



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I567778 B

(45)公告日：中華民國 106 (2017) 年 01 月 21 日

(21)申請案號：104128775

(22)申請日：中華民國 104 (2015) 年 09 月 01 日

(51)Int. Cl. : H01J49/04 (2006.01)

G01N35/10 (2006.01)

(30)優先權：2014/10/14 日本

2014-209988

2015/05/08 日本

2015-095974

(71)申請人：三菱電機股份有限公司 (日本) MITSUBISHI ELECTRIC CORPORATION (JP)
日本

(72)發明人：衣川勝 KINUGAWA, MASARU (JP)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

(56)參考文獻：

CN 1865975A

CN 103196785A

CN 103765186A

JP 4798007B2

審查人員：林賜敬

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：24 共 58 頁

(54)名稱

氣體分析裝置及氣體分析方法

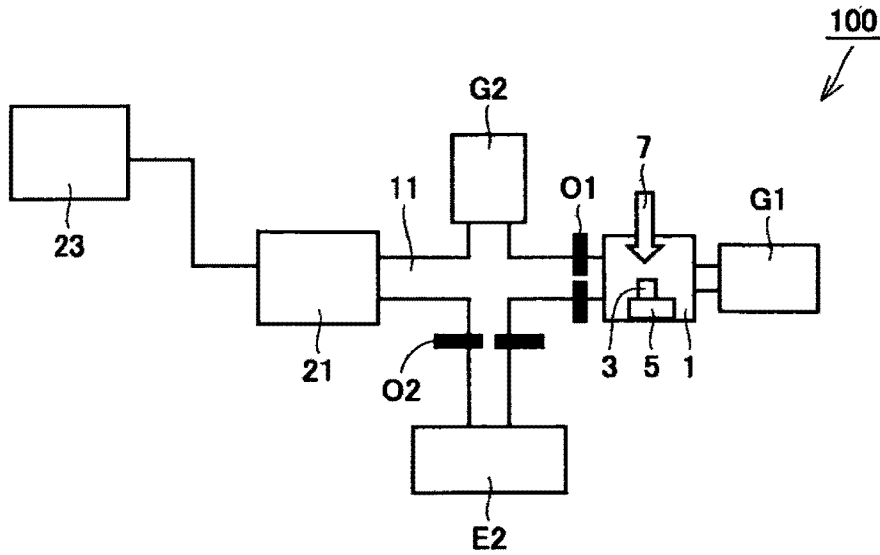
GAS ANALYSIS APPARATUS AND GAS ANALYSIS METHOD

(57)摘要

氣體分析裝置(100)係具備：試樣室(1)、分析室(11)、排氣裝置(E2)、第 1 孔口(O1)、第 2 孔口(O2)、以及質譜儀(21)。試樣室(1)、質譜儀(21)及排氣裝置(E2)係連接於分析室(11)。將第 1 孔口(O1)的氣導設為 C1，質譜儀(21)的測定週期設為 T，試樣室(1)的容積設為 V1 時，係 $C1=n \cdot V1/T$ ，且 n 為 0.01 以上 1 以下。將第 2 孔口(O2)的氣導設為 C2，封入於試樣(3)內之氣體的量設為 Q，質譜儀(21)的測定上限壓設為 $P_{\max}$ 時，係 $C2=m \cdot Q \cdot C1/V1/P_{\max}$ ，且 m 為 0.01 以上 1 以下。C1 及 C2，至少於氣體的分析中為固定。

A gas analysis apparatus (100) includes: a sample room (1), an analyzing room (11), a gas discharging device (E2), a first orifice (O1), a second orifice (O2) and a mass spectrometer (21). The sample room (1), the mass spectrometer (21) and the gas discharging device (E2) are connected to the analyzing room (11). When a conductance of the first orifice (O1) is set to C1, a measurement period of the mass spectrometer (21) is set to T and a volume of the sample room (1) is set to V1, $C1 = n \cdot V1/T$ and n is 0.01 or more and 1 or less. When a conductance of the second orifice (O2) is set to C2, an amount of the gas that is sealed in a simple (3) is set to Q and a measurement upper pressure of the mass spectrometer (21) is set to $P_{\max}$, $C2 = m \cdot Q \cdot C1/V1/P_{\max}$ and m is 0.01 or more and 1 or less. C1 and C2 are constant at least during the analysis of the gas.

指定代表圖：



第1圖

符號簡單說明：

- 1 . . . 試樣室
- 3 . . . 試樣
- 5 . . . 試樣台
- 7 . . . 開封器
- 11 . . . 分析室
- 21 . . . 質譜儀
- 23 . . . 控制及運算裝置
- 100 . . . 氣體分析裝置
- E2 . . . 排氣裝置
- G1、G2 . . . 真空計
- O1、O2 . . . 孔口

發明摘要

※ 申請案號：104128775

H01J 47/04 (2006.01)

※ 申請日：104.9.1

※IPC 分類：G01N 35/10 (2006.01)

【發明名稱】(中文/英文)

氣體分析裝置及氣體分析方法

GAS ANALYSIS APPARATUS AND GAS ANALYSIS
METHOD

【中文】

氣體分析裝置(100)係具備：試樣室(1)、分析室(11)、排氣裝置(E2)、第 1 孔口(O1)、第 2 孔口(O2)、以及質譜儀(21)。試樣室(1)、質譜儀(21)及排氣裝置(E2)係連接於分析室(11)。將第 1 孔口(O1)的氣導設為 C1，質譜儀(21)的測定週期設為 T，試樣室(1)的容積設為 V1 時，係 $C1=n \cdot V1/T$ ，且 n 為 0.01 以上 1 以下。將第 2 孔口(O2)的氣導設為 C2，封入於試樣(3)內之氣體的量設為 Q，質譜儀(21)的測定上限壓設為 P_{max} 時，係 $C2=m \cdot Q \cdot C1/V1/P_{max}$ ，且 m 為 0.01 以上 1 以下。C1 及 C2，至少於氣體的分析中為固定。

【英文】

A gas analysis apparatus (100) includes: a sample room (1), an analyzing room (11), a gas discharging device (E2), a first orifice (O1), a second orifice (O2) and a mass spectrometer (21). The sample room (1), the mass spectrometer (21) and the gas discharging device (E2) are connected to the analyzing room (11). When a conductance of the first orifice (O1) is set to $C1$, a measurement period of the mass spectrometer (21) is set to T and a volume of the sample room (1) is set to $V1$, $C1 = n \cdot V1/T$ and n is 0.01 or more and 1 or less. When a conductance of the second orifice (O2) is set to $C2$, an amount of the gas that is sealed in a simple (3) is set to Q and a measurement upper pressure of the mass spectrometer (21) is set to $P_{\max}$, $C2 = m \cdot Q \cdot C1/V1/ P_{\max}$ and m is 0.01 or more and 1 or less. $C1$ and $C2$ are constant at least during the analysis of the gas.

【代表圖】

【本案指定代表圖】：第（ 1 ）圖。

【本代表圖之符號簡單說明】：

1	試樣室
3	試樣
5	試樣台
7	開封器
11	分析室
21	質譜儀
23	控制及運算裝置
100	氣體分析裝置
E2	排氣裝置
G1、G2	真空計
O1、O2	孔口

【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：

本案無化學式。

發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

【發明名稱】(中文/英文)

氣體分析裝置及氣體分析方法

GAS ANALYSIS APPARATUS AND GAS ANALYSIS
METHOD

【技術領域】

【0001】 本發明係關於氣體分析裝置及氣體分析方法，尤其關於被封閉在微小空間之氣體分析裝置及氣體分析方法。

【先前技術】

【0002】 以往之處理室(process chamber)內的氣體分析方法，例如日本特開平 3-37562 號公報(專利文獻 1)，係有於處理室與質譜儀之間設置流量調整閥之方法。藉由流量調整閥，於處理室與質譜儀之間形成壓力差並將質譜儀側設為高真空。

【0003】 此外，關於氣密封入之半導體封裝(package)及燈(lamp)等之封入氣體，可使用質譜儀來測定。例如日本特開昭 60-147645 號公報(專利文獻 2)中，係揭示一種將與真空室(chamber)連接之燈破壞而將燈封入氣體釋出於真空室內，使該氣體通過洩漏閥(leak valve)導入於質譜儀來進行測定之技術。

