cos \Delta_0$ の値は波長依存性をもつ。その理由は、複素屈折率 N_1 、 N_2 は波長によって異なった値(分散特性)をもつことと、(2-14)式から明らかのように、膜厚変化に対する位相変化量は波長に反比例するからである。したがって、2波長を用いた場合の(2-44)式は以下の式で表される。ここで、表示を単純化するために変数のおきかえを行なった。

$$\begin{aligned}x_1 &= x_{0,1} + k_1 d \\x_2 &= x_{0,2} + k_2 d\end{aligned}\quad (2-45)$$

ここで、 $x_1 \equiv \cos \Delta_1$ 、 $x_2 \equiv \cos \Delta_2$ 、 $x_{0,1} \equiv \cos \Delta_{0,1}$ 、 $x_{0,2} \equiv \cos \Delta_{0,2}$
 k_1 、 k_2 : 比例係数、 d : 膜厚 ; 添字1、2は、波長 λ_1 、 λ_2 に関する量を示す。

実際に測定できる量は $x_{0,1}$, $x_{0,2}$ であるが、(2-45)式においては3つの変数 $x_{0,1}$, $x_{0,2}$, d があるため、 d の決定にはもう一つの独立した関係式が必要となる。

他方、表面粗さとエリブソパラメータの分光特性に関する実験結果から¹³⁾、種々の表面粗さをもつ錫めっき鋼板サンプルについて、2つの波長で測定した位相パラメータ $x_{0,1}$, $x_{0,2}$ の間に一定の関数関係式が成立することが予想された。

$$x_{0,2} = f(x_{0,1}) \quad (2-46)$$

図2-19は、種々の表面粗さをもつ錫めっき鋼板サンプルを2波長 λ_1 (6328Å), λ_2 (4765Å) を用いて測定した結果をプロットしたものである。

多少のパラツキが見られるが¹³⁾、表面粗さにかかわらず1つの曲線上にプロットされており関数関係が確認された。関数の形は2次式で近似可能である。

$$x_{0,2} = \alpha x_{0,1}^2 + \beta x_{0,1} + \gamma \quad (2-47)$$

さらに、この関係においては、一般に、表面粗さが大きくなる程 $x_{0,1}$, $x_{0,2}$ の絶対値は共に小さくなる傾向を示すことも明らかになった。(2-45)式と(2-47)式から、 $x_{0,1}$, $x_{0,2}$ を消去すると膜厚が次式で与えられる。

$$k_2 d = c_0 + \frac{1}{\kappa} x_1 - c_1 \sqrt{c_2 - \kappa x_2 + x_1} \quad (2-48)$$

ここで、 $\kappa \equiv k_1/k_2$, $c_0 = (\kappa\beta - 1)/2\alpha\kappa^2$, $c_1 = 1/(-\alpha\kappa^2)^{0.5}$

$$c_2 = \gamma\kappa - (\kappa\beta - 1)^2/4\alpha\kappa \quad \text{である。}$$

κ , および $c_0 \sim c_2$ は定数であり実験的に決定される。実際には、オフラインテストで求めた値をもとに、オンラインテストで調整して最終的に決定するようにした。

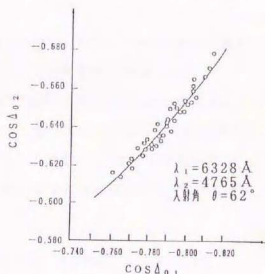


図2-19 2波長による位相差パラメータ $x_{0,1}$, $x_{0,1}$ の関係

注6) 表面粗さが大きくなると、反射光が拡散するため反射角度を合わせる事が困難になる。したがって、打ち抜きサンプルの曲がりなどによる反射角変化の影響が測定誤差として入ることが避けられず、ある程度のデータのばらつきは止むを得ない。

(4) オンラインテスト結果

2.5節の図2-11および表2-1に示した3チャンネル型エリブソメータの試作装置を鋸めつき鋼板ラインに設置し、オンライン塗油量計としての可能性を評価した。

(2-48)式の係数の求め方は、表面粗さが一定で塗油水準が変化したときの x_1, x_2 の変化幅データからそれらの比をとって κ の値をきめ、塗油水準が変わらずに表面粗さが異なるときの x_1, x_2 の値と変化幅から最小2乗法により係数 c_1, c_2 を決定した。

c_0 は、 $k_2 d$ の値が塗油量0のときに0に近い定数となるように設定した。こうして、(2-48)式の実際の形として以下の式を得た。

$$X \equiv k_2 d = 1.143 + 1.285 x_1 - 0.778 \sqrt{x_1 - 0.778 x_2 + 0.290} \quad (2-49)$$

Xの値のスパンは、0から0.15の範囲であり、これを0~10Vの電圧信号で出力させた。また、 x_1, x_2 は、共に-0.5から-1.0の間の値をとるため、この間の値を0~10Vの電圧信号に変換してアナログ出力させた。

図2-20は、オンラインでの塗油量変更試験のチャート例を示す。

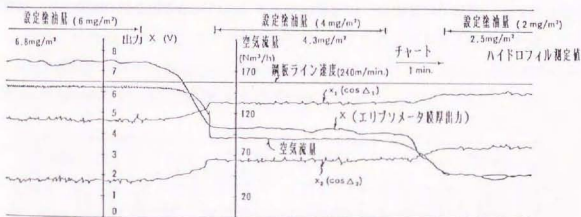


図2-20 3チャンネル型エリブソメータのオンライン試験チャート

ライン速度を4m/sに設定し、静電塗油装置の2次空気流量を変化させ、塗油量を3水準変化させたものである。目標塗油量は2、4、そして6mg/m²であるが、ハイドロフィルバランス法によるサンプリング実測値は、それぞれ2.5、4.3、6.8mg/m²であった。

このチャートから、2次空気量の変化に対応して3チャンネル型エリブソメータの出力 x_1 、 x_2 および X が変化しており、塗油量変化を捕えていることを示している。このときの膜厚出力 X とハイドロフィル測定値の関係をプロットしたものが図2-21であり、両者は良好な線形関係を示した。

以後の測定においては、ここで得た関係式を用いて、膜厚出力 X を塗油量 M (mg/m^2)に変換して出力させるようにした。

図2-22は、通常操作時の測定データ例である。通常操作では、ライン速度はめっき厚などの仕様変化やコイル巻取りル交換等に対応して、しばしば変更される。ライン速度に対応して静電塗油機の2次空気流量を変化させ、塗油量が変わらないように制御しているはずであるが、図2-22を見るとライン速度が大きくなる瞬間塗油量が多めとなり、その逆の場合は、塗油量が少なめになる過渡応答が見られた。この現象は、オンライン測定を行なったことにより初めて確認された。

また、塗油レベルが $3 \text{ mg}/\text{m}^2$ から $6 \text{ mg}/\text{m}^2$ 、そして再び $3 \text{ mg}/\text{m}^2$ に変更された時点も塗油量変化として明確に捕られている。

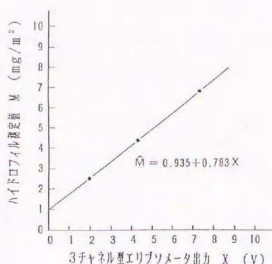


図2-21 3チャンネル型エリブソメータ出力とハイドロフィル測定値の対応関係

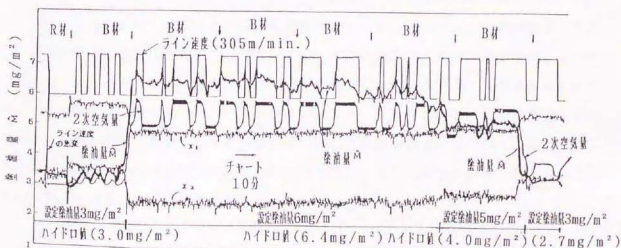


図2-22 通常操作時の測定チャート例

図2-22に示された、R材やB材というのはコイルの表面粗さの違いを示している（Rは粗度が大きいことを示す）。塗油レベルが変わらずコイルのみが変化した場合、出力 x_1 、 x_2 は変化するものの、Mはほとんど変化せず*下地基板補正の効果が効いていることが確認された。

図2-23は、約1ヵ月にわたるハイドロフィル測定値 M_h と同時刻の塗油量計出力 M との対応をプロットしたものである。両者の対応精度は、 2σ では $\pm 1 \text{ mg/m}^2$ であり、工場の要求精度を満足し操業ガイドとして利用できることを確認した。

本エリブソメータは、ライン設置以来9ヵ月にわたって連続運転を実施し、実用装置としての耐久性、安定性に関しても問題ないことが確認された。

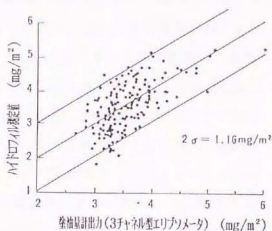


図2-23 ハイドロフィル測定値と塗油量計出力との対応

(5) まとめ

3チャネル型エリブソメータ試作装置を鋳めつき製造ラインのオンライン塗油量計に適用し、長期オンラインテストにより測定精度 $\pm 1 \text{ mg/m}^2$ 達成の見通しを得た。また、耐久性に関しても実用化可能性を確認した。本装置は、この後設備化が決定し、'92年7月当社京浜製鉄所に設備化された。設備化においては、ここに述べた試験装置に比較して以下の点の改造がなされた。光源としては、その後商品化された可視光半導体レーザー（波長690nm）を利用し、寿命向上と運転費の低減化を図った。また下地基板の補正に関しては、原理的に単純な手法、つまりラインのトラッキングを行い、静電塗油機の前後の同期した測定値の差を取る方式を採用した。鋼板の表裏を測定するために、エリブソメータは4台設置し、鋼板の幅方向のトラバースもできるような機能も付加された。現在、オンライン塗油量計として稼働中である。

2. 6. 2 化成処理鋼板無機膜厚計への応用

鋳めっき鋼板は、表面処理鋼板の中でも表面粗度が小さく光沢度も大きい。しかし、家電製品や自動車用に利用される化成処理鋼板は光沢度が小さなきわめて拡散性の強い表面性状をもっている。化成処理膜には種々のものがあるが、主として家電製品に利用される無機膜はクロメート膜（クロム酸クロム）に SiO_2 分子が拡散した不均質膜で、膜厚レンジが数100Åオーダーの膜である。膜厚が薄過ぎると防食性が低下し、厚過ぎるとプレス性や印刷性が悪化する。現状、鉄鋼各社いずれもこの膜の膜厚をオンラインで計測するシーズ技術がないため、コイル毎に試験片をサンプリングしオフラインで蛍光X線法にてCr量を測定し膜厚の管理指標に利用している。Cr原子密度としては $4.0 \sim 8.0 \text{ mg/m}^2$ のオーダーである。しかしながら、サンプリング試験はコイルの端の一部に限定されるためコイル内の膜厚異常（実際上は、色調異常としてのクレームとなる）を見逃す危険性をどうしても避けることができない。これまでに、Crの吸収スペクトル380nmを用いた分光吸収法がトライされたが膜厚が薄いため感度が小さく、膜の成分の微妙な変化の影響を受けるためオンライン計測への適用は困難であった。そこで、この対象に対して3チャンネル型エリブソメータの適用を検討した。

(1) 拡散性膜への適用

エリブソメータを膜厚測定に適用する場合、その膜は均質・一様な組成および構造を有していることを前提とし、正反射光のエリブソパラメータを測定しなければならない。

したがって、膜内に微小粒子を含み散乱が発生する化成処理膜のような対象にエリブソメータを適用しようとした場合、散乱を考慮していない2.2節で述べた(2-14)式は成立しない。しかし、物理現象が複雑過ぎて定式化が困難であってもエリブソメトリが適用できないという結論には必ずしもつながらない。確かに、膜内の微小粒子分布密度が大きく膜内での散乱が多重散乱となった場合には、偏光情報が失われて適用不可能となる可能性があるが、膜内の微粒子分布密度が小さく、散乱光が多少なりともp、s方向で異なる偏光情報を維持していれば、散乱反射光のエリブソパラメータが何らかの膜厚情報を含むことを否定することはできない（補遺2-6参照）。現状の段階では、この測定対象に対するエリブソメトリの適用可否は実験的に確認する以外に方法がなく、このための実験装置を製作しオフラインでのサンプルテストを実施した。

(2) オフラインテスト結果

実験装置は、正反射光に限らず入射面内の任意の方向の散乱反射光のエリブソパラメータ測定がポイントとなるため、測定対象に対して投光角度 θ_1 、受光角度 θ_2 を変えられるように、投光系および受光系を組み込んだ光学定盤を半径30cmの円弧レール定盤に取り付けた構造とした。図2-24に、装置の模式図を示す。

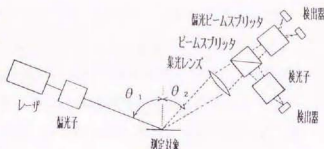


図2-24 拡散エリブソメータ光学系

光源は、波長670nmの可視光半導体レーザーを利用し、受光系は後に述べる小型3チャンネル型エリブソメータ光学系を用いた。

この場合は光量確保のために、集光用のレンズを用いている。このため、正確にはこの場合は対象の散乱反射マトリクスとレンズの偏光マトリクスの積のエリブソパラメータを測定することになる。しかし、今の場合対象のエリブソパラメータの真値を求めることは本質的でなくレンズの特性が定数であれば目的が達せられるため、レンズを含めた対象のエリブソパラメータを考えることにした。

図2-25は、膜厚水準の異なる化成処理鋼板サンプルを、拡散エリブソメータで測定した測定例である。基板となる亜鉛めっき鋼板は3種類で製造条件が異なる(表面粗さ、製造ラインが異なる)。

縦軸がエリブソパラメータの位相差 Δ 、横軸は蛍光X線で測定した膜中のCr量(膜厚に比例する)である。下地基板の位相差 Δ_0 が異なるために、各ロットサンプルの測定値 Δ のバイアス値は異なるが、Cr量が 70 mg/m^2 以下の範囲において位相差 Δ と膜厚との間に一定の比例係数をもつ比例関係が認められた(線形近似の成立)。

精度としては σ でCr量 4 mg/m^2 以下が期待できる。

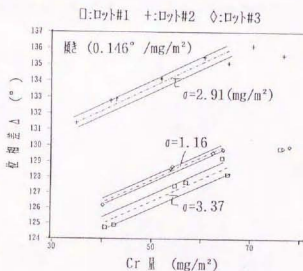


図2-25 拡散エリブソメータによる化成処理膜厚測定結果

バイスの補正に関しては、塗膜前後で測定し、ラインのトラッキングによってタイミングを合わせた両者の差をとればよい。図2-25から、 70 mg/m^2 を越えると直線から外れる傾向が見られるが、実際の製品の膜厚範囲は $40 \sim 70 \text{ mg/m}^2$ であるため、 70 mg/m^2 以上の非線形性は特に問題とならない。また、測定条件としては、入射角 $\theta_1 = 70^\circ$ 反射受光角 $\theta_2 = 0^\circ$ 近傍が最適であることが実験的に確認された。

他方、エリプソパラメータ振幅比 Ψ と膜厚の間にも同様に線形関係が認められたが、感度的には位相差 Δ に比較して $1/5$ と小さく、この場合も位相差を測定パラメータと選定したほうが有利であることが確認された。まだ、データ数は十分とは言えないが、これまで不可能であった化成処理無機膜のオンライン膜厚計測の可能性が明らかになった。

(3) 考察と今後の課題

オフラインテスト結果に対する簡単な考察を試みる。進沼¹⁴⁾によれば、化成処理鋼板のような拡散性の膜による光の反射は、表皮反射成分と層内反射成分に分けて考えることができる。表皮反射成分は、図2-26 (a) に示すように、表面の凹凸によって拡散反射するもので、反射光の分布は正反射位置をピークに裾を引いた分布を示す。他方、層内反射成分は強度的に弱く、(b) に示すような完全拡散に近い強度分布を示す。完全拡散状態では無偏光状態になるため化成処理膜の場合はまだ偏光状態が部分的に残っており、完全拡散状態にまで達していないと思われる。表皮反射光と層内反射光は互いに位相的に相関がないため、全体の反射光強度分布は、両者の和として(c) のような強度分布を示す。

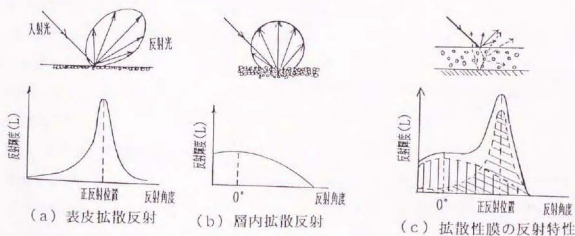


図2-26 拡散性膜の反射特性¹⁴⁾

拡散性膜に対しては、正反射方向の散乱光より法線方向の散乱光の偏光測定を行なったほうが膜厚感度が高かった理由として以下の点が考えられる。

拡散性膜の膜厚情報は層内反射成分に含まれ、表面反射成分は膜厚情報を含まない。したがって、正反射位置で受光したとすると強度の大きな表面反射成分に対して層内反射成分の比が小さく、 S/N が小さい場合に相当する。これに対して、法線方向の散乱成分を取ると、表面反射成分と層内反射成分の比がより大きく、 S/N 的に有利な条件になることが推測される。

本対象に対しては、今後オンラインテストにより、精度評価および耐久性を含めた実用化可能性を把握する必要がある。

2. 6. 3 その他の応用

エリブソメータが対象とする膜厚計測の膜厚のオーダは、目安として使用波長の $1/2$ 以下の薄膜が望ましい。もちろん、光が透過する限りもっと厚い膜も測定可能であるが、(2-14)式における膜厚つまり β の関係をみると、エリブソパラメータは膜厚に関して周期性をもつ。したがって、膜厚の変化幅が大きくなると別途周期の判定を行う必要がある。この意味で、オンライン計測においては、周期幅以内の膜厚が対象になる。

化成処理有機膜は、膜厚が約 $1\mu\text{m}$ あり、現状は樹脂の CH -基の吸収波長 $3.4\mu\text{m}$ を

利用した赤外反射吸光法がオンライン測定法として用いられている(表2-5参照)、より高精度な測定法として長波長を用いたエリブソメータの適用が考えられる。

図2-27は、化成処理有機膜サンプルを CO_2 レーザーを光源としたエリブソ法によるサンプルテスト結果である。

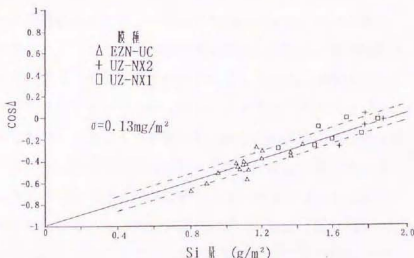


図2-27 CO_2 レーザーを光源に用いたエリブソメータによる化成処理有機被膜測定結果

縦軸は、位相差パラメータ $\cos \Delta$ 、横軸は蛍光 X 線 で測定した膜中の S i 量で膜厚に比例する。蛍光 X 線測定値と位相差パラメータの間に直線関係が成立し、精度も現状の赤外反射吸光法と比較して 2 倍程度良い。また、この場合は波長が長いために下地鋼板の表面粗さの影響を受けにくく、下地補正の必要がなくなる可能性を示唆している。

他方、膜厚計測以外の応用に冷延鋼板の表面欠陥計がある。現状、表面欠陥計としてレーザの反射回折パターンの異常を検出する方式が設備化されているが、この方式では検出困難な欠陥があり、その中で特に重大な疵が模様状ヘゲ疵と呼ばれるものである。

模様状ヘゲ疵は、表 2-5 に示したように、製鋼プロセスの連続製造段階で溶鋼中にまぎれこんだアルミナ粒子などが圧延プロセスをへて鋼板表面にライン状に引き伸ばされて現われる疵で表面の凹凸がほとんどなく、色も目立たないものが多い。

このため、模様状ヘゲ疵は、現状の表面欠陥計や CCD などでは検出が困難であり、しばしばクレームの対象となっている。しかし、この疵は表面の物性が鉄と異なるため、エリブソメータでは非常に良く検出できる。この疵に対するオンライン計測のニーズは大きく、このニーズに対応した 3 チャネル型エリブソメータの改造と実用化が現在の研究課題である。

