

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5537548号  
(P5537548)

(45) 発行日 平成26年7月2日 (2014.7.2)

(24) 登録日 平成26年5月9日 (2014.5.9)

|                        |                  |
|------------------------|------------------|
| (51) Int. Cl.          | F I              |
| GO 1 N 21/41 (2006.01) | GO 1 N 21/41 Z   |
| GO 1 M 11/00 (2006.01) | GO 1 M 11/00 T   |
| GO 1 N 21/17 (2006.01) | GO 1 N 21/17 630 |

請求項の数 3 (全 16 頁)

|               |                               |           |                     |
|---------------|-------------------------------|-----------|---------------------|
| (21) 出願番号     | 特願2011-521550 (P2011-521550)  | (73) 特許権者 | 502124444           |
| (86) (22) 出願日 | 平成21年8月3日 (2009.8.3)          |           | コミッサリア ア レネルジー アトミー |
| (65) 公表番号     | 特表2011-530075 (P2011-530075A) |           | ク エ オ ゼネルジ ザルタナティヴ  |
| (43) 公表日      | 平成23年12月15日 (2011.12.15)      |           | フランス国 エフー75015 パリ,  |
| (86) 国際出願番号   | PCT/EP2009/060021             |           | バティマン 「 ル ポナン デー 」, |
| (87) 国際公開番号   | W02010/015594                 |           | リュ ルブラン 25          |
| (87) 国際公開日    | 平成22年2月11日 (2010.2.11)        | (74) 代理人  | 100109726           |
| 審査請求日         | 平成24年7月17日 (2012.7.17)        |           | 弁理士 園田 吉隆           |
| (31) 優先権主張番号  | 0855426                       | (74) 代理人  | 100101199           |
| (32) 優先日      | 平成20年8月5日 (2008.8.5)          |           | 弁理士 小林 義敦           |
| (33) 優先権主張国   | フランス (FR)                     | (72) 発明者  | ジャノ, ローラン           |
|               |                               |           | フランス国 エフー21120 イス シ |
|               |                               |           | ュール ティエユ, アンパス デュ プ |
|               |                               |           | レ オー モーヴ 5          |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光干渉断層法による材料の屈折率の測定を使用して多孔質材料の密度を非接触測定する方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

多孔質材料の密度を非接触測定する方法であって、

－光干渉断層法により、前記多孔質材料により作製されるオブジェクト（20，32，44，52，62）と前記断層法を実施するために使用される光ビームとの交差部に対応する光路長を決定することであって、前記多孔質材料は前記光ビームに対して半透明又は透明であること、

－前記オブジェクトの厚さを決定すること、

－決定した前記光路長及び前記厚さに基づいて、前記光ビームの中心波長における前記多孔質材料の屈折率を決定すること、及び

－決定した前記屈折率に基づいて、前記多孔質材料の前記密度を決定することを含む、

前記オブジェクト（32，52，62）は球形かつ中空であって外径及び内径を有し、前記内径及び前記光路長を光干渉断層法により決定し、前記外径をバックライトシャドウグラフ法により決定し、決定した前記外径と前記内径との差の半分を計算することにより前記オブジェクトの前記厚さを決定する、方法。

【請求項 2】

前記多孔質材料は、気泡を含むバルク材料からなり、前記多孔質材料の前記密度  $\rho_p$  は次の数式

$$\rho_p = \rho_m \frac{n_p - 1}{n_m - 1}$$

（上式中、 $n_p$  は前記多孔質材料の屈折率を表わし、 $\rho_m$  及び  $n_m$  は、それぞれ前記バルク材料の密度及び屈折率を表わす）により決定される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記バルク材料により作製されるオブジェクトから、光干渉断層法により、及び厚さ測定により、前記バルク材料の前記屈折率を求める、請求項 2 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は、多孔質材料の密度を非接触測定する方法に関する。

【0002】

この方法では、材料の屈折率の非接触測定を使用する。

【0003】

後述では、透明層又は半透明（すなわち、半透光）層の厚さを、数マイクロメートル～数ミリメートルの厚さの範囲で測定し、且つ関連する光路長を測定することにより、材料の屈折率を測定することを前提とする。

【0004】

20

本発明は、平坦層だけでなく、球形層又は円筒形層に、更には、単層オブジェクトに、又は透明多層積層体に適用することができる。

【0005】

本方法の独創性は、高分解能測定法である光干渉断層法又は OCT により得られる信号の取得と、例えば X 線顕微鏡撮影により行なわれる厚さの測定との組み合わせを利用することである。この組み合わせにより、材料の屈折率を正確に測定し、多孔質材料又は気泡材料又は発泡体の場合には、局所密度をこの屈折率に基づいて推定することができる。

【0006】

このように、本発明によって、多孔質材料の密度の非接触測定及び非破壊測定が可能になる。このために、光干渉断層法による測定、及び例えば X 線ラジオグラフィーによる厚さ測定を組み合わせることにより、第 1 フェーズにおいて、多孔質材料の有効屈折率の正確な測定を可能にし、最終的に材料の密度を推定する。

30

【背景技術】

【0007】

光干渉断層法（OCT）は、多くの科学刊行物の主題になってきており、この原理は、医学分野において（特に、眼科学及び皮膚科学において）、生体組織の断面構造を撮影するために利用されている。

【0008】

過去数十年間に診断医学の革新的な技術開発が進んだのは、X 線計算機断層法又は走査断層法、磁気共鳴撮像法（MRI）、及び放射性同位体撮像といった限られた撮像技術のみである。これらの技術によって、3 次元観察が可能になっている；しかしながら、これらの技術の空間分解能は、通常、標準的な臨床現場では、数ミリメートルに制限される。