【0004】 此外，以提供即使是容積小的容器中所包含之氣體亦可精度佳地分析該氣體之技術為目的，係如日

本特開 2008-180581 號公報(專利文獻 3)所揭示，本申請案發明者係提出一種即使是不同的容器容積，測定精度亦不變之測定方法。

【發明內容】

【0005】 (發明之概要)

【0006】 日本特開 2008-180581 號公報中，屬於大氣壓之中空且該容積為 0.005cc 以上 0.5cc 以下之氣密構件內的氣體組成，係不受中空氣密構件之容積的影響，而可高精度地測定。該方法，係在將試樣開封之試樣室與藉由質譜儀進行氣體分析之分析室之間，設置具有對應於中空氣密構件的容積之氣導(conductance)之孔口(orifice)，藉此使測定開始時送入至分析室之氣體量設為固定而不受中空機密構件之容積的影響。

【0007】 然而，當中空氣密構件的容積非常小，例如未達 0.005cc 時，會產生以下問題而無法高精度地測定。日本特開 2008-180581 號公報中，於容積極小之中空氣密構件的氣體組成分析中，係設置對應於該容積之氣導較大的孔口。如此，將中空氣密構件開封而擴散至試樣室之氣體，通過孔口立即往分析室移動而被排氣。

【0008】 作為質譜儀具代表性者有四極質譜儀，由於測定的週期實際上耗費數秒，當氣體從試樣室離去之時間短於測定的週期時，會有無法測定之問題。此外，當降低孔口的氣導時，通過孔口往分析室流通之氣體流量減少，而有測定下限惡化之問題。

【0009】 此外，日本特開平 3-37562 號公報與日本特開昭 60-147645 號公報所揭示之技術，原先即未假定如日本特開 2008-180581 號公報般之極細微之中空氣密構件的氣體組成分析。因此，係考量即使使用此等技術，亦難以進行極細微之中空氣密構件的氣體組成分析。

【0010】 本發明係鑑於上述課題而創作者，該目的在於提供一種即使是容積極小的中空氣密構件中所包含之氣體，亦可精度佳地進行分析之氣體分析裝置及氣體分析方法。

【0011】 本發明之氣體分析裝置係分析被封入於試樣內之氣體的組成。該氣體分析裝置係具備：試樣室、分析室、排氣裝置、第 1 孔口、以及第 2 孔口。分析室連接於試樣室，並連接有分析由試樣所釋出之氣體之質譜儀。排氣裝置連接於分析室。第 1 孔口配置在試樣室及分析室之間。第 2 孔口配置在分析室及排氣裝置之間。在將第 1 孔口的氣導設為 $C1$ ，質譜儀的測定週期設為 T ，試樣室的容積設為 $V1$ 時， $C1=n \cdot V1/T$ ，且 n 為 0.01 以上 1 以下。在將第 2 孔口的氣導設為 $C2$ ，封入於試樣內之氣體的量設為 Q ，質譜儀的測定上限壓設為 $P_{\max}$ 時， $C2=m \cdot Q \cdot C1/V1/P_{\max}$ ，且 m 為 0.01 以上 1 以下。 $C1$ 及 $C2$ 係至少於氣體的分析中為固定。

【0012】 本發明之氣體分析方法，係具備以下步驟。首先於試樣室內將試樣開封。使由試樣所釋出之氣體通過氣導為已知之第 1 孔口並流入於分析室內。使分析室

內的氣體通過氣導為已知之第 2 孔口並進行排氣。於至少從將試樣開封之步驟前開始至通過第 2 孔口並進行排氣之步驟為止之間，求取分析室內之按每一種氣體的氣體分壓或對應於氣體分壓之物理量的時間變化 $P(t)$ 。在將氣體分壓或物理量的初期值設為 P_0 時，以下述形式的式子近似 $P(t)$ ，

$$P(t)=P_0+\alpha (\exp \beta t-\exp \gamma t)$$

並從由該近似所求得之 α 之值中，求取氣體的分壓或被封入於試樣內之按每一種氣體之量。

【0013】 根據本發明，即使是容積極小的中空氣密構件中所包含之氣體，亦可精度佳地分析。

本發明之上述及其他目的、特徵、觀點及優點，可從與附加的圖面相關而理解之關於本發明的下列詳細說明中得知。

【圖式簡單說明】

【0014】

第 1 圖係顯示實施形態 1 之氣體分析裝置的構成之概略圖。

第 2 圖係顯示使用實施形態 1 之氣體分析方法將試樣開封時之試樣室及分析室之壓力的時間變化之圖表 (graph)。

第 3 圖係顯示藉由質譜儀所得之檢測強度的時間變化之圖表。

第 4 圖係顯示氮氣分壓、與該氮氣分壓之由質譜儀所

測得的檢測感度之關係之圖表。

第 5 圖係顯示藉由擬合(fitting)藉由質譜儀所得之檢測感度而得到之氮氣分壓的時間變化之圖表。

第 6 圖係顯示實施形態 2 之氣體分析裝置的構成之概略圖。

第 7 圖係顯示實施形態 3 之開封機構的構成之概略剖面圖。

第 8 圖(A)係顯示第 7 圖的試樣台及該上方之試樣的樣態之概略俯視圖。

第 8 圖(B)係顯示第 8 圖(A)之沿著 VIIIB-VIIIB 線的部分上之試樣台及該上方之試樣的樣態之概略剖面圖。

第 9 圖係顯示將實施形態 3 的開封機構裝設(set)於試樣室的內部之樣態之概略剖面圖。

第 10 圖(A)係顯示於實施形態 3 中以刀具將試樣開封之樣態之概略立體圖。

第 10 圖(B)係顯示第 10 圖(A)之沿著 XB-XB 線的部分之概略剖面圖。

第 11 圖(A)係顯示於實施形態 3 中以刀具將箔及由該箔所被覆之試樣開封之樣態之概略立體圖。

第 11 圖(B)係顯示第 11 圖(A)之沿著 XIB-XIB 線的部分之概略剖面圖。

第 12 圖(A)係顯示第 12 圖(B)之沿著 XIIA-XIIA 線的部分之實施形態 4 之開封機構的構成之概略剖面圖。

第 12 圖(B)係顯示第 12 圖(A)之開封機構的構成之概

略俯視圖。

第 13 圖係顯示將實施形態 4 的開封機構裝設於試樣室的內部之樣態之概略剖面圖。

第 14 圖係顯示第 12 圖(A)之以虛線所包圍的區域 XIV 之概略擴大剖面圖。

第 15 圖係顯示於實施形態 4 中以纜線(wire)將箔及由該箔所被覆之試樣開封之樣態之概略剖面圖。

第 16 圖係顯示實施形態 5 之氣體分析裝置的構成之概略圖。

第 17 圖係顯示於實施形態 6 之氣體分析裝置中，將開封機構裝設於試樣室的內部之樣態之概略剖面圖。

第 18 圖係顯示 25℃ 的空氣之相對於壓力之平均自由行程之圖表。

第 19 圖係顯示 25℃ 的空氣之相對於孔口的孔徑之氣導之圖表。

第 20 圖係顯示形成於孔口之孔的第 1 例之概略俯視圖。

第 21 圖係顯示形成於孔口之孔的第 2 例之概略俯視圖。

第 22 圖係顯示形成於孔口之孔的第 3 例之概略俯視圖。

第 23 圖係顯示第 6 圖之氣體分析裝置的第 1 變形例之尤其是配管與閥(valve)的形狀及位置關係之概略圖。

第 24 圖係顯示第 6 圖之氣體分析裝置的第 2 變形例之

尤其是試樣室與第 1 孔口的位置關係之概略圖。

【實施方式】

【0015】 以下係根據圖面來說明本發明之實施形態。

(實施形態 1)

首先使用第 1 圖來說明本實施形態之氣體分析裝置。參考第 1 圖，本實施形態之氣體分析裝置 100，主要具有：試樣室 1、分析室 11、以及質譜儀 21。

【0016】 試樣室 1，具有：固定試樣 3 之試樣台 5、以及將試樣 3 開封之開封器 7。在此所謂試樣 3，意指大氣壓之中空且該容積例如未達 0.005cc 之極小的半導體裝置(device)、或是所謂 MEMS(Micro Electro Mechanical Systems；微機電系統)。此外，在此所謂試樣 3 的開封，意指藉由試樣 3 的破壞等，使試樣 3 內部的氣體釋出至試樣室 1 內。

