

キャビティリングダウン分光法によるガス中微量水分の自動測定システム

Automated system for trace-moisture measurement 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 Ciuryło²

NMIJ/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。今回、ガス中微量水分の変化をリアルタイムにモニターするための自動測定システムを開発した。

【実験】ダイオードレーザーから発振された波長 1.4 μm 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、レーザー光の波数 $\tilde{\nu}$ を、水の吸収線のピーク位置(大気圧下で $\tilde{\nu}_0 = 7181.14 \text{ cm}^{-1}$)と、吸収線のない位置(7179.24 cm^{-1})とで制御して、それぞれの位置のリングダウン時間を測定した。ガス流量は 3 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】12 ppb~30 ppb の範囲で水分濃度を変化させながら測定した結果を下図に示す。図の黒色の線は国際単位系(SI)にトレーサブルとなる方法で発生させた微量水分の標準ガスのモル分率(標準値)を示し、青色の線は CRDS 微量水分計の測定値を示す。CRDS 微量水分計の測定値は、2つの位置でのリングダウン時間の測定値と水の吸収断面積の情報を使って計算で求めている(微量水分標準による校正は行っていない)。すなわち、図中の標準値と測定値とは独立に決められているが、互いによく一致しているのが分かる。また、開発した CRDS 微量水分計は、30 ppb 以下の領域における水分濃度の変化に対しても、素早く追従できることが分かった。