40

【0009】

蛍光顕微鏡検査法又は共焦点顕微鏡検査法のような光学撮像技術によって、約 1 マイクロメートルの軸方向及び横方向分解能が実現するが、生体組織への到達度は制限される。

【0010】

生体組織に関する超音波検査（又は、超音波診断）では、分析対象のオブジェクトに物理的に接触する必要がある、軸方向分解能が約百マイクロメートルを超えてしまう。

【0011】

約 10 年前より、新技術の光源の光学系の場合と同じような光ファイバの分野における

50

光学系の進歩によって、新規の非侵襲／非接触医療用光撮像技術：光干渉断層法の開発が可能になっている。この技術の2つの主要な特徴は、干渉分光法の原理と、部分的にコヒーレントな光を放出する光源の使用である。

#### 【0012】

従来の干渉分光法では、コヒーレンスの高い波長 $\lambda$ の光源を使用して長距離範囲の干渉を発生させる。OCTは、コヒーレンスの低い光源を使用する干渉分光法の1つの形態であり、この場合、干渉が非常に短い距離でのみ起きる。このように、OCT法では、マイクロメートルオーダーの軸方向分解能が得られる。

#### 【0013】

この様子が全て図1A及び1Bに模式的に示されている。これらの図には、高コヒーレンス光源（図1A参照）又は部分的にコヒーレントな光源、又は低コヒーレンス光源（図1B参照、この図では、 $l_c$ はコヒーレンス長を表わす）が使用される場合の、干渉を実現するために使用される参照ミラーの変位 $\Delta L$ に対する干渉信号の強度 $I$ の変化が示されている。

10

#### 【0014】

《白色光干渉分光法》又は《白色光スペクトル干渉分光法》と呼ばれる別の技術によって、透明層の厚さの測定が、数マイクロメートル～数百マイクロメートルの範囲の厚さで可能になる。この技術は、平坦層にだけでなく、球形層又は円筒形層に、更には単層オブジェクト又は透明多層積層体に適用することができる。測定は、接触を全く必要とすることなく、かつ100nmに達する精度で行なわれる。

20

#### 【0015】

しかしながら、この技術は、多孔質材料の分析、及び小さな屈折率の飛びがある多重層サンプルの分析への適合性に劣ると思われる。

#### 【発明の概要】

#### 【0016】

本発明の目的は、これまでの不具合の解決策を見つけ出すことにある。

#### 【0017】

既存の用途に関して、本発明の目的である方法は次のような独創性を有している。

－当該方法は、10 $\mu$ m未満～数ミリメートルの厚さに対応することができる。

－当該方法によって、非平面オブジェクトの特徴付けが可能になる。

30

－当該方法では、光路長の測定を厚さの測定と、例えばX線を利用して組み合わせることにより、バルク材料の屈折率及び多孔質材料の有効屈折率を推定する。

－当該方法によって、発泡体の局所密度の計算が可能になる。

#### 【0018】

本発明は、主として、付着物又は中空オブジェクトの屈折率、及び中空オブジェクトの密度の非接触／非破壊測定を可能にする方法に関するものである。この方法では、光干渉断層法を、例えばX線マイクロラジオグラフ法による厚さ測定と、又は好ましくはバックライトシャドウグラフ法による外径（球形オブジェクトの）の測定と組み合わせて使用する。

#### 【0019】

40

当該方法は次の利点を有する。

－この方法により行なわれる測定は、平板オブジェクト、円筒オブジェクト、又は球形オブジェクトに、分析対象オブジェクトの形状に合わせた照明形状を使用することなく適用することができる。

－測定は、単層オブジェクト又は多重層オブジェクトに適用することができる。

－測定は、全く接触することなく、かつ数ミリメートル～数十センチメートルの作動距離を保って行なわれ、これらの距離は、本方法を実行するために使用できるコリメータによって変動する。

－測定は、数マイクロメートル～数ミリメートルの範囲で変動する厚さを有するオブジェクトに対して行なうことができる。

50

- ー本方法により、光路長を、約百ナノメートルの精度で測定することができる。
- ー本方法により、バルクサンプル又は多孔質サンプルの屈折率を測定することができる。
- ー本方法により、多孔質である場合、オブジェクトの密度を測定することができる。

## 【0020】

本発明は、主として、後述する光干渉断層法の使用を特徴としている。当該光干渉断層法を別の器械技術と組み合わせて、プローブ対象材料の厚さ、屈折率、及び密度を求めることができるようにする。

## 【0021】

光干渉断層法は、当該測定を実施するために使用される参照ミラーの変位に応じて、数マイクロメートル～数百ミリメートルの範囲内で、光学厚さの測定を行なうことができる技術である（上の説明を参照）。

## 【0022】

本方法は、非接触測定を可能にし、透明オブジェクト又は半透明オブジェクトに適用することができる。本方法は、非平板オブジェクト及び多重層積層体に対して使用することができる。測定は、本技術の非破壊性を保証する低光パワー（約百 $\mu\text{W}$ ）を使用することにより行なうことができる。更に、光干渉断層法によって、1 $\mu\text{m}$ 未満（100nmまで）の高分解能を実現することができる。

## 【0023】

光干渉断層法による測定方法は、コリメータを使用することにより数メートルの距離の位置で実行することができる。この遠隔測定方法は、当該方法を実行するために必要な光を、透明窓又はグローブボックスを透過させることにより、大きな寸法の真空チャンバの内部で測定を行なうために有用である。