2. 7 装置の小型化

3 チャネル型エリブソメータの鉄鋼以外のラインへの適用や商品化を考えると装置の小型化、軽量化は重要な課題である。2. 5 節で述べた試作装置は、光学系と電子回路を組み込んだ測定ヘッドの大きさが、730mm×300mm×210mm、重量は 25kg 程度あった。これは、反射光を 3 つに分岐するために使用したオプティカルパラレルのサイズが 75mm×40mm×25mm と大きく（多重反射を除くために厚くする必要があるので）これを 3 枚使用していること、および投光系においては、光源は分離して光ファイバで測定ヘッドに導光しているために光ファイバ射出後にバルクのコレリメート光学系が使用されていることが主たる要因になっている。ウォラストンプリズムは、図 2-28 に示すように、同じ頂角をもつ 2 つの直角プリズムを光学軸を直交させて接合したものであり、方解石などの 1 軸性結晶で作られている。プリズムに垂直に入射したビーム光は、一定の角度をなす 2 本の互いに直交する偏光ビームに分岐される。

この2本の偏光ビームは、入射光のp-, s-成分(入射と分岐ビームが作る面に平行な偏光成分がp-成分)になる。

つまり、ウォラストンプリズムは、ビームを2つに分岐するビームスプリッタと各ビームに互いに直交する検光子を作用させた場合と同じ効果をもつ。分岐前の光路は共通であり、プリズムの接着面での多重反射も無視できるため

ウォラストンプリズムの透過マトリクスは実数対角マトリクスとなり、2つのビームに対して等しくなる。したがって、ビームスプリッタ1

枚と検光子1個、およびウォラストンプリズム1個で光学系が構成でき、大幅な小型化が達成できる。ウォラストンプリズムの出射ビーム面を入射面に対して45°傾けることによりチャンネル2のビームは検光子角45°、チャンネル3のビームは検光子角-45°を通過させたと同等の作用をもたせることができる。2.4節で述べたように、3チャンネル型エリプソメータでは、一度各チャンネルの検光子角を0°にして各チャンネルのゲイン調整を行う必要がある。

しかし、ウォラストンプリズムを利用すると、すべての検光子角を同時に0°にすることが不可能になるため、この場合は受光側の検光子角は0°, 45°, -45°に固定し、投光側の偏光を一度0°の直線偏光、つまり完全p偏光にして、そのときの各チャンネルの出力が等しくなるようにゲイン調整を行う。この点を除いて、小型3チャンネル型エリプソメータの解析は、2.4節で述べた議論と本質的に同じものとなる。以下において、定式化について補足説明を行う。

今の場合、ビームスプリッタの偏光マトリクスを表す(2-29)式において、チャンネル1の B_1 が B_1 に、チャンネル2, 3の B_2, B_3 が B_2, B_3 におきかわる。

(2-30)~(2-32)式は、検光子角が0°, 45°, -45°と固定されるため次式におきかえられる。

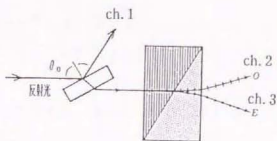


図2-28 ウォラストンプリズムを
応用した反射光の分岐方法

$$\text{ch. 1 } \Phi_1 = K_1 \tan^2 \Psi \quad (2-30')$$

$$\text{ch. 2 } \Phi_2 = K_2 / 2 \{ \tan^2 \Psi + 2 \sigma \tan P \tan \Psi \cos (\Delta - \delta) + \sigma^2 \tan^2 P \} \quad (2-31')$$

$$\text{ch. 3 } \Phi_3 = K_3 / 2 \{ \tan^2 \Psi - 2 \sigma \tan P \tan \Psi \cos (\Delta - \delta) + \sigma^2 \tan^2 P \} \quad (2-32')$$

ここで、定数をまとめて、 K_1 で表した。 σ は、ビームスプリッタとウォラストンプリズムの合成偏光マトリクス B_1, B_1' の成分で(2-29)式の σ_1, σ_2 に対応するものである。

ここで、ある任意の測定対象に対して入射偏光を 0° の直線偏光として、そのときの各チャンネルの出力が等しくなるようにトータルゲインを決める。

(2-33)、(2-34)式の定義をそのまま利用し、 $\tan P = 0, \delta = 0$ を(2-30')～(2-32')式に代入して、 K_1 を消去し、(2-39)、(2-40)式に対応するエリプソパラメータ表現を求めると、きわめて類似した次式の関係を得る。

$$\cos (\Delta - \delta) = \frac{I_2 - I_3}{4 I_1} \sqrt{\frac{2 I_1}{I_2 + I_3 - 2 I_1}} \quad (2-39')$$

$$\tan \Psi = \sigma \tan P \sqrt{\frac{2 I_1}{I_2 + I_3 - 2 I_1}} \quad (2-40')$$

小型3チャンネル型エリプソメータは、光源としては、コリメートされた波長 670nm の可視半導体レーザを測定ヘッドに組み込む構造とし、光源自身の小型化に加えて直接変調が可能になったことによるAO変調器の省略、さらに電源および増幅器をヘッドから切り離すことにより大幅な小型化を達成した。入射角 70° 、測定対象距離 30mm とした場合のヘッドサイズは、 $380\text{mm} \times 150\text{mm} \times 60\text{mm}$ 、重量は約 10kg に軽減された。光学系以外の、電子回路や変調方式は試作装置と基本的に同じである。

図2-29に小型3チャンネル型エリブソメータの構成図を示す。

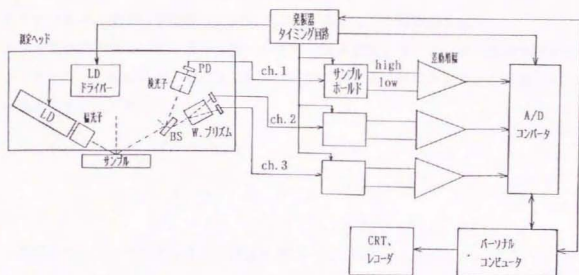


図2-29 小型3チャンネル型エリブソメータの構成図

表2-6 小型3ch.型と回転検光子型エリブソメータの膜厚測定値比較

小型3チャンネル型エリブソメータ			回転検光子型エリブソメータ			膜厚 測定値差 ($d-d_0$) (Å)
Δ (°)	Ψ (°)	膜厚 d (Å)	Δ_0 (°)	Ψ_0 (°)	膜厚 d_0 (Å)	
162.368	9.682	61	163.926	9.678	59	2
151.606	10.227	99	150.842	10.027	101	-2
143.836	10.817	129	143.926	10.835	130	-1
120.573	13.949	247	120.799	13.971	250	-3
103.45	18.258	383	104.044	18.283	388	-5

表2-6は、小型3チャンネル型エリブソメータと従来方式の回転検光子型エリブソメータによる、シリコンウェーハ上の酸化膜厚の測定結果を比較したものである。表からわかるように両者の測定値の差は数Åであり、よく一致することが確認された。

この小型化の達成により、社外2社への3チャンネル型エリブソメータの技術供与契約が1993年6月に締結され、半導体分野など鉄鋼プロセス以外のオンライン計測への応用が展開されることになった。

2.8 む す び

鉄鋼プロセスにおけるオンライン薄膜計測ニーズに対応するために、エリブソメトリという薄膜計測原理に着目し、この原理を利用したオンラインエリブソメータの開発に取り組んだ。従来の市販されているエリブソメータは、静止した測定対象および環境条件の良い実験室用の測定装置として設計されているため、高速で走行する対象への適用が困難であり、また工場ライン内のような厳しい環境条件での使用に向いていないなどの制約があった。そこで、エリブソメトリの原理を生かしながらこの原理を高速で移動する対象に適用するための方式を、従来のエリブソメータの方式や常識にとらわれずに考えた。

この方式は、オンライン計測を前提として、可動部をもたないこと、環境条件に対して安定な光学素子のみで構成されることを必要条件とした。このようなアプローチにより、この章で展開した3チャンネル型エリブソメータの開発がなされた。この新型高速エリブソメータは、鉄鋼の鋳めつき鋼板ラインのオンライン塗油量計として実機化され、さらに化成処理無機膜のオンライン計測や表面欠陥計への応用が進められている。また、光学系の改良によって装置の小型・軽量化が達成され、鉄鋼プロセス以外への応用が今後期待されている。

第2章 参考文献

- 1) 浜田、栗井、他：“赤外線塗膜厚センサ”、住友重機械技報、32-94、pp.124-126
(1984)
- 2) 前田、井上：“オンライン可視・近赤外フーリエ分光装置”、分光研究、22、
pp.133-142(1973)
- 3) 吉村、鈴木 編：“光応用計測技術と動向”、pp.350-352、(株)アイピーシー
(1990)
- 4) R.M.A.Azzam and N.M.Bashara：“Ellipsometry and Polarized Light”, North-
Holland pub.Co.(1977)
- 5) 辻内 順平：“光学概論Ⅱ”、pp.206-208、朝倉書店(1979)
- 6) R.J.Archer：“Determination of Properties of Films on Silicon by Method of
Ellipsometry”, J.Opt.Soc.Am., 52-9, pp.970-977(1962)
- 7) 高畑、深山：“計算器制御によるエリプソメータ”、島津評論、42-3、pp.291-297
(1985)
- 8) T.Kasai：“High-Speed Automatic Ellipsometer for Industrial Uses”、
Rev. Sci. Inst., 47-9, pp.1044-1048(1976)
- 9) P.S.Hauge and F.H.Dill：“Design and Operation of ETA, an Automatic Ellipso-
meter”, IBM J.Res.Develop., 11, pp.472-489 (1973)
- 10) L.Tronstad：“The Validity of Drude's Optical Method of Investigating
Transparent Films on Metals”, Trans. Faraday Soc., 31, pp.1151-
1158(1935)
- 11) I.Ohlidal et al.：“Ellipsometric Parameters of Randomly Rough Surfaces”、
Opt.Comm., 5-5, pp.323-326(1972)
- 12) C.A.Fenstermaker et al.：“Errors Arising from Surface Roughness in Ellipso-
metric Measurement of the Refractive Index of a
Surface”, Surf.Sci., 16, pp.85-95(1969)
- 13) J.R.Blanco et al.：“Roughness Measurements by Spectroscopic Ellipsometry”
Applied Optics, 24-22, pp.3773-3779(1985)

- 14) 蓮沼 宏：“光 沢”、pp.47-48、コロナ社(1962)
- 15) F.A.Jenkins：“Fundamentals of Optics”, p.525, p.287, McGraw-Hill(1976)
- 16) M.Born and E. Wolf：“Principles of Optics”, p.40, Pergamon Press(1983)
- 17) 辻内 順平：“光学概論 1”、pp.26-28、朝倉書店(1979)
- 18) 鉄鋼協会：“オンライン用高速エリブソメータの開発”、第96回 計測部会資料
計制96-6(1987)
- 19) 宮崎、山田、小峯：“オンライン用高速エリブソメータの開発”、計測自動制御
学会論文集、24-7, pp.670-677(1988)
- 20) 小峯、宮崎、山田：“オンライン用高速エリブソメータの開発”、日本鋼管技報
121, pp.24-30(1988)
- 21) I.Komine, T.Miyazaki：“High-speed Ellipsometer and its Application to the
and Y.Yamada Process Line”, NKK Technical Review, 53, pp.36-43
(1988)
- 22) 宮崎 孝雄：“高速エリブソメータ”、光技術コンタクト、27-3, pp.143-151
(1989)

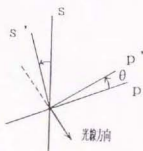
補遺2-1

(1) 回転マトリクス、ファラデー素子：R (θ)

偏光面を光線方向軸のまわりに θ 回転させる作用を表わす。これは、数学的な操作であるが光学素子を回転したときの作用を表すときに用いられる。

物理的には、ファラデー素子のように、偏光面を回転させる素子にも同じ表現が適用できる。

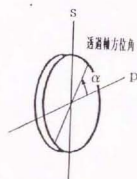
$$R(\theta) = \begin{bmatrix} \cos \theta & \sin \theta \\ -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \quad (2A-1)$$



(2) 偏光子、検光子：P (α), A (α)

偏光透過軸の方位角が α の場合、その作用は座標系を α だけ回転させたとき、D偏光成分のみ透過させる作用を持つ。それを、もとの座標系で表現するという考え方をすればよい。

$$\begin{aligned} P(\alpha) &= R(-\alpha) \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} R(\alpha) = \begin{bmatrix} \cos^2 \alpha & \cos \alpha \sin \alpha \\ \cos \alpha \sin \alpha & \sin^2 \alpha \end{bmatrix} \\ &= \cos^2 \alpha \begin{bmatrix} 1 & \tan \alpha \\ \tan \alpha & \tan^2 \alpha \end{bmatrix} \quad (2A-2) \end{aligned}$$

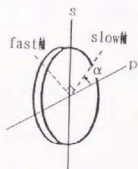


A (α) も同様。 A (α) = P (α)

(3) 移相子：C (α)

主軸 (slow軸) に対して直交する方向 (fast軸) の透過偏光成分が位相差 δ をもつように作用する光学素子。通常、 δ が 90° ($1/4\lambda$ 板)あるいは 180° ($1/2\lambda$ 板)が用いられる。電気光学結晶では、この δ を電圧によって制御できる。

主軸 (slow軸) の方位角が α のときの作用は、座標を α 回転したとき、p成分に対してs成分の位相が δ 進むことを表すから、もとの座標系で見た作用は次式で表せる。



$$C(\alpha) = R(-\alpha) \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{j\delta} \end{bmatrix} R(\alpha) = \begin{pmatrix} \cos^2 \alpha + \sin^2 \alpha e^{j\delta} & \cos \alpha \sin \alpha (1 - e^{j\delta}) \\ \sin \alpha \cos \alpha (1 - e^{j\delta}) & \sin^2 \alpha + \cos^2 \alpha e^{j\delta} \end{pmatrix} \quad (2A-3)$$

ここで、slow軸の方位が $\alpha = 45^\circ$ の場合は次式となる。

$$C(45^\circ) = 1/2 \begin{pmatrix} 1+e^{j\delta} & 1-e^{j\delta} \\ 1-e^{j\delta} & 1+e^{j\delta} \end{pmatrix} \quad (2A-4)$$

また、 $\lambda/4$ 板の場合は、 $\delta = \pi/2$ とにおいて、

$$C_{\lambda/4}(\alpha) = \begin{pmatrix} \cos^2 \alpha + j \sin^2 \alpha & (1-j) \sin \alpha \cos \alpha \\ (1-j) \sin \alpha \cos \alpha & \sin^2 \alpha + j \cos^2 \alpha \end{pmatrix} \quad (2A-5)$$

さらに、slow軸方位角を $\alpha = 45^\circ$ とすると、次式となる。

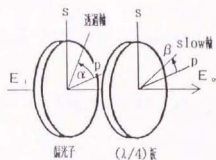
$$C_{\lambda/4}(45^\circ) = 1/2 \begin{pmatrix} 1+j & 1-j \\ 1-j & 1+j \end{pmatrix} = (1+j)/2 \begin{pmatrix} 1 & -j \\ -j & 1 \end{pmatrix} \quad (2A-6)$$

(4) 偏光子と $\lambda/4$ 板の組合せ: $K(\alpha, \beta)$

偏光子の方位角 α 、 $\lambda/4$ 板の方位角を β とする。

その時の作用は、次式で表せる。

$$K(\alpha, \beta) = R(-\beta) \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & j \end{bmatrix} R(\beta) R(-\alpha) \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} R(\alpha) \\ = R(-\beta) \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & j \end{bmatrix} R(\beta - \alpha) \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{bmatrix} R(\alpha)$$



$$= \cos \alpha \cos \beta \cos(\beta - \alpha) \begin{bmatrix} 1+j \tan \beta \tan(\beta - \alpha) & \tan \alpha [1+j \tan \beta \tan(\beta - \alpha)] \\ \tan \beta - j \tan(\beta - \alpha) & \tan \alpha [\tan \beta - j \tan(\beta - \alpha)] \end{bmatrix} \quad (2A-7)$$

今、この組合せに対して、入射偏光ベクトル E_i がどのような偏光ベクトルに変換されるか計算する。

$E_o = K(\alpha, \beta) E_i$ から、次式を得る。

$$E_{o,0} = \cos \alpha \cos \beta \cos(\beta - \alpha) [1 + j \tan \beta \tan(\beta - \alpha)] [E_{p,i} + \tan \alpha E_{s,i}]$$

$$E_{s,o} = \cos \alpha \cos \beta \cos(\beta - \alpha) [\tan \beta - j \tan(\beta - \alpha)] [E_{p,i} + \tan \alpha E_{s,i}]$$

したがって、出力光の偏光パラメータは、入射偏光の状態に拘らず次式となる。

$$\chi_o = E_{s,o} / E_{o,0} = [\tan \beta + j \tan(\alpha - \beta)] / [1 - j \tan \beta \tan(\alpha - \beta)] \quad (2A-8)$$

これは、本文の(2-6)式から、方位角 β 、楕円率 $\tan(\alpha - \beta)$ の楕円偏光を表す。つまり、偏光子の方位角 α と、 $\lambda/4$ 板の方位角 β を変えることにより、任意の楕円偏光を作ることができる。

今、 $\lambda/4$ 板の方位角 β を $\pi/4$ に設定すると、(2A-8)式は、

$$\chi_o = [1 + j \tan(\alpha - \pi/4)] / [1 - j \tan(\alpha - \pi/4)] = e^{j(2\alpha - \pi/2)} \quad (2A-9)$$

となり、本文(2-17)式となる。

さらに、この $\lambda/4$ 板のあとに電気光学結晶である KDP 素子の主軸(slow軸)を方位角 0° にして置くと、その出射光の偏光パラメータは次式となる。

$$E_o' = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{j\delta} \end{pmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ \chi_o \end{bmatrix}, \quad \chi_o' = E_{s,o'} / E_{o'} = e^{j\delta} \chi_o = e^{j(2\alpha + \delta - \pi/2)} \quad (2A-10)$$

つまり、KDP 素子の位相変化 δ は、偏光子の方位角 α を $\delta/2$ だけ回転させたと同じ働きをする。

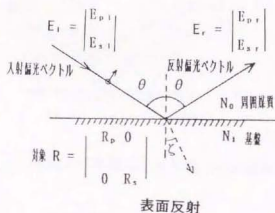
補遺 2-2

(1) 表面反射エリブソパラメータ ρ_r

$$E_i = \begin{bmatrix} E_{p,i} \\ E_{s,i} \end{bmatrix} \quad E_o = \begin{bmatrix} E_{p,r} \\ E_{s,r} \end{bmatrix}$$

複素屈折率 N_o の媒質を進行してきた偏光ベクトルは、複素屈折率が N_i の測定対象との境界面において反射する。

反射に際して、振幅の p 偏光成分と s 偏光成分では異なった反射率を示し反射率 R_p 、 R_s は Fresnel の反射係数 r_p 、 r_s に他ならず次式で表される⁽¹⁾⁽²⁾⁽⁷⁾。



$$R_p = E_{p,r}/E_{p,i} = r_p = (N_i \cos \theta - N_o \cos \zeta) / (N_i \cos \theta + N_o \cos \zeta)$$

$$R_s = E_{s,r}/E_{s,i} = r_s = (N_o \cos \theta - N_i \cos \zeta) / (N_o \cos \theta + N_i \cos \zeta)$$

ここで、 $N_o \sin \theta = N_i \sin \zeta$ 、 θ = 入射角、 ζ = 屈折角 である。

$$\chi_r = E_{s,r}/E_{p,r} = R_s E_{s,i} / R_p E_{p,i} = (R_s / R_p) \chi_i = (r_s / r_p) \chi_i$$

本文(2-11)式より、エリブソパラメータが次式で表される。

$$\rho_r = \tan \Psi e^{i\alpha} = (r_p / r_s) = \frac{(N_i \cos \theta - N_o \cos \zeta) (N_o \cos \theta + N_i \cos \zeta)}{[(N_i \cos \theta + N_o \cos \zeta) (N_o \cos \theta - N_i \cos \zeta)]} \quad (2A-11)$$

(2A-11)式は、 (N_i/N_o) について解くことができる。

$$(N_i/N_o) = \tan \theta [1 - 4 \rho_r \sin^2 \theta / (1 + \rho_r)^2]^{1/2} \quad (2A-12)$$

