

**研究成果展開事業 研究成果最適展開支援プログラム**  
**FS ステージ シーズ顕在化タイプ 事後評価報告書**

研究開発課題名	: 多孔性金属錯体を感応膜とする高感度光ファイバ水分センサの開発
プロジェクトリーダー	: 大陽日酸株式会社
所属機関	: 大陽日酸株式会社
研究責任者	: 大平慎一（熊本大学）

### 1. 研究開発の目的

工業用ガス中の不純物である微量な水分を検出する高感度かつ高速応答なセンサシステムの提供が目的である。大気中に高濃度に存在する水分は、大気を原料とし、大気中を運搬される工業用ガスに容易に混入しうるため、製造、運搬、使用の各ポイントでの測定が品質管理の上で重要である。

このニーズへの対応が期待される多孔性金属錯体を感応膜とする光ファイバセンサにおいて感応膜劣化対策、温度影響低減、高精度な低濃度ガス分析に欠かせないゼロ点校正法の確立が課題であった。本研究では、これらの課題を克服して、メンテナンスフリーなセンサシステムのプロトタイプを構築し、感度や応答速度、長期にわたる信頼性の評価を実施する。

### 2. 研究開発の概要

#### ①成果

多孔性金属錯体を感応膜とする光ファイバセンサによる工業ガス中の微量水分濃度の正確な計測及びシステム設計には、水分濃度を安定的に測定するため応答出力のドリフトを最小限まで抑制することが必要となる。本実施期間においては金属錯体固定化方法の最適化、ドリフト原因の調査及び対策などを重点的に取り組んだ。

開発の結果、リファレンス取得機構及び感応膜加熱機構の採用によりドリフトを抑制でき、一定濃度範囲の水分を安定的に測定することが可能とし、実施項目の目標を達成することができた。

これにより、工業ガス製造プラントにおける微量水分の連続モニタリング用途での使用を可能とし、多孔性金属錯体を感応膜とする微量水分センサのシーズ顕在化を達成した。

研究開発目標	達成度
① 長期にわたる応答特性の安定化 連続動作における指示値の変動(1ヶ月間) <±3%@500 ppbvH <sub>2</sub> O ベースライン変動(1ヶ月間) <±5%	① 感応膜の最適化、検出セルの構造の最適化により、応答特性の安定化を図った。1ヶ月にわたる評価は未実施であるが、1週間の評価において目標を達成した。(達成度 75%)
② 感度と分解能の向上 検出限界 <10 ppbv、分解能 1 ppbv	② 感度と応答時間はトレードオフの関係にあるが、これらを両立する条件で、ほぼ目標を達成し、感度を優先した条件では目標値を達成できた。(達成度 85%)
③ インラインゼロガス発生機構の導入による 高精度分析の達成 インラインゼロガス発生法の開発	③ 当初想定していたインラインゼロガス発生機構では、90%の微量水分除去しか達成されなかったが、吸着機構により目標を達成した。また、調製したゼロ点校正

<p>1 ppmv の水標準ガスから検出限界以下のゼロガスを調製 ゼロ点と試料ガスを交互に切り替えることで高精度な測定: 相対標準偏差 &lt;math&gt;\pm 2\%&lt;/math&gt;</p>	<p>ガスと試料ガスを交互に測定することで、わずか数%の相対標準偏差での測定が達成された。 (達成度 85%)</p>
<p>④ 試作機の製作と実環境における評価</p>	<p>④ 最適化されたシステムで試作機を製作した。また、本システムの測定試料ガスの種類に感度が依存しないことを実証した。実環境における評価を今後進めていく。(達成度 70%)</p>
<p>⑤ 微量水分計に関する市場性調査</p>	<p>⑤ 水分分析センサの需要は、本センサのターゲットである微量計測用途のみで約 50 億円程度、また空調・除湿機管理用途まで用途拡大した場合、国内のみで 250 億円以上、国外含めると 2,500 億円以上の市場規模があることが分かった。(達成度 100%)</p>

## ②今後の展開

本研究課題において得られたチャンピオンデータからニーズにあったシーズであることが実証できた。残る課題は、再現性と長期安定性の検証および確保であり、そのために阻害要因である MOF 内部の残存水分量及び脱着速度の精密な制御が必要であると考えられる。

上記の残存水分量の制御のため、今後 MOF 結晶サイズの制御や MOF 薄膜の形成方法、及びそれらの吸光度検出への影響を詳細に調査し、最適化を進めていく。

## 3. 総合所見

一定の成果は得られており、イノベーション創出が期待される。

産と学の役割は適切であり、高純度ガス中の水分を従来の原理と全く異なる方法で計測する技術を実証したことは評価できる。

企業化に向けては、再現性や安定性の向上、実環境における既存の方法との比較による信頼性評価などが必要であり、半導体メーカーや半導体製造装置メーカーと連携を取りつつ、更なる研究に取り組んで欲しい。