## 【0024】

詳細には、本発明の目的は、多孔質材料の密度を測定する非接触式方法であり、この材料の特徴は：

- ー光干渉断層法により、多孔質材料から作製されるオブジェクトと当該断層法を実施するために使用される光ビームとの交差部に対応する光路長が決定され、この多孔質材料は前記光ビームに対して半透明又は透明であること、
  - ー前記オブジェクトの厚さが決定されること、
  - ーこのようにして決定された前記光路長及び厚さに基づいて、前記光ビームの波長における前記多孔質材料の屈折率が決定されること、
  - ーこのようにして決定された前記屈折率に基づいて、前記多孔質材料の密度が決定されること
- である。

## 【0025】

好適には、前記多孔質材料が気泡を含むバルク材料から成る場合、前記多孔質材料の前記密度 $\rho_p$ は次の数式から決定される。

$$\rho_p = \rho_m \frac{n_p - 1}{n_m - 1}$$

上式中、 $n_p$ は前記多孔質材料の屈折率を表わし、 $\rho_m$ 及び $n_m$ は、前記バルク（非多孔質）材料の密度及び屈折率をそれぞれ表わす。

## 【0026】

好適には、前記バルク材料の前記屈折率は、前記バルク材料により作製されるオブジェクトに基づいて、光干渉断層法、及び厚さ測定により決定される。

## 【0027】

前記オブジェクトの厚さは、例えばX線ラジオグラフ法（好ましくは、X線マイクロラ

ジオグラフ法)により、又はバックライト付光シャドウグラフ法により決定される。

【0028】

本発明の方法の特定の実施形態によれば、前記オブジェクトは球形かつ中空であるので、外径及び内径を有し、前記内径及び前記光路長又は光学厚さ（オブジェクトの外壁の2つの直径方向に対向する点の間の）は光干渉断層法により決定され、前記外径はバックライト付光シャドウグラフ法により決定される。このようにして求めた前記外径と前記内径との差の半分を計算することにより、前記オブジェクトの（幾何学的）厚さを取得することができる。

【0029】

本発明の特定の実施形態によれば、前記オブジェクトは球形かつ中空であるので、外径及び内径を有し、前記オブジェクトを糸状キャピラリーの端部に取り付けることにより、前記光路長及び前記オブジェクトの厚さが同じ位置で決定される。

【0030】

実際、International Journal of Optoelectronics, Vol. 9, no. 2, March 1994, pp. 135-142に掲載された R. M. Almeida による「Sol-gel silica films on silicon substrates」と題する記事には、この材料の気孔率に応じた多孔質材料の屈折率を測定する方法が記載されている。この測定は、偏光解析法により行なわれ、その結果は別の方法を用いた検証により推定される。しかしながら、偏光解析法からは、調査対象サンプルの表面における屈折率の値が得られるだけである。したがって、気孔率の推定が、この位置でも行なわれる。この文献に記載された方法では、サンプルの厚さ方向の気孔率を判明させることができない。

【0031】

これとは異なり、本発明では光干渉断層法を使用し、この技術によって可能になる透過度により、密度を測定することができるので、調査対象多孔質材料の厚さ内の気孔率を測定することができる。更に、本発明によって、屈折率対密度変化（及び密度変化対屈折率）の法則を与えることにより、密度を厳密に計算することができ、密度を簡単に推定することはしない（測定の不確定性を計算することができる）。

【0032】

本発明は、以下に純粋に例示として提供され、かつ決して限定的ではない例示的な実施形態に関する説明を、添付の図面を参照しながら一読することにより一層深く理解される。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1A】図1Aは、上述の高コヒーレント光源を使用する場合の、干渉を実現するために使用される参照ミラーの変位量  $\Delta L$  対干渉信号強度の変化の様子を示している。

【図1B】図1Bは、上述の部分的にコヒーレントな光源を使用する場合の、干渉を実現するために使用される参照ミラーの変位量  $\Delta L$  対干渉信号強度の変化の様子を示している。

【図2】図2は、本発明を実施するために使用することができる OCT システムの模式図である。

【図3】図3は、プラスチック製マイクロフラスコの OCT 変化を示している。

【図4A】図4Aは、薄い単層マイクロフラスコを示している。

【図4B】図4Bは、図4Aのマイクロフラスコの OCT 信号を示している。

【図5】図5は、気泡ポリマー材料又は発泡体を示している。

【図6】図6は、発泡体からなり、かつ糸状キャピラリーに取り付けられたマイクロフラスコを示している。

【図7】図7は、光路長を非接触測定する OCT 装置の模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0034】

まず、前に戻って、光干渉断層法による測定について言及する。

## 【0035】

医学、生物学、及び工業分野において広まっている本発明に使用される光干渉断層法又はOCTは、マイケルソン干渉計の原理に基づいている。図2は、本発明を実施するために使用できるOCTシステムの模式図である。このシステムは、光ファイバを有するマイケルソン干渉計を含む。これらの光ファイバには、図において参照番号2, 4, 6, 8が付されている。当該システムは更に、部分的にコヒーレントな光源10を備え、この光源10は、この実施例ではスーパー発光ダイオード又はSLDにより形成されており、この光源10の発光は、近赤外線領域を中心とする波長であり、スペクトルの半値全幅又はFWHMは数十ナノメートルである。

