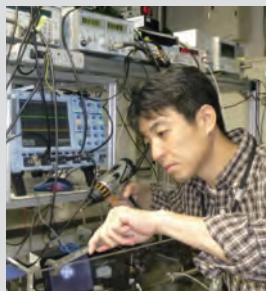


高感度ガス中微量水分計の開発



阿部 恒

あべ ひさし

abe.h@aist.go.jp

計測標準研究部門
温度湿度科
湿度標準研究室
研究室長
(つくばセンター)

信頼性の高い測定結果を得るには、高性能な計測器とそれを校正する標準が不可欠であり、それらは車の両輪のような関係にあると理解しています。これまでは標準の研究を主に行ってきましたが、今後は計測器の高感度化・高精度化の研究と、メーカーの計測器開発の支援も進めて行きたいと考えています。

関連情報:

● 共同研究者

D. Lisak, A. Cygan, R. Ciurylo (コペルニクス大学), 橋口幸治 (産総研)

● 参考文献

[1] H. Abe and K.M.T. Yamada: *Sens. Actuat. A*, 165, 230-238 (2011).

[2] 阿部 恒: *シンセオロジー*, 2(3), 223-236 (2009).

水はすべての生物に不可欠な物質ですが、高純度ガスや高真空を必要とする各種製造分野や科学実験の分野では、不純物として問題にされる物質です。水(水蒸気)は大気中に大量に存在しているため、どこへでもすぐに入り込んでしまうことと、一度装置などの内部へ入ると、その高い吸着性により除去するのがとても困難となることから、その主な理由です。ハイテク産業や科学の進展にともなって、近年、微量なレベルでの水分管理が強く求められてきており、物質質量分率(モル分率)で10 nmol/mol (10 ppb)以下の管理が必要なケースもあります。このため、ガス中微量水分の高精度な測定が不可欠となりますが、10 ppb以下の領域では信頼性の高い計測法がまだまだ十分に確立されていません。この研究では、10 ppb以下の領域でも測定可能な、キャビティリングダウン分光法(CRDS)を用いた微量水分計を開発しました。

CRDS 微量水分計の開発

CRDS 微量水分計は、レーザー吸収分光法に基づいてガス中の水分濃度を絶対測定する装置です。図1にCRDS 微量水分計のブロック図を示します。極めて反射率の高い2枚のミラーを用いて光学キャビティを組み、この中に測定対象となる微量水分を含むガスを導入します。ここにレーザー光を透過させ、光パワーがキャビティ内に十分蓄えられたところでレーザー光を遮断します。そして、キャビティから漏れ出てくるレーザー光の強度の時間変化(減衰時間)の測定から、キャビティ内の水分量を決定します。CRDSでは高反射率ミラーの使用により、レーザー光がキャビティ内で何度も往復して長い光路長が得られることで、高感度化が可能となります。この研究で開発した装置のキャビティの長さは60 cmですが、反射率99.994%のミラーを使ったことで有効光路長10 kmを得ています。また、キャビティの一つの固有モードとだけレーザー光が強く共

振するように、透過光パターンをカメラでモニターしながら光学系の調整を行うことで、低ノイズ化を実現しました。さらに、光学系を単純化したことで、振動にも強い丈夫な装置となり、長時間積算が可能になり、信号雑音(S/N)比の向上につながりました。性能評価のため、国際単位系(SI)へのトレーサビリティが確保されたモル分率12 ppbの窒素中微量水分の標準ガスをを用いた実験を行ったところ(図2)、バックグラウンドノイズが約0.05 ppb(標準偏差)に抑えられていることが確認できました。これは吸収分光法による窒素ガス中微量水分の測定としては、世界最小レベルのノイズとなります。

今後の展開

今後は窒素以外のガス種にも測定対象を広げていきます。SIトレーサブルな実験に基づいて信号強度のガス種依存性を調べ、窒素以外のガス種についても信頼性の高い微量水分測定が可能となる計測技術の確立を目指します。

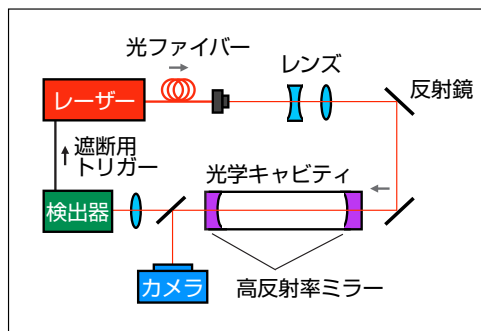


図1 CRDS 微量水分計のブロック図

光学キャビティ内にレーザー光のパワーが十分蓄えられたところでレーザー光を遮断する。光学キャビティから漏れ出てくる光の減衰信号を検出器で測定し、減衰信号の時定数から水分濃度を決定する。

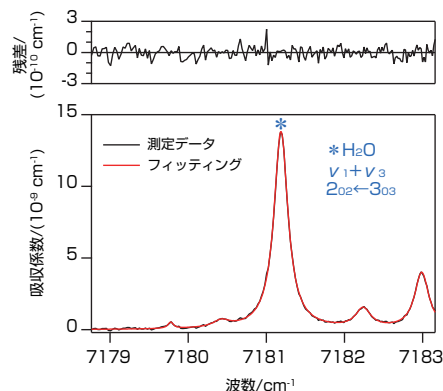


図2 水の近赤外吸収スペクトル

標準ガス中の水のモル分率は約12 ppb。吸収線はローレンツ関数を使ってフィッティングしている。残差(バックグラウンドノイズ)の標準偏差は約0.05 ppbに相当。