【0017】 於試樣室 1 連接有真空計 G1。真空計 G1 例如可使用轉子真空計(spinning rotor gauge)、薄膜(diaphragm)型真空計、晶體真空計(crystal gauge)。真空計 G1 係測定試樣室 1 內的壓力。

【0018】 試樣室 1 係透過孔口 O1(第 1 孔口)連接於分析室 11。孔口 O1 配置在試樣室 1 與分析室 11 之間，具有限縮氣體的流通之功用。孔口 O1 例如可採用於金屬板上形成有小孔者。

【0019】 於分析室 11 連接有真空計 G2 與質譜儀

21。真空計 G2 係測定分析室 11 內的壓力。質譜儀 21 係用以分析從試樣 3 內部所釋出之氣體而設置。質譜儀 21 例如可使用四極型質譜儀 21。

【0020】 於質譜儀 21 連接有具有控制質譜儀 21 之功能以及處理所得之資料(data)之運算功能之控制及運算裝置 23。質譜儀 21 的檢測器，係使用法拉第杯(Faraday cup)或是二次電子倍增管。法拉第杯的可測定壓力上限約為 0.01~0.001Pa，二次電子倍增管的可測定壓力上限約為 0.001~0.0001Pa。

【0021】 分析室 11 係透過孔口 O2(第 2 孔口)連接於排氣裝置 E2。孔口 O2 配置在分析室 11 與排氣裝置 E2 之間，與孔口 O1 相同，具有限縮氣體的流通之功用。孔口 O2 例如可採用於金屬板上形成有小孔者。排氣裝置 E2 例如可使用具有旋轉泵(rotary pump)作為輔助泵(pump)之渦輪(turbo)分子泵。

【0022】 接著使用第 1 圖來說明試樣 3 內部之氣體的分析步驟。

首先將試樣 3 裝設於試樣台 5，將試樣台 5 裝設於試樣室 1 的內部。接著使用排氣裝置 E2，將分析室 11 內及試樣室 1 內排氣。在此係充分地進行排氣直至分析室 11 內及試樣室 1 內的真空度達到穩定為止。

【0023】 接著在使連接於試樣室 1 之真空計 G1 以及連接於分析室 11 之真空計 G2 動作之狀態下，使用開封器 7 將試樣 3 開封。封入於試樣 3 內部之氣體係瞬間於試樣

室 1 內擴散。該擴散後之氣體的壓力藉由真空計 G1 所測定。將試樣室 1 的內部容積設為 V ，試樣 3 的開封前之試樣室 1 的內部壓力設為 P_0 ，試樣 3 的開封不久後之試樣室 1 的內部壓力設為 P_1 時，試樣 3 內部之被封入的氣體量 Q ，可藉由以下(1)式來求取。

【0024】

$$Q=V(P_0-P_1) \quad \cdots (1)$$

藉由試樣 3 的開封而在試樣室 1 內擴散之試樣 3 的內部氣體，通過孔口 O1 緩慢地移動至分析室 11。藉由該移動後之試樣 3 的內部氣體，使試樣室 1 的內部壓力逐漸增加。該壓力(包含試樣 3 的內部的氣體以外的氣體之分析室 11 內的全壓)的變化，係藉由真空計 G2 所量測。此外，由試樣 3 的內部氣體所形成之分壓的變化，係藉由質譜儀 21 所測定。該分壓的變化之測定值，藉由控制及運算裝置 23 所運算，而得到試樣 3 內的氣體組成。關於控制及運算裝置 23 中的運算方法，將於之後說明。

【0025】 移動至分析室 11 之氣體係通過孔口 O2 而藉由排氣裝置 E2 緩慢地排氣。

【0026】 接著從上述內容來更詳細說明本實施形態之試樣 3 之內部氣體的分析步驟。

【0027】 第 2 圖係顯示試樣 3 的開封前後之試樣室 1 及分析室 11 之壓力變化的例子(計算值)。參考第 2 圖，該計算係將試樣 3 的容積假定為 0.00025cc，試樣 3 之內部氣體的氣壓假定為 1 大氣壓，試樣室 1 的容積假定為 50cc，

分析室 11 的容積假定為 200cc，孔口 O1 的氣導假定為 $1 \times 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$ ，孔口 O2 的氣導假定為 $1 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$ 來進行。此外，亦考量到由來自試樣室 1 及分析室 11 的內壁之氣體的釋出所造成之背景值(background)的上升(內壁為不鏽鋼(stainless)製，排氣時間假定為 10 小時)。

【0028】 於第 2 圖的橫軸所示之時刻 0sec，於試樣室 1 的內部將試樣 3 開封後，試樣室 1 的內部壓力瞬間上升。藉由該上升的壓力，來求取試樣 3 內部所包含之氣體的量。釋出至試樣室 1 內部之氣體，通過孔口 O1 緩慢地往試樣室 1 的外部排出。

【0029】 由於試樣 3 內部所包含之氣體係通過孔口 O1 流入至分析室 11，所以分析室 11 的內部壓力逐漸上升。分析室 11 的內部氣體，通過孔口 O2 而被排氣。分析室 11 內的壓力愈高，通過孔口 O2 而被排氣之速度(每單位時間所排氣之氣體量)愈大。因此，雖然在將試樣 3 開封之當下，通過孔口 O1 而進入之氣體量較從孔口 O2 流出之氣體量更多，但在之後會有通過孔口 O1 進入之氣體量與通過孔口 O2 流出之氣體量相等之瞬間。於該瞬間，分析室 11 內的壓力為最大。第 2 圖的例子中，可得知分析室 11 的壓力(全壓)不會超過 0.01Pa。藉由採用使用了法拉第杯的檢測器之四極質譜儀 21，可測定流入於分析室 11 內之試樣 3 之內部氣體的分壓。

【0030】 在此，第 2 圖的圖表係關於試樣室 1 及分析室 11 之各室之內部的全壓之計算結果，但在試樣室 1 內及

分析室 11 內混合存在複數種氣體時，會按各種不同氣體種類(相互不干涉)而產生氣體的流動。此係由於氣體的壓力低(氣體分子的平均自由行程(mean free path)，具有與孔口 O1、O2 之氣體所通過的孔徑或寬度為同等程度以上之長度)，使氣體的流動成為分子流之故。

【0031】 此時，孔口 O1 及孔口 O2 的氣導(加上孔口 O1、O2 的形狀及通過此等之氣體溫度)，亦與各氣體種類的質量數相依。具體而言，例如將空氣的(平均)氣體分子量設為 28.8 時，相對於分子量 2 的氫氣之孔口 O1、O2 的氣導係成為相對於空氣之孔口 O1、O2 的氣導的 $\sqrt{28.8/2}$ 倍。此外，相對於分子量 40 的氬氣(argon)之孔口 O1、O2 的氣導，係成為相對於空氣之孔口 O1、O2 的氣導的 $\sqrt{28.8/40}$ 倍。

【0032】 將試樣 3 開封後，於各孔口 O1、O2 中所流通之氣體的組成(全體的分子量)時時刻刻在改變。因此，分析室 11 內的氣體組成亦時時刻刻在改變。於該狀況下，難以將由質譜儀 21 所測得之分析室 11 內之氣體的測定值，直接求取作為試樣 3 內部所包含之氣體的量及組成。因此，為了從由質譜儀 21 所測得(時時刻刻在改變)之分析室 11 內之氣體的測定值中，正確地求取試樣 3 內部原先所包含之氣體的組成，本實施形態中係進行以特別的函數來擬合之運算。以下係說明用以從由質譜儀 21 所測得之時時刻刻在改變之間歇性的一連串測定資料中，求取試樣 3 內部的氣體組成之擬合所使用的特別函數，以及該擬合之運

算方法。

【0033】 首先，將試樣 3 內部所著眼之氣體的分壓(欲求取之值)設為 p 。在此係將上述氣體設為氮氣作為具體例。在此，關於壓力 P_1 、 P_2 、氣導 C_1 、 C_2 ，為了顯示屬於氮氣的壓力、相對於氮氣之氣導，係分別附加下標 N 。

【0034】 將試樣 3 的間隙體積設為 v 。若試樣 3 為裝置，則藉由圖面來求取間隙體積 v 。此外，若試樣 3 為玻璃(glass)中的氣泡等，則可藉由觀察分析後之試樣 3 的形態來求取間隙體積 v 。當僅需氣體的量(p 與 v 之積)時，則不須導出間隙體積 v 。