## 【0036】

10

光源10から放出される光波は、システムの測定アーム14と参照アーム16との間のカップラ12により分割される。

## 【0037】

光遅延線を形成する参照アームでは、光がミラー18で反射され、このミラー18は、当該ミラーの位置を正確に制御するインクリメンタル光エンコーダを含む並進システム（図示せず）に取り付けられている。当該ミラーは、被測定サンプル20の最大プローブ深度に対応する数ミリメートル〜数百ミリメートルの範囲を移動する。取得時間は、約1ミリメートルの移動距離について1秒未満である。

## 【0038】

測定アーム14では、光波が、低分散シングルモードファイバである光ファイバ6に注

20

## 【0039】

測定アーム14及び参照アーム16はそれぞれ、コリメータ22及び24を含む。ミラー18からコリメータ24までの距離はAと表示される。

## 【0040】

参照ミラー18により反射される光波、及びサンプル20の境界28及び30のうちの一方の境界により反射される光波は、システムの検出器26、この実施例の場合フォトダイオード（図示しない信号処理手段に接続されている）の位置で再合成され、干渉計の2つのアームの光路長が等しく、かつコヒーレンス長 $l_c$ 以内に収まる場合に、干渉信号を生成する。

30

## 【0041】

コヒーレンス長 $l_c$ は、光源10から放出される光波の特徴により設定される。コヒーレンス長 $l_c$ は次式のように表わすことができる。

$$l_c = \frac{2 \cdot \ln 2}{\pi} \cdot \frac{\lambda_c^2}{\Delta \lambda}$$

上式中、 $\lambda_c$ は、発光の中心波長に対応し、 $\Delta \lambda$ は、スペクトル半値全幅（FWHM）に対応する。

## 【0042】

40

純粹に例示として、かつ決して限定を目的とせず、 $\lambda_c$ が1,310 nmの値を有し、かつ $\Delta \lambda$ が60 nmの値を有するシステムを使用して、 $l_c$ を12.6  $\mu\text{m}$ に等しくする。

## 【0043】

このようにコヒーレンス長が12.6  $\mu\text{m}$ である場合、光学厚さ（幾何学的厚さ×光屈折率）が12.6  $\mu\text{m}$ 未満の層を「観測する」（且つ、OCT法で測定する）ことができない。材料の光屈折率が約1.5である場合、この限界値は、8  $\mu\text{m}$ の（幾何学的）厚さに対応する。しかしながら、広い発光帯域（大きな $\Delta \lambda$ ）を有する本技術のSLD光源を用いてコヒーレンス長 $l_c$ を5  $\mu\text{m}$ の値まで短くすることができ、フェムト秒固体レーザ光源を光源10として使用することにより約1  $\mu\text{m}$ の値まで短くすることができる。

50

## 【0044】

OCTシステムの干渉信号  $I(\delta L)$  は次式に比例する：

$$1 + R + 2\sqrt{R} \cdot \exp\left(-4 \ln 2 \cdot \frac{\delta L^2}{l_c^2}\right) \cdot \cos\left(\frac{4\pi}{\lambda_c} \cdot \delta L\right)$$

上式中、 $\delta L$  は、干渉計の両方のアームの光路長差であり、 $R$  は、サンプル 20 の境界の反射率である。これは、光が衝突する境界当たり 1 つのピークを含む信号により表わされる。このピークの最大位置が境界の位置に対応する。2 つの連続するピークの間の距離は、両方の関連境界の間を光波が伝搬する光学距離に結び付けられる。これらの境界の両方の間の物質から成る媒質の屈折率を知ることにより、プローブ対象媒質の厚さを容易に計算することができる。

10

## 【0045】

一実施例として、図 3 は、プラスチック材料から成るマイクロフラスコの OCT 信号の変化（位置  $X$  対振幅  $A$ ）を示しており、このマイクロフラスコの外径及び厚さは、2.23 mm の値、及び 166  $\mu\text{m}$  の値をそれぞれ有する。4 つのピークが観測され、これらのピークは、0, 1, 2, 3 として指示され、このマイクロフラスコの場合、光が衝突する 4 つの境界に対応している。

## 【0046】

参照ミラーの位置の正確な測定に関連する光路長差の測定の精度は、300 nm 未満（使用するテーブルの技術に関し、かつピークを検出する方法に関するシステム製造業者からのデータ）である。

20

## 【0047】

したがって、OCT 信号は、連続するピークを有し、これらのピークの各々は、被測定サンプルの境界における光ビームの反射に対応する。各ピークは、ビームの経路上の当該サンプルの位置により正確に定義される。したがって、サンプルの 2 つの境界を分離する 2 つの位置の差に対応する光路長を推定することができる。この光路長は、これらの 2 つの境界の間の物質から成る材料の厚さに、光源の中心波長  $\lambda_c$  に対応する材料の屈折率を乗じた値に比例する。

30

## 【0048】

厚さを測定する方法と組み合わせることにより、光路長差の OCT 測定によって、被測定サンプル、すなわち図 3 の実施例におけるマイクロフラスコの材料の屈折率を推定することが予想される。

## 【0049】

例えば、X 線マイクロラジオグラフ法により得られる平均厚さ値に基づいて、OCT により、これらの厚さ位置と光との交差部に対応する光路長を認識することにより、各調査対象マイクロフラスコの屈折率を推定することができる。

