

MOFを用いた ガス中微量水分分析計の開発

SATテクノロジー・ショーケース2018

■ はじめに

半導体の製造をはじめとした多くの産業に使用される高純度ガスに水分が混入すると、酸化のため製品性能や歩留まりの悪化を引き起こす。例えば、わずか1.0 ppmの微量水分の残留が、窒化ガリウム系LEDの輝度を著しく低下させることが知られている。水分は大気中に大量に存在するため容易に混入しうる上に、極性分子であるため様々な物質に吸着し、一旦混入すると大量のパージガスを使用して除去する必要がある。従って製品性能確保のため、製造プロセスに用いられる工業用ガス中の水分濃度のモニタリングは非常に重要であり、応答速度および感度に優れた微量水分計が求められている。

そこで、金属有機構造体(Metal Organic Framework, 以下MOF)を感湿剤とした微量水分計測システムを開発し、このシステムを応用した微量水分計を試作した。

■ 活動内容

1. 基本原理

MOFの一つであるCu-BTCは、二価銅イオン(Cu^{2+})と1,3,5-ベンゼントリカルボン酸(BTC)から形成され、常温にて水分子を吸着脱離し、ガス中水分濃度に応じた吸着脱離平衡に速やかに達するという性質を持つ。また、水分子の吸着脱離により特定波長の吸光度が変化する。この吸光度変化を光学的に検出することで水分濃度が測定可能である。シンプルな基本原理であるため、安価かつコンパクトな計測システムを実現することが期待される。

2. 性能評価

性能評価は、 N_2 ベースの水分標準ガスを、 H_2O を0.1 ppb以下に精製した N_2 ガス(ドライガス)にて希釈し、任意の水分濃度のウェットガスを発生させ本水分計に導入することで実施した。

● 定量性

ドライガスと0.1–1.0 ppmの水分を含んだウェットガスとを切り替えて導入し、水分濃度指示値を記録した(図1)。破線が導入した水分濃度値(計算値)、実線が水分計の水分濃度指示値である。導入濃度とよく一致した水分濃度を指示し、ヒステリシスも見られなかった。検量線を作成したところ相関係数0.9997と良好な直線性を示した。また、非常に微量な0.1 ppmの水分濃度においても正確な値を示しており高感度であることがわかる。

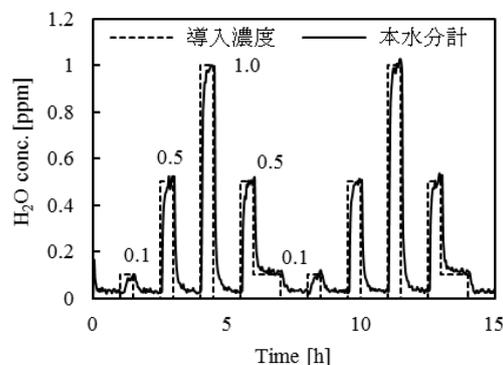


図1. 定量性評価

● 繰り返し応答性

ドライガスと1.0 ppmの水分を含んだウェットガスとを一定間隔で切り替えて導入し、繰り返し応答性を評価した。導入水分濃度とよく一致した水分応答性を示しており、ウェットガス導入時の指示値から変動係数を算出したところ、約0.9%と本水分計の再現性は良好であった。

● 応答速度

1.0 ppmの水分を含んだウェットガスを導入した直後に指示値が上昇し、6分で導入濃度の90%まで応答しており、非常に高速な応答であることが確認された(図2)。

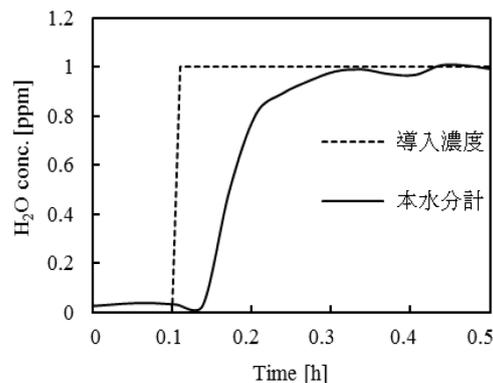


図2. 応答速度評価

■ 関連情報等(特許、参考文献)

- 水分濃度検出ユニット、及び水分濃度検出方法。特開2016-153732。2016-08-25。
- S. Ohira, et al. *Anal. Chem. Acta*, **2015**, *886*, 188.

代表発表者 遠藤 仁晃(えんどう まさあき)
所属 大陽日酸株式会社開発本部つくば研究所
化学合成技術部分析開発課
問合せ先 〒300-2611 茨城県つくば市大久保 10
TEL:080-5943-5478 FAX:029-877-2120
Masaaki.Endo@tr-sanso.co.jp

■キーワード: (1) 金属有機構造体, MOF
(2) 多孔性配位子高分子, PCP
(3) 微量水分計
■共同研究者: 熊本大学 大平慎一