【0035】 將試樣室 1 內的容積設為 V_1 ，分析室 11 內的容積設為 V_2 。將孔口 O_1 及孔口 O_2 的氣導分別設為 C_{1N} 、 C_{2N} 。若決定了孔口 O_1 、 O_2 的形狀、氣體種類(分子量)、溫度，則可使用分子流模型(model)來算出氣導。

【0036】 第 1 圖中，在將試樣 3 裝設於試樣室 1 內之狀態下充分地進行排氣，並將試樣室 1 與分析室 11 之背景值的氮氣分壓(分別設為 P_{10N} 、 P_{20N})構成為一定之狀態。

【0037】 於時刻 t_0 ，將位於試樣室 1 內之試樣 3 開封時，試樣室 1 的分壓 P_{1N} 成為下述(2)式。

【0038】

$$P_{1N}(t_0) = \frac{pv}{V_1} + P_{10N} \quad \cdots (2)$$

【0039】 在此，為了單純化而去除無時間變化之背景環境，所以將試樣室 1 及分析室 11 的分壓設為 $P_{1'N}(t)$ 、

$P2'_N(t)$ 。亦即成為下述(3)、(4)式。

$$P1'_N(t) = P1'_N(t) - P10_N \quad \cdots (3)$$

$$P2'_N(t) = P2'_N(t) - P20_N \quad \cdots (4)$$

試樣室 1 內部之氮氣的壓力變化，由於通過孔口 $O1$ 而排出，所以成為下述(5)式。

【0040】

$$\frac{dP1'_N(t)}{dt} = -\frac{C1_N}{V1} (P1'_N(t) - P2'_N(t)) \quad \cdots (5)$$

【0041】 另一方面，分析室 11 的壓力變化，係設為排氣側的壓力與 $P2'_N(t)$ 相比極低，所以成為下述(6)式。

【0042】

$$\frac{dP2'_N(t)}{dt} = \frac{C1_N}{V2} (P1'_N(t) - P2'_N(t)) - \frac{C2_N}{V2} P2'_N(t) \quad \cdots (6)$$

【0043】 由於初始值為下述(7)、(8)式，

【0044】

$$P1'_N(t0) = \frac{pV}{V1} \quad \cdots (7)$$

【0045】

$$P2'_N(t0) = 0 \quad \cdots (8)$$

【0046】 所以上述(5)式及(6)式之聯立微分方程式，可表示為下述二階微分方程式。

【0047】

$$\frac{V2}{C1} \cdot \frac{d^2 P2'_N(t)}{dt^2} + \left(1 + \frac{C2}{C1} + \frac{V2}{V1}\right) \frac{dP2'_N(t)}{dt} + \frac{C2}{V1} \cdot P2'_N(t) = 0 \quad \cdots (9)$$

【0048】 該一般解，將 α 、 β 設為常數，可表示為

下述(10)式。

【0049】

$$P2'_N(t) = \alpha \cdot \exp\left(\frac{-b + \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}t\right) + \beta \cdot \exp\left(\frac{-b - \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}t\right) \quad \cdots (10)$$

【0050】 在此，如下列(11)、(12)、(13)式。

【0051】

$$a = \frac{V2}{C1} \quad \cdots (11)$$

【0052】

$$b = 1 + \frac{C2}{C1} + \frac{V2}{V1} \quad \cdots (12)$$

【0053】

$$c = \frac{C2}{V1} \quad \cdots (13)$$

【0054】 從初始條件中，由於 $\alpha = -\beta$ ，所以成為下述(14)式。

【0055】

$$P2'_N(t) = \alpha \cdot \left\{ \exp\left(\frac{-b + \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}t\right) - \exp\left(\frac{-b - \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a}t\right) \right\} \quad \cdots (14)$$

【0056】 在此，將試樣 3 開封前的背景環境之(無時間變化)分析室 11 內的氮氣分壓係如上述為 $P20_N$ ，所以分析室 11 內的全壓可表示為下述(15)式。

$$P2'_N(t) + P20_N \quad \cdots (15)$$

在此，以上述 α 為變數，對質譜儀 21 所量測(換算為分壓)之分析室 11 內的氣體測定值進行擬合(代入)。使用藉由該擬合所求取之 α ，從下述(16)式來求取試樣 3 內部的氣體量 v_p 。

【0057】

$$vp = \alpha \cdot v1 \sqrt{\left(1 + \frac{C2}{C1} + \frac{V2}{V1}\right)^2 - 4 \cdot \frac{C2}{C1} \cdot \frac{V2}{V1}} \quad \dots (16)$$

【0058】 亦即，對於藉由連接於分析室 11 之質譜儀 21 所測得之氣體分壓或對應於氣體分壓之電流值等之物理量 P，將該氣體分壓或電流值等之物理量的初期值設為 P₀ 時，以下述(17)式之形式的式子擬合(近似)氣體分壓(或對應於此之物理量)P 的時間變化 P(t)，

$$P(t) = P_0 + \alpha (\exp \beta t - \exp \gamma t) \quad \dots (17)$$

並將由該近似所求得之 α 之值代入於上述(16)式，藉此求取試樣 3 內的氣體量 vp。上述運算，係藉由控制及運算裝置 23(運算機構)來進行。在此所謂電流值等之物理量，例如後述般，意指藉由質譜儀 21 的測定所得之各氣體種類的檢測量。

【0059】 對於氮氣、氧氣、氫氣等之幾乎不會吸附於分析室 11 等的內壁面之氣體，作為上述(17)式的 β 及 γ ，可使用下列(18)、(19)式。

【0060】

$$\beta = \frac{-b + \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} \quad \dots (18)$$

【0061】

$$\gamma = \frac{-b - \sqrt{b^2 - 4ac}}{2a} \quad \dots (19)$$

【0062】 然而，如水分般，不可忽視對分析室 11 等

的內壁面之吸附，對於孔口 O1、O2 的氣導小於理論計算值之氣體，不僅(17)式的 α ， β 及 γ 較佳亦作為變數進行擬合。

【0063】 上述式係藉由解析解來求取，但使用電腦(computer)等並以差分法等手法來求解(5)式及(6)式之聯立微分方程式或是(9)式之二階微分方程式，本質上亦相同。

【0064】 接著使用第 3 圖~第 5 圖的圖表，來補充說明上述數學式之擬合。

【0065】 參考第 3 圖，首先假定將試樣 3 開封並藉由質譜儀 21 測定，藉此如第 3 圖得到試樣 3 內的氮氣之檢測強度的時間變化之情形。參考第 4 圖，若如第 4 圖的圖表預先求取氮氣分壓與質譜儀 21 的檢測強度之關係，則可藉由組合第 3 圖與第 4 圖之圖表的結果，而得到第 5 圖的圖表般之氮氣分壓的時間變化。第 4 圖的圖表所示之氮氣分壓與質譜儀 21 的檢測強度之關係，係例如可藉由將氮氣分壓為已知(亦可為 100%)之參考(reference)氣體導入於試樣室 1 內，而得到依據真空計 G2 之分析室 11 內之氮氣分壓的測定值與依據質譜儀 21 之氮氣的檢測強度值而予以求取。

【0066】 第 5 圖的圖表中，使用上述(14)式來擬合以複數個點所示之氮氣分壓的時間變化，藉此求得 α 。藉由該 α 與(16)式，可求取試樣 3 內部的氮氣量。試樣 3 內部的氮氣分壓，可藉由以試樣 3 的間隙體積除試樣 3 內部的氮氣量而求得。該擬合的結果，於第 5 圖的圖表中以點曲

線所示。

【0067】 在此，作為背景值之 P_{20N} ，為於試樣 3 的開封前之分析室 11 內部的氮氣分壓之(無時間變化)測定值。使用上述數學式之擬合運算，係藉由第 1 圖的控制及運算裝置 23(運算功能)來進行。

【0068】 以上係顯示氮氣分壓的求取方式，但對於氮氣以外的氣體，亦可同樣地求取分壓或氣體量。

【0069】 以上內容中，孔口 O1、O2 的氣導 C1、C2 係藉由以下方式來決定。

【0070】 氣體從容積為 V_1 之試樣室 1 中排出之時間常數，亦即氣體從試樣室 1 排出所需時間，為下述(20)式。

$$V_1/C_1 \quad \dots (20)$$

於排出該氣體之間，依據質譜儀 21 對所著眼的氣體之測定，必須進行至少 1 次以上。相反而言，上述(20)式所示之時間常數必須較由質譜儀 21 進行氣體測定的時間間隔更大。藉此求取 C1 的上限值。