## 【0050】

屈折率  $n$  の材料の厚さ  $E_p$  を、この材料と光とが交差する部分に対応する光路長  $L$  に関連付ける数式は以下の通りである。

40

$L = n \times E_p$ 、したがって

$$n = \frac{L}{E_p}$$

## 【0051】

$n$  の測定に関連する不確定性  $\Delta n$  は次式で表わされる。

$$\Delta n = \frac{\Delta L \cdot E_p + L \cdot \Delta E_p}{E_p^2}$$

50

## 【0052】

気泡材料又は発泡体のような多孔質材料の屈折率の測定によって、材料の測定位置での局所密度の特徴付けを想到することができる。実際、オブジェクト（マイクロフラスコのような）の密度が非常に高い訳ではない場合、屈折率は、空気の屈折率の値である1に近い。更に、バルク材料の屈折率を認識することにより、光と交差した空気の量に対するマイクロフラスコの極に位置するプローブ対象材料の割合を推定することができるので、この極の位置のマイクロフラスコの密度を計算することができる。

## 【0053】

OCTによる光学的特徴付け、及びX線マイクロラジオグラフィ法による特徴付けが、プラスチック材料（CHポリマー）からなる単層により形成されたマイクロフラスコ32（図4A）に対して行なわれた。このマイクロフラスコは、プラズマ堆積法（GDP）によって合成され、当該マイクロフラスコの外径は約2mmであり、当該マイクロフラスコの厚さは、約数十マイクロメートルである。

10

## 【0054】

図4Bは、このマイクロフラスコに関して40mmのプローブ深さに亘って得られる20個の取得値の平均に対応するOCT信号を示している。当該信号は、番号0, 1, 2, 3で指示される4つのピークを含む。左側ピークペア0-1は、測定光ビーム38が第1極PIで衝突する第1壁の外側及び内側の境界34~36におけるR0-R1反射（図4A）に対応する。右側ピークペア2-3は、第2極PIIにおけるマイクロフラスコの第2壁の外側及び内側の境界40~42におけるR2-R3反射に対応する。

20

## 【0055】

両方の極における光学厚さの測定に関して、及びマイクロフラスコの内径に関して得られる結果を表Iに示す。

表I

|           | 第1極  | 内径     | 第2極  |
|-----------|------|--------|------|
| 光路長L (μm) | 61.9 | 1646.3 | 61.1 |

## 【0056】

同じマイクロフラスコのX線照射マイクロラジオグラフィー撮影を行なった。マイクロラジオグラフィーカラムに関する露出パラメータは次の通りである：

30

- －露出時間：45分、
- －クロムチューブ、
- －電圧：15kV、
- －電流密度：20mA。

## 【0057】

次に、現像済みラジオグラフィプレートを光デジタル化システムでデジタル化した、この光デジタル化システムは、20倍の倍率を有し、かつ高分解能CCDカメラを搭載したニコン顕微鏡を備えている。このデジタル化システムの構成部品を用いる場合、マイクロフラスコの周辺の全体をカバーするために約8個の画像が必要である。

## 【0058】

40

次に、適切なソフトウェアを用いて、半径方向密度プロファイルが各画像から抽出されて、カーソルを当該プロファイルに位置させることにより手動厚さ測定が可能になる。赤道域で（8個のスナップショット及びプロファイルを）平均すると、マイクロフラスコの厚さが得られる。

## 【0059】

しかしながら、マイクロフラスコの厚さをX線ラジオグラフィー以外の方法で、例えばバックライト付光シャドウグラフィ法（optical backlit shadowgraphy）により、又は機械式フィーラーにより測定することができることに注目されたい。

## 【0060】

50

このマイクロフラスコがOCTによって既に特徴付けられている場合、X線照射により測定される平均厚さは、次式で表わされる値を有する。

$$E_p = (39.8 \pm 0.9) \mu m$$

【0061】

このように、マイクロフラスコを構成するプラスチック材料の屈折率を推定することができる。1, 310 nmでは、この屈折率は次式で表わされる値を有する。

$$n = 1.55 \pm 0.04$$

【0062】

屈折率に関する0.04の不確定性は、基本的に、X線照射による厚さ測定の不確定性(0.9 μm)、及びかなり薄い層が特徴付けられたことに起因する。

10

【0063】

球形サンプルの屈折率を2つの光学手法を用いて、単一視点方式のバックライトシャドウグラフ法、もっと簡単な呼称のバックライトシャドウグラフ法によるマイクロフラスコの外径の測定とのOCTの組み合わせを実施することにより計算することもできる。実際、この外径 $\phi_{ext}$ (バックライトシャドウグラフ法におけるテレセントリック対物レンズにより測定される)とOCTにより得られる内径 $\phi_{int}$ との差から、サンプルの壁の厚さ

$$Ep = \frac{1}{2}(\phi_{ext} - \phi_{int})$$

20

を推定することができる。前述のように、光路長L(これもOCTにより得られる)と厚さEpとの比によって、マイクロフラスコを構成する材料の屈折率n(=L/Ep)が得られる。

【0064】

バックライトシャドウグラフ法の主題については、特に以下の文献を参照されたい。

[1] 国際公開第2004/083772号(2004年9月30日公開、発明の表題「Method for measurement of three-dimensional objects by single-view backlit shadowgraphy」)

[2] 国際公開第2006/030149号(2006年3月23日公開、発明の表題「Method for measuring three-dimensional objects by a single-view backlit shadowgraphy using optical laws of light propagation」)

30

[3] 国際公開第2008/023024号(2008年2月28日公開、発明の表題「Method for the contactless measurement of two-layered three-dimensional objects by single-view backlit shadowgraphy」)

【0065】

上述の光学測定法の組み合わせは、OCT及びX線ラジオグラフ法の組み合わせよりも、特にバックライトシャドウグラフシステムが、X線放射によって特徴付けを行なうシステムよりも嵩張ることがないので、ずっと効果的であり、かつ利用し易いように思われる。

