

# 光導波路法による露点の高感度測定

## ガス中の水分を高感度に測る

スラブ光導波路分光法は、薄いガラス板などを光導波路として用いる分光法であり、表面に選択的で高感度である。この研究では、この分光法を応用した露点計を試作した。水分を含む窒素ガスを発生させ、装置の評価を行ったところ、非常に低い水分量でも高感度かつ迅速に検出することができた。

Slab optical waveguide (SOWG) spectroscopy is the optical absorption spectroscopic techniques using a thin planer waveguide as an internal total reflection medium. Remarkable features of this technique are the selectivity to the surface and the high sensitivity. As a new field of the application, an experimental dew point measurement system based on the SOWG technique was tested for moisture analysis in high purity gases. It was consisted of a thin glass plate with the thickness of 0.1 to 0.5 mm, optical detecting components and a Peltier cooler. Our results show that this system has the good sensitivity and quick response.

工業的に用いられる高純度ガス中の水分は、製造工程の歩留まりや製品の品質に影響を与える。そのため、ガスを管理する上で水分測定の重要性は非常に高く、さまざまな水分測定法が開発されている。ガス中の水分量は、一般に露点で表される。露点とはガス中の水分が飽和して露が生じる温度であり、水分が少ないほど露点は低くなる。露点を直接測定する光学式露点計は、種々あるガス中水分測定法の中でも動作原理が単純で正確な水分測定ができる標準的な方法とされている。具体的には、金属鏡面をペルチェ素子などを用いて冷却し、表面が露あるいは霜の生成によって曇る温度を温度計で測定

することにより、露点を測定する。この方法の問題点の一つは、水分がきわめて少ない高純度ガスでは、凝集する露の量が非常に少ないことから、露点の検出が困難になり、応答時間が長くなるとともに精度が低下することである。

光導波路分光法は分光学的分析手法の一つであるが、以下のような特徴により、表面付近の試料を選択的かつ高感度に検出することが可能である。光導波路法では光導波路内を反射しながら伝播するプローブ光によってエバネッセント波が生じる。このエバネッセント波が、導波路表面近傍の試料に吸収されることにより、伝播するプローブ光が減衰する効果を利用する多

加藤 健次 Kenji Kato  
k.kato@aist.go.jp  
計測標準研究部門  
有機分析科 科長

光導波路を利用した光導波路分光法により、界面の状態や吸着物質の高感度分析法の開発などを行ってきた。いろいろな応用や発展が期待される手法であり、企業との共同研究などでこれらの研究を継続中である。現在の主な研究課題は、標準ガスの開発であり、この中で高感度なガス分析法の一つとして導波路分光法の研究を行っている。光導波路を用いたガスセンサーに関する報告例は多いが、まだ実用化には至っていないことから、本手法については、是非実用化まで持っていきたいと考えている。

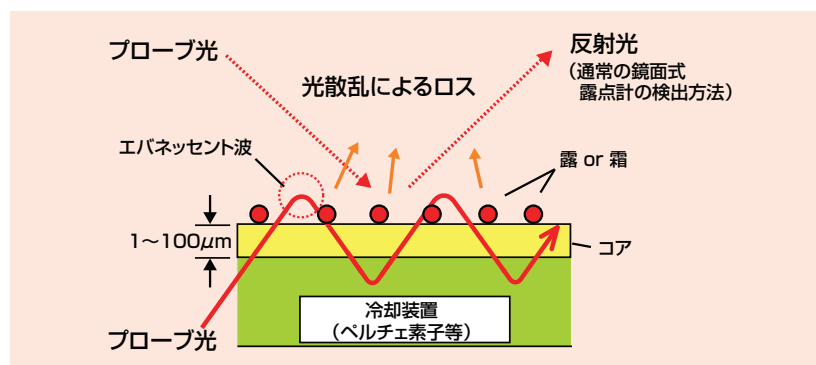
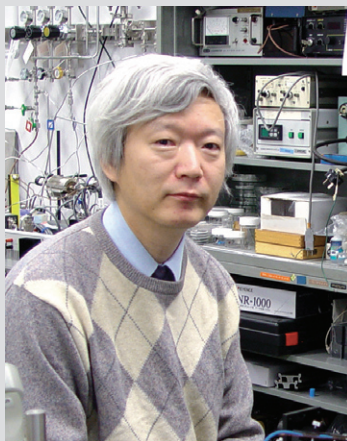