(2) 一様な膜が存在する場合 d は、
 反射偏光ベクトル E_r は、多重反射光
 e_1, e_2, \dots の和で表せる。

$$E_r = \sum e_k, \quad e_k = \begin{bmatrix} e_{p,k} \\ e_{s,k} \end{bmatrix} \quad (2A-13)$$

多重反射光の成分は、右図から無限級数の形で表現される。この議論は、p成分、s成分共通に適用于ため、以下の議論ではp、sの区別を行わない。

ここで、

- | | |
|--------------------------------------|--------------|
| 周囲媒質 N_0 から膜表面に向かうときの Fresnel 反射係数 | : r_{01} |
| " | Fresnel 透過係数 |
| 膜から基板に向かうときの Fresnel 反射係数 | : r_{12} |
| 膜から周囲媒質に向かうときの Fresnel 反射係数 | : r_{10} |
| " | Fresnel 透過係数 |

とおく。

これら Fresnel の反射・透過係数の間には次式の間係がある^{(1) (15)}。

$$r_{01} = -r_{10}, \quad t_{01} t_{10} = 1 - r_{01}^2 \quad (2A-14)$$

つぎに、部分波 $e_{s,1}$ と e_s の間の光路差に伴う位相差 β を計算する。
 まず光路差は、右図より

$$\begin{aligned} \Delta l &= N_1 (AB + BC) - N_0 AD \\ &= N_1 (2d / \cos \theta_1) - N_0 2d \cdot \tan \theta_1 \cdot \sin \theta \end{aligned}$$

$N_1 \sin \theta_1 = N_0 \sin \theta$ の関係より

$$\Delta l = 2d N_1 \cos \theta_1$$

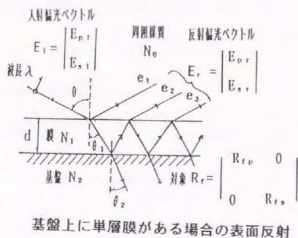
したがって、位相差 β は、

$$\begin{aligned} \beta &= 2\pi \Delta l / \lambda = 4\pi N_1 \cos \theta_1 (d / \lambda) \\ (\lambda &= \text{真空中の波長}) \end{aligned} \quad (2A-15)$$

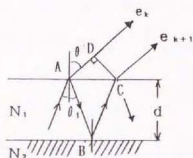
以上の条件のもとに、各多重反射成分は次式で表される。

$$e_1 = r_{01} E_i, \quad e_2 = t_{10} r_{12} t_{01} e^{i\beta} E_i, \quad e_3 = r_{10} r_{12}^2 t_{10} t_{01} e^{2i\beta} E_i, \quad e_4 = (r_{10})^2 (r_{12})^3 t_{10} t_{01} e^{3i\beta} E_i$$

$$E_r = \dots, \quad e_k = (r_{10})^{k-2} \cdot (r_{12})^{k-1} t_{10} t_{01} e^{(k-1)\beta} E_i, \quad \dots$$



基盤上に単層膜がある場合の表面反射



これは、項比 $r_{10}r_{12}e^{1\theta}$ (絶対値 1 未満) の無限等比級数であり全体の和は、次式で表せる。

$$E_r = \sum e_k = [(r_{01} + t_{10}r_{12}t_{01}e^{1\theta}) / (1 - r_{10}r_{12}e^{1\theta})] E_i$$

ここで、(2A-14)式を利用すると、最終的に次式が得られる。

$$E_r = [(r_{01} + r_{12}e^{1\theta}) / (1 + r_{01}r_{12}e^{1\theta})] E_i \quad (2A-16)$$

したがって、(2A-16)式の、p成分、s成分は、それぞれ次式で表わされる。

$$E_{rp} = \{ [(r_{01})_p + (r_{12})_p e^{1\theta}] / [1 + (r_{01})_p (r_{12})_p e^{1\theta}] \} E_{ip} \quad (2A-17)$$

$$E_{rs} = \{ [(r_{01})_s + (r_{12})_s e^{1\theta}] / [1 + (r_{01})_s (r_{12})_s e^{1\theta}] \} E_{is}$$

ここで、

$$(r_{1(i+1)})_p = (N_{i+1} \cos \theta_i - N_i \cos \theta_{i+1}) / (N_{i+1} \cos \theta_i + N_i \cos \theta_{i+1}) \quad (2A-18)$$

$$(r_{1(i+1)})_s = (N_i \cos \theta_i - N_{i+1} \cos \theta_{i+1}) / (N_i \cos \theta_i + N_{i+1} \cos \theta_{i+1})$$

$$N_i \sin \theta_i = N_{i+1} \sin \theta_{i+1} \quad (\text{Snell's Law}) \quad (2A-19)$$

である。ただし、 $i=0$ の場合は特別に、 θ_0 ではなく θ とする。

(2A-17)式から、反射光の偏光パラメータを求めると次式となる。

$$\chi_r = E_{rs} / E_{rp} = \{ [(r_{01})_s + (r_{12})_s e^{1\theta}] / [1 + (r_{01})_s (r_{12})_s e^{1\theta}] \} \cdot \{ [1 + (r_{01})_p (r_{12})_p e^{1\theta}] / [(r_{01})_p + (r_{12})_p e^{1\theta}] \} \chi_i \quad (2A-20)$$

本文の(2-12)式、 $\chi_r = (1/\rho)\chi_i$ から、この場合のエリプソパラメータ ρ が、本文(2-14)式の形で与えられる。

補遺 2-3

楕円の一般式は x 、 y を変数として 6 つの未定係数をもつ次式で表わされる。

$$a x^2 + b y^2 + 2 c x y + d x + e y + f = 0 \quad (2A-21)$$

これに対して、楕円偏光の描く楕円は、本文(2-3)式より次式の形となる。

$$A_s^2 E_p^2 + A_p^2 E_s^2 - 2 A_s A_p c \cos \delta E_p E_s - A_s^2 A_p^2 s \sin^2 \delta = 0 \quad (2A-22)$$

(2A-22)式を(2A-21)式に対応させて表現し直すと次式となる。

$$ax^2 + by^2 + 2cxy + (c^2 - ab) = 0 \quad (2A-23)$$

ここで、 $c^2 \leq ab$

(2A-23) 式は3つの未定係数をもつ楕円であり、楕円上の3点の座標が決まれば楕円の形状は一意に決定される。これは、楕円偏光の楕円楕円が原点に対して中心対称性であることおよび振幅の位相差が保存されていることに起因する。

補遺 2-4

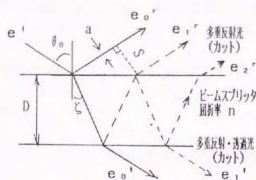
$$S = 2D \tan \zeta \cos \theta_0$$

$$\sin \theta_0 = n \sin \zeta$$

$$\tan \chi = \sin \zeta / (1 - \sin^2 \zeta)^{1/2}$$

$$= \sin \theta_0 / (n^2 - \sin^2 \theta_0)^{1/2}$$

$$S = D \sin(2\theta_0) / (n^2 - \sin^2 \theta_0)^{1/2}$$



多重反射光 e_o^r, e_2^r, \dots をカットするためにはビーム間隔 S が、ビーム径 a より数倍大きい必要がある。たとえば、ビーム径 $a = 5\phi$ 、入射角 $\theta_0 = 75^\circ$ 、 $n = 1.52$ とし、 $S \geq 2a$ を仮定すると $D \geq 2.3 \text{ mm}$ を得る。

もしビームスプリッタにおける反射、透過ビームの中に、多重反射光が混入すると偏光マトリクスにビームスプリッタ厚 D の情報が入り込み、 D の変化の影響が効き出力の安定性を欠くことになる。

多重反射が混入した場合の影響は、補遺 2-2 で述べた多重反射マトリクスの議論がそのまま利用できる。多重反射の総和は、(2A-17) 式で、 r_{12} の代わりに r_{10} とおけばよい。

$$R_p = [(r_{01})_p (1 - e^{i\beta})] / [1 - (r_{01})_p^2 e^{i\beta}], \quad R_s = [(r_{01})_s (1 - e^{i\beta})] / [1 - (r_{01})_s^2 e^{i\beta}]$$

したがって、多重反射マトリクス成分 $\sigma_{1, \text{mult}}$ として次式が成立する。

$$\sigma_{1, \text{mult}} = R_s / R_p = [(r_{01})_s / (r_{01})_p] \{ [1 - (r_{01})_s^2 e^{i\beta}] / [1 - (r_{01})_p^2 e^{i\beta}] \} \quad (2A-24)$$

ここで、 $\beta = (4\pi n D \cos \zeta) / \lambda$ である。

$\sigma_{1, \text{mult}}$ は、温度によって変動する D を含む複素数となり、もはや定数とみなすことができない。透過マトリクスについても同様な議論が成立する。

補遺 2-5

3チャンネル型エリプソメータの各チャンネルのビームスプリッタ偏光マトリクスは、一般に次式で表される。

$$B_j = \text{Const.} \begin{vmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \gamma_j \end{vmatrix}, \quad (j=1\sim 3) \quad (2A-25)$$

γ_j : p, s 偏光成分のビームスプリッタにおける反射・透過率比 (一般に複素数)

ビームスプリッタに、コーティングのない透明な材質を使用すると γ_j は実数になる。この場合、各チャンネルの光量は次式で表される。(本文(2-3 6)~(2-3 8)式に対応)

$$I_j = \text{Const.} [\cos^2 P \cos^2 A_1 \tan^2 \varphi + 2\gamma_j \cos P \sin P \sin A_1 \cos A_1 \tan \varphi \cos(\Delta - \theta) + \gamma_j^2 \sin^2 P \sin^2 A_1] \quad (j=1\sim 3) \quad (2A-26)$$

$\tan P$: 入射光の偏光パラメータの傾斜比, θ : 入射光の偏光パラメータの位相差, A_1 : 検光子方位角

この式において、 $A_1 = 0^\circ$ とすると、2つのエリプソパラメータが次式で与えられる。

$$\cos(\Delta - \theta) = \frac{[I_1 I_2 I_3^2 \sin^2 A_2 - I_2 I_3^2 \sin^2 A_3 + (I_2^2 \cos^2 A_2 \sin^2 A_3 - I_2^2 \cos^2 A_3 \sin^2 A_2) I_1]}{2 I_1 \sqrt{I_2 I_3 \sin A_2 \sin A_3 (I_2 \sin A_3 \cos A_2 - I_2 \sin A_2 \cos A_3)}} \quad (2A-27)$$

$$\tan \varphi = \tan P \sqrt{\frac{I_1}{I_2 I_3 \sin A_2 \sin A_3 (I_2 \sin A_3 \cos A_2 - I_2 \sin A_2 \cos A_3)}} \quad \Gamma$$

$$\Gamma = \sqrt{\frac{I_1}{I_2 I_3 \sin A_2 \cos A_2 - I_2 I_3 \sin A_3 \cos A_3 + I_1 \cos A_2 \cos A_3 (I_2 \sin A_3 \cos A_2 - I_2 \sin A_2 \cos A_3)}} \quad (2A-28)$$

この場合、(2A-27)式のエリプソパラメータの式のなかに定数 γ_2 、 γ_3 が入るため、定数の正確な値を前もって求めておく必要がある。さらに定数の測定誤差が、測定値の精度に直接影響を与える問題がある。

これに対して、ch. 2、ch. 3の偏光マトリクスを等しくすると、次式が成立する。

$$\gamma_2 = \gamma_3 \equiv \gamma_0 \quad (2A-29)$$

(2A-29)式を上記(2A-27)式に代入すると、次式を得る。

$$\cos(\Delta - \theta) = \frac{[(I_2 \sin^2 A_2 - I_2 \sin^2 A_3) + \sin(A_2 - A_3) \sin(A_2 + A_3) I_1] I_1}{2 I_1 \sqrt{\sin A_2 \sin A_3 \sin(A_3 - A_2)}} \quad (2A-30)$$

$$\tan \varphi = \gamma_0 \tan P \sqrt{\sin A_2 \sin A_3 \sin(A_3 - A_2)} \quad \Gamma_0$$

$$\Gamma_0 = \sqrt{\frac{I_1}{I_3 \sin A_2 \cos A_2 - I_2 \sin A_3 \cos A_3 + I_1 \cos A_2 \cos A_3 \sin(A_3 - A_2)}} \quad (2A-31)$$

この結果、位相差に関しては定数 γ_0 が消え、定数の影響を受けない。また、振幅比に関しては定数 γ_0 の単純な積になり誤差の影響が小さくなる。

さらに A_2 、 A_3 の関係を(2A-32)式のように設定すると、式(2A-30)、(2A-31)は著しく簡化され、式(2A-33)が導かれる。高速測定においては、式の単純化も重要である。

$$A_2 = -A_3 \equiv A_0 \quad (2A-32)$$

$$\begin{aligned} \cos(\Delta - \delta) &= \frac{\sqrt{2}(I_3 - I_2)}{4 I_1 \cos A_0} \sqrt{\frac{I_1}{I_3 + I_2 - 2 \cos^2 A_0 I_1}} \\ \tan \Psi &= \gamma_0 \tan P \sqrt{2} \sin A_0 \sqrt{\frac{I_1}{I_3 + I_2 - 2 \cos^2 A_0 I_1}} \end{aligned} \quad (2A-33)$$

本文(2-39)、(2-40)式で示したものは、 $A_0 = 45^\circ$ とした最も簡単な場合である。

以上から、3つのチャネルのうち2つの偏光マトリクスを等しくすることによりビームスプリッタの定数の影響が少ない精度の高い測定が可能となる。

次に、ビームスプリッタの材質に吸収があるより一般的な場合を考える。この場合、 γ_j は複素数となるために、

$$\gamma_j = |\gamma_j| e^{i\epsilon_j}, \quad (j=1 \sim 3) \quad (2A-34)$$

この場合は、(2A-26)式は次式に変わる。

$$I_j = C[\cos^2 P \cos^2 A_j \tan^2 \Psi + 2|\gamma_j| \cos P \sin P \sin A_j \cos A_j \tan \Psi \cos(\Delta + \epsilon_j - \delta) + |\gamma_j|^2 \sin^2 P \sin^2 A_j] \quad (j=1 \sim 3) \quad (2A-35)$$

ϵ_j が \cos 関数の指数に入ってくるために、エリプソパラメータは逐次計算で求めざるを得ない。これは高速化への障害となる。

これに対し、 ϵ_1 、 ϵ_2 、 ϵ_3 の偏光マトリクスを等しくすれば(2A-36)式が成立する。

$$\gamma_2 = \gamma_3 \equiv \gamma_0 e^{i\epsilon_0}, \quad |\gamma_2| = |\gamma_3| \equiv \gamma_0 \quad (2A-36)$$

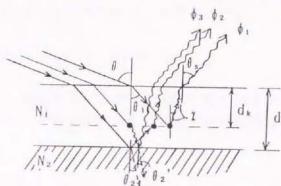
よって、位相差 Δ を $(\Delta + \epsilon_0)$ と置き換えることを除いて、(2A-30)~(2A-33)式はそのまま成立し、吸収のある場合でも高精度、高速測定が可能になる。

補遺 2-6

拡散膜による散乱反射波に関して、1次散乱光のみを考え2次以上の多重散乱光は無視する。

また、入射角 θ の入射光に対して、 θ_1 方向に屈折する要素波が最も強く、その他の屈折散乱光は無視できるものとする。

この場合、入射角 θ に対して、 θ_2 方向に散乱される要素波 $\phi(\theta, \theta_2)$ を考えると、それは3つの散乱波から成ると考えられる。



- 1) 屈折波から直接に散乱される波 $\phi_1(\theta_1, \chi)$
- 2) 下地から反射した後に散乱される波 $\phi_2(\theta_1, \chi)$
- 3) 散乱された波が下地で反射される波 $\phi_3(\theta_1, \chi)$

簡単のため入射光の振幅を1と考え、各散乱光は以下のように書けるものとする。

$$\phi_1(\theta_1, \chi) = t_{01} t'_{10} S(\theta_1, \chi) e^{i\beta k}$$

$$\phi_2(\theta_1, \chi) = t_{01} r_{12} t'_{10} S(\theta_1, \pi - \chi) e^{i\beta k} e^{i(4\pi N_1 / \lambda)(d - dk)(1/\cos\theta)}$$

$$\phi_3(\theta_1, \chi) = t_{01} r'_{12} t'_{10} S(\theta_1, \pi - \chi) e^{i\beta k} e^{i(4\pi N_1 / \lambda)(d - dk)(1/\cos\theta)}$$

ここで、 $\sin\theta = N_1 \sin\theta_1$ 、 $N_1 \sin\theta_1 = N_2 \sin\theta_2$ 、 $N_1 \sin\chi = N_2 \sin\theta_2' = \sin\theta_2'$ 、

r_{11}, t_{11} : フレネル反射・透過係数 ($'$ を付けたものは入射角 χ に関する量)、

β_k : $(2\pi/\lambda)N_1 d_k [\cos\chi + (1 - \sin\theta_1 \sin\chi)/\cos\theta_1]$ 、

d : 膜厚、

d_k : 散乱粒子深さ、

$S(\alpha, \beta)$: 入射角 α から散乱角 β への1次散乱係数で $(\alpha - \beta)$ の関数

したがって、全体の散乱波は、次式で表される。(和は k についてとる)

$$\begin{aligned} \phi(\theta, \theta_2) &= \Sigma [\phi_1(\theta_1, \chi) + \phi_2(\theta_1, \chi) + \phi_3(\theta_1, \chi)] \\ &= t_{01} t'_{10} [A \cdot S(\theta_1, \chi) + r_{12} B \cdot S(\theta_1, \pi - \chi) e^{i(4\pi N_1 / \lambda)d} \\ &\quad + r'_{12} C \cdot S(\theta_1, \pi - \chi) e^{i(4\pi N_1 / \lambda)d}] \end{aligned}$$

ここで、 $A \equiv \Sigma e^{i\beta k}$ 、 $B \equiv \Sigma e^{i[\beta k - (4\pi N_1 / \lambda) dk / \cos\theta]}$

$C \equiv \Sigma e^{i[\beta k - (4\pi N_1 / \lambda) dk / \cos\theta]}$

である。

フレネル係数 t_{01} , t'_{10} , r_{12} , r'_{12} は偏光特性をもつ、また散乱係数 $S(\alpha, \beta)$ も完全拡散でない限り偏光特性をもつと考えられる。よって、 $\phi(\theta, \theta_s)$ は偏光特性を維持しており、エリブソパラメータ ρ_s が膜厚 d の情報を含む関数として定義される。

$$\rho_s = \{\phi_p(\theta, \theta_s)\} / \{\phi_s(\theta, \theta_s)\} = f(d, \theta, \theta_s, N_1, N_2, S)$$

ただし、膜内における散乱粒子の個数が多く、散乱が強くなり1次散乱の相対強度が弱くなると偏光特性が失われる。あるいは、A、B、Cの係数が0に近くなり膜厚情報が失われて測定が困難になる。

第3章 光ファイバ濃度センサ

3.1 まえがき

溶液の濃度計測法としては、オフライン測定で用いられる化学分析による滴定法のほかに、導電率センサ¹⁾、イオン電極センサ^{2)・3)}が知られている。これらのセンサは、測定対象が電解質溶液に限られる上に、導電率センサの場合は共存するイオンの影響を受けやすい問題がある。イオン電極センサは、ある特定のイオン濃度に感度をもつセンサであるが、精度を上げるためには温度補正以外にイオン強度調整やpHの調整を必要とし⁴⁾、応答速度も1~2分と遅いことがオンライン測定に対する障壁となっている。

これに対し、光ファイバ濃度センサは、電解質、非電解質いずれにも適用可能であり、本質防爆性であるために引火性の溶液にも適用できるという利点をもつ。応答速度もmsオーダーと高速である。鉄鋼プロセスでは種々の溶液があるために、光ファイバ濃度センサの汎用性と簡便性という特長が生かされる。光ファイバ濃度センサの本質は、液体の屈折率変化を測定するものであるが、屈折率と溶液濃度の間にはLorentz-Lorentzの関係式が成立し、濃度センサとして利用可能である。また、ここでは光ファイバを線状光導波路という広い意味で考えている。

