

デュアル CRDS によるガス中微量水分のリアルタイム測定

Real-time measurement of trace moisture in gas using dual-wavelength cavity ring-down spectroscopy

産総研 [○]阿部 恒, 橋口幸治, 天野みなみNMIJ/AIST [○]Hisashi Abe, Koji Hashiguchi, Minami Amano

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、物質質量分率(モル分率) 100 nmol/mol (100 ppb)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、現状で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。今回、2つの波長のレーザーを用いてベースライン変動の補正をしながら、ガス中微量水分をリアルタイムに測定できるシステムの開発を開始したので、それについて報告する。

【実験】波長 1.4 μm のレーザー光を発振する2つのダイオードレーザーと光スイッチとを、光ファイバーを用いて接続し、スイッチを切り替えることで、片方のレーザー光だけを取り出せるようにした。光スイッチから出力されるレーザー光を、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。微量水分を含む窒素ガスを光学キャビティ内に導入した状態で、2つのレーザー光の波数 $\tilde{\nu}$ を、それぞれ水の吸収線のピーク位置($\tilde{\nu}_0 = 7181.13 \text{ cm}^{-1}$)と吸収線のない位置(7178.90 cm^{-1})とで制御して、光スイッチを切り替えながら、交互にリングダウン時間を測定した。ガス流量は 1.0 L/min、セル内の圧力はほぼ大気圧、温度は室温の条件で実験を行った。

【結果】国際単位系(SI)へのトレーサビリティが確保できる拡散管方式微量水分発生装置で発生させたモル分率 $x_w \approx 8 \text{ ppb}$ の窒素中微量水分を使って行った実験結果を右図に示す。黒色はベースライン補正を行ったデータ、赤色は補正を行っていないデータを表す。ベースライン補正を行うことで、安定性の高い測定結果が得られたことが分かる。1点の測定値は 300 セットのリングダウン時間測定の平均から求めており、1点の測定に要する時間は約 30 秒であった。ベースライン補正を行った場合の 19 時間の測定データの標準偏差は、約 0.08 ppb であった。

【謝辞】本研究の一部は、JSPS 科研費 15K06127 の助成を受けたものである。