【0071】 此外，若 C1 非常小，則從試樣室 1 洩漏出之氣體的流量少。與來自作為背景值之分析室 11 的內壁面之氣體的釋出速度相比，由於從試樣室 1 洩漏出之氣體的量相對較小，所以測定精度降低。因此，在上述時間常數會成為較由質譜儀 21 進行測定的時間間隔更長之範圍內，C1 係以具有某程度較大者為佳。

【0072】 從以上內容中，本實施形態中，將質譜儀 21 的測定週期設為 T 時，下述(21)式成立，

$$C1=n \cdot V1/T \quad \cdots (21)$$

且較佳係以使 n 成為 0.01 以上 1 以下之範圍的值之方式決定 $C1$ 之值。

【0073】 此外，關於 $C2$ ，係用以調整分析室 11 內部的最大壓力而予以決定。將封入於試樣 3 之氣體的量(封入氣體的全壓與間隙體積 v 之積)設為 Q ，質譜儀 21 的測定上限壓設為 $P_{\max}$ 時，下述(22)式成立，

$$C2=m \cdot Q \cdot C1/V1/P_{\max} \quad \cdots (22)$$

較佳係以使 m 成為 0.01 以上 1 以下之範圍的值之方式決定 $C2$ 之值。當 m 超過 1 時，由於超過質譜儀 21 的測定上限壓，故無法藉由質譜儀 21 進行測定。此外， m 未達 0.01 時，無法有效地應用質譜儀 21 的測定範圍(range)寬度，使測定精度惡化。

【0074】 試樣室 1 係由於從該內壁面所釋出之氣體會作為背景值對測定精度帶來不良影響，所以該內壁面較佳是由氣體釋出少的材料所構成，且盡可能降低該內壁面的表面積。

【0075】 接著說明本實施形態之作用效果。

本實施形態中，如上述(21)式及(22)式所示決定之氣導 $C1$ 、 $C2$ 之值，至少於試樣 3 內部的氣體分析中為一定。藉此，由於上述(11)式~(13)式所示之 a 、 b 、 c 之值為一定，故可藉由使用上述數學式之擬合，對於例如被封入於容積未達 0.005cc 之非常小的試樣 3 內部之氣體的組成亦可精度佳地求取。

【0076】 若對藉由上述本實施形態之氣體分析方法所得之試樣 3 內之複數種氣體的每一種氣體分壓之和，與藉由真空計 G2 所測得之分析室 11 內部的全壓進行比較，則可得知於試樣 3 內是否存在著未著眼之種類的氣體。此外，可得知質譜儀 21 之感度的惡化。

【0077】 第 1 圖的孔口 O1，在將試樣 3 開封時，亦可抑制從該處飛散之碎片進入分析室 11 內之情形。

【0078】 (實施形態 2)

首先使用第 6 圖來說明本實施形態之氣體分析裝置。參考第 6 圖，本實施形態之氣體分析裝置 200 與實施形態 1 之氣體分析裝置 100 相比，不同點在於配置有複數個排氣裝置，並且藉由閥來控制例如作為分析室 11 與排氣裝置 E2 之連接部的配管內之氣體的流動等。

【0079】 具體而言，於氣體分析裝置 200 係配置有 2 個排氣裝置 E1、E2。此等均具有與實施形態 1 之排氣裝置 E2 相同的構成，惟排氣裝置 E2 連接於分析室 11 並將分析室 11 內排氣，相對於此，排氣裝置 E1 連接於試樣室 1 並將試樣室 1 內排氣。此外，於連接試樣室 1 與排氣裝置 E1 之配管係設置有閥 VV1。

【0080】 於連接試樣室 1 與分析室 11 之配管，設置有孔口 O1 及閥 VV2。此外，分析室 11 與排氣裝置 E2，藉由複數條(第 6 圖中為 2 條)配管所連接。於該 2 條配管中的一方(第 1 配管)係設置有孔口 O2 及閥 VV4，於另一方(第 2 配管)未設置孔口則僅設置閥 VV3。

【0081】 藉由閥 VV3、閥 VV4 係成為以使從試樣 3 所釋出之氣體可流通於從分析室 11 通往排氣裝置 E2 之 2 條配管中的任一者或兩者中之方式，使上述 2 條配管的氣體流路可相互切換之構成。

【0082】 於使用上述氣體分析裝置 200 來進行試樣 3 內部之氣體的測定時，關閉閥 VV1 並開啟閥 VV2，關閉閥 VV3 並開啟閥 VV4。如此，實質上係成為與實施形態 1(第 1 圖)之氣體分析裝置 100 同等構成。此外，於裝置的停止時，均關閉閥 VV2、VV3、VV4，藉此可在將連接於分析室 11 之質譜儀 21 的內部保持成高真空，而停止排氣裝置。

【0083】 本實施形態，僅就上述點與實施形態 1 不同，本實施形態之主要內容與實施形態 1 相同。因此，係對同一要素附加同一符號並省略該重複說明。

【0084】 接著說明本實施形態之作用效果。

本實施形態中，試樣室 1 與排氣裝置 E1 係以夾持閥 VV1 之方式連接。藉此，在裝設試樣 3 後，可迅速將試樣室 1 內部排氣。此外，分析室 11 與排氣裝置 E2 係藉由不通過孔口之作為旁通(bypass)的配管(第 2 配管)來連接，所以可迅速地將裝置啟動時之分析室 11 內的空氣及測定結束後之分析室 11 內的氣體排氣。亦即，藉由開啟設置於該配管之閥 VV3，可將分析室 11 內迅速地排氣。

【0085】 此外，由於在試樣室 1 與分析室 11 之間設置閥 VV2，所以在將試樣 3 裝設於試樣室 1 內部時等之使試樣室 1 內部開放於大氣時，藉由關閉閥 VV2，可保持分

析室 11 內部的高真空狀態。因此，可適當地保護例如在空氣中保管時可能受到損壞(damage)之質譜儀 21。

【0086】 此外，本實施形態中，如上述係藉由複數條配管來連接分析室 11 與將該分析室 11 內部排氣之排氣裝置 E2，故可藉由切換此等複數條配管的氣體流路，而高效率地進行試樣 3 內的氣體分析。

【0087】 第 6 圖的孔口 O1 係在將試樣 3 開封時亦可抑制從該處飛散之碎片進入於分析室 11 內。藉此，可抑制該碎片從試樣室 1 越過孔口 O1 而被閥 VV2 或閥 VV3 所捕集之缺失，且更可抑制該碎片被吸入於排氣裝置 E2 內所造成之缺失。

【0088】 此外，在第 6 圖的氣體分析裝置 200 中，為便於圖示，閥 VV1 係配置在圖中的 Z 方向下方(在垂直方向上為下側)。然而，閥 VV1 實際上亦可配置在試樣室 1 的 Z 方向上方(在垂直方向上為上側，亦即頂板側)。或者是參考第 23 圖，例如可使用從試樣室 1 的側面(在 Z 方向上幾乎與試樣室 1 為相同位置之側面)所延伸之配管(第 3 配管：彎折為 L 字狀)，將試樣室 1 內的氣體往試樣室 1 的 Z 方向上方排氣而構成。

【0089】 第 23 圖中，於該第 3 配管之往 Z 方向上方延伸之部分的中途設置有閥 VV1，藉此可將試樣室 1 內的氣體往試樣室 1 的 Z 方向上方排氣而構成。如此，為了將試樣室 1 內的氣體往試樣室 1 的 Z 方向上方排氣，在此係尤其在 Z 方向上與試樣室 1 之最上部的位置為相同之位

置，或是在 Z 方向上較試樣室 1 的 Z 方向最上部更上側，配置閥 VV1。或者是，只要最低限度設置在第 3 配管之往 Z 方向上方延伸之部分，則閥 VV1 在 Z 方向上亦可設置在較試樣室 1 的最上部更下方，此時亦可將試樣室 1 內的氣體往試樣室 1 的 Z 方向上方排氣。第 23 圖中，第 6 圖的真空計 G1 被配置在試樣室 1 的紙面內側。此外，閥 VV1 係配置在配置有孔口 O1 之配管以外的配管。

