

キャビティリングダウン分光法ガス中微量水分測定システムの高感度化

Sensitivity improvement in measurement system of trace-moisture in gas using cavity
ring-down spectroscopy産総研¹, ニコラス・コペルニクス大学² ○阿部 恒¹, Daniel Lisak², Agata Cygan², Roman Ciuryło²NMIJ/AIST¹, UMK² ○Hisashi Abe¹, Daniel Lisak², Agata Cygan², Roman Ciuryło²

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

【はじめに】半導体デバイスの製造分野では、材料ガスとして用いる高純度ガス中に不純物として残留する水分の管理のため、物質分率(モル分率) $1 \mu\text{mol/mol}$ (ppm)以下の領域でのガス中微量水分の計測が重要な課題となっている。私たちは、この領域での水分測定法として現在最も信頼性が高いと考えられるキャビティリングダウン分光法(CRDS)を使った、微量水分測定システムの開発を行っている。今までの検出下限は標準偏差で 0.1 nmol/mol (ppb)程度であったが、今回さらに高感度化を実現するための改良を行った。

【実験】ダイオードレーザーから発振された波長 $1.4 \mu\text{m}$ のレーザー光を、2枚の高反射率ミラー(反射率 99.994%)で構成された光学キャビティの片側のミラーから導入し、反対側のミラーから漏れ出る光の強度を検出器で測定した。キャビティ内に十分な強度のレーザー光が閉じ込められた後にレーザー光を遮断し、検出器で得られるリングダウン信号をデジタイザを介して PC に転送し記録した。微量な水分を含む窒素ガスを光学キャビティ内に導入し、レーザー光の波数 $\tilde{\nu}$ を水の吸収線($\tilde{\nu}_0 = 7181.16 \text{ cm}^{-1}$)付近で掃引して、水の近赤外吸収スペクトルを測定した。今回、高感度化のための改良として、以下の2点を行った：(1)TEM₀₀モードのリングダウン信号のみを測定するように、近赤外カメラとオシロスコープを用いて光学キャビティを透過するレーザー光のキャビティモードのパターンと強度をモニターしながら光学系の調整を行った、(2)アイソレータを光路に置き、戻り光による干渉効果を減少させた。

【結果】12 ppb 程度の水分を含む窒素ガスをを用いて得られた水の近赤外吸収スペクトルを下図に示す。縦軸は吸収係数 α 、横軸は波数 $\tilde{\nu}$ を表す。吸収線はローレンツ関数でフィッティングしてある。図の上部に示してある残差(バックグラウンドノイズ)の標準偏差を、検出下限の標準不確かさとして見積ると約 0.03 ppb となり、市販装置の検出下限($\sim 0.3 \text{ ppb}$)の約 10 倍の感度が実現されていることが分かった。