光ファイバ濃度センサに関しては、N. S. Kapanyらによる先駆的な研究がある^{5)・6)}。これらは単純なガラス棒を通過する光量と周囲の液体の屈折率の関係を論じたものである。その後、近年になってプラスチック光ファイバのクラッドの一部を除去し、曲率をつけた屈折率センサが提案されている⁷⁾。

本研究では、光ファイバ濃度センサに8字形の2重曲率をつけることによって、感度が従来に比較して著しく向上し、かつ曲率によって最適な測定感度領域が決定されることを実験的に明らかにした。この新型の8字形光ファイバ濃度センサは、液体の屈折率感度として 10^{-5} オーダー、水溶液濃度に換算すると約0.1wt%の感度をもつ。この濃度センサを鉄鋼プロセスのオンライン濃度計に適用する場合、溶液温度補正やセンサの汚れの影響が課題となるが、この点をセンサの洗浄と定期的校正を組み込んだ自動サンプリング装置の開発により解決した。本センサを錫めっきラインのオンライン錫イオン濃度計として適

用した結果、実用化の見通しを得ることができた。

3. 2 基礎実験

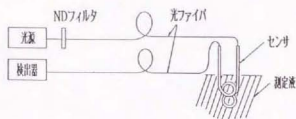
3. 2. 1 センサ出力特性

図3-1に、ファイバ濃度センサ基礎実験の構成を示す。ここでは、光源にHe-Neレーザ、検出器に光電子増倍管を用いた。

光源、センサ、検出器は大径の光ファイバ(コア/クラッド:0.8/1.1mmφ)で結合し、光ファイバとセンサの結合は安定化を図るため融着接合した。

図3-2に8字形センサの形状、図3-3に参照として従来の単純曲率センサの形状を示す。

センサの材質は、石英ガラスで屈折率 n_0 は1.46、センサ径 a は3.5mmφである。また、曲率半径 R とセンサ径 a の比を曲率パラメータ ρ ($=a/R$)と定義した。



8字形センサ

図3-1 基礎実験方法

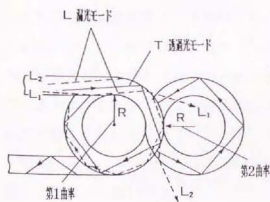


図3-2 8字形センサ

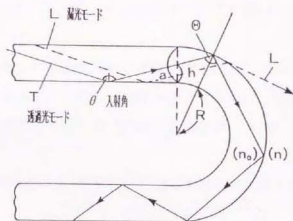


図3-3 単純曲率センサ

図3-4(a), (b)は、8字形センサと単純曲率(円形)センサの透過率の測定結果である(ここで、図3-4(a)は、縦軸が対数目盛であることに注意)。

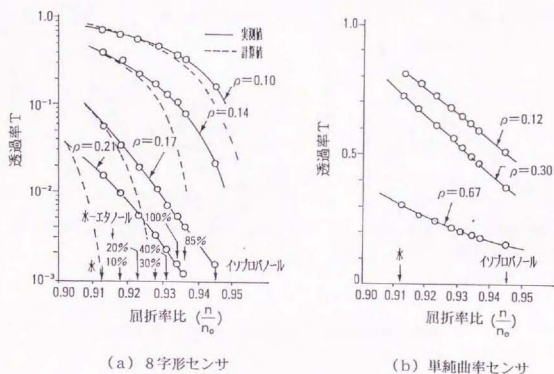
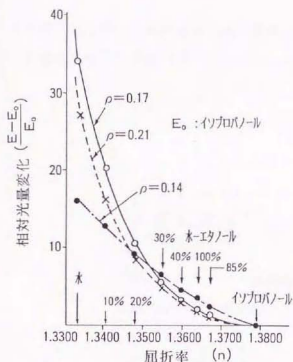


図3-4 光ファイバ濃度センサの透過率特性(水～イソプロパノール領域)

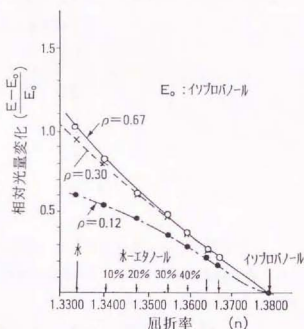
横軸の屈折率比(n/n_0)は、測定液とセンサの屈折率の比を示す。測定領域は、 $n = 1.334$ (水)から $n = 1.377$ (イソプロパノール)の範囲であり、その間はエタノール水溶液の濃度を変えて基準液とした。

8字形センサの特性は、曲率パラメータ値 ρ に敏感なカットオフ傾向が現れており、全体に単純曲率センサと比較すると高い感度を示す。しかし、光量が小さくなるにしたがって2次元導波路モデルによる計算値からはずれ、モデルで予想されるほど鋭いカットオフ特性は得られなかった。

図3-5(a), (b)は、イソプロパノール($n = 1.377$)の出力を基準に光量の相対変化を示したものである。



(a) 8字形センサ



(b) 単純曲率センサ

図3-5 光ファイバ濃度センサの相対感度比較

8字形センサでは、従来の単純曲率センサに比較して1桁感度向上が見られる。屈折率感度としては、水の屈折率近傍で $\delta n = 2 \times 10^{-5}$ が可能である。

他方、単純曲率センサでは、曲率パラメータを $\rho = 0.46$ 以上大きくしても感度が飽和することが確認された。

3. 3 考 察

3. 3. 1 センサ曲率部の光線伝播⁷⁾

8字形濃度センサの特性を定性的に説明するために2次元導波路モデルを考える。つまり、実際のセンサは断面が円形の導波路であるが、ここでは曲率中心断面内を伝播する光線 (meridional ray) のみについて考える。十分な長さの導波路を減衰することなく伝播する光線は、入射角 θ が、臨界角 θ_c より大きな光線モードに限定される。導波路に曲率をつけた場合、図3-3に示すように直線部で入射角 θ をもつ光線モードが曲率部の外周

面に達すると幾何学的関係から入射角が θ から Θ に変化する。このとき、センサの光線モード通過条件は以下の(3-1)～(3-4)式で表される。

$$\sin \Theta = \left(\frac{R+h}{R+a} \right) \sin \theta \quad (3-1)$$

$$\sin \Theta \geq (n/n_0) \quad (3-2)$$

$$\sin \theta \geq (n/n_0) \quad (3-3)$$

$$0 \leq h \leq a \quad (3-4)$$

ここで、 θ ：直線部入射角、 Θ ：曲率部の入射角、 a ：導波路厚、 R ：曲率半径、

h ：光線の曲率部入射位置、 n_0 ：導波路屈折率、 n ：導波路周囲媒質屈折率である。

(3-1)～(3-4)式を変形すると、曲率部の透過条件として次式を得る。

$$\sin \theta \geq \left(\frac{n}{n_0} \right) \left(\frac{1+\rho}{1+\xi\rho} \right) \quad (\text{等号のとき、}\theta \equiv \theta_c \text{とする}) \quad (3-5)$$

$$\theta_c \leq \theta \leq (\pi/2), \quad \theta_c = \sin^{-1} (n/n_0) \quad (3-6)$$

ここで、 ξ および ρ は、それぞれ光線の入射位置、曲率を表す無次元パラメータで次式で定義される。

$$\text{入射位置パラメータ：} \quad \xi \equiv h/a, \quad 0 \leq \xi \leq 1 \quad (3-7)$$

$$\text{曲率パラメータ：} \quad \rho \equiv a/R \quad (3-8)$$

パラメータ ρ は、正の値であり(3-7)式の ξ の範囲を考慮すると、(3-5)式中の項 $(1+\rho)/(1+\xi\rho)$ は1以上の値をとり、見掛け上、屈折率 n が大きくなったと同じ効果をもつ。直線部に比較して通過できるモードの範囲が小さくなり、より大きな光量変化が発生する。これが、感度向上の理由である。

(3-5) ~ (3-8) 式の関係をグラフ化したものが図3-6である。斜線で示した部分が透過光のモード領域を表す。測定液の屈折率 n が n' に変化すると境界 θ_b が θ_b' に変化し θ_b と θ_b' で囲まれたモードが漏光し光量変化として検出される。

図3-6から、入射角 θ が $\pi/2$ に近いかつ ξ が1に近い、つまり曲率部外周面に沿って入射するモードが透過しやすいことがわかる。

以上の議論は、直線部から曲率部の外周面に入射するモードに関するものであるが、曲率部の内周面に入射するモードに対しても(3-1) ~ (3-8) 式がそのまま成立する。(曲率部の内周面への入射角 θ' は、 θ より大きくなるために内周面からの漏光は発生しない)。

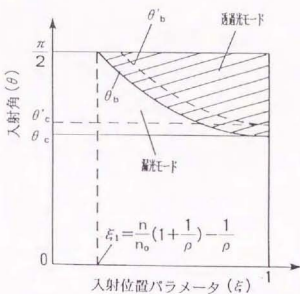


図3-3 曲率部の透過、漏光モード条件模式図

3. 3. 2 8字形センサの光線伝播

曲率部を透過する光線のモードは外周に沿った偏った分布をすることが示された。この結果から、図3-2に示すように、最初の曲率の後に反転した曲率をつけた8字形センサでは、第1曲率の内側面は第2曲率の外側面に変換されるため、第1曲率において透過した外周面近くに分布する光線モードは、第2曲率に対しては内周面に沿って入射する形となり漏光しやすくなる。対称性を考慮すると、逆曲率をもつ海波路の光線透過条件は、

(3-5)、(3-6) 式に加えて、(3-1) 式において h を $(a-h)$ と置きかえて得られる(3-9) 式を同時に満たす必要がある。

$$\sin \theta \geq \left(\frac{n}{n_0} \right) \left[\frac{1+\rho}{1+(1-\xi)\rho} \right] \quad (\text{等号のとき, } \theta \equiv \theta_b, \text{ とする}) \quad (3-9)$$

図3-4は、8字形センサに対する光線の透過漏光モード分布模式図である。この場合の透過モードは、導波路の中央付近($\xi \sim 1/2$)に、しかも中心軸に平行に近く($\theta \sim \pi/2$)入射したモードのみ透過できる。

図3-4から、測定液の屈折率 n が n' に変化すると、境界 θ_b および $\theta_{b'}$ の両方が変化するため、光量の変化率が単純曲率センサに比較して大きくなり感度が向上する。

また、 θ_b と $\theta_{b'}$ の交点の θ 座標 θ_m は次式で表される。

$$\sin \theta_m = \left(\frac{n}{n_0} \right) \left(\frac{2 + 2\rho}{2 + \rho} \right) \quad (3-10)$$

n を一定として曲率パラメータ ρ を大きくしてゆくと θ_m の値が次第に大きくなり、 $\theta_m =$

$\pi/2$ に達すると透過モードが0になるカットオフ条件が発生する。このときの、曲率パラメータ ρ_c は、(3-11)式で表される。

$$\rho_c = (n_0 - n) / (n - n_0 / 2) \quad (3-11)$$

逆に曲率パラメータ ρ が決まっているときは、カットオフ屈折率 n_c が次式で与えられる。

$$n_c = n_0(2 + \rho) / (2 + 2\rho) \quad (3-12)$$

センサの感度は、曲率パラメータ ρ と屈折率 n が(3-11)または、(3-12)式の関係能满足するとき最大となることが次節で示される。

これに対して、従来の単純曲率センサでは、屈折率 n が n_0 に等しくならないかぎり透過光量が0になることはない。

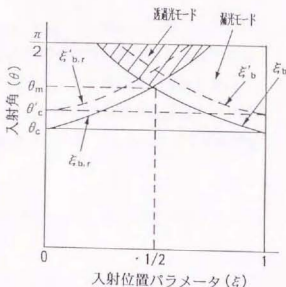


図3-4 8字形センサの透過・漏光モード条件

3. 3. 3 感度特性

センサの径はmmオーダーと太く光線モード数は $10^3 \sim 10^4$ に達し、光線モード分布は連続分布とみなすことができる。センサ端面の光線入射部を完全拡散光源と仮定すると、モードの分布密度(輝度分布) $i(\theta)$ は、角度 θ の定義から $\sin \theta$ 分布で近似できる⁷⁾。

透過光量 Φ は、モード分布 $i(\theta)$ を図3-3あるいは図3-4に示される透過モード領域について積分した量に比例する。8字形センサの場合は、図3-4を用いて以下の式で示される(補遺3-2参照)。

$$\Phi(n^*, \rho) \sim 2 \int_{\xi_1}^{1/2} d\xi \int_{\theta_0}^{\pi/2} \sin \theta d\theta \quad (3-13)$$

(8字形センサ)

ここで、 $n^* \equiv n/n_0$ (屈折率比)、 $\xi_1 = (n/n_0)(1 + 1/\rho) - 1/\rho$ 、 $(\theta_0 = \pi/2$ の場合の ξ の値)である。

センサの透過率 T を、ある基準値の屈折率 n_0 に対する光量出力比、センサの感度を絶対光量に依存しない相対感度 S で評価する⁵⁾。

$$\text{透過率: } T = \Phi(n^*, \phi) / \Phi_n(n^*, n_0, \rho) \quad (3-14)$$

$$\text{相対感度: } S = (1/\Phi)(\partial \Phi / \partial n) \quad (3-15)$$

$$\text{屈折率感度: } \delta n = (1/S)(\delta \Phi / \Phi) \quad (3-16)$$

図3-5(a)は、8字形センサの相対感度の計算結果をパラメータ ρ のいくつかの値について示したものである。比較のために、(b)に単純曲率センサの場合を示す。

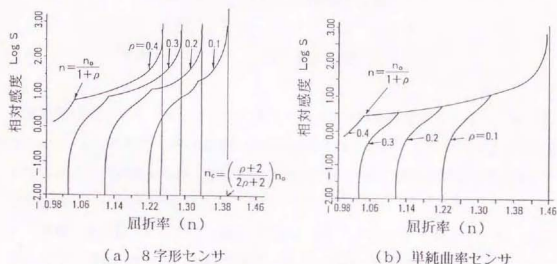


図3-5 光ファイバ濃度センサの相対感度特性S（計算値）

これらの計算結果から、以下の点を示された。

- 1) 8字形センサでは、(3-12)式のカットオフ屈折率 n_c 。近傍の屈折率で相対感度Sが無限大になる。
- 2) 単純曲率センサでは、センサ屈折率 n_0 。近傍の屈折率を除いて最大感度が本質的に限定され、低屈折率領域に向かって相対感度Sが低下する。また、相対感度Sは曲率パラメータ ρ が $(n_0/n - 1)$ を越えると飽和する。

このモデルでは、8字形センサのカットオフ特性や感度向上など定量的には実験結果を説明している。しかし、定量的には十分ではない。その理由は、理論で仮定したモデルが2次元導波路モデルで meridional ray のみを考慮し、かつすべてのモードが等しく曲率の影響を受けると仮定したためと推測される。実際のセンサは円形断面導波路であり、曲率の影響を受けにくい meridional ray も可能である。さらに回旋しながら伝播するモード (skew ray) も存在する⁸⁾。この skew ray も曲率の影響を受けにくく、これらが残留光として残り、実際のセンサでは、理論で予想されるほど鋭いカットオフ特性が見られないと考えられる。

3. 4 オンライン濃度計への応用

3. 4. 1 試作装置

基礎検討の結果、8字形光ファイバ濃度センサは屈折率感度 $\delta n = 1.0 \times 10^{-5}$ オーダ、水溶液濃度で 0.1 wt % オーダの濃度分解能が確認されたため、このセンサを応用したプロセス濃度計の試作を実施した。以下に主な仕様と図 3-6 に濃度計構成図を示す。

主な仕様

- 1) 光源、検出器： LED (波長 660 nm)、Si フォトダイオード
- 2) センサ材質、形状： 石英ガラス、径 1.5 mm ϕ 、8 字形 ($\rho = 0.15 \sim 0.17$)
- 3) 光源とセンサおよび検出器の接続： バンドルファイバで結合、バンドルの一部をモニタして光源 LED の光量補正を実施。
- 4) 回路： 光源 LED を矩形パルス変調し、測定信号を同期検波して発光時と無発光時の出力差をとり背景光を除去。変調クロック周波数は 1 kHz。
- 5) 信号処理： センサ出力、温度計出力、その他サンプリング装置のタイミング信号をパーソナルコンピュータに取り込み、センサ出力の温度補正、センサの汚れ補正の定式化を行う。

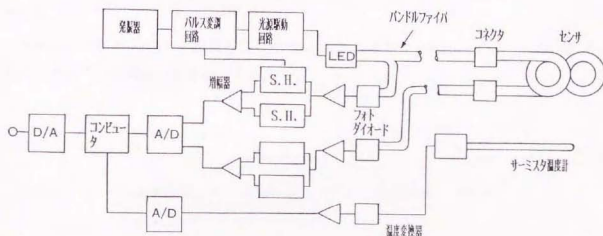


図 3-6 光ファイバ濃度計の構成

試作した光ファイバ濃度計の出力特性を、食塩水、硫酸水溶液などを用いて実測した結果、測定溶液屈折率 n は光ファイバ濃度計の規格化出力 E^* の対数の2次式で良く近似できることが確認された。

$$n = A(\ln E^*)^2 + B(\ln E^*) + C \quad (3-17)$$

ここで、 E^* ：ファイバ濃度計出力 E を基準液の出力 E_0 で割った値($=E/E_0$)

A, B ：センサの仕様によって決まる定数

C ：基準出力に用いた基準液の屈折率を表す。

3. 4. 2 屈折率と濃度の関係

屈折率 n と溶液濃度の間には、次式に示すLorentz-Lorentzの関係がある^{31)・10)}。

$$(n^2 - 1)/(n^2 + 2) = (4\pi/3) \sum \alpha_i [N_i] \quad (3-18)$$

ここで、 $[N_i]$ ： i 成分の単位体積当たりの分子数（濃度）

α_i ： i 成分分子の電子分極率

である。

溶媒の分子数を $[N_0]$ 、溶質の分子数を $[N_i]$ とすると、通常 $[N_0] \gg [N_i]$ であり、上式において線形近似が成立する。

$$n = n_0 + k [X] \quad (3-19)$$

ここで、 n_0 ：溶媒屈折率、 k ：比例係数、 $[X]$ ：溶質濃度 である。

図3-7は、いくつかの水溶液について、屈折率と溶液濃度の関係を示したものである¹¹⁾。比例係数は、溶質分子の種類によって異なるが、たとえば、NaCl溶液では、屈折率変化 $\Delta n = 2 \times 10^{-5}$ に対して、濃度変化 $\Delta X \sim 0.1 \text{ g/l}$ あるいは $1.6 \times 10^{-2} \text{ mol/l}$ に相当する。

以上から、本濃度センサは本質防塵性の簡便な溶液濃度計あるいは密度計として応用が可能である。

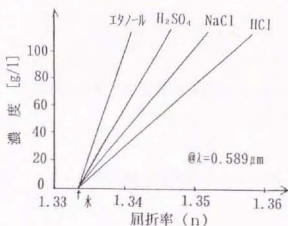


図3-7 屈折率と溶液濃度の関係

3.4.3 温度補正

図3-8(a)に示すように、水は温度によって屈折率が変化する特性をもち、その変化率は無視できない。他方、石英ガラスの屈折率の温度係数は、水と比較すると 10^{-2} オーダー小さく温度変化の影響は無視できる。

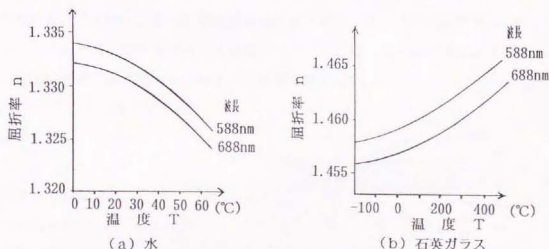


図3-8 屈折率の温度依存性¹²⁾

水の屈折率の温度依存性は、温度範囲を限定すれば温度変化の2次式で表される。

$$n = k_1 T^2 + k_2 T + n_0 \quad (3-20)$$

ここで、 k_1 、 k_2 ：温度係数（定数）、 T ：基準温度からの温度変化（℃）

n_0 ：基準温度における屈折率

である。

基準温度を4.0℃、温度変化を±2.0℃以下とすると各係数値（@波長668nm）は以下のようになる。

$$k_1 = -1.22 \times 10^{-6}, \quad k_2 = -1.43 \times 10^{-4}, \quad n_0 = 1.328528$$

