

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 6 部門第 1 区分

【発行日】令和 1 年 12 月 12 日 (2019.12.12)

【公開番号】特開 2019-15616 (P2019-15616A)

【公開日】平成 31 年 1 月 31 日 (2019.1.31)

【年通号数】公開・登録公報 2019-004

【出願番号】特願 2017-133439 (P2017-133439)

【国際特許分類】

G 0 1 J 3/45 (2006.01)

【F I】

G 0 1 J 3/45

【手続補正書】

【提出日】令和 1 年 10 月 30 日 (2019.10.30)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 2

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 2】

フーリエ変換赤外分光法では、ビームスプリッタ、固定鏡、及び移動鏡を含むマイケルソン型干渉計等の干渉計が用いられる。干渉計では、移動鏡の位置を移動して固定鏡により反射される光と移動鏡により反射される光に光路長差を付与することにより、該光路長差に応じて異なる位相で干渉した光を得ることができる。試料に含まれる測定対象化合物の吸収波長を含む波長幅を有する赤外光を干渉計に導入して干渉光を生成し、試料に照射して透過光を測定するという動作を、移動鏡を順次移動させて行うことにより、移動鏡の移動距離に対する透過光強度の変化を示すインターフェログラムが得られる（図 1）。このインターフェログラムをフーリエ変換することにより、縦軸を強度、横軸を波数とするパワースペクトルが得られる（例えば特許文献 1～3）。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 0 5】

検出器 116 としては、例えば焦電素子と接合型電界効果トランジスタを有する焦電検出器が用いられる。焦電素子は、赤外光の入射光量に応じた電荷を生成して電流を発生させる。接合型電界効果トランジスタのゲートには焦電素子が接続され、またソースには抵抗が接続されている。赤外光が入射すると、焦電素子が接続されたゲートの電圧が変化してソースから流出する電流量が変化し、ソースに接続された抵抗の両端の電位差が変化する。この電位差を検出することにより赤外光の入射光量に応じた電圧値が得られる。赤外光が照射されていないときにはドレインからゲートへの漏れ電流と焦電素子の抵抗に相当する電圧がゲートに印加されており、前記抵抗の両端にはオフセット電圧が発生している。焦電検出器では、このオフセット電圧からの変動が正負の電圧値として出力される（図 3 に実線で示す波形）。図 1 に示すインターフェログラムと区別するため、以下では図 3 に示す波形を「減算波形」と呼ぶ。

【手続補正 3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 0 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

フーリエ変換赤外分光光度計では、移動鏡107がある特定の位置にあるときに、該移動鏡107で反射された赤外光と固定鏡106で反射される光の光路長が一致する。この状態においては、全ての波長で、ビームスプリッタ105で合流した両反射光の位相が一致して強めあい、最も高強度の赤外光が検出される。これに対応する、インターフェログラム上のピークはセンターバーストと呼ばれる（図1参照）。このセンターバーストは、図3に実線で示す減算波形の正電圧側に現れる最大ピークに対応する。移動鏡107が前記特定の位置からずれると両反射光に光路長差が生じ、波長毎に異なる位相差で両反射光が干渉するようになるため、検出される赤外光の強度が波打つように変化する。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0025】

試料室22内に配置された試料23を通過した干渉光は、楕円面鏡24により集光され検出器25で検出される。本実施例の検出器25は焦電素子と接合型電界効果トランジスタを有する焦電検出器であり、赤外光の強度に応じて焦電素子で生成された量の電荷に対応する電圧と接合型電界効果トランジスタのオフセット電圧との差に相当する正負の電圧が出力される。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0031