【0090】 若如此地配置，則在將試樣 3 開封時，可抑制從此處飛散之碎片從試樣室 1 被捕集至閥 VV1 之缺失。

【0091】 再者，以上內容中，第 1 孔口 O1 係設置在試樣室 1 的側面側。亦即，第 1 孔口 O1 係相對於試樣室 1 在 Z 方向上配置在與試樣室 1 幾乎相同之位置的側面側。然而並不限定於此，例如參考第 24 圖，第 1 孔口 O1 亦可設置在試樣室 1 的上面側，亦即相對於試樣室 1 設置在 Z 方向上方(試樣室 1 的頂板側)。

【0092】 (實施形態 3)

接著使用第 7 圖~第 11 圖來說明本實施形態所使用之開封器 7。

【0093】 本實施形態中，在將試樣 3 開封時係從試樣 3 的上方將針(needle)壓抵以破壞該外包部分。此時，尤其在將微小的試樣 3 開封時，必須高精度地進行針的前端與試樣 3 之對位。為此，較佳並非在將試樣 3 裝設於試樣室 1 內後才進行對位，而是在試樣台 5 被取出至試樣室 1 外之狀態下能夠進行開封器 7 與試樣 3 之對位之確認。如此

可高精度地進行針的前端與試樣 3 之對位，例如可防止於開封時，針的前端未壓抵於試樣 3 等所造成之試樣 3 的開封失敗。此外，在一次將複數個試樣 3 開封時，係要求建構一種在將複數個中的 1 個試樣 3 開封時，不會因該開封的衝擊使剩餘未開封的試樣 3 產生未意料的移動之機構。

【0094】 參考第 7 圖，本實施形態之開封機構 10(破壞機構)係於試樣室 1 的內部導入開封器 7，而具有可將裝設在試樣台 5 之試樣 3 開封之構成。具體而言，開封器 7 具有：框 31、凸緣(flange)32、直線導入器 33、軸 34、以及刀具 35。

【0095】 框 31 為固定(裝設有試樣 3 之)試樣台 5 之構件。凸緣 32 係成為安裝有直線導入器 33，並於該下方具有框 31 之構成。凸緣 32 的規格例如為 ICF34。直線導入器 33 係成為可藉由軸 34，將相對於軸 34 的延伸方向往斜向方向延伸之刀具 35 往軸 34 的延伸方向(第 7 圖的上下方向)移動之構成。從圖的上側往下側沿著垂直方向依序排列直線導入器 33、軸 34、刀具 35，且直線導入器 33 與軸 34 與刀具 35 呈一體。尤其，軸 34 係以與在凸緣 32 的主表面上延伸之例如水平方向交叉之方式，往圖的上下方向延伸。

【0096】 參考第 7 圖及第 8 圖(A)、(B)，本實施形態中，於試樣台 5 之裝設試樣 3 之上面形成有凹陷 37。凹陷 37，具有試樣固定槽 37A 與缺口 37B。試樣固定槽 37A 為用以裝設試樣 3 之槽，且於試樣台 5 的上面相互隔著間隔

形成有複數個(第 7 圖、第 8 圖中為 3 個)。藉此，於試樣室 1 內可將複數個試樣 3 配置為一排。此外，缺口 37B 為以形成為包含複數個試樣固定槽 37A 的底面之例如具有三角形的剖面形狀之方式而深度刻入之區域。缺口 37B 於複數個試樣固定槽 37A 中之被夾於相鄰接的一對試樣固定槽 37A 之間之區域中，亦以深度刻入試樣台 5 的上面之方式形成為三角形狀。藉此，當以刀具 35 來破壞試樣 3 時，可抑制刀具 35 壓抵於試樣台 5 的上面。

【0097】 參考第 9 圖，具有上述構成之開封機構 10 (包含試樣台 5 及試樣 3)如第 9 圖的下側所示，係從上方安裝於具有作為例如規格為 ICF34 的六方管 41 之樣態之試樣室 1。六方管係於上下左右前後的 6 個方向形成有凸緣。安裝開封機構 10 時，為了可目視試樣室 1 內的試樣 3，於上述 6 個方向之凸緣中的 1 個，安裝有窗 43。例如，由於第 9 圖下側的試樣室 1 裝設於第 6 圖的試樣室 1，六方管 41 之安裝有窗 43 之凸緣以外的凸緣之朝向外側的連接面，例如成為用以連接真空計 G1 之真空計連接面 45、用以連接孔口 O1 之孔口連接面 47、用以連接開封器 7 的凸緣 32 之開封器凸緣連接面 48、以及用以連接排氣裝置 E1 之排氣裝置凸緣連接面 49。

【0098】 參考第 10 圖(A)、(B)，於試樣 3 的開封動作時軸 34 往下方移動。藉此，相對於軸 34 所延伸之各圖的上下方向往斜向方向延伸之刀具 35 之尤其最低的部分，係壓抵於複數個試樣 3 中之 1 個(例如第 10 圖(A)所示

之 3 個並排的試樣 3 中之配置在最右側的試樣 3) 的表面。藉此，該最右側之試樣 3 被破壞(開封)，使當中的氣體被釋出。當結束該最右側之試樣 3 內部的氣體分析時，將試樣室 1 及分析室 11(例如參考第 6 圖)排氣，並進行下次測定的準備。下一次分析，係進一步將刀具 35 下壓，以破壞例如第 10 圖(A)之 3 個並排的試樣 3 中之中央的試樣 3。對於複數個試樣 3 中的哪一個試樣 3 正在分析中(破壞中)，可藉由目視並從第 9 圖的窗 43 中確認。

【0099】 接著說明本實施形態之作用效果。

如此藉由將刀具 35 斜向地壓抵於以在試樣台 5 上形成一排之方式而裝設之複數個試樣 3 的各個，可依序破壞排列成一排之複數個試樣 3 來進行分析。因此，可一次裝設複數個試樣 3，並一次 1 個依序分析此等試樣 3，而能夠高效率地實施高精度分析。

【0100】 此外，藉由將複數個試樣 3 的各個裝設於凹陷 37 的內部，可限制試樣 3 的移動，在將複數個中的 1 個試樣 3 開封時，可抑制因該開封的衝擊使剩餘未開封的試樣 3 產生未意料的移動之缺失。因此，本實施形態中，可在試樣台 5 被取出至試樣室 1 外之狀態下，高精度地進行刀具 35 與試樣 3 之對位的確認，而能夠抑制因刀具 35 相對於試樣 3 之位置偏離等所造成之試樣 3 的開封失敗。

【0101】 例如於上述日本特開 2008-180581 號公報中，該公報的第 3 圖之設置在試樣台之試樣，係藉由第 2 圖的機構將針壓抵而藉此開封。此時當試樣較大時，即使

第 2 圖之針的前端位置僅稍微偏離第 3 圖的試樣設置線 (line)32 雖亦不會有問題，但當試樣較小時，針的前端無法壓抵於試樣 3 而無法開封。上述試樣 3 的開封失敗例如例如意指該狀況。此外，即使例如試樣設置線 32 與針的前端之位置偏離量較試樣的大小更小，亦難以旋轉試樣台並將針的前端位置對位於試樣的位置。本實施形態中，由於可將試樣 3 確實地固定在試樣台 5，所以可排除如上述日本特開 2008-180581 號公報之問題的產生。

● **【0102】** 參考第 11 圖(A)、(B)，本實施形態中，裝設於試樣室 1 內的試樣台 5 之複數個試樣 3，例如亦可與試樣台 5 一同以(鋁(aluminium))箔 51 所覆蓋，且一邊破壞該箔 51 一邊同時破壞複數個試樣 3 的各個。如此，複數個試樣 3 的各個係藉由鋁箔 51 而一併地限制該移動，所以在將複數個中的 1 個試樣 3 開封時，可更確實地抑制因該開封的衝擊使剩餘未開封的試樣 3 產生未意料之例如噴出等之缺失。因此，藉由將刀具 35 斜向地壓抵，可確實地將複數個試樣 3 依序開封。

【0103】 (實施形態 4)