したがって、温度変化が小さければ（3-20）式をさらに線形近似することも可能である。

3. 4. 4 センサの汚れ補正

プロセスにおける各溶液には、折出しやすい溶質のものが多く長期間の測定中にセンサの表面の汚れが避けられない。多くの場合付着物の屈折率 n' は、コアの屈折率 n_0 より大きいため、付着物が薄く境界面の乱れの影響がないとすれば、スネルの式により付着物の存在はセンサの透過・漏光条件を決める式に影響を与えない。

図3-9において、スネルの式から

$$n_0 \sin \theta_0 = n' \sin \theta_1$$

$$n' \sin \theta_1 = n \sin \theta$$

が成立するが、これは結局、次式

$$n_0 \sin \theta_0 = n \sin \theta$$

と等価であり、見かけ上付着物がないと同じである。センサの汚れは吸収による光量

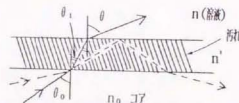


図3-9 センサに汚れが発生した場合の光線の進み方

の低下を示すが、汚れの程度が小さければ感度特性の変化は小さく、基準液による定期的な校正を行うことによってオンライン濃度計への応用が可能である。

3. 4. 5 濃度計出力の補正式

光ファイバ濃度センサを実用的な濃度計として使用するために、温度補正および汚れ補正を考慮したセンサ出力の定式化を行う。

今、水溶液の溶質濃度を X (wt%)、溶液温度変化(基準温度からの)を T (°C)とすると、(3-19)、(3-20)式より水溶液の屈折率 n に関して次式の1次近似式が成立する。

$$n = \alpha X + \beta T + \gamma \quad (3-21)$$

ここで、 α : 濃度比例係数、 β : 温度係数、 γ : 基準温度における基準溶液の屈折率、である。

一般に α 、 β および γ は、それぞれ 10^{-2} 、 10^{-4} および1のオーダーであり、 T の変化幅が大きくなければ定数とみなせるため次式が成立する。

$$\alpha X + \gamma \gg \beta T \quad (3-22)$$

つぎに、光ファイバ濃度計の出力特性関数を $F(x)$ とすると、濃度計出力 E は次式で表される。

$$E = F(n) \quad (3-23)$$

$F(x)$ の逆関数 $G(x)$ は、本質的に(3-17)式にはかならず、 a 、 b 、 c を定数として次式が成立する。

$$n = G(E) = a(\ln E)^2 + b(\ln E) + c \quad (3-24)$$

センサに汚れが発生すると、その影響は(3-23)式の光量の減衰効果として次式で表現される。

$$E = \kappa F(n), \quad \kappa: \text{汚れによる減衰係数} \quad (3-25)$$

今、測定液および標準液に関する量を添字 s および c をつけて表すと、(3-21)、(3-25)式から次式が成立する。

$$E_s = \kappa F(\alpha_s X_s + \beta_s T_s + \gamma_s) \quad (3-26)$$

$$E_c = \kappa F(\alpha_c X_c + \beta_c T_c + \gamma_c) \quad (3-27)$$

(3-27)式は(3-22)式を利用した近似を行うと次式で表せる。

$$E_c \approx \kappa [F(\alpha_c X_c + \gamma_c) + F'(\alpha_c X_c + \gamma_c) \beta_c T_c] \quad (3-28)$$

さらに、逆関数の関係式、 $F'(x) = 1/G'(F(x))$ を利用すると、(3-28)式は次式の形に書ける。

$$E_c \approx \kappa [E_{c0} + (\beta_c T_c) / G'(E_{c0})] \quad (3-29)$$

ここで、 $F(\alpha_c X_c + \gamma_c) \equiv E_{c0}$ ($T_c=0, \kappa=1$ における標準液出力)と置いた。

他方、(3-26)式を逆関数を用いて表すと次式となる。

$$\alpha_s X_s + \beta_s T_s + \gamma_s = G(E_s / \kappa) \quad (3-30)$$

(3-29)、(3-30)式から κ を消去し、さらに(3-24)式を用いて濃度 X_s についての表現を求めると最終的に次式が得られる(補遺3-3参照)。

$$X_s = k_0 + k_1 \ln(E_s / E_c) + k_2 [\ln(E_s / E_c)]^2 + k_3 T_s + k_4 T_c \quad (3-31)$$

ここで、 E_s, T_s : 測定液に対する濃度計出力および温度出力

E_c, T_c : 標準液に対する濃度計出力および温度出力

である。

$k_1 \sim k_4$ は定数であり、校正テストにより実験的に決定する(補遺3-3参照)。

3. 4. 6 錫めっき製造ライン錫濃度計への適用

試作濃度計を、錫めっき製造ラインのドラッグアウト液の錫イオン濃度計に適用した。ドラッグアウト液は、水をベースにフェノールスルホン酸 (PSA) が数 g/l 溶けた弱酸性液である。この液中を、錫めっき鋼板が高速で通過することにより、錫めっき後の余分な錫が液中に溶ける。錫濃度が一定濃度まで高くなると洗浄効果が低下し、製品の光沢度など表面性状の劣化を招く。現状では、定期的なサンプリングによる化学分析によって錫濃度を管理し、錫濃度が一定値に達した段階でラインを停止し一部を残して液を交換している。ドラッグアウト液の錫濃度が連続的に測定できれば、常に錫濃度 [Sn] が一定になるような濃度管理を行うことにより、製品品質の安定化と生産性向上が可能となる。

図3-10に、電気錫めっき製造ラインの概要を示す。

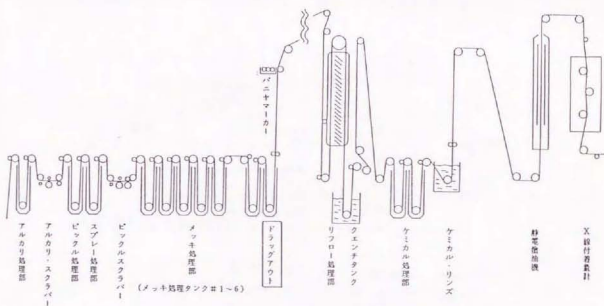


図3-10 電気錫めっき製造ライン

光ファイバ濃度計は、基本的に溶媒に対する溶質全体の濃度を測定するため、2成分系であるドラッグアウト液の錫濃度計として適用する場合、PSAの影響を評価する必要がある。オフラインテストの結果、光ファイバ濃度計に対するPSAと錫の感度は以下の値を示した。

$$\delta[\text{Sn}] \approx 0.06 \text{ g/l}, \quad \delta[\text{PSA}] \approx 0.7 \text{ g/l}$$

P S Aの感度は、錫に比べて1/10以下であり、かつP S Aの濃度変化幅は小さいため、近似的に錫の1成分系とみなせることが確認された。

(1) サンプリング装置

測定対象の $S n^{2+}$ イオンは、きわめて折出しやすくセンサが大気に触れると、 $S n(OH)^2$ の白い膜がセンサに付着するため、写真1に示す測定セル(総積27cc)にセンサを組み込みセンサが大気に触れない構造とした。

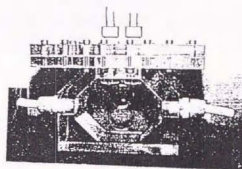


写真1 センサ用測定セル

またセンサの周囲の液体が静止すると汚れが発生しやすいため、常に液体が流れている状態を保つための専用サンプリング系を設けた。図3-11にその系統図を示す。

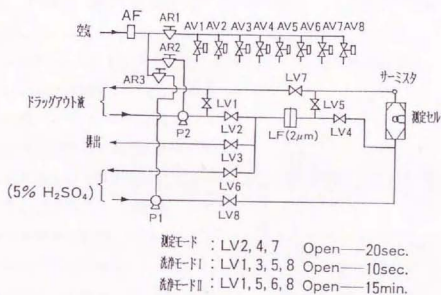


図3-11 サンプリング装置系統図

測定サイクルを測定モード、洗浄モードI、洗浄モードIIに分けそれぞれのモードにおける流体の流れと時間をシーケンサで制御した。

洗浄液と基準校正液は同じもの(H_2SO_4 、5wt%水溶液)を利用し測定シーケンサを簡単化した。測定モードでドラッグアウト液を流し測定終了後、洗浄モードIで洗浄液を流す。この液はドラッグ液が混入するため排出する。

洗浄モードⅡでは、洗浄液を循環させて基準液の消費を抑え、校正もこの間に行うようにした。試行の結果、測定モード：20秒、洗浄モードⅠ：10秒、洗浄モードⅡ：15分が適切であることを確認し、この条件によって4ヵ月に渡る連続測定を実施した。

このほか、センサの汚れ防止対策としては、超音波洗浄なども試みたが、ここで述べた方法が最も効果的であった。

(2) 測定結果

濃度計出力データと化学分析値から錫の濃度を表す(3-31)式に対応する実験式としてつぎの関係式を求めた。

$$[Sn] = 3.94 - 20.31 \ln(E_s/E_c) + 17.2 [\ln(E_s/E_c)]^2 + 0.129 T_s - 0.135 T_c \quad (3-32)$$

ここで、 $[Sn]$ ：錫イオン濃度(g/l)、 E_s, E_c ：ドラッグアウト液、標準液の濃度計出力、 T_s, T_c ：ドラッグアウト液、標準液の温度計出力である。

図3-12は、オンライン測定生データ例である。上段が濃度計出力、下段が温度測定値を示す。パルス状出力のピークに相当する点 $A_i, C_i (i=1, 2, \dots)$ が測定モードにおけるドラッグアウト液の各測定出力(E_s, T_s)を表し、ピーク間のプラトーの部分 $B_i, D_i (i=1, 2, \dots)$ が洗浄モードⅡの部分で標準液を循環しているときの校正出力(E_c, T_c)を表す。

ドラッグアウトの錫濃度は、液の更新直後に低く時間経過と共に高くなるが、これに対応して濃度計の出力 E_s は、液の更新直後に出力が大きく次第に小さくなり、再び液更新にともなって出力が高くなる周期的な動きを示すことが確認された。

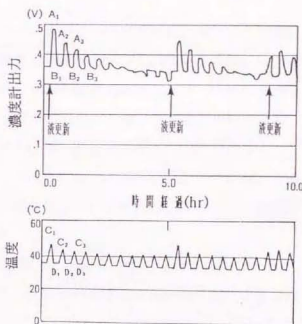


図3-12 オンライン濃度計測定データ例

図3-13は、(3-32)式を用いた光ファイバ濃度計による測定値とオフライン分析値との対応関係を約1ヵ月にわたってプロットした結果である。

図3-13のデータのばらつきは、 2σ で、 0.90 g/l の精度を得、工場要求精度 $\pm 1\text{ g/l}$ を満足できることを確認した。

オンライン測定試験は、4ヵ月連続して実施したが、その間サンプリング系、センサとも順調に動作し実用オンライン測定装置としての見通しを得た。

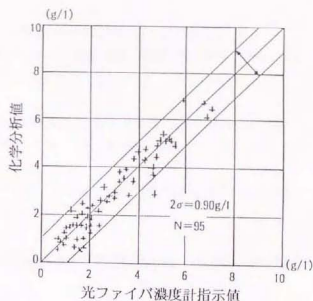


図3-13 光ファイバ濃度計出力とオフライン分析値との対応関係

3.5 むすび

光ファイバ濃度センサの基礎特性から濃度計への応用について述べた。光ファイバ濃度センサは、単純なデバイスであるが、その理論解析を厳密に行うことは簡単ではない。本センサの利用目的およびセンサ製作精度から考えて厳密な理論展開よりは、本質を失わない近似モデルの活用が有効であると考えた。本研究のポイントは、この近似モデルに基づいて低屈折率領域で高感度な8字形センサの考案に至った点である。

実際のラインに適用するに際しては温度補正や汚れに対する補正が重要となるが、この点に関して理論的な解析とエンジニアリング技術を結びつけて解決し、オンライン濃度計として実機化の見通しを得ることができた。

本濃度計の感度は、 $0.1\text{ wt}\%$ オーダと分析機器と比較すれば中程度の感度をもつ濃度計と位置付けられ、高価で高感度なオンライン分析装置を導入する必要のない各種溶液への適用が今後期待される。

第3章 参考文献

- 1) 計測技術研究会 編：“新しいセンサの技術開発と最適な選び方・使い方”、
第5章 成分センサ、pp.746-748、経営開発センター、
(1978)
- 2) 青海、宮崎：“複合型ナトリウムイオン応答ガラス電極の試作とそれを用いた食
品中の食塩の測定”、電気化学、49、pp.657-659 (1981)
- 3) 柳田 博明 編：“検知システム総覧”、V、化学センサ、pp.400-402、技術資料
センター(1982)
- 4) 片岡、柴田、山崎 編：“センサハンドブック”、2編、7章、pp.563-571、培風館
(1986)
- 5) N.S.Kapany et al.: "Photorefractometer", Applied Optics, 2-4, pp.425-430,
(1963)
- 6) D.J.David et al.: "Fiber Optic Refractometer", Rev.Sci.Instrum., 47-9,
pp.989-997 (1976)
- 7) H.Hattori,T.Takco et al.: "Optical Fiber Sensor for Measuring Refractive
Index", Japanese J. Appl. Phys., 21-1, pp.1509-
1512 (1982)
- 8) 川上 彰二郎：“光導波路”、p.97、朝倉書店 (1980)
- 9) M.Born,E.Wolf: "Principles of Optics", p.40,49,102, Pergamon Press (1959)
- 10) C.Kittel: "Introduction to Solid State Physics", p.163, John Wiley & Sons,
2nd ed.(1956)
- 11) 日本化学会編：“化学便覧 基礎編Ⅱ”、p.1258、丸善 (1975)
- 12) 芝 亀吉編：“物理定数表”、p.272,p.275、岩波書店 (1949)

- 13) 日本鉄鋼協会：“光学式濃度計の基礎特性”、第89回計測部会資料、計89-6-2、日本鋼管 システム技術研究所（1985）
- 14) 宮崎、真壁：“導波路型屈折率センサ”、第24回SICE学術講演会予稿集、計測自動制御学会、pp.731-732（1985）
- 15) 宮崎、山田：“光ファイバ濃度計”、第3回センシングフォーラム、計測自動制御学会、pp.81-85（1986）
- 16) 宮崎、山田、佐野：“光ファイバ濃度計”、レーザ協会会報、11-5、pp.5-11（1986）
- 17) 宮崎、山田：“光ファイバ濃度計”、計測技術、1、pp.51-55（1987）
- 18) 宮崎、山田、小峯：“光ファイバ濃度計”、第30回自動制御連合講演会前刷、pp.641-642（1987）
- 19) 鉄鋼協会：“光ファイバ式ETLオンライン錳濃度計の開発”、第98回計測制御部会資料、計制98-3-5、NKKエレクトロニクス研究所、（1987）
- 20) T.Miyazaki, Y.Yamada et al.: "Fiber-Optic Refractometer and its Application to Erosive Fluids", Annual Meeting OSA Technical Digest, p.79(1987), Oct.18-23, 1987, Rochester, NY.
- 21) 宮崎、山田：“光ファイバ濃度センサとプロセスへの応用”、計測自動制御学会論文集、32-2、pp.1-8（1996）

第3章 補遺

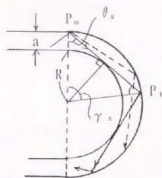
補遺 3-1 曲率部における反射回数

曲率部において最も反射回数が少ない入射角 θ_0 は、右図の幾何学的条件から、次式で求められる。

$$(R+a)\sin\theta_0=R \quad (3A-1)$$

$$\begin{aligned} \theta_0 &= \sin^{-1}[R/(R+a)] \\ &= \sin^{-1}[1/(1+\rho)] \end{aligned} \quad (3A-2)$$

ρ は、曲率パラメータ



入射角 θ が θ_0 より大きくても、小さくても反射回数は増す。

ここで、 θ_0 が臨界角 θ_c より小さければ、反射回数が少ないフレネル反射モードが存在することを意味する。

いま、 $n_0=1.48$ (石英ガラス)、 $n=1.33$ (水) について、臨界角を求めると $\theta_c=65.64^\circ$ となる。

これに対し、 ρ の実用範囲 $0.1 \sim 0.4$ を考えると、 $\theta_0=65.38^\circ \sim 45.58^\circ$ となり θ_c より小さい。したがって、フレネル反射の影響を評価しておく必要がある。

入射角 θ が θ_0 のとき、第1回反射点 P_1 と入射位置 P_0 とのなす中心角を γ_s とすると、1周当たりの最小反射回数 m は、次式で表される。

$$m = [2\pi/\gamma_s], \quad \gamma_s = 2\cos^{-1}\{1/(1+\rho)\} \quad (3A-3)$$

m を、各曲率パラメータについて計算した結果を以下に示す。

ρ	θ_0	γ_s	m
0.1	65.38°	49.24°	7
0.2	56.44°	67.10°	5
0.3	50.28°	79.40°	4
0.4	45.58°	88.83°	4
0.5	41.81°	96.38°	3

つまり、フレネル反射モードは、 $\rho = 0.1 \sim 0.4$ の範囲では、1周当たり最小4回の反射をする。また、フレネル強度反射率⁹⁾ $R(\theta)$ は、 θ が臨界角の近傍を除けば 10^{-3} オーダーと小さく無視できるが、モード分布密度を考慮して平均するとほぼ0.02となる。

$$R(\theta)_{av} = \frac{\int_0^{\theta_c} R(\theta) \sin \theta d\theta}{\int_0^{\theta_c} \sin \theta d\theta} \approx 2 \times 10^{-2} \quad (3A-4)$$

この場合、フレネル反射の影響は、 $\rho = 0.1 \sim 0.4$ の範囲では $(2 \times 10^{-2})^4 = 1.6 \times 10^{-7}$ 以下となり、無視することができる。

つまり、センサを1巻きすればフレネル反射の影響は無視できる。

補遺3-2 結合部のNAを考慮した場合の透過光量

センサの出力光のすべてのモードが検出できない場合、例えばセンサを小さなNAの光ファイバで接続した場合などは、積分の下限が臨界角 θ_c ではなく受光光ファイバのNAに対応する入射角 θ_{NA} になる。この場合は、(3-13)式の積分は下記のようなになる。

$$\Phi(n^*, \rho) \sim 2 \left[\int_{\xi_1}^{1/2} d\xi \int_{\theta_b}^{\pi/2} \sin \theta d\theta - \int_{\xi_{NA}}^{1/2} d\xi \int_{\theta_b}^{\theta_{NA}} \sin \theta d\theta \right] \quad (3A-5)$$

(8字形センサ)

ここで、
 θ_{NA} : NAに対応する等価入射角、
 $\xi_{NA} = (n/n_0)(1+1/\rho)(1/\sin \theta_{NA}) - 1/\rho$ 、

である。

基礎実験に用いたセンサの場合、 $\theta_{NA} = 6.7^\circ$ であった。(c.f.水の場合のセンサの臨界角は $\theta_c = 65.64^\circ$)

補遺3-3 光ファイバ濃度計出力の補正式

本文中の(3-29)式、

$$E_c = \kappa [E_{c0} + \beta_c T_c / G' (E_{c0})] \quad (3A-6)$$

および本文中の(3-30)式から

$$\alpha_s X_s + \beta_s T_s + \gamma_s = G(E_s/\kappa) \quad (3A-7)$$

(3A-6)式から κ を求めて(3A-7)式の右辺に代入すると次式を得る。

$$G(E_s/\kappa) = G\{E_s/E_c [E_{c0} + \beta_c T_c / G'(E_{c0})]\} \quad (3A-8)$$

[] 内の第2項は、第1項に比べて小さいため次式の近似を行うことが可能である。

$$G(E_s/\kappa) \approx G(E_s E_{c0}/E_c) + G'(E_s E_{c0}/E_c) (E_s/E_c) \beta_c T_c / G'(E_{c0}) \quad (3A-9)$$