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0031】

最初の予備測定時に行う第1信号処理では、検出器25から出力され極性反転部261に入力される電圧の極性を反転させず、そのままバイアス電圧加算部262に入力する。あるいは、極性反転部261の手前に配設された信号経路の切り換えスイッチを用いて極性反転部261に電圧を入力せず、直接バイアス電圧加算部262に入力するようにしてもよい。バイアス電圧加算部262では、順次入力される電圧に予め決められたバイアス電圧を加算して出力する。バイアス電圧が加算された電圧は、増幅器263により予め決められた倍率に増幅され出力される。増幅器263から出力された電圧はA/D変換器27でデジタル信号に変換され制御/処理部30内の記憶部31に保存される。

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0032

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0032】

2度目の予備測定時に行う第2信号処理では、検出器25から出力され極性反転部261に入力された電圧の極性を反転させてバイアス電圧加算部262に入力する。バイアス電圧加算部262では、順次入力される極性反転後の電圧に予め決められたバイアス電圧を加算して出力する。バイアス電圧が加算された電圧は、増幅器263より予め決められた倍率に増幅され出力される。増幅器263から出力された電圧はA/D変換器27でデジタル信号に変換され制御/処理部30内の記憶部31に保存される。このように、第1信号処理と第2信号処理は、検出器25からの出力電圧の極性を反転させるか否かという点で異なる。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

図7に、模式的な減算波形を用いて具体的な信号処理の一例を示す。図7では、実施例1における信号処理の特徴についての理解を容易にするために波形を簡素化しているが、実際の測定で得られる減算波形はより複雑である。後述の実施例2及び3において説明に使用する波形についても同様である。ここでは、検出器25から、最大ピークの電圧の絶対値が4V、該最大ピークの極性と反対側の最大出力電圧の絶対値が1Vである減算波形が出力される場合を想定し、バイアス電圧を-1.5V、増幅率を2倍としている。また、A/D変換器27の入力レンジは-5V~+5Vである。フーリエ変換赤外分光光度計で取得されるインターフェログラム(図1)において上向きに最大ピークが現れるか下向きに最大ピークが現れるか(言い換えると、図3のような減算波形において正電圧側に最大ピークが現れるか負電圧側に最大ピークが現れるか)を事前に予測することはできないが、その最大ピークの大きさ(電圧の絶対値)はほぼ一定であるため、事前に減算波形を構成する電圧の範囲を想定しておくことができる。従って、その電圧範囲とA/D変換器27の入力レンジに基づいて、バイアス電圧の大きさ及び増幅率を決めておくことができる。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0035

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0035】

ここでは、減算波形の最大ピークが正電圧側に現れる例を説明したが、負電圧側に現れる場合も同様に処理され、信号処理決定部33は、第2信号処理を実測定時の信号処理方法として決定する。また、ここではバイアス電圧を負電圧としたがバイアス電圧を正電圧とすることもできる。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

実施例2のフーリエ変換赤外分光光度計でも、実試料の測定前に、その測定時に使用する信号処理の方法を決定するための予備測定を行う。この予備測定は、例えば入力部60を通じた使用者からの指示に基づき、制御/処理部40がフーリエ変換赤外分光光度計の各部を動作させることにより行われる。あるいは、フーリエ変換赤外分光光度計の電源が投入された時や、前回の実試料の測定後、予め決められた時間以上の時間が経過している場合に、制御/処理部40が自動的に予備測定を行うようにしてもよい。

【手続補正 10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0043

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0043】

ここでも、減算波形の最大ピークが正電圧側に現れる例を説明したが、負電圧側に現れる場合も同様に処理され、信号処理決定部43は、第3信号処理を実測定時の信号処理方法として決定する。

【手続補正 1 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 4 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 4 7】

