

共鳴波長シフト検出によるパラジウム表面上 共鳴格子型水素センサの性能評価

Performance evaluation of the hydrogen sensor by detecting the resonant wavelength shift in the guided-mode resonant grating on a palladium surface

大阪大工, °水谷 彰夫, 佐藤 慶英, 菊田 久雄

Osaka Prefecture Univ. °Akio Mizutani, Yoshihide Sato, Hisao Kikuta

E-mail: mizutani@me.osakafu-u.ac.jp

クリーンエネルギーとして注目されている水素を安全に扱うためには, 防爆の危険性がない光学式の高感度な水素センサが求められている. 我々は先行研究において, パラジウム表面上共鳴格子型水素センサを作製した[1]. He-Ne レーザーを TE 偏光で入射すると, 特定の入射角度で反射光が低下する共鳴現象が生じ, 水素濃度を 0% から 4% に変化させた時, パラジウムの屈折率が変化し, 共鳴角度は計算上 0.14° , 実験では 0.08° シフトした. しかし, 角度変化に対する反射光強度を測定するため, 回転ステージが必要となり, 光学式の利点を損なってしまっていた. そこで, 共鳴波長のシフトを検出する方法を試みた. その際, 大きな波長シフトが得られる設計で共鳴格子を作製しなおし, モノクロメータから TE 偏光を垂直入射させたときの水素暴露による共鳴時の波長の変化を測定した[2]. 共鳴波長は計算上 1.4nm , 実験では 1.0nm シフトし, 波長シフトを用いた水素センサの実現可能性を示せた. しかし, 波長をモノクロメータで変化させていたため測定時間が長くかかっていたことと完全な密閉容器でなかったため, 細かな濃度に対する波長シフトが正確に測定できなかった. 本研究では, スペクトロメータと水素・窒素ガス混合用流量計をつないだ密閉容器を用いることで, 水素濃度に対する波長シフト量と水素吸蔵時の立ち上がり時間と水素放出時の立ち下がり時間を測定した.

シリコン基板上にパラジウムを蒸着し, その上に 1 次元周期構造の誘電体格子を紫外線干渉露光によって UV レジスト (TDUR-P009) にパター

ニングをすることで作製した. 図 1(a)に, 作製した共鳴格子の断面 SEM 像を示す. 周期 590nm , 高さ 350nm , 幅 290nm であった. 図 1(b)に水素濃度 0% と 4% の場合の反射スペクトル測定結果と RCWA による計算結果を示す. 共鳴波長はよく一致し, 計算上 1.3nm , 実験では 1.5nm シフトした. 測定の際には, 密閉容器内に作製した素子を入れ, 流量計を用いて水素と窒素ボンベからの流量を制御することで水素濃度を变化させた. スペクトロメータ (B&W Tek 製 Quest X) の分解能は 0.5nm であるが, 測定データを多項式近似することで共鳴波長を 0.1nm 以下まで求めた. 次に, センサの時間応答を調べるために, 共鳴波長の時間変化を測定した. 図 1(c)に結果を示す. 5 分の時点で水素をそれぞれ 1,2,3,4% 導入し, 15 分経過した時点で窒素パージによって水素濃度が 0% に戻るようにした. 図よりばらつきが少ない 25 分から 30 分の共鳴波長を水素 0% の値とすると, 1,2,3,4% それぞれの共鳴波長の平均 (8 分から 15 分) よりシフト量は 0.2nm , 0.7nm , 1.1nm , 1.5nm と得られ, おおむね濃度に比例してシフトしていた. 標準偏差が 0.06nm なので, 4% で 1.5nm シフトする場合, 水素濃度分解能は 0.16% となる. また, 立ち上がり時間は約 3 分, 立ち下がり時間は約 5 分かかっており, 高濃度になると水素吸蔵, 放出反応により長い時間がかかっている.

本研究は JSPS 科研費 15K04638 の助成を受けたものです.

参考文献

- [1] 船引勇佑 他: Optics & Photonics Japan 2013 予稿集 12pP15
[2] 佐藤慶英 他: Optics & Photonics Japan 2016 予稿集 2aD7

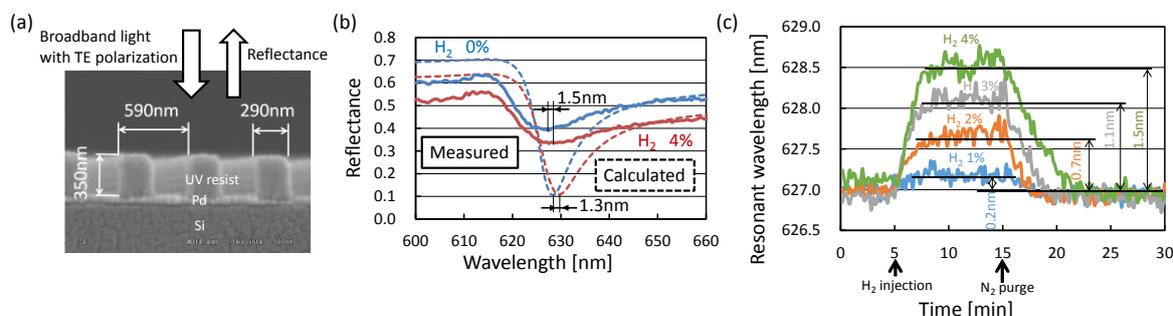


Fig. 1 A hydrogen guided-mode resonance sensor. (a) SEM image of fabricated resonant grating. (b) Measured and calculated spectral reflectance in 0% and 4% H_2 , respectively for normally incident light with TE polarization. Solid curves indicate the measured datum and dotted curves indicate the calculated datum. (c) Time response of the resonant wavelength in 1%, 2%, 3% and 4% H_2 , respectively.