ここで、本文(3-24)及び、その微分式の関係を利用すると次式を得る。

$$G(x) = a(\ln x)^2 + b(\ln x) + c \quad (3A-10)$$

$$G'(x) = 2a(\ln x)/x + b/x \quad (3A-11)$$

この両式を用いると、(3A-9)式中の第1項、第2項は次式で表される。

$$G(E_s E_{c0}/E_c) = a[\ln(E_s/E_c)]^2 + (b+2a \ln E_{c0}) \cdot \ln(E_s/E_c) + a(\ln E_{c0})^2 + b \ln E_{c0} + c \quad (3A-12)$$

$$G'(E_s E_{c0}/E_c) (E_s/E_c) \beta_c T_c / G'(E_{c0}) = \beta_c T_c \{1 + [2a \ln(E_s/E_c)] / [2a \ln E_{c0} + b]\} \quad (3A-13)$$

(3A-12)、(3A-13)を(3A-9)式に代入し、結果をさらに(3A-7)式に代入し、 X_s について整理すると、最終的に本文(3-31)式で示した次式を得る。

$$X_s = k_0 + k_1 \ln(E_s/E_c) + k_2 \{\ln(E_s/E_c)\}^2 + k_3 T_s + k_4 T_c \quad (3A-14)$$

ここで、各係数 $k_0 \sim k_3$ は定数、 k_4 も近似的に定数とみなせ以下の式で表される。

$$k_0 = 1/\alpha_s [a(\log E_{c0})^2 + b(\log E_{c0}) + c - \gamma_s]$$

$$k_1 = 1/\alpha_s [2a(\log E_{c0}) + b]$$

$$k_2 = a/\alpha_s$$

$$k_3 = -(\beta_s/\alpha_s)$$

$$k_4 = (\beta_c/\alpha_s) \{1 + 2a[\log(E_s/E_c)]/[2a(\log E_{c0}) + b]\}$$

第4章 高炉炉内ガス流速センサ

4.1 まえがき

炉内の軟化融着帯形状を最適に制御することが、高炉における反応効率、エネルギー効率、操業安定性の面から最も重要であると言われている。この軟化融着帯形状は炉内ガス流分布と上からの装入物分布によって支配される。

装入物分布に関しては、炉頂部のムーバブルアーマなどにより装入物の装入位置を制御してO/C比(鉱石層とコークス層の層厚比)の分布制御が可能であり、層厚分布も重垂式やマイクロ波レベル計によって計測可能となっている¹⁾。

他方、炉内のガス流分布計測に関しては、適当な手段がなくその開発が強く望まれている。

高炉炉内ガス流速センサの開発は鉄鋼各社によって試みられており、これまで報告された主な流速計として、以下のものが挙げられる。

- ①タービンメータ²⁾ ②ピトー管の応用³⁾ ③熱線風速計⁴⁾ ④フルイディク流速計⁵⁾

これらは、いずれも比較的条件的の良い炉口空間部の流速を測定しようとしたものであるが、測定環境の厳しさから未だに実操業で使用できるものが開発されていない。

炉口部の流速分布は炉口部のガス導管の影響を受けるため、真に欲しい炉内のガス流速分布と必ずしも一致しない。ここでは、高炉炉内のガス流速を測定できるセンサの開発を目標とした。炉内のガス温度は炉口部のガス温度(100℃~400℃)より高温であり、粒子やダストの大きさ、量などの条件もさらに厳しくなる。この章では、ダストや粒子に対して十分な機械強度をもち、かつ常温から600℃以上の高温ガスの流速測定ができる加熱式流速センサの開発について述べる。

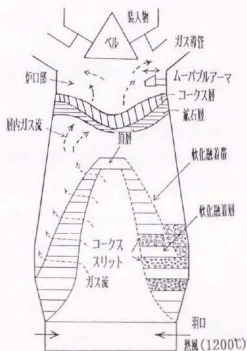


図4-1 高炉軟化融着帯構造

4. 2 開発目標と課題

操業例と開発目標とセンサに要求される性能についてまとめた結果を以下に示す。

- 1) センサは、常温～800℃の耐久性を持つこと。
- 2) 可動部がなく、振動や粒子の衝突に対しても十分な機械的強度を持つこと。
- 3) ガスは、多量の粉塵や粒子を含むため、測定孔の詰まりなどに対処できるものであること。
- 4) 10 m/s 以下の低流速が測定できること。
- 5) センサは、ガス流速分布（相対値）を±10%の精度で測定できること。

従来試みられた方法は、いずれもこれら5つの条件を満足することができなかった。

これらの課題に対して、耐久性、耐環境性を第1優先と考えた結果、流れの中に置かれた加熱体の対流熱伝達係数を測定する方法を選定した。この原理に基づく加熱式流速センサは、測定孔や可動部をもたず、センサの大きさ、強度などを任意に選ぶことが可能であり、上記1)～4)の条件は満足できる可能性が高い。しかし、精度については不確定であるため基礎実験で確認する必要がある。

ここで、測定すべき高炉炉内ガスの諸元について表4-1に示す。

表4-1 高炉炉内ガス諸元

- | |
|---|
| <ul style="list-style-type: none">・ ガス成分（モル比）： N_2 (55%)、CO_2 (22%)、CO (21%)、H_2 (2%)・ 平均分子量： 31（$\rho=1.38\text{kg/m}^3$ @ 0℃, 1atm）・ 粘度： $\sim 1.7 \times 10^{-5} \text{N}\cdot\text{s/m}^2$（@ 0℃）、$\sim 4.0 \times 10^{-5} \text{N}\cdot\text{s/m}^2$（@ 600℃）・ 温度： 300~800℃（@ 600℃）・ 圧力： 2.5~3.0 $\text{kg/cm}^2\text{G}$・ 平均ガス流速： 空炉流速 $\sim 1.9\text{m/s}$（装入物が無いと仮定したときの流速）・ ダスト量： $\sim 40\text{g/m}^3$； <125μm (55%)、125~250μm (24%)、250~500μm (14%)
500μm < (7%)（高炉ガス集塵機での計；参考値） |
|---|

4. 3 加熱式流速センサの原理と課題

ガス流れ中の加熱体の温度変化は一般に次式に従う⁹⁾。

$$H_w(dT/dt) = -h_c A(T - T_g) - Q_r + Q_{in} \quad (4-1)$$

ここで、

t : 時間、 T : 加熱体代表温度、

T_g : ガス温度、 H_w : 加熱体熱容量、

A : 伝熱面積、 h_c : 対流熱伝達係数、

Q_r : 放射伝熱量、 Q_{in} : 加熱体への投入熱量、である。

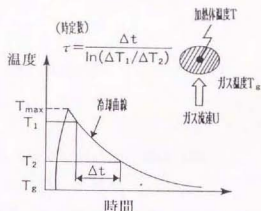


図4-2 流れ中の加熱体の冷却曲線

加熱体をガス温度を基準にして一定温度まで加熱した後、加熱をやめて冷却させる。冷却は対流伝熱のみと仮定すれば、冷却曲線は指数関数となる($Q_r = 0$ 、 $Q_{in} = 0$ を仮定)。

$$\Delta T = \Delta T_{max} \exp(-t/\tau) \quad (4-2)$$

$$\Delta T = T - T_g, \quad \Delta T_{max} = T_{max} - T_g, \quad \tau = H_w / h_c A \text{ (時定数)}$$

H_w を定数とみなすと(補遺4-1参照)、時定数 τ は次式で表される。

$$\tau = \text{Const.} (1/h_c) \quad (4-3)$$

他方、 τ は、冷却曲線上の2つの温度レベル T_1 、 T_2 の間の冷却時間 Δt から次式で求められる。

$$\tau = \Delta t / \ln(\Delta T_1 / \Delta T_2) \quad (4-4)$$

ここで、 ΔT : 加熱体とガスの温度差、 T_{max} : 加熱最高温度、 T_1 、 T_2 : 時間測定温度レベル、である。

対流熱伝達係数 h_c を求める他の方式として、(4-1)式の左辺が0になるように投入パワー Q_{in} を制御して Q_{in} から h_c を求めることも可能である ($Q_r = 0$ を仮定して) が、時定数測定方式は、単純で常時加熱する必要がなく耐久性の面で有利と考えられる。

乱流中に置かれた加熱体の対流熱伝達係数 h_c は、一般にレイノルズ数 Re 、プラントル数 Pr の関数であり一般的に次式で与えられる⁷⁾。

$$h_c = C(k/D)(Re)^m(Pr)^n, \quad (m, n \text{ は実数}) \quad (4-5)$$

$$Re \equiv \rho DU / \mu, \quad Pr \equiv \mu C_p / k$$

ここで、 ρ : 流体密度、 k : 境膜熱伝導率、 μ : 流体粘度、 C_p : 流体比熱、

U : 流体速度、 D : 加熱体径、 C : 比例定数、である。

ところで、プラントル数 Pr は、ガスの場合、温度、圧力によらずほぼ一定の値 (空気の場合、約 0.7) をもつため⁸⁾、 h_c はレイノルズ数の関数とみなすことができる。

つまり、時定数 τ はレイノルズ数を通して流速 U あるいは質量流速 ρU に関係し、次式が成立する。

$$\tau = \text{Const.} (D/k) (\rho DU / \mu)^{-m}, \quad (m \text{ は実数}) \quad (4-6)$$

(4-6)式において、粘度 μ 、熱伝導率 k は、次式で表される温度依存性をもつ⁹⁾。

$$\mu, k = \text{Const.} (T_{g, \infty})^{1.5} / (T_{g, \infty} + C_s) \quad (4-7)$$

ここで、 $T_{g, \infty}$: ガスの絶対温度 (K)、 C_s : Sutherland 定数 ($10^3 \theta$ - θ)、である。

(4-7)式を(4-6)式に代入すると、冷却時定数 τ の温度依存性および流速との関係が(4-8)式で与えられる。

$$\left. \begin{aligned} \tau &= \text{Const.} [(T_{g, \infty})^{1.5} / (T_{g, \infty} + C_s)]^{m-1} (\rho U)^{-m} \quad (\text{質量流速}) \\ &= \text{Const.} (T_{g, \infty})^m [(T_{g, \infty})^{1.5} / (T_{g, \infty} + C_s)]^{m-1} (U)^{-m} \quad (\text{実流速}) \end{aligned} \right\} (4-8)$$

ここで、実流速に関しては、さらに密度 ρ の温度依存性を考慮している。

図4-3は、流速を一定とした場合の時定数の温度依存性を、(4-8)式を用いて計算した結果である。ここで、 m の値は0.5~1.0の範囲とし、Sutherland 定数 C_s は100を仮定した。縦軸は、時定数 τ と常温における時定数 τ_{20} との比を示している。

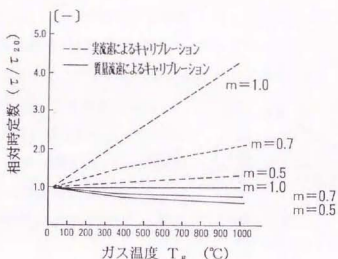


図4-3 時定数の温度依存性(放射伝熱は無視)

図4-3から、以下の点が明らかになった。

- 1) 時定数は実流速 U より質量流速 (ρU) で校正したほうが指数 m の値にかかわらず温度の影響が小さい。
- 2) 実流速で校正すると時定数はガス温度が高くなるほど大きくなる傾向を示すが、質量流速で校正した場合はほとんど変化しないか、僅かに小さくなる傾向を示す。

以上の議論は、放射伝熱を無視した場合であるが、ここで放射伝熱の影響を評価する。加熱体の対流伝熱量 Q_c と放射伝熱量 Q_r 、(灰色体と仮定)は、一般に次式で表される。

$$\left. \begin{aligned} Q_c &= h_c A (T_k - T_{g,k}) \\ Q_r &= \varepsilon \sigma A (T_k^4 - T_{g,k}^4) \end{aligned} \right\} \quad (4-9)$$

ここで、

T_k 、 $T_{g,k}$: 加熱体およびガスの絶対温度、 h_c : 対流熱伝達係数、 A : 伝熱面積、 σ : ステファン-ボルツマン定数、 ε : 放射率、である。

計算は、対流熱伝達係数 h_c の特性が明らかになっている円柱加熱体を例にとる。

流れに直角に置かれた円柱加熱体の h_c は次式で表される^{10), 11)}。

$$h_c = 0.27(k/D)(Pr)^{1/3}(\rho DU/\mu)^{0.6} \quad (4-10)$$

(4-9)式および(4-10)式を用いて対流伝熱量 Q_c と放射伝熱量 Q_r の比を計算したものを図4-4に示す。ここで、それぞれの式で $\varepsilon = 1$ 、 $Pr = 0.7$ を仮定した。

図4-4から、ガス温度が 400°C を越えると放射伝熱の影響は顕著となり、実際の時定数はガス温度の上昇とともに、図4-3で示す値より全体的に小さくなることが予想される。

そこで、実際に図4-5に示す円柱形の加熱式センサを試作し、高温風洞¹¹⁾にて流速と時定数の関係を測定した。

加熱体はKシーツ熱電対の周囲に外径 1mm のシーツヒータを巻き、その周囲をSUS管で保護をしたものである。支柱部とは酸化マグネシウムで熱絶縁させてある。

図4-6は、高温風洞にて空気を用いて、温度を常温から 600°C まで変化させたときの時定数と流速の関係を示す。

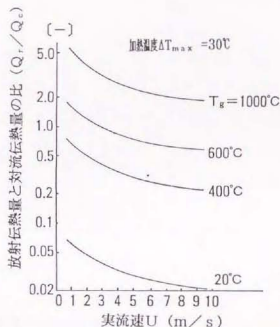


図4-4 (Q_r/Q_c) の温度依存性

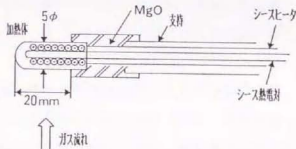


図4-5 円柱形加熱センサ

注1) 高温熱線風速計の校正用風洞で(株)関西テックより借用した。能力は、最高風温 600°C 、流速 7m/s である。温度はK熱電対温度計、風速値は校正されたJ I S 皮ト一管と微差圧計を用いて測定している。

(a)が実流速Uで校正したもの、(b)が標準状態に換算した流速 U_n (質量流速)^{注2)}で校正した場合である。

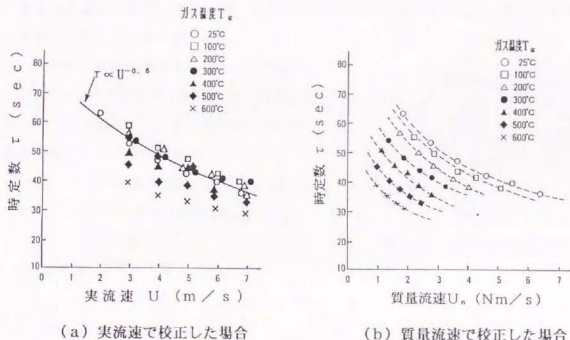


図4-6 円柱形加熱センサの時定数と流速の関係

この実験結果から以下の点が明らかになった。

- 1) 常温下では、測定値の再現性は良好で測定誤差は σ で $\pm 2\%$ 以下である。時定数 τ と流速の関係は、 $m=0.6$ の関係をもち、(4-10)式で予想されたものと一致する。
- 2) 実流速で校正すると、時定数はガス温度上昇とともにはじめ大きくなる傾向を示すが、300°Cを越えると逆にガス温度上昇とともに小さくなる。他方、質量流速で校正した場合は、温度上昇とともに時定数は極端に小さくなり、実流速で校正した場合よりも温度の影響を強く受けている。

注2) 質量流速は定義から ρU であるが、これを標準状態に換算すると $\rho U = \rho_0 (P / 1.03) (273 / T_{g, s}) U = \rho_0 U_n$ 、ここで、 $U_n = (P / 1.03) (273 / T_{g, s}) U$ 、 ρ_0 : 標準状態のガス密度、 P : 測定ガス圧力 (kg/cm^2) である。 ρ_0 は一定であるため、 ρU は U_n と等価である。

実験結果2)は、図4-3の計算結果と矛盾する。実験結果2)は、温度上昇とともに冷却速度が著しく大きくなることを意味しており、図4-4で示した放射伝熱冷却効果が大きく影響していることが実験的にも確認された。

放射伝熱量は、流速に関係しないため測定誤差を小さくするためには、その量をできる限り小さくすることが必要である。

一般的に、放射伝熱量を低減化するためには、図4-7に示すように加熱体プローブを放射シールドで囲み、シールド温度をプローブ温度と等しくなるように制御すれば良い。

図4-7の場合、放射伝熱量は次式で表される(プローブ、シールドは黒体を仮定)¹²⁾。

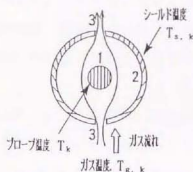


図4-7 放射伝熱低減対策

$$Q_r = F_{12} \sigma A (T_k^4 - T_{s,k}^4) + F_{13} \sigma A (T_k^4 - T_{g,k}^4) \quad (4-11)$$

ここで、

T_k : プローブ絶対温度、 $T_{s,k}$: シールド絶対温度、 $T_{g,k}$: ガス絶対温度、

F_{11} : 形態係数 ($F_{12} \ll 1$)、である。

もし、シールド温度をプローブ温度に等しく制御できるならば、(4-11)式の第一項は0となり、放射伝熱量はガス流路である小さな開口部に限定されて小さくなる。

しかし、一般的にはプローブとシールドは大きさや形状は異なり、加熱・冷却時定数も一致しない。このため、シールドの温度をプローブの温度に追従して等しく制御するためには、シールド体に加熱と冷却の両方ができる機能を与えなければならない。

他方、耐久性が重要となる高炉用センサとしては、可能な限り単純な構造が望ましく、放射伝熱低減対策が本質的な課題となった。

4. 4 2重コイル型シールドセンサ

4. 4. 1 センサの構造

放射シールド部の冷却時定数をプローブ加熱体のそれより小さくすることができれば、センサの構造を単純化できる。この場合、放射シールド部は、冷却過程において内側プローブより常に早く冷却するため、ヒータによる加熱作用のみにより放射シールド部を内側プローブ温度に等しく制御することが可能になる。

図4-8に示すように、線径 d と高さ H を一定とすれば、コイル状加熱体の冷却時定数はコイルの巻き径 D にあまり依存せず、 D が大きくなると時定数はわずかに小さくなる。

この結果に加えて、つぎに2重コイル構造にすると、外側コイルの放射伝熱量は内側コイルより一般に大きくなるために、必ず外側コイルの冷却時定数がより小さくなる。

外側コイルをシールドに、内側コイルをプローブとすれば意図したシールド型のセンサが可能となる。図4-9に、この2重コイル型シールドセンサの概要図を示す。

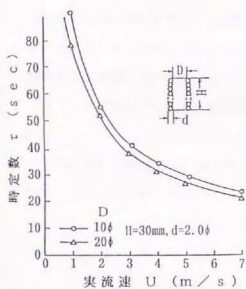


図4-8 コイル巻き径 D の変化と時定数への影響

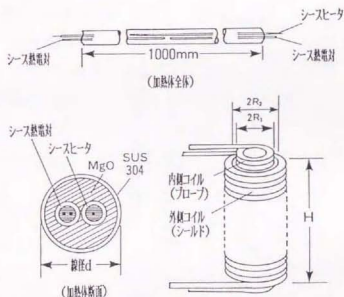


図4-9 2重コイル型シールドセンサの構造

図4-9の上部に線状加熱体の全体透視図を示す。SUS管の両端から2本シース熱電対が挿入され中央でそれらの先端が接している。また、シースヒータが1本挿入されている。

左下に示した図は、この線状加熱体の断面図である。また、右下に示した図は、この線状加熱体2本を巻き径の異なる2つのコイル形に加工し、2重に組み合わせたセンサ全体形状を示している。

図4-10は、2重コイル型シールドセンサの冷却曲線をシールド温度制御した場合としない場合について示した例である。シールドの温度制御性は安定しており、偏差量も小さく高々1℃以下である。