実施例 3 のフーリエ変換赤外分光光度計では、ハイパスフィルタ 4 6 4 を用いて、検出器から出力される電圧のうち予め決められた周波数以上の成分を通過させる。ここでいう予め決められた周波数は減算波形（あるいはインターフェログラム）に含まれる主な周波数に近い値とすればよい。この値は光源の発光スペクトルにおいて強度が大きい波長や、干渉計等の光学系の構成に依存する。減算波形に含まれる主な周波数は、移動鏡 1 6 の速度と赤外光の波長によって決まる。赤外光の波長は、試料に含まれる測定対象化合物により吸収される光の波長であり、光源 1 1 には、その波長における発光強度が大きいものが用いられる。例えば、移動鏡 1 6 の速度が 2.8mm/s、測定波長（に対応する波数）を 2000cm⁻¹である場合、周波数 $f = 2 \times 2.8(\text{mm/s}) \times 2,000(\text{cm}^{-1}) = 1,120\text{Hz}$ となり、1kHz 付近の周波数が支配的になることから、ハイパスフィルタ 4 6 4 のカットオフ周波数を 1kHz 近傍に設定すればよい。

【手続補正 1 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 0 5 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 0 5 5】

1 0 ... 気密室
 1 1 ... 光源
 1 2 ... 集光鏡
 1 3 ... コリメータ鏡
 1 4 ... ビームスプリッタ
 1 5 ... 固定鏡
 1 6 ... 移動鏡
 1 6 a ... 移動鏡駆動部
 1 7 ... レーザ光源
 1 8、1 9 ... ミラー
 2 0 ... 検出器
 2 1 ... 放物面鏡
 2 2 ... 試料室
 2 3 ... 試料
 2 4 ... 楕円面鏡
 2 5 ... 検出器
 2 6、3 6、4 6 ... 信号処理部
 2 6 1 ... 極性反転部
 2 6 2、3 6 2 ... バイアス電圧加算部
 2 6 3、3 6 3、4 6 3 ... 増幅器
 4 6 4 ... ハイパスフィルタ
 2 7 ... A/D変換器
 2 9 ... 信号生成部
 3 0、4 0、5 0 ... 制御 / 処理部
 3 1 ... 記憶部
 3 2、4 2 ... 判定部
 3 3、4 3 ... 信号処理決定部