40

【0066】

バルク材料から成るマイクロフラスコの屈折率の推定(上の説明を参照)と丁度同じように、多孔質材料の屈折率を推定することができる。2つの特徴付け手法の関連付けは、気泡ポリマー又は発泡体材料から作製されるマイクロフラスコの厚さ測定に適用することもできる。前述の方法と同じ方法で、測定により、バルクポリマー内部に捕捉されるガス含有気泡から成るサンプルの有効屈折率を推定することができる。

【0067】

有効屈折率の値に基づいて、バルクポリマーの屈折率及びバルクポリマーの密度を認識することにより、発泡体の局所密度、すなわち測定箇所における発泡体の密度を推定することができる。

50

## 【0068】

調査対象発泡体マイクロフラスコは、約2mmの外径、約100μmの厚さ、50～250mg/cm<sup>2</sup>の密度だけでなく、99%超の球形度及び同心度を有する。

## 【0069】

図5は、有効屈折率 $n_M$ が既知であるポリマー気泡材料又はポリマー発泡体からなる厚さ $Ep$ の層44を示している。同じ調査波長におけるバルクポリマーの屈折率 $n_{CHx}$ の値、及びこのバルクポリマーの密度 $\rho_{CHx}$ の値も既知である。

## 【0070】

層44の容積 $V_T$ の部分46では、材料の密度 $\rho_M$ は、当該部分の合計質量 $m_T$ とこの部分が占有する容積 $V_T$ との比であり、次式により表わされる。

10

$$\rho_M = \frac{m_T}{V_T}$$

## 【0071】

発泡体が占有する容積を構成する両方の要素、すなわち、バルクポリマー、及び気泡に含まれる空気のそれぞれの質量 $m_{CHx}$ 及び $m_A$ から以下の関係式が成り立つ。

$$m_T = m_{CHx} + m_A$$

## 【0072】

上式は以下のように表わすこともできる。

$m_T = \rho_{CHx} \cdot V_{CHx} + \rho_A \cdot V_A$  及び  $V_T = V_{CHx} + V_A$   
上式中、 $\rho_{CHx}$ 及び $\rho_A$ は、それぞれバルクポリマーの密度及び空気の密度であり、 $V_{CHx}$ 及び $V_A$ は、それぞれバルクポリマーの容積及び空気の容積であり、これらの容積の合計が $V_T$ に一致する。

20

## 【0073】

したがって、発泡体の密度は以下のように表わされる。

$$\rho_M = \frac{\rho_{CHx} \cdot V_{CHx} + \rho_A \cdot V_A}{V_{CHx} + V_A}$$

## 【0074】

ここで、各プローブ対象材料（バルク $CHx$ 又は空気）の容積は、光ビームでプロービングされる発泡体部分の断面積 $S$ と、バルク $CHx$ の $l_{CHx}$ 、及び空気の $l_A$ として表わされる関連材料厚さとの積に一致する。したがって、次式が成り立つ。

30

$$V_{CHx} = S \cdot l_{CHx} \quad \text{及び} \quad V_A = S \cdot l_A$$

$$\rho_M = \frac{\rho_{CHx} \cdot l_{CHx} + \rho_A \cdot l_A}{l_{CHx} + l_A} = \frac{\rho_{CHx} \cdot l_{CHx} + \rho_A \cdot l_A}{Ep} \quad (1)$$

## 【0075】

ここで、各厚さ $l_{CHx}$ 及び $l_A$ を、発泡体の屈折率 $n_M$ 、バルクポリマーの屈折率 $n_{CHx}$ 、及び空気の屈折率 $n_A$ の関数として表わすものとする。

40

## 【0076】

まず、発泡体の合計厚さ $Ep$ は、「部分」厚さ $l_{CHx}$ 及び $l_A$ の関数として、かつ合計光路長 $D$ 、及び「部分」光路長 $d_{CHx}$ 及び $d_A$ の関数として、次式のように表わすことができる。

$$Ep = l_{CHx} + l_A$$

及び

$$Ep = \frac{D}{n_M} = \frac{d_{CHx} + d_A}{n_M} = \frac{1}{n_M} \cdot (n_{CHx} \cdot l_{CHx} + n_A \cdot l_A)$$

50

## 【0077】

これらの等式の両方から、厚さ  $l_{CHx}$  及び  $l_A$  を、屈折率の関数として次式のように表わすことができる。

$$l_{CHx} = \frac{n_M - n_A}{n_{CHx} - n_A} \cdot Ep$$

$$l_A = \frac{n_{CHx} - n_M}{n_{CHx} - n_A} \cdot Ep$$

## 【0078】

10

これらの値を等式（1）に代入することにより次式が得られる。

$$\rho_M = \frac{n_M - n_A}{n_{CHx} - n_A} \cdot \rho_{CHx} + \frac{n_{CHx} - n_M}{n_{CHx} - n_A} \cdot \rho_A$$

$$\rho_M = \frac{\rho_A \cdot n_{CHx} - \rho_{CHx} \cdot n_A}{n_{CHx} - n_A} + \frac{\rho_{CHx} - \rho_A}{n_{CHx} - n_A} \cdot n_M \quad (2)$$

## 【0079】

20

空気の密度が、バルクポリマーの密度（ $\rho_A$  は  $\rho_{CHx}$  の約  $10^{-3}$  倍の大きさ）と比較して無視できるとみなし、値 1 を空気屈折率とすることにより、等式（2）は次式になる。

$$\rho_M = \rho_{CHx} \cdot \frac{n_M - 1}{n_{CHx} - 1} \quad (3)$$

## 【0080】

密度の値、及び屈折率の値が、発泡体を構成するバルク材料、すなわちバルクポリマーに関して既知であるとする、等式（3）により、発泡体の有効屈折率の簡易測定によりポリマー発泡体の密度を求めることができる。