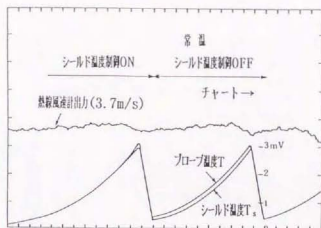


図4-10 2重シールド型センサの加熱冷却曲線

4. 4. 2 放射伝熱低減効果

図4-11に示すように、2重コイル型シールドセンサを2つの円筒体の組合せと考えると放射伝熱低減効果を計算した^{(23)・(24)}。

シールドがない単一コイルの放射伝熱量 $Q_{r, \omega/0}$ およびシールドによる温度制御を行った場合のプロープの放射伝熱量 $Q_{r, \omega}$ は、それぞれ(4-12)、(4-13)式で表される。

$$Q_{r, \omega/0} = A_2 \varepsilon [1 + (2A_1' / A_2) + \Phi] \sigma (T_k^4 - T_{e, k}^4) \quad (4-12)$$

$$Q_{r, \omega} = A_2 \varepsilon [(2A_1' / A_2) + \Phi + \Psi] \sigma (T_k^4 - T_{e, k}^4) \quad (4-13)$$

ここで、

$$\Phi = (A_1 / A_2) F_{1,4} / [1 - (1 - \varepsilon) F_{1,1}],$$

$$\Psi = \{ F_{2,5} [1 - (1 - \varepsilon_s) F_{3,3}] + (1 - \varepsilon_s) F_{2,3} F_{3,5} \} / [1 - (1 - \varepsilon_s) F_{3,3} - (1 - \varepsilon_s) (1 - \varepsilon_s) F_{3,2} F_{2,3}],$$

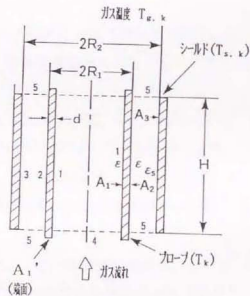


図4-11 2重コイル型シールドセンサ断面図

F_{11} : 形態係数 (公式により計算可能、補遺 4-2 参照)、 ε_1 、 ε_2 : プロープ、シールドの放射率、である。

図 4-1 2 に $Q_{r,w/o}$ と $Q_{r,w}$ の比を計算した結果を示す。放射伝熱低減効果は、プローブの外周半径 R_1 とシールドの内周半径 R_2 の比を表す径比パラメータ R 、 R_1 とシールド高さ H の比を表す長さパラメータ L 、およびプローブとシールドの放射率で決定される。

R は小さいほど、また L は大きいほど低減効果は大きくなる。また、放射率に関しては、 ε_1 は大きいほど、 ε_2 は小さいほど放射伝熱は低減する。図 4-1 2 から ε_1 が大きいほど低減効率は小さくなっているが、 ε_2 に対する依存性は非線形で弱い。これに対して、プローブの放射伝熱量は ε_2 に対してほぼ線形で効くため、全体で考えると ε_2 は小さいほど効果的である。このため、シールドの内壁は放射率 0.94 の耐熱塗料を塗って放射率を大きくし、プローブには何も塗らず小さいままにした。

パラメータ R は、製作上極端に小さくできず 1.5 程度が限界である。また、 L は 4 以上になると効果が緩やかになるのに対し、時定数の絶対値や加熱用電源パワーが大きくなる不利を生ずるため、ここでは 4~5 程度の値を選定した。図 4-1 2 より、パラメータ R を 1.5 以下、 L を 4 以上とればシールドによる温度制御により、放射伝熱量を 30% 以下に低減できることが示された。

次に、対流伝熱量 Q_c に対する放射伝熱量 $Q_{r,w}$ の比 ($Q_{r,w}/Q_c$) を推算してみる。 $R=1.5$ 、 $L=4.3$ 、 $\varepsilon_1=0.94$ 、 $\varepsilon_2=0.3$ 、 $\Delta T_{max}=30^\circ\text{C}$ を仮定すると、ガス温度 600°C 、流速 4 m/s の条件に対して、($Q_{r,w}/Q_c$) は 0.1 以下になる。ここで、 Q_c は供給パワー Q_{10} の実測値から推定した。

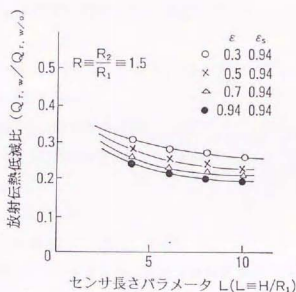


図 4-1 2 2重コイル型シールドセンサの放射伝熱低減効果

4. 4. 3 実験装置

2重コイル型シールドセンサを利用した高炉内ガス流速センサを試作した。センサの諸元を以下に示す。

- a) コイル線径 d : 3.2 mm ϕ (Kシース熱電対:SUS316 外径1.0mm ϕ 、素線径0.2mm ϕ 、シースヒータ:SUS316 外径1.0mm ϕ 、素線径0.3mm ϕ)
- b) プロープコイル巻き径 D_1 : 10 mm ϕ (外周半径 $R_1 = 8.2$ mm)
- c) シールドコイル巻き径 D_2 : 24 mm ϕ (内周半径 $R_2 = 12.0$ mm)
- d) シールド高さ H : 35 mm
- e) パラメータ R, L : $R = 1.5, L = 4.3$
- f) ガス温度計 : Kシース熱電対 (外径3.2 ϕ)

図4-13に流速測定回路のブロック図を示す。シールド部の温度を常に内部プロープコイルの温度に等しく制御していることが特徴である。シールドの温度制御性は安定しており、オーバーシュート量、偏差量も無視できるほど小さい。

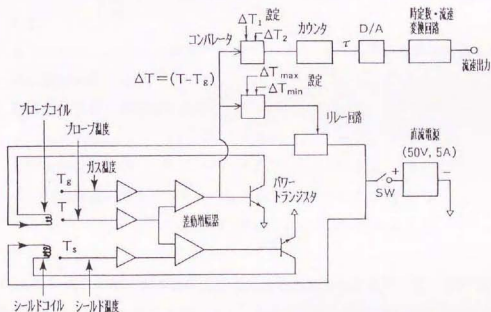


図4-13 2重コイル型シールドセンサの流速測定回路

図4-13では、煩雑さを避けるためセンサを内側プロープと外側シールドに分離して示してある。さらに、プロープ、シールド温度計も実際にはそれぞれのコイル内部に固定

されているが、ここでは外に取り出した形で示してある。基準となるガス温度の測定は、通常のKシーす熱電対で測定される。

以下に、測定のシーケンスと各設定パラメータを示す。図4-14は、測定時における実際の加熱冷却曲線のパターンである。

① 測定開始ボタンを押すと、プローブ温度 T とガス温度 T_g の差出力 ΔT が、 ΔT_{max} に達するまで、プローブ、シールドが加熱される。

② ΔT が ΔT_{max} に達した時点で、プローブの加熱は停止され冷却過程に入る。

シールドは、シールド温度 T_s とプローブ温度 T の差が常に0になるように加熱温度制御される。

③ 冷却過程で、所定のレベル ΔT_1 、 ΔT_2 の間の時間差 Δt を測定し時定数を求める。測定値は、次の測定終了時まで保持される。

④ ΔT が ΔT_{min} に達した時点で再びプローブ、シールドの加熱が開始され、以後、同じ動作を繰り返す。

⑤ 各設定パラメータを以下に示す。

a) 最高加熱温度: $T_{max} = T_g + \Delta T_{max}$, $\Delta T_{max} = 30^\circ\text{C}$

b) 加熱開始温度: $T_{min} = T_g + \Delta T_{min}$, $\Delta T_{min} = 15^\circ\text{C}$

c) 時間測定レベル: $T_1 = T_g + \Delta T_1$, $\Delta T_1 = 26^\circ\text{C}$

$T_2 = T_g + \Delta T_2$, $\Delta T_2 = 21^\circ\text{C}$

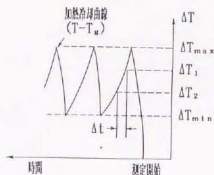


図4-14 センサの加熱冷却曲線

ΔT_{max} は、大きいほどガス温度変動などの外乱に強くなるが、センサの耐久性や放射伝熱量の面からは小さいほど有利になる。本研究では、耐久性を優先して 30°C に設定した。

4. 4. 4 高温風洞試験

図4-15に示したものは、2重コイル型シールドセンサの時定数と流速の対応関係を示したものであり、円柱加熱体に対する図4-6に対応する。(a)に示したものが実流速Uで校正した場合、(b)に示したものが質量流速 U_0 で校正した場合である。

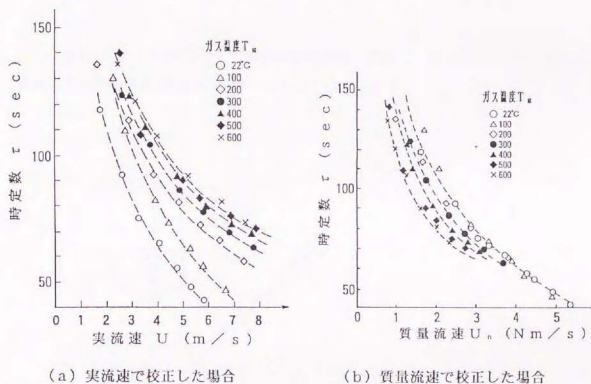


図4-15 2重コイル型シールドセンサの時定数と流速の関係

実験結果を以下にまとめる。

- 1) 時定数 τ と実流速Uの対応をとるとガス温度上昇とともに時定数が大きくなり、質量流速 U_0 との対応をとると反対の傾向を示し、かつ温度による特性変化幅が小さくなる。これは、図4-3で述べた計算結果と傾向が一致し、放射伝熱の影響が小さくなったことを示す。(この結果については、念のためシールドの過剰加熱の影響がないか評価し、その可能性がないことを確認した。補遺4-6参照。)
- 2) 時定数 τ と流速Uの関係は、円柱加熱体の場合と同様、 $\tau = C(\rho U)^{-m}$ の形で表される。係数Cおよびmはガス温度の関数である。mの値は常温~600°Cの範囲では0.5~1.0の値をとる。

3) 質量流速で校正した場合、係数Cと指数mは、温度パラメータXを(4-14)式で定義すると、Xの簡単な実験式で表される。

$$X \equiv 1 + T_g / 273, \quad T_g: \text{ガス温度 (}^\circ\text{C)} \quad (4-14)$$

$$C = k_1 - k_2 X, \quad m = 1.0 - k_3 X^2 \quad (4-15)$$

ここで、 k_1 、 k_2 、 k_3 は定数であり、実験結果より

$$k_1 = 854, \quad k_2 = 196, \quad k_3 = 0.0532 \quad (4-16)$$

を得た。

(4-14)~(4-16)式を用いて温度補正を実施した場合のセンサの出力値(質量流速)と高温風洞基準流速値(質量流速)の対応を図4-16に示す。

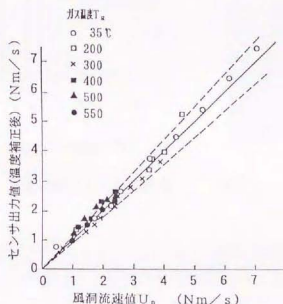


図4-16 温度補正後のセンサ測定値と風洞流速値の関係

図4-16の結果から、風温が常温から600°Cの範囲、また質量流速 U_0 が0.7~7 Nm/sの領域において、 $\pm 1.0\%$ の精度が達成された³⁾。

注3) 実流速で0~7m/sの範囲を考慮しているため、高温における質量流速値の範囲は小さくなる。しかし、対流伝熱量は温度に大きく依存せず質量流速で決定されること、放射伝熱量が大幅に低減化されていること、係数C、mの補正は温度のみの関数であり0.7~3Nm/sの領域では常温から高温まで精度が確立されていることを考慮すると、高温の場合にも7Nm/sまで外挿できる可能性は高いと考える。

4. 5 高炉オンライン試験

4. 5. 1 試験装置

センサを図4-17に示すゾンデに組み込み³⁴⁾、炉頂部装入物表面から3.3m下方、炉壁より炉内へ150mm入った位置に設置した。

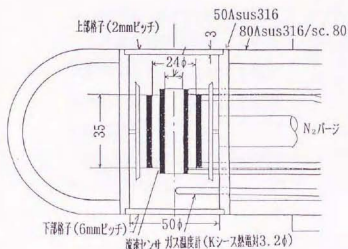


図4-17 流速測定ゾンデ先端構造

写真1 下部格子から見たセンサ

センサゾンデの主な仕様

- 流速センサ： 2重コイル型シールドセンサ
- ガス温度計： SUS316Kシース温度計（外径3.2φ）
- ゾンデ： 80A SUS316（スケジュール80）のパイプに径50mmφの穴をくり抜き、流速センサとガス温度計を取り付けた。
穴の上下は、それぞれ間隔2mm、6mm間隔の格子構造とした。
水冷は行わず、実験を行わないときは空素バージを実施し耐久性を確保した。
- センサ設置位置： 炉頂装入物表面下3.3m、炉壁より150mm内部に固定。

注4) スリットによる抵抗のためセンサの測定値は周囲自由空間の流速値より小さくなる。しかし、ゾンデが装入物内に入るとセンサ部の圧損は周囲より小さくなり、この部分へのガスの流れ込みがある。この関係は実験によって評価された（補遺4-3参照）。

4. 5. 2 測定結果

1) 図4-18は、休風立ち上がり時の測定結果を示す。送風量に比例して流速値が増加していることが計測された。休風時には装入物面が下がるため、ソンドはまだ装入物の中に入っていない状態である。炉内のガス温度も乱れがなく、安定した測定が可能であった。

図4-19は、そのときの測定チャートである。

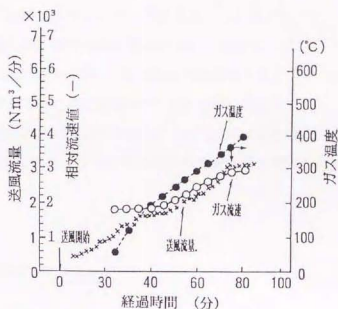


図4-18 休風立ち上がり時の相対流速変化

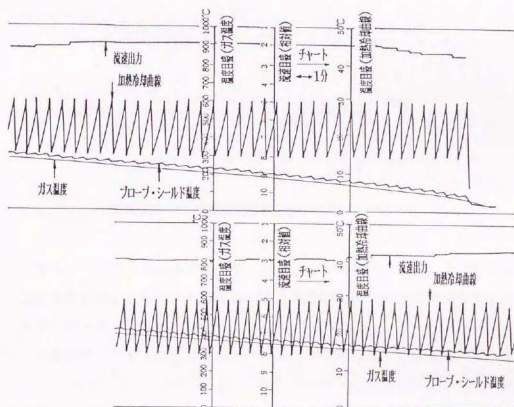


図4-19 休風立ち上がり時の測定データ

- 2) 図4-20は、通常操業時における測定チャート例でありゾンデが装入物層内に入った状態である。この場合、流速測定値に10~12分の周期的な動きが観測された。これは装入物の降下速度に一致しておりセンサが空隙率の小さな鉱石層にある場合と空隙率の大きなコークス層にある場合の差が表れたものと推定される。

オフラインでのモデル実験から(補遺4-3参照)、鉱石層中の流速測定値はコークス層中の約2倍の値を示し、絶対値としては空塔流速²⁵⁾の約4倍の値を示すことが確認されている。この知見と実炉における空塔流速値1.9 Nm/sを考慮すると、図4-20における実測値は絶対値としても妥当な値であり実炉層内のガス流速を捕えていると結論できる。

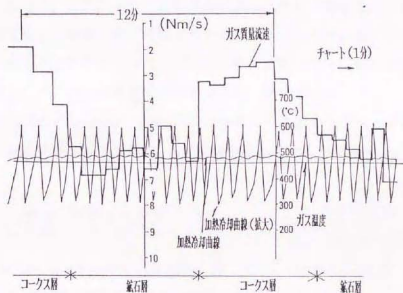


図4-20 通常操業時における測定チャート

- 3) 他方、ガス温度変動速度が大きくなると、冷却曲線の乱れにより測定困難になる場合が生じた。この最大の要因は、ガス温度計と流速センサの温度変化に対する応答速度が大きく異なっていた(1.8倍)ことによる。
- 4) 測定期間中のガス温度は300~700°Cであった。2~3回/週、2hr/回の

注5) 装入物がないと仮定したときの平均流速を表し、送風流量を単純に流路断面積で割った値に等しい。

測定頻度で、測定中以外はN₂バージを実施した結果、センサは3ヶ月の耐久性が確認された。

4. 5. 3 課題と対策

実炉試験の結果、ガス温度の乱れが小さければ常温から700℃程度までは適用できる見通しを得たが、炉内のガス温度が変動したときの対策が必要であることが明らかになった。今回の実験では、ガス温度計の応答速度は流速センサより1.8倍大きく、ガス温度が急に変動したときに、流速センサの温度出力とガス温度計の温度出力に見かけ上の差が発生した。そのため、流速センサの温度出力とガス温度計出力の差である加熱冷却曲線が乱れて測定困難になった。したがって、この問題はガス温度計と流速センサの応答速度を一致させれば解決できる。実際、全く同じ2重コイル型シールドセンサ2つを用いて一方をガス温度測定に使用することによりこの課題が大幅に改善できることを確認した。

もう一つの対策として、パワー測定方式を用いることが考えられる(補遺4-4参照)。これは、(4-1)式において、 $(dT/dt) = 0$ になるように供給電力 Q_{in} を制御し、 Q_{in} から対流熱伝達係数を求めるものである。 Q_c を無視すれば次式が成立する。

$$Q_{in} = h_c A (T_{max} - T_g) \quad (4-17)$$

この場合、測定値は冷却曲線の形に直接関係しないため、前述の応答速度の対策と一緒に実施すればガス温度変動に対するロバスト性はさらに高くなると考えられる。ただし、耐久性に関しては今後確認する必要がある。

他方、炉内のさらに深部の流速を測定するためには、800℃以上の耐久性が必要とされる。このセンサで最も弱い部分は、シースヒータ素線(ニクロム線)と電流供給リード線(カントル線)の銀ろう接続部である。この部分の温度は、ガス流れに直接さらされないため銀ろうの保証限界800℃を越える可能性がある。この部分の耐久性向上に対しては、発熱部とリード部に接続点がない一体シース構造のコールドエンドヒータが有効と考える(補遺4-5参照)。

4. 6 む す び

高温で微粒子やダストを多量に含む高炉炉内ガス流速測定に適した2重コイル型シールドセンサを開発した。このセンサは機械強度にすぐれ、またダストによる詰まりの問題もない。このセンサの外側シールドコイルの冷却時定数が、内側プローブコイルより小さくなる性質を利用し、シールドを加熱作用のみにより温度制御して放射伝熱による誤差を大幅に低減化した。また、センサの冷却時定数をガス温度の簡単な実験式で補正することにより、質量流速 $0.7 \sim 7 \text{ Nm/s}$ の領域で、ガス温度については常温から 600°C 程度の範囲にわたり $\pm 10\%$ の測定精度を達成した。高温風洞の能力から、 600°C 以上の精度確認はできなかったが、この原理はさらに高温までのガス流速測定に適用できる可能性がある。

本センサを高炉炉内ガス流速計に応用するために実炉試験を行った結果、ガス温度が急変する場合を除いては実用可能性を確認した。ガス温度の変動に対処するためには、センサとガス温度計の応答速度を一致させることおよびパワー測定方式が有効と考えられる。

また、本センサは、高炉炉内ガスだけでなく高温でダストを含む一般のガス流速センサに応用が可能である。

第4章 参考文献

- 1) 片岡、柴田、高橋、山崎共編：“センサハンドブック”、第3編、pp.751-753、培風館(1986)
- 2) 日本鉄鋼協会：“タービン式風速計の炉口風速計への応用”、第76回計測部会、計76-1-8、神戸製鋼所(1980)
- 3) “新しい高粉塵環境下での流速計～ピトー管熱線式流速計”、第70回計測部会、計70-1-4、新日本製鉄(1978)
- 4) “高炉炉頂流速計”、第58回計測部会、計58-1-1、住友金属工業(1974)
- 5) NKK技術研究所：研究報告No.2315、“高炉炉口ガス流速計の開発”、(1979)
- 6) W.ギート(横堀、久我 共訳)：“基礎伝熱工学”、pp.244-254、丸善(1972)
- 7) W.ギート(横堀、久我 共訳)：“基礎伝熱工学”、pp.140-144、丸善(1972)
- 8) 佐藤一雄：“物性定数推算法”、p.113、丸善(1980)
- 9) 佐藤一雄：“物性定数推算法”、p.84、p.111、丸善(1980)
- 10) 甲藤好郎：“伝熱概論”、p.155、養賢堂(1972)
- 11) 化学工学協会 編：“化学工学便覧”、3版、pp.219-220、丸善(1968)
- 12) 甲藤好郎：“伝熱概論”、pp.373-393、養賢堂(1972)
- 13) H.Hottel and A.Sarofim：“Radiative Transfer”、McGraw-Hill(1967)
- 14) R.Siegel and J.Howell：“Thermal Radiative Heat Transfer”、pp.787-789、McGraw-Hill(1972)
- 15) 芝 亀吉 編：“物理定数表”、p.161、岩波書店(1949)
- 16) 鉄鋼協会：“高炉炉内ガス流速計(第1報)”、第88回計測部会資料、計88-1、日本鋼管(1984)
- 17) 宮崎、他：“高炉炉内ガス流速センサ”、鉄と鋼、71-12、p.47(1985)