6 0 ... 入力部

7 0 ... 表示部

【手続補正 1 3】

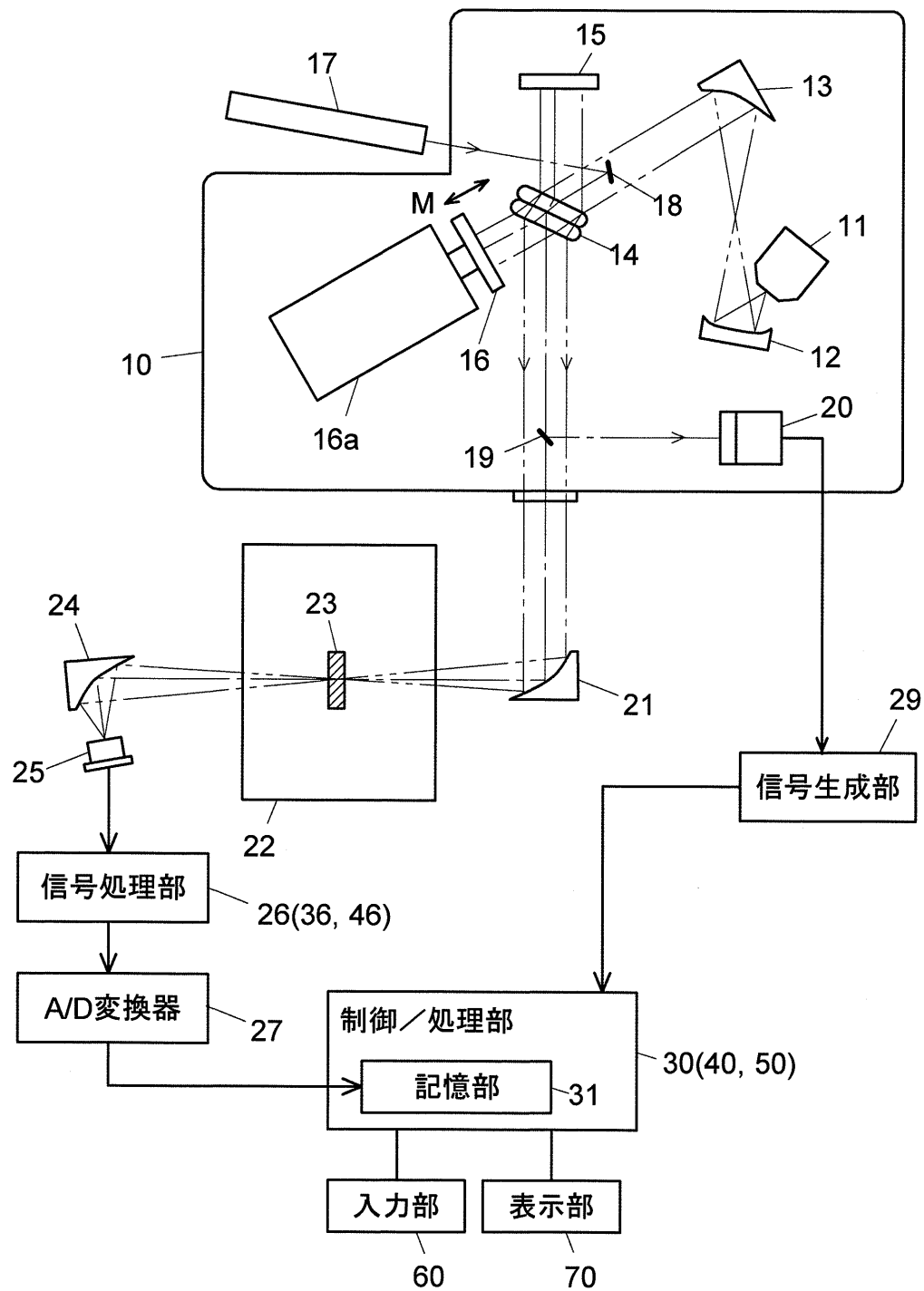
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 5

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 5】



【手続補正 1 4】

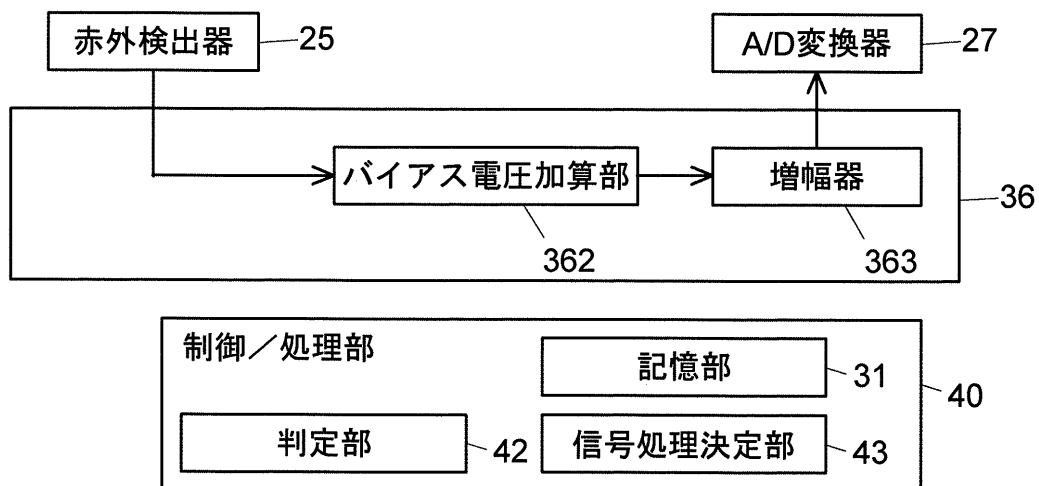
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 8】



