

小型 CRDS 微量水分計で得た測定結果の不確かさ

Uncertainty of measurement results obtained using a miniaturized CRDS-based trace-moisture analyzer

産総研¹, 神栄テクノロジー株式会社² °阿部恒¹, 橋口幸治¹

本田真一², 三宅伴季², 清水裕行²

National Metrology Institute of Japan (NMIJ/AIST)¹, Shinyei Technology CO., LTD²

°Hisashi Abe¹, Koji Hashiguchi¹,

Shinichi Honda², Tomoki Miyake², Hiroyuki Shimizu²

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

【序】キャビティリングダウン分光法(CRDS)は超高感度なレーザー吸収分光法の一つであり、ガス中の微量成分の検出、特にモル分率 $1 \mu\text{mol/mol}$ (1 ppm)以下の領域の微量な水蒸気(微量水分)の計測に威力を発揮する方法である。しかし、現状の市販 CRDS 微量水分計はサイズが大きく、そのため応用先が制限されている状況にある。この問題に対応するため、私たちは小型 CRDS 微量水分計の開発を行っている。CRDS は複数のレンズ・ミラーを用いて光学系を組むのが一般的であるが、本研究では小型化のため、光学素子の数が最小となるレンズ 2 枚、キャビティ用高反射率ミラー 2 枚のみを用いた。シミュレーションと予備実験を繰り返しながら光学系の設計・最適化を行い、その結果、センサー部のサイズ $9 \text{ cm} \times 15 \text{ cm} \times 24 \text{ cm}$ 、質量 2.7 kg の小型 CRDS 微量水分計の開発に成功した。今回、小型 CRDS 微量水分計で得た測定結果の不確かさを評価した。

【実験】国際単位系(SI)へのトレーサビリティが確保された微量水分標準発生装置を用いて、 12 nmol/mol (12 ppb) ~ $1.3 \mu\text{mol/mol}$ (1.3 ppm)の範囲の微量水分を含む窒素ガス(大気圧)を発生させた。このガスを小型 CRDS 微量水分計に導入した。小型 CRDS 微量水分計で用いているダイオードレーザー($1.4 \mu\text{m}$ 帯)の駆動電流を周期的に変化させて、 7180 cm^{-1} ~ 7182 cm^{-1} の範囲でレーザー波長の掃引を繰り返し行った。その波長範囲で、測定点 1500 のデータから成る吸収スペクトルを測定した。Lorentz 関数を用いた最小二乗法フィッティングによって吸収スペクトルをリアルタイムに解析し、吸収線(7181.14 cm^{-1})の面積を求めた。1つのスペクトルの測定と解析にかかる時間は合計で約 10 s であった。

【結果】吸収線の面積に基づいて決定した水のモル分率 x_{CRDS} と、微量水分標準の標準値である x_w とを比較したところ、両値の差はそれぞれの不確かさの合成拡張不確かさ(包含係数 $k=2$, 95 %の信頼の水準)によって説明できることがわかった。Fig.1 に x_{CRDS} と x_w をプロットしたグラフを示す。発表では不確かさ評価の詳細と、市販 CRDS 微量水分計との比較実験の結果についても報告する。

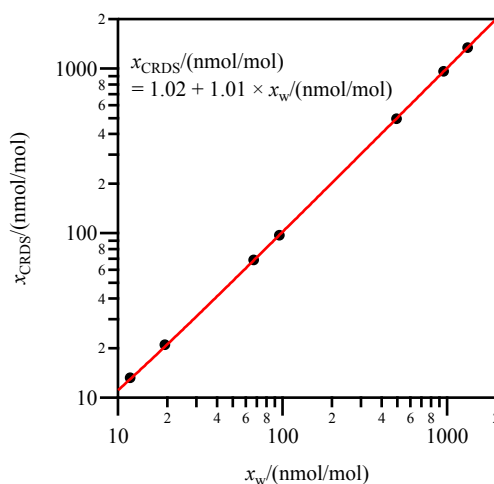


Fig.1 Result of comparison between a primary trace-moisture standard (x_w) and the mini-CRDS (x_{CRDS}).