図1 光導波路法による露点測定の実験原理説明図

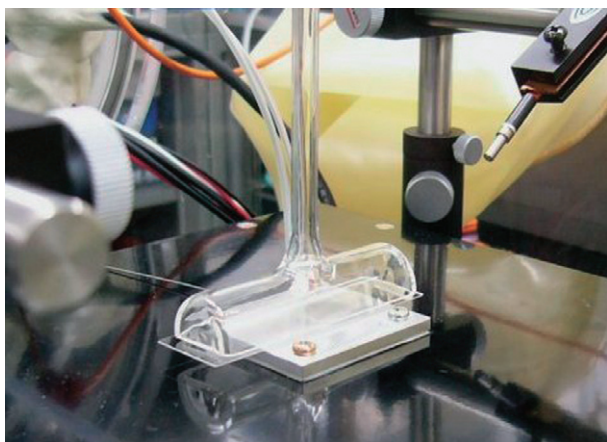


図2 検出部の拡大写真

中央アルミ板の上に石英薄板の光導波路があり、上からガラス製の漏斗により試料ガスを光導波路表面に導いている。

重内部反射方法の一種である。導波路1 cmあたり数10～数100回とされる多重反射により、高感度化が可能になる。また、エバネッセント波を利用するため導波路表面近傍の試料に対する選択性が高い。この手法は、これまでLB膜中の色素やたんぱく質などの吸着現象などを対象にした研究に用いてきた<sup>\*1～\*4</sup>。

今回の試みは、このような光導波路法の特徴を露点測定と組み合わせ、高精度の水分測定法を開発しようとするものである<sup>\*5～\*6</sup>。図1は、光導波路法による、露の検出の様子を表したものである。数ワット程度のハロゲンランプの光を光ファイバーで導きプローブ光として用いている。プローブ光は、光導波路の端面から入射し、内部を全反射で透過した後、再び端面から出射して光ファ

イバーに取り込まれ、光検出器で検出される。光導波路上に冷却による露あるいは霜が生じると、表面でプローブ光が散乱されて、透過するプローブ光強度が減少することを利用している。図2は、試作した露点測定装置の検出器部分の写真である。光導波路として用いられている石英薄板が冷却装置の上に載っており、ここに試料ガスが吹き付けられるという単純な仕組みである。現在は検出部分がむき出しになっていて全体を大型の密閉容器内に設置してあるが、将来的には、小型の密閉系の検出部にする予定である。また、用いている冷却器の性能の限界から、現状での測定可能な露点は $-65^{\circ}\text{C}$ 付近であるが、冷却器の性能を向上させることにより、 $-80^{\circ}\text{C}$ 以下の露点測定が可能である。

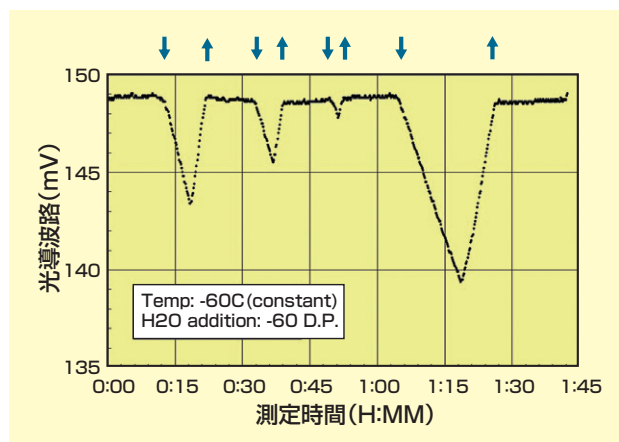


図3 水分ガスと乾燥ガスを交互に流した場合の応答例

↓の点で水分ガスへ切り替え、↑で乾燥ガスへ戻している。

図3は、光導波路をおよそ $-60^{\circ}\text{C}$ に冷却しておき、露点がほぼ $-60^{\circ}\text{C}$ 程度の水分を含む窒素ガスと乾燥窒素を交互に流した場合の測定結果の例である。下向きの矢印の点で水分ガスを流し、上向きの矢印の点で乾燥窒素に戻している。水分を含むガスの導入時間はそれぞれ、7分、5分、2分、15分であるが、水分濃度の変化に素早く応答していることがわかる。一方、並列に接続した静電容量式水分計では、一定の露点表示になるまでに長い時間を要し、また乾燥ガスに戻した場合に元通りの指示になるにはさらに長い時間がかかった。また、露点 $-50^{\circ}\text{C}$ から $-60^{\circ}\text{C}$ の範囲の水分を含む窒素ガスを静電容量式水分計と試作露点計に導入し、両水分計による測定値を比較した結果では、良い相関を示すことも確認できた。

## 関連情報\*

- 1 K. Kato, A. Takatsu, N. Matsuda, R. Azumi and M. Matsumoto, Chem. Lett., 1995,437.
- 2 N. Matsuda, A. Takatsu and K. Kato, Chem. Lett., 1996,105.
- 3 K. Kato, A. Takatsu and N. Matsuda, Chem. Lett, 1999,31.
- 4 加藤健次, ぶんせき, 133 (1995)
- 5 加藤健次, 高津章子, 松田直樹, 特許第 2802361 号、特開 2004-108940.
- 6 内田直子, 加藤健次, 高津章子, 分析化学, No3 (2005), 掲載予定.