30

## 【0081】

X線マイクロラジオグラフ法による厚さの局所測定、及びOCTによる関連光路長の局所測定により、発泡体サンプルの有効屈折率（バルクポリマーに適用することもできる）を、したがって当該サンプルの局所密度を求めることができる。

## 【0082】

次に、発泡体マイクロフラスコの局所密度を推定する一実施例について説明する。

## 【0083】

ポリマー発泡体CHxからなるマイクロフラスコについて考察し、このポリマー発泡体を合成することにより、次のパラメータを目標にすることができた：

40

- － 2 mmの外径、
- － 100  $\mu$ mの厚さ、及び
- － 250 mg / cm<sup>3</sup>の密度

## 【0084】

このマイクロフラスコをアセンブリに取り付ける。このアセンブリによって、発泡体の同じ位置におけるXRによる特徴付け及びOCTによる特徴付けが可能になる。このアセンブリは図6に模式的に示されており、糸状キャピラリー48と、X線ラジオグラフ法による測定を可能にするキャピラリー支持体50とを備えている。マイクロフラスコ52は糸状キャピラリー48の一端に接着スポット54を介して取り付けられている。糸状キャピラリー48の他端は支持体50に取り付けられている。

50

## 【0085】

第1フェーズでは、バルクポリマーCH<sub>x</sub>の屈折率の測定を、紫外線照射による重合により形成されるCH<sub>x</sub>サンプルに対して行なった。このサンプルを加工して、厚さに沿って更に均質にした。このとき、バルクCH<sub>x</sub>サンプルは、11mmの直径、及び2mmの厚さを有するディスクのように見える。

## 【0086】

このバルクCH<sub>x</sub>ディスクを、コンタクトフィーラシステム（接触先端）により、及びOCTにより特徴付けて、それぞれ厚さ及び関連光路長を取得した。これらの結果に基づいて、サンプルの屈折率を、OCT使用波長である1,310nmの波長で推定することができる。

10

## 【0087】

これらの測定から、バルクポリマーCH<sub>x</sub>の屈折率が次式で表わされる値を有することが推定された。

$$n_{CH_x} = 1.511 \pm 0.001 \quad \text{波長: } 1,310 \text{ nm}$$

## 【0088】

糸状キャピラリーの支持体50に設けられるフラット56を利用して、CH<sub>x</sub>発泡体マイクロフラスコを厚さに関して、X線マイクロラジオグラフ法により、マイクロフラスコの2つの特定領域58及び60において特徴付けた。これは図から分かることであるが、両方の領域は直径方向の反対側に在り、糸状キャピラリーに直交する直径を画定する。これらの同じ領域58及び60の両方の領域との交差部に対応する光路長の1回目のOCT測定を行なう。

20

## 【0089】

得られた異なる結果から、波長1,310nmにおけるCH<sub>x</sub>発泡体の有効屈折率 $n_M$ を求めることができる。

$$\text{平均厚さ} \quad 101.9 \mu\text{m}$$

$$\text{平均光路長} \quad 113.9 \mu\text{m}$$

$$\text{屈折率 } n_M \quad 1.117$$

## 【0090】

このように、バルクポリマーの屈折率の値、及び当該ポリマーの密度を取得することができ、この時点で、発泡体サンプルの屈折率は次のように判明する。

30

$$\rho_{CH_x} = 1,188 \text{ kg/m}^3$$

$$n_{CH_x} = 1.511 \quad \text{波長: } 1,310 \text{ nm}$$

$$n_M = 1.117 \quad \text{波長: } 1,310 \text{ nm}$$

## 【0091】

これらの数値データを等式(3)に代入することにより、ポリマー発泡体CH<sub>x</sub>の密度を計算することができる。関連サンプルに関して、密度は次式により表わされる値を有する。

$$\rho_{CH_x} = 272 \text{ kg/m}^3 \quad (\text{又は、mg/cm}^3)$$

## 【0092】

重量をマイクロ単位で求めることにより、マイクロフラスコの質量 $m_{\mu b}$ は、次式のよう

40

うに得られる：

$$m_{\mu b} = 317 \mu\text{g} \pm 1 \mu\text{g}$$

## 【0093】

テレセントリック対物レンズを用いたバックライトシャドウグラフ法による外径 $\phi_{ext}$ の測定を、X線ラジオグラフ法による厚さ測定に関連付けることにより、マイクロフラスコを構成する材料の容積 $V_{\mu b}$ を計算することができる。次式が得られる。

$$\phi_{ext} = 2,027 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m} \quad \text{及び} \quad E_p = 101.4 \mu\text{m} \pm 0.9 \mu\text{m}$$

## 【0094】

これらの測定から、CH<sub>x</sub>ポリマー発泡体の密度の平均値が得られる：

$$\rho_{CHx}' = \frac{m_{\mu b}}{V_{\mu b}}$$

$$V_{\mu b} = \frac{4\pi}{3} \cdot \left[ \left( \frac{\phi_{ext}}{2} \right)^3 - \left( \frac{\phi_{ext}}{2} - Ep \right)^3 \right]$$

## 【0095】

マイクロフラスコの全体密度の数値（上式で得られた値と比較される値）は次式で表わされる。

$$\rho_{CHx}' = 267 \text{ mg/cm}^3 \pm 6 \text{ mg/cm}^3$$

## 【0096】

マイクロフラスコの1つのポイントでの局所密度測定値は全体密度測定値とは異なる可能性がある。しかしながら、発泡体の屈折率から決定される局所密度測定値は、計算された全体密度の不確定性範囲に含まれる。