接著使用第 12 圖~第 15 圖來說明本實施形態所使用之開封器 8 及開封機構 20。

● **【0104】** 參考第 12 圖(A)、(B)，本實施形態中，係使用開封器 8 來取代實施形態 3 之開封器 7，使用開封機構 20 來取代實施形態 3 之開封機構 10 作為破壞機構。亦即，本實施形態之開封機構 20，係於試樣室 1 的內部，導

入開封器 8 之尤其較位於第 12 圖(A)所示之凸緣 32 更上側的部分，而具有可將裝設在試樣台 5 之試樣 3 開封之構成。具體而言，具有：開封器 8、凸緣 32、直線導入器 33、軸 34、柱 36、纜線(wire)支柱 38、以及纜線 39。

【0105】 本實施形態中，係使用纜線 39 取代刀具 35 作為破壞試樣 3 之構件。然而，本實施形態中，從圖的下側往上側沿著垂直方向依序排列直線導入器 33、軸 34、纜線 39 者，係與實施形態 3 不同。

【0106】 於凸緣 32 的上面上，4 根柱 36 以例如俯視觀看時形成為四角形之方式來配置。此等柱 36 沿著垂直方向延伸而配置，並從下方支撐被載置於該上方之試樣台 5。於試樣台 5 之裝設試樣 3 之上面，與實施形態 3 相同，相互隔著間隔形成有複數個試樣固定槽 37A。纜線 39 之一方的端部被固定在軸 34，纜線 39 之另一方的端部被固定在纜線支柱 38。此外，於試樣台 5，形成有用以供纜線 39 通過之圖中未顯示的狹縫(slit)，藉此成為纜線 39 亦可貫通例如試樣固定槽 37A 之樣態。

【0107】 參考第 13 圖，具有上述構成之開封機構 20 (包含試樣台 5 及試樣 3)，如第 13 圖的上側所示，與實施形態 3 相同地係從下方安裝於具有作為例如為 ICF34 的六方管 41 之樣態之試樣室 1。第 13 圖的試樣室 1，基本上與第 9 圖的試樣室 1 為相同構成。惟於第 13 圖中，由於係與第 9 圖不同而從下方安裝，所以試樣室 1 下側之凸緣的下側係成為用以連接開封器 8 的凸緣 32 之開封器凸緣連接面

48。因此，於下側以外的其他場所，試樣室 1 可與排氣裝置 E1 連接。

【0108】 參考第 14 圖，包含裝設有試樣 3 之試樣台 5 之開封機構 20 的一部分(上側的部分)，被裝設於試樣室 1 的內部，且例如以貫通試樣固定槽 37A 之底面的狹縫之方式裝設纜線 39。該狀態下，連接有纜線 39 下方的一端之軸 34，如箭頭所示藉由朝向下方的力 F 而拉引纜線 39。如此，裝設於試樣固定槽 37A 之試樣 3，以最初接觸於纜線 39 之點為破壞起始點 3A，從該處將試樣 3 開封。

【0109】 接著說明本實施形態之作用效果。

如本實施形態所示，即使使用纜線 39 之情形，亦與實施形態 3 之使用刀具 35 之情形相同，可依序將複數個試樣 3 的各個開封而進行分析。因此，可一次裝設複數個試樣 3，並一次 1 個依序分析此等試樣 3，而能夠高效率地實施高精度分析。

【0110】 此外，本實施形態中，藉由將複數個試樣 3 的各個裝設於凹陷 37 的內部，可限制試樣 3 的移動，在將複數個中的 1 個試樣 3 開封時，可抑制因該開封的衝擊使剩餘未開封的試樣 3 產生未意料的移動之缺失。因此，本實施形態中，可在試樣台 5 被取出至試樣室 1 外之狀態下，高精度地進行開封器 8(纜線 39)與試樣 3 之對位的確認，而能夠抑制因開封器 8 相對於試樣 3 之位置偏離等所造成之試樣 3 的開封失敗。

【0111】 參考第 15 圖，本實施形態中，裝設於試樣

室 1 內的試樣台 5 之複數個試樣 3，例如亦可與試樣台 5 一同以(鋁)箔 51 所覆蓋，且一邊破壞該箔 51 一邊同時破壞複數個試樣 3 的各個。如此，複數個試樣 3 的各個係藉由鋁箔 51 而一併地限制該移動，所以在將複數個中的 1 個試樣 3 開封時，可更確實地抑制因該開封的衝擊使剩餘未開封的試樣 3 產生未意料之例如彈飛等之缺失。因此，藉由將纜線 39 斜向地壓抵，可確實地將複數個試樣 3 依序開封。

【0112】 藉由使用以上實施形態 1~4 之氣體分析裝置 100、200 及開封機構 10、20，可進行容積極小之中空氣密構件內部的氣體分析。

【0113】 (實施形態 5)

上述日本特開 2008-180581 號公報所揭示之技術中作為對象之試樣，與本申請案的實施形態 1~4 中作為對象之試樣相比，該大小(size)較大。惟若例如使用上述第 6 圖的氣體分析裝置 200 並使用日本特開 2008-180581 號公報的段落號碼 0020~0046 所示之資料解析方法，則可分析該公報中作為對象之大小較上述本申請案更大之試樣內部的氣體。具體而言，例如在關閉第 6 圖的閥 VV4 並開啟閥 VV3 之狀態下進行。此時，孔口 O1 的氣導 C1 並非依循上述實施形態 1，而是依循上述公報所記載之方法來決定。

【0114】 本申請案的實施形態 1~4 中作為對象之試樣 3 由於與上述公報所處理之試樣的大小不同，所以在本實施形態中，相對於第 6 圖的氣體分析裝置 200，係變更

試樣台 5 及開封器 7 的大小等，或是變更包含上述試樣台 5 及開封器 7 之試樣室 1 的全體。

【0115】 或是參考第 16 圖，第 6 圖之氣體分析裝置 200 的分析室 11，係使用連接有與試樣室 1 另為不同的試樣室 40 之構成的氣體分析裝置 300。氣體分析裝置 300 中，試樣室 40 具有：固定試樣 30 之試樣台 50、以及將試樣 30 開封之開封器 70。於試樣室 40 連接有真空計 G3。於連接試樣室 40 與分析室 11 之配管，連接有孔口 O3 及閥 VV5。此外，連接試樣室 1 與排氣裝置 E1 之配管係以分歧之方式設置有其他配管，於該其他配管上係設置有閥 VV6。

【0116】 此外，第 16 圖的氣體分析裝置 300 中，與第 6 圖的氣體分析裝置 200 相同，(例如第 23 圖所示之)第 3 配管從試樣室 1 的側面延伸為 L 字狀，並於該第 3 配管的中途，將閥 VV1 配置在較試樣室 1 更上方。此外，例如可將第 16 圖的試樣室 40 應用在第 23 圖的試樣室 1，而在較該試樣室 40 更上方設置閥 VV1 及配置有該閥 VV1(L 字狀且往 Z 方向上方延伸)之第 3 配管。

【0117】 根據本實施形態，從本申請案的實施形態 1~4 中所能夠分析之大小較小的試樣 3，至上述公報中所能夠分析之大小較大的試樣，均能夠以 1 台的裝置之例如氣體分析裝置 300 來進行分析。

【0118】 (實施形態 6)

參考第 17 圖，本實施形態中，與上述其他實施形態不同點在於，於設置在上述各實施形態之試樣室 1、40 的六

方管 41 之窗 43 上，安裝有凸透鏡(lens)44(透鏡)及照明 46。
亦可僅安裝透鏡 44 及照明 46 中的任一者。

【0119】 關於凸透鏡 44，窗 43 全體可成為凸透鏡 44，或是於平坦的窗 43 表面接著凸透鏡 44。此外，照明 46 係用以照明試樣室 1 的內部者，例如為將 LED(Light Emitting Diode)光(light)予以小型化者。

【0120】 如本實施形態般，若構成為於窗 43 具有凸透鏡 44 及照明 46 的至少一方，則能夠容易以目視來確認試樣室 1 內部之極微小的試樣 3。

【0121】 (補充說明)

1. 關於與日本特開 2008-180581 號公報之差異以及孔口 O1、O2

例如為了控制排氣裝置 E1、E2 的排氣速度，有時會使用市售的氣導閥以將排氣側的氣導控制為例如呈一定值。例如於日本特開 2008-180581 號公報的第 1 圖中，於分析室與渦輪分子泵之間安裝市售的氣導閥，乍看之下，該氣導閥與本申請案之上述第 2 圖的孔口 O2 同等，而成為與本申請案類似之構成。然而，該構成實際上與本申請案具有本質上的差異，並無法發揮本申請案所主張之效果。以下說明該理由。

