

微量水分計の応答試験装置の開発

Development of trace-moisture generator for testing response performance of trace-moisture analyzers to step change of water concentration

産総研 ○阿部 恒¹

NMIJ/AIST ○Hisashi Abe¹

E-mail: abe.h@aist.go.jp

【はじめに】半導体デバイス製造、二次電池製造、ハイバリアフィロムのバリア性評価においては、ガス中微量水分の測定が重要な課題となっているが、そこで使用されている多くの微量水分計の性能、特に水分濃度が変化した際の応答性に問題があることが最近明らかになってきた。本研究では、水分の物質質量分率 $1 \mu\text{mol/mol}(\text{ppm})$ 以下の領域において、素早く水分濃度を切り替えることができる装置を開発し、SI トレーサブルな実験に基づいて、水分濃度変化に対する微量水分計の応答試験を行えるようにすることを目的としている。

【実験】産総研で開発した拡散管方式微量水分発生装置を用いて、 $2 \mu\text{mol/mol}(\text{ppm})$ または $12 \mu\text{mol/mol}(\text{ppm})$ 程度の水分を含む窒素を流量 0.1 L/min (101.325 kPa , 0°C) で発生させ、これに流量 $1 \text{ L/min} \sim 20 \text{ L/min}$ の乾燥窒素を加え希釈することで、約 $10 \text{ nmol/mol}(\text{ppb}) \sim 1 \mu\text{mol/mol}(\text{ppm})$ の範囲のガス中微量水分を発生させた。希釈用の乾燥窒素の流量を、マルチ音速ノズルを組み込んだ高精度流量測定制御装置を使って素早く変更することで、窒素中水分濃度の切り替えを行った。このようにして発生させたガスの一部 (0.1 L/min) をキャビティリングダウン分光法 (CRDS) に基づく市販の微量水分計に導入し、指示の記録を行った。

【結果】下図は $11.8 \text{ nmol/mol} \sim 87.2 \text{ nmol/mol}$ の範囲でステップ変化をさせた時の実験結果を示す。 $12.25 \text{ nmol/mol} \rightarrow 12.69 \text{ nmol/mol}$ と水分濃度を変化させると、CRDS 微量水分計の指示も $12.27 \text{ nmol/mol} \rightarrow 12.69 \text{ nmol/mol}$ と変化していることから、このような微量レベルの濃度切り替えが、本装置で精度よく実現できていることが分かる。