## 【0097】

図7は、光路長を非接触測定する光干渉断層撮影装置の模式図である。特徴付け対象のオブジェクト62を照明するために使用される光源は、赤外領域で発光する高輝度発光ダイオードである。この電源、干渉計の参照アーム、及び分析電子機器は、ケーシング64に一括して組み込まれる。1つの光ファイバ66のみがケーシングから外に延出して、干渉計64の測定アームの一部を形成する。

## 【0098】

この光ファイバはコリメータで終端する。このコリメータは、分析対象のオブジェクトを照明し、反射光を回収するために使用される。当該コリメータの性質により、作動距離をファイバの出口と特徴付け対象のオブジェクトとの間で、数ミリメートル～数十センチメートルに適合させることができる。

## 【0099】

分析対象干渉信号はコンピュータ70にまで、調査対象のオブジェクトを特徴付ける光路長を取得するために設けられる取得カード72を介して送信される。コンピュータ70には、取得結果を表示する手段74が設けられる。

## 【0100】

特徴付け補完手段76（厚さ測定用X線マイクロラジオグラフィシステム、又は外径測定用バックライトシャドウグラフィシステム）によって、オブジェクトの有効屈折率、及びオブジェクトの密度を、このオブジェクトが多孔質サンプルである場合に計算することができる。この特徴付け補完手段により得られる結果もコンピュータ70によって利用される。

## 【0101】

光干渉断層法は、包装分野で使用されるようなポリマーフィルムの光路長の非接触／非破壊測定に使用することができる。本方法を厚さ測定と組み合わせることにより、サンプルが多孔質材料、特に多孔質熱絶縁材料により作製される場合に、サンプルの屈折率と、このサンプルの密度とを求めることができる。

## 【0102】

OCT法は、特に検査中に製造ラインにおいて別の材料に付着するコーティングを特徴付けるために使用することもできる。実際、この技術により、多重層サンプルの特定の光路長に差を付けることができる。

## 【0103】

光干渉断層法は、2mmの直径を有し、異なる性質のポリマーにより作製された中空フラスコを特徴付けるために使用された。測定は、10μm～180μmの範囲で変化する厚さを有するフラスコに対しても行なった。これらの結果は、この断層法には、屈折率測

10

20

30

40

50

定に関して非常に広い応用分野があることを示している。

【0104】

本方法は、ポリマーにより作製されるフラスコの内部に付着た半透明材料層又は透明材料層の厚さ測定に適用することもできる。この材料層は、例えば極低温で固化した水素同位体層とすることができる。

【0105】

更に、当該光干渉断層法を、ポリマー発泡体からなり、かつ2 mmの外径及び約100  $\mu\text{m}$ の厚さを有する球形オブジェクト及び中空オブジェクトに対して使用した。これらのオブジェクトの有効屈折率を計算することができた。バルクポリマーの屈折率の測定により、ポリマー発泡体の局所密度を計算することができた。

10

【図1A】

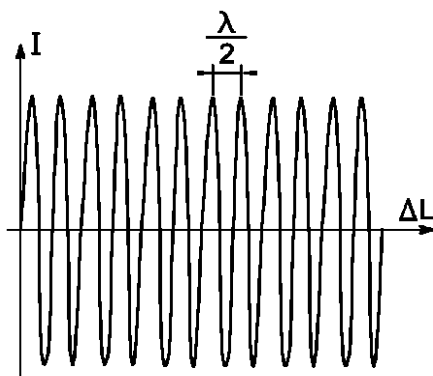


FIG. 1A

【図1B】

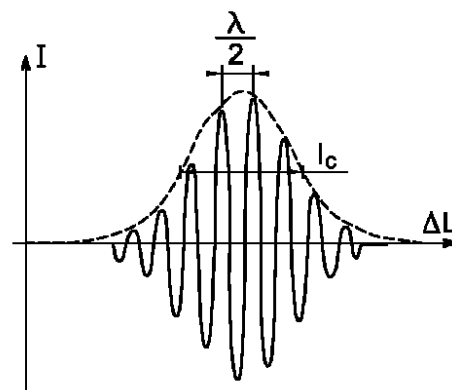


FIG. 1B



---

フロントページの続き

(72)発明者 サンドラ, フローラン  
フランス国 エフ-21000 デジジョン, リュ ジャン-パティスト ボーダン 11 エ  
ー

審査官 樋口 宗彦

(56)参考文献 国際公開第2008/023024 (WO, A1)  
特表2007-523321 (JP, A)  
特開2004-163438 (JP, A)  
特表2010-501841 (JP, A)  
実開昭61-040607 (JP, U)  
VEILLEUX J, OPTICAL COHERENCE TOMOGRAPHY FOR THE INSPECTION OF PLASMA-SPRAYED CERAMIC  
COATINGS, JOURNAL OF THERMAL SPRAY TECHNOLOGY, 米国, 2007年 9月, V16 N3, P435-44  
3  
E R KORESHEVA, CREATION OF DIAGNOSTIC COMPLEX FOR THE CHARACTERIZATION OF CRYOGENIC LA  
SER-FUSION TARGETS 以下備考, JOURNAL OF RUSSIAN LASER RESEARCH, 2007年 3月, V28  
N2, USING THE TOMOGRAPHY METHOD WITH PROBING IRRADIATION IN THE VISIBLE SPECTRUM

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
G01N21/00-21/01, 21/17-21/61  
G01B11/00-11/30