18) Yu. Ovchinnikov et al. : "Gas velocity distribution in Magnitogorsk blast furnaces", stal', 5, pp. 391-395 (1978)

19) 宮崎、他: "ガス流速測定法"、特公平2-29990 (1990)

第4章 補遺

補遺4-1 加熱体熱容量の温度依存性

加熱体の比熱は、温度が100℃上昇すると2~5%程度大きくなる。mが0.5~1.0の間であれば、時定数τへの影響は、300~600℃の範囲では10%以下になる。

炭化マグネシウム(MgO) ¹⁵⁾		
温度 [℃]	比熱C _p [cal g ⁻¹ (°C) ⁻¹]	平均比熱C _p
0	0.220	—
100	0.242	0.234
500	0.283	0.258
1000	0.308	0.280

補遺4-2 2重コイル型シールドセンサの放射伝熱低減効果

本文(4-12)、(4-13)式における各形係数F_{1i}は以下の式で表される¹⁴⁾。

$$F_{11} = 1 - (A_4/A_1) [(X^2-4)^{0.5} - (X-2)] \quad (4A-1)$$

$$F_{14} = (A_4/A_1) [(X^2-4)^{0.5} - (X-2)] \quad (4A-2)$$

$$F_{32} = 1/R - (1/\pi R) [\cos^{-1}(B/A) - (1/2L) \{ [(A+2)^2 - (2R)^2]^{0.5} \cos^{-1}(B/RA) + B \sin^{-1}(1/R) - \pi A/2 \}] \quad (4A-3)$$

$$F_{33} = 1 - 1/R + (1/\pi R) \tan^{-1} [2(R^2-1)^{0.5}/L] - (L/2\pi R) \{ [(4R^2+L^2)^{0.5}/L] \cdot \sin^{-1} \{ [4(R^2-1) + (L/R)^2(R^2-2)] / [L^2+4(R^2-1)] \} - \sin^{-1} \{ (R^2-2)/R^2 \} + (\pi/2) [(4R^2+L^2)^{0.5}/L-1] \} \quad (4A-4)$$

$$F_{35} = 1 - F_{32} - F_{33}, \quad F_{23} = (A_2/A_2) F_{32}, \quad F_{25} = 1 - F_{23} \quad (4A-5)$$

ここで、

$$R \equiv R_2/R_1, \quad L \equiv H/R_1, \quad A \equiv L^2 + R^2 - 1, \quad B \equiv L^2 - R^2 + 1, \quad X \equiv 2 + [H/(R_1-d)]^2 \quad (4A-6)$$

である。

放射伝熱低減効果は、センサ、シールドの放射率 ε_s を一定とした場合、パラメータ $R (=R_2/R_1)$ 、 $L (=H/R_1)$ によって決まり、 R は小さいほど、 L は大きいほど効果が大きい。また、 ε_s は、大きいほど効果が大きい。 ε の値は、大きいほどシールドによる低減効果は大きくなるがプローブ自身の放射伝熱量の増加割合がより大きくなるために、対流伝熱量 Q_c に対する相対比では、 ε は小さいほど効果が大きい。

図4 A-1 は、実流速 $U = 4 \text{ m/s}$ における対流伝熱量 Q_{c0} を基準に比較した結果である。

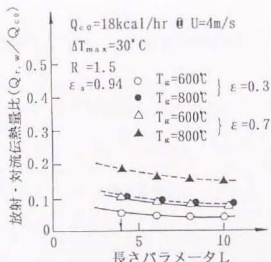


図4 A-1 2重コイル型シールドセンサの放射・対流伝熱量比

補遺4-3 充填層モデルにおける流速測定

高炉層内の流速を測定する場合、局所的な測定値と大局的な平均流速の関係を明らかにする必要がある。そこで、鉍石層(バレット)やコークス層中の実際の流速測定値 U と空塔流速 U_0 の関係をドラム缶を用いた充填層モデルによって確認した。装入物層内に、空間(側面は壁で、上下面が開口)を作るとその部分の圧損が小さくなるため、空間の周囲から空間部へ流れ込みが生ずる。

今、層内に半径 r の断面を持つ円筒空間を考え、周囲から単位周長あたりに流れ込む流量を q とする。

このとき、空間内の平均流速 U は空塔流速 U_0 にこの流量増加分が加わり次式の形になる。

$$U \approx U_0 + (2q/r) \quad (4A-7)$$

q の値は、装入物の種類によって変わるが、 U の値は r を大きくするほど q の影響が相対的に小さくなる。

以上の仮説をもとに、空間部の断面積を変えて U の値を測定したものが図4 A-3である。

この結果、実際に、空間断面積が大きくなるにつれて U と U_0 は近づき、かつ装入物の種類による差がなくなることが確認された。

実炉試験では、測定空間断面が 50 mm と小さいため、コークス層内における流速値と鉍石層内における流速値は2倍以上の差が現れ、また空塔流速 U_0 と実際の鉍石層内の流速測定値は4倍程度異なることが予想される。

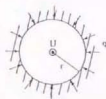


図4 A-2 充填層中の測定空間

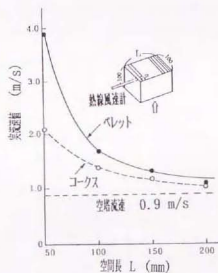


図4 A-3 測定空間の大きさと測定流速値との関係

補遺 4-4 パワー測定方式結果

1) 供給パワー出力Pと質量流速 U_n の関係は図4 A-4に示すように直線関係になることが確認された。

$$P = \kappa_1 U_n + \kappa_2 \quad (4A-8)$$

係数 κ_1 、 κ_2 はガス温度の関数であり、パラメータXの多項式で表される。実際に、 κ_1 、 κ_2 に関して以下の実験式を得た。

$$\kappa_1 = 0.076X^6 + 140, \quad \kappa_2 = 137X - 257; \quad X = 1 + T_g/273 \quad (4A-9)$$

これらの式を用いて温度補正を行った結果を図4 A-5に示す。時定数測定方式と同様に、 $\pm 10\%$ の測定精度が確認された。

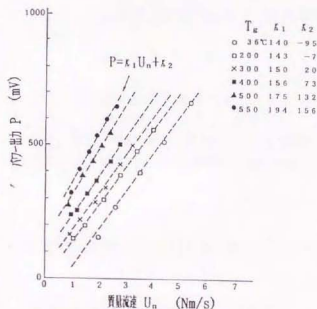


図4 A-4 センサへの投入パワーと質量流速の関係

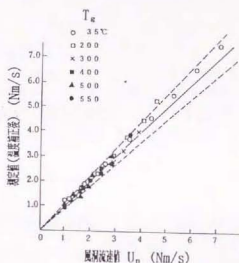
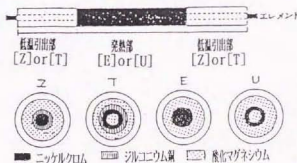


図4 A-5 係数の温度補正を実施した後のパワーと質量流速の関係

補遺 4-5 コールドエンド付きヒータについて

Philips 社の Z E Z シースヒータ仕様を参考に示す。

Z E Z の構成図と断面構造図



Z E Z シースヒータの仕様 (Philips 社)

■ コールド・エンド付ヒータの仕様

type	シース径 (mm)	芯線径 (mm)	抵抗径 / m 見出し 引出部	適合端子 / 最大電流 (type) (A)
Z E Z Ac 10 Z E Z I 10	1.0	0.34	12.5 0.6	CM10 / 10A OP10 / 10A
Z E Z Ac 15 Z E Z I 15	1.5	0.5	5.5 0.27	CM15 / 15A CP15 / 15A
Z E Z Ac 20 Z E Z I 20	2.0	0.68	3.1 0.15	CM20Q / 21A OP20 / 20A

補遺 4-6 温度制御における過剰加熱の可能性について

2重コイル型シールドセンサの冷却時定数はガス温度上昇とともに大きくなるが、この結果に対して、温度制御誤差によりシールド温度がプローブ温度より高くなったと仮定した場合にその影響が効いていないかを評価する。ただし、測定時におけるシールドの温度制御性は安定しており偏差の指示値も高々1℃以下であったことを前提とする。

シールドの温度制御が完全であっても、プローブからは本文(4-13)式で示した放射伝熱量 $Q_{r,w}$ は失われる。いま、仮にシールドが過加熱されてプローブに Q_{oh} の放射伝熱量が与えられたとすると、プローブの冷却時定数に本質的な影響を与えるのは、 $(-Q_{r,w} + Q_{oh})$ が正になり、シールドの加熱制御によってプローブを放射加熱してしまう場合である。その条件は次式である。

$$Q_{r,w} \leq Q_{oh} \quad (4A-10)$$

そこで、この条件が満たされる場合を計算してみる。 Q_{oh} は、次式で表される。

$$Q_{oh} = A_3 F_{32} \sigma \varepsilon_s (T_{s,k}^4 - T_k^4) \quad (4A-11)$$

プローブとガス温度の温度差 $(T_k - T_{g,k})$ を21℃とする。これは、時定数を測定するときの2つの温度レベル ΔT_2 、 ΔT_1 のうちの下側の温度レベル ΔT_1 に対応する値である(本文、p.96参照)。また、シールド温度とプローブ温度の偏差 $(T_{s,k} - T_k)$ を t ℃と置くと、本文(4-13)式および(4A-10)、(4A-11)式から次式を得る。

$$f(t, T_k) \geq [A_2(2A'_1/A_2 + \Phi + \Psi)] / A_3 F_{32} \varepsilon_s \quad (4A-12)$$

$$\text{ここで、} f(t, T_k) = t(2T_k + t)(2T_k^2 + 2tT_k + t^2) / [21(2T_k - 21)(2T_k^2 - 42T_k + 441)] \quad (4A-13)$$

$$t = T_{s,k} - T_k$$

(4A-12)式において、センサ径比パラメータ $R=1.5$ 、長さパラメータ $L=4.3$ 、プローブ、シールド放射率を $\varepsilon=0.3$ 、 $\varepsilon_s=0.94$ として計算した結果を図4A-6に示す。

(4A-12)式の右辺は0.50となる。この図から、シールドの過剰加熱の影響が現れるのは温度差が9℃以上になった場合であり、実際の制御精度から考えて、過剰加熱が発生している可能性はないと結論できる。

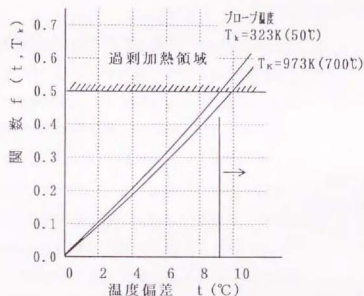


図4A-6 過剰加熱が発生するシールド温度偏差

第5章 結言

ここで述べた研究は、鉄鋼プロセスのなかの一部分を対象としたものではあるが、鉄鋼プロセスのオンライン計測に要求される技術的特徴を代表したものとなっている。

これらは、いずれも従来技術の単なる改良にとどまらず、対象とするラインの特徴・特性（高速性、要求精度、測定環境）に適合させるために、計測法にそれぞれ工夫を加えたものである。

第2章の“3チャネル型高速エリブソメータ”は鉄鋼プロセスにおいて、オンラインで薄膜を計測したいというニーズに対応する技術である。開発した3チャネル型エリブソメータは、従来の高速エリブソメータの1000倍の高速性に加えて、温度変化にも強く、また可動部をもたない特長を持つ。このためオンライン測定環境においても十分機能を果たすことができ、現在ラインに設置され稼働中である。また、装置の小型化への発展により鉄鋼プロセス以外の応用も進められようとしている。

今後の課題、展望としては、点測定から面測定への発展（画像化）により、表面欠陥計測など膜厚計測以外への応用がある。従来の方式では検出が困難であったヘグ疵の欠陥計測として有望と考える。

第3章の“光ファイバ濃度センサ”では、曲率部における光線透過モードの非対称性に着目し、高感度化が可能な8字形センサを開発した。この8字形センサは水溶液濃度計として従来の単純曲率センサの10倍の感度をもち簡便なプロセス濃度計として有効であることが確認された。プロセス濃度計として適用する際の課題は、センサの汚れであるが、汚れの発生によるセンサの特性変化が僅かである点に着目し、標準値による定期的校正を組み込んだサンプリング系の開発により解決した。この光ファイバ濃度センサは、鋳めつきラインのドラッグアウト液オンライン濃度計として実用化の見通しが得られ、ドラッグアウト液自動交換システムの一部として実機化が計画されている。

今後の課題として、センサの製作精度の向上が挙げられる。現状では、手作りのため同様な曲率でも特性がわずかに異なり、センサ毎に特性を測定して使用する必要がある。現場で多数使用する段階においては、保守性を考慮した特性の均一化が重要となる。

第4章の“高炉炉内ガス流速センサ”では、2重コイル型シールドセンサの導入によって、センサの耐久性と600℃までの高温における精度の向上が実現できた。このセンサは、高炉以外のダストや微粒子を含む高温ガスの流速測定にも応用可能である。

実炉での試験結果から、装入物層内のガス温度変化が大きい場合に測定不能になる課題が明らかになったが、ガス温度計にガス流速センサと同じものを用いて応答速度を一致させることによりこの課題がほぼ解決できることを確認した。今後、ロバスト性をさらに向上させるためには、パワー測定方式の利用やコールドエンド付きヒータの採用が考えられる。また、実用化に向けては層内よりも環境条件的により容易な炉口部への適用を進めることも視野に入れる必要がある。

鉄鋼プロセスのオンライン計測の特徴は、各種工業プロセスの中でも最も高速、高精度が要求される製品ラインでの計測と冶金プロセスに代表されるように厳しい高温耐久性や耐環境性が要求される計測の2つの重要な側面があることである。製鉄・製鋼プロセスでの計測技術開発は、効率向上の量産効果により製造原価低減への貢献が大きく、製品ラインでの品質管理計測では、製品の品質や信頼性向上により利益に貢献する。

技術的な面からみると、耐久性・耐環境性に関しては、それぞれのニーズに対応して個別に工夫してゆかざるを得ない面があるが、製品ラインでの計測に関しては光応用計測の強化が今後さらに必要と考える。緒言において言及したように、製品の品質管理重視の方向は、今後、高感度で高速性という困難なセンシング技術をますます要求する。このようなニーズに対応するためには第一に高感度という測定原理が不可欠であり、つぎにこの原理をいかに高速化そしてオンライン化できるかという技術的なアプローチが必要となる。

このような発想に対するシーズ技術は必ずしも光に限らないが、光応用計測は、干渉計測に代表されるように本質的に高感度という特長をもつ。また、高速性という面でもすぐれており今後のオンライン計測技術に対する必要条件を満足する。これまで、光応用計測は、測定環境へのロバスト性に欠けるとい面が強調されすぎてきた。しかし赤外光を利用した光応用計測などまだ十分研究されていない領域も多い。これらの中から、十分条件を満たす光応用計測技術を見つけてゆくことが、今後の鉄鋼プロセスのオンライン計測における一つの重要な鍵となると思われる。

謝 辞

本論文をまとめるにあたり、有益なるご指導、ご鞭撻を賜りました東京大学工学部計数工学科藤村貞夫教授に深く感謝の意を申し上げます。

また、日本鋼管株式会社技術研究所における本研究の推進に際して、さまざまなご協力を戴きました技術研究所、関係工場の皆様深く感謝いたします。特に、論文執筆に対して常に励ましとご助言を戴きました基盤技術研究所西藤副所長および同所計測制御研究部吉野部長に御礼申し上げます。

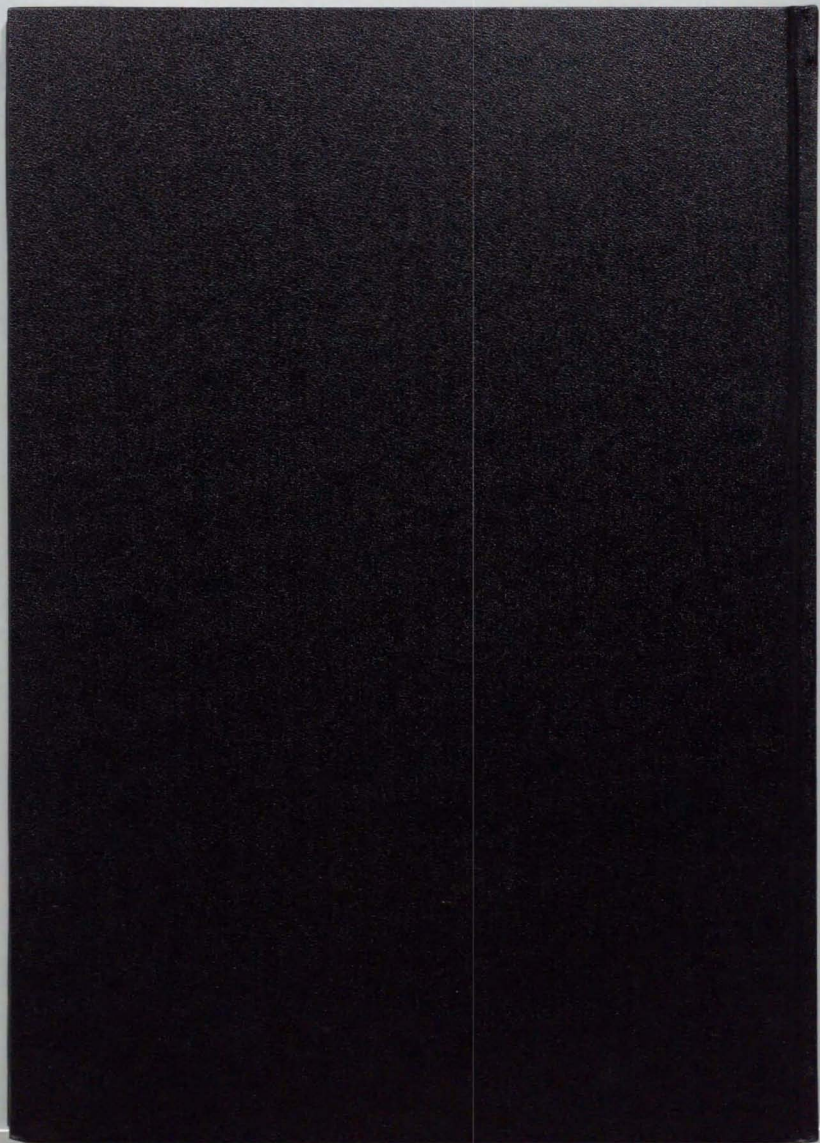
本研究を実施するにあたり、特に以下の諸氏の多大なるご助力を戴きました。

第2章において、試作装置の計算機周辺のソフトウェア設計に関して日本鋼管(株)基盤技術研究所山田善郎主任研究員、装置の小型化、商品化に関して、同所風間彰主任研究員、大重貴彦研究員、そして工場実機化に関して京浜製鉄所プロセス制御部関係諸氏、およびNKKプラント建設(株)小峯 勇氏、

第3章において、オンライン試験およびサンプリング装置の開発に関して、日本鋼管(株)基盤技術研究所山田善郎主任研究員、

第4章において、高温風洞設備の提供、回路設計に関して(株)関西テック柏岡 明氏

これら関係諸氏に、ここに厚く御礼申し上げます。



cm 1 2 3 4 5 6 7 8
mm 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19

Kodak Color Control Patches

© Kodak, 2007 TM Kodak



Kodak Gray Scale



© Kodak, 2007 TM Kodak

A 1 2 3 4 5 6 M 8 9 10 11 12 13 14 15 B 17 18 19