【手続補正 1 5】

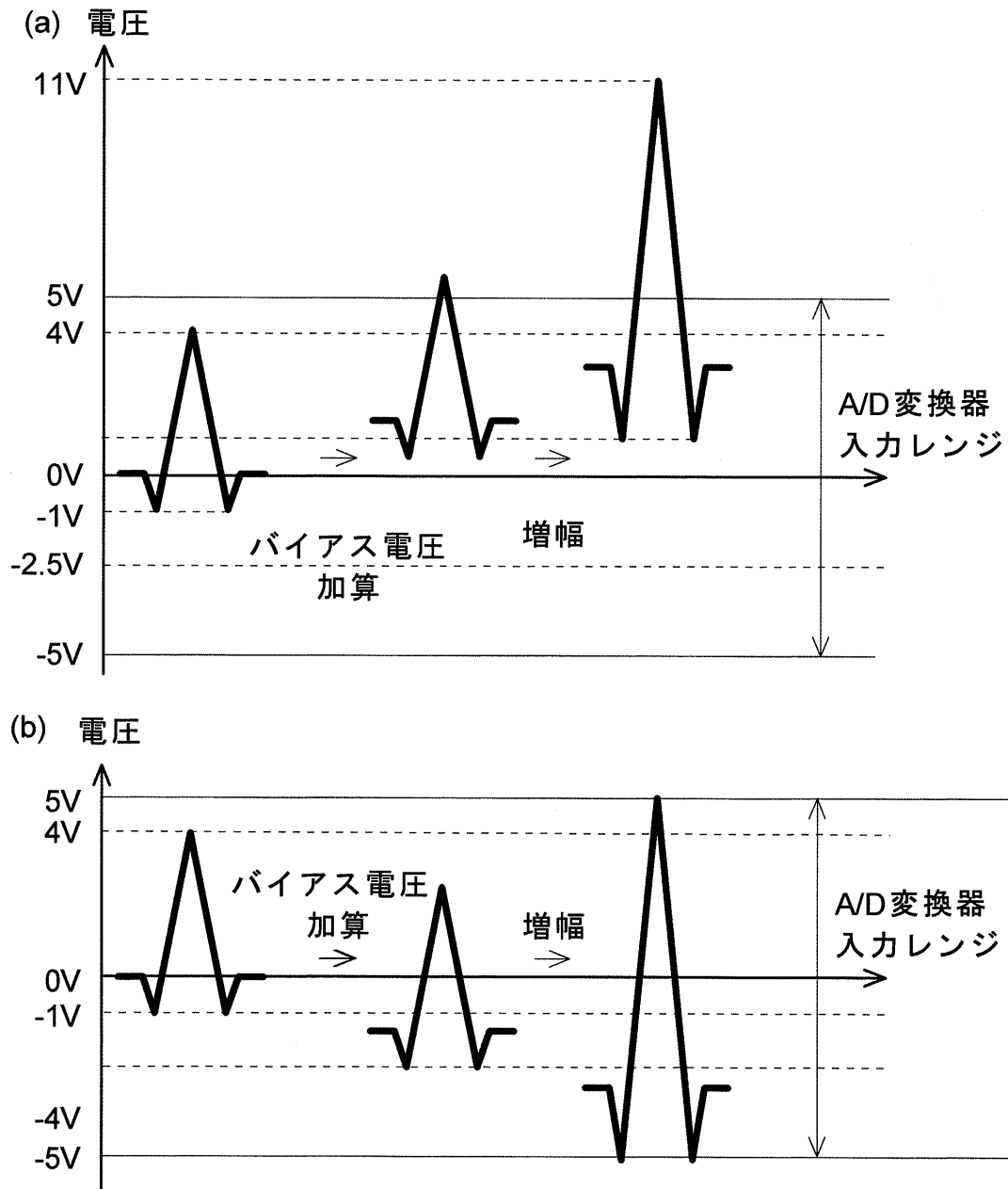
【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 9】



【手続補正16】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図10

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図 10】