【0122】 真空狀態下之氣體的流通，當分子的平均自由行程約為該流路的寬度以下時，係成為分子流。分子流中，會因分子質量的不同而使飛行速度不同。因此，當氣體從試樣室 1 流動至分析室 11 或從分析室 11 流動至排

氣裝置 E2 時，(於試樣 3 的開封後之)試樣室 1 或分析室 11 的氣體組成會隨著時間而改變。

【0123】 假設本申請案的第 2 圖之配置在分析室 11 與排氣裝置 E2 之間之氣導閥的開啟度較小(亦即氣導小)時，分析室 11 與排氣裝置 E2 之間的氣體係以分子流流動。然而，當氣導閥大幅開啟時，從分析室 11 朝向排氣裝置 E2 之氣體，有時並非以分子流，而是以中間流或黏性流流動。以黏性流流動時，由於全部種類的氣體成為一體而移動，所以氣導不與分子質量相依。因此，當氣體的流動並不僅是分子流時，會失去推測氣體組成的時間變化之手段。

【0124】 因此，在採用氣導不明且於測定中可變更氣導之氣導閥之上述類似構成中，無法如本申請案之實施形態 1 般正確地求取試樣的氣體組成。

【0125】 為了發揮本申請案之實施形態 1 的效果，在能夠將通過孔口之流動作為分子流進行處理之條件下，重要的是氣導為已知且至少於測定之間該氣導不會改變。因此，在本申請案之實施形態 1 中，係使已決定好之氣導 C1、C2 的值至少在測定中不會產生變化。此外，本申請案之實施形態 1 中，係按每種分子的種類，以分析室 11 之分壓變化的理論計算值來擬合質譜儀 21 的測定結果，藉此首度可精度佳地求取試樣的氣體組成。

【0126】 接著，作為具體例，針對於可得到第 2 圖所示之氣體的分析結果之情形之氣體的流動成為分子流之條件等進行說明。

【0127】 參考第 18 圖，該圖表係顯示通過孔口之溫度為 25°C 之空氣的壓力，與相對於該壓力之平均自由行程之關係。雖於氣體分析時氣體通過孔口，但只要與對應於該通過氣體(之該孔口內)的最大壓力之平均自由行程相比，該孔口的孔徑幾乎相同或較小，則於該孔口中流通之氣體可視為分子流。

【0128】 通過孔口 O1 之氣體(空氣)的最大壓力，可考量為與連接於孔口 O1 之試樣室 1 內的最大壓力相同。因此，在得到如第 2 圖的圖表之空氣檢測強度的時間變化時，通過孔口 O1 之氣體的最大壓力約為 1Pa ，此時該氣體的平均自由行程，從第 18 圖的圖表中可得知約為 10mm 。

【0129】 此外，通過孔口 O2 之氣體(空氣)的最大壓力，若設想為與連接於孔口 O2 之分析室 11 內的最大壓力相同，則從第 2 圖中可得知約為 0.01Pa ，此時該氣體的平均自由行程，從第 18 圖的圖表中可得知約為 1000mm 。因此，若孔口 O1 的孔徑為 10mm 以下，且孔口 O2 的孔徑為 1000mm 以下，則於該孔口 O1、O2 中流通之空氣可視為分子流。惟上述孔徑係假定孔口 O1、O2 的孔為圓筒形的孔。

【0130】 另一方面，如上述般，例如於氣體分析裝置 100 中，孔口 O1 的氣導為 $1 \times 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$ ，孔口 O2 的氣導為 $1 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$ 。因此，參考第 19 圖，孔口 O1 的孔徑約為 0.3mm ，孔口 O2 的孔徑約為 1.5mm 。第 19 圖的圖表係顯示溫度為 25°C 之空氣相對於孔口的孔徑之氣導。在此，孔口的厚度為 2mm ，空氣所通過的孔為圓筒狀

的孔。因此，在得到如第 2 圖的圖表之空氣檢測強度的時間變化時，於孔口 O1、O2 中流動之氣體可視為分子流。

【0131】 此外，此等孔口 O1、O2，由於以限制氣體的流通者為目的，故若為相同氣導，則即使使用往流通方向延伸地更長之構造的孔口，亦可得到同等效果。惟就從孔口的內壁面所釋出之氣體會降低上述氣體量的背景值(設為一定的量)並提高測定精度之觀點來看，該孔口之氣體的流通方向上之長度愈短愈佳。

【0132】 因此，本實施形態中，為了控制氣導，並非使用細管(往流通方向延長之長管(pipe))，而是使用相對於流通方向的尺寸較小且在與此交叉之平面上擴展之形狀的孔口 O1、O2。

【0133】 此外，具有任意氣導之孔口 O1、O2，可藉由在金屬板上形成預定尺寸的孔而容易形成。再者，孔口 O1、O2 的孔可形成為平面尺寸較細管更小，所以於氣體分析裝置的設計時，可提高利用孔口 O1、O2 之自由度。

【0134】 接著使用第 20 圖~第 22 圖來說明孔口 O1、O2 及該孔的形狀。

【0135】 參考第 20 圖，孔口 O1、O2，可使用：例如設置封閉配管之圓盤，且於該圓盤上形成俯視觀看時具有圓形之(圓筒形的)1 個貫通孔者。惟當孔口中所流通之氣體(由於壓力高或孔徑大)無法視為分子流時，可藉由以下對策來形成為分子流。

【0136】 參考第 21 圖，孔口 O1、O2 可使用：於與

第 20 圖相同之圓盤上形成俯視觀看時具有圓形之(圓筒形的)複數個(例如 3 個)貫通孔，且各孔徑較第 20 圖的貫通孔更小者。

【0137】 參考第 22 圖，孔口 O1、O2，可使用：於與第 20 圖相同之圓盤上形成狹縫狀的貫通孔者。此時，若狹縫間隙寬度小於平均自由行程，則成為分子流。狹縫的形狀不必為直線，可為曲線形狀或分歧形狀。

【0138】 2. 關於質譜儀

質譜儀 21 之各氣體種類的檢測量，一般係作為電流值而輸出。因此，若可預先使用標準氣體來製作分壓與電流值的關係之標準線，則可從質譜儀 21 所輸出之電流值得知各氣體種類的分壓。

【0139】 質譜儀 21，係有：從質量輕的氣體至質量重的氣體可連續地掃描測定之模式(mode)，以及重複進行特定複數種質量之氣體的依序測定之模式。質譜儀 21，於使用上述任一模式時，均間歇地測定具有特定質量之氣體的壓力。

本發明之實施形態業已說明如上，惟此次所揭示之實施形態在所有方面均僅為例示，不應考量為具限制涵義。本發明之範圍係由申請專利範圍所表示，並且包含與申請專利範圍具有均等涵義及範圍內之所有變更。

【符號說明】

【0140】

1、40

試樣室

3	試樣
3A	破壞起始點
5	試樣台
7、8	開封器
10、20	開封機構(破壞機構)
11	分析室
21	質譜儀
23	控制及運算裝置
31	框
32	凸緣
33	直線導入器
34	軸
35	刀具
36	柱
37	凹陷
37A	試樣固定槽
37B	缺口
38	纜線支柱
39	纜線
41	六方管
43	窗
44	透鏡
45	真空計連接面
46	照明

47	孔口 連 接 面
48	開 封 器 凸 緣 連 接 面
49	排 氣 裝 置 凸 緣 連 接 面
100、200、300	氣 體 分 析 裝 置
E1、E2	排 氣 裝 置
G1、G2	真 空 計
O1、O2、O3	孔 口
VV1、VV2、VV3、VV4、VV5、VV6	閥

申請專利範圍

1. 一種氣體分析裝置，係分析被封入於試樣內之氣體的組成者，係包括：

試樣室，將試樣開封；

分析室，連接於前述試樣室，並連接有分析由前述試樣所釋出之前述氣體之質譜儀；

排氣裝置，連接於前述分析室；

第 1 孔口，配置在前述試樣室及前述分析室之間，以及

第 2 孔口，配置在前述分析室及前述排氣裝置之間；

將前述第 1 孔口的氣導設為 $C1$ ，前述質譜儀的測定週期設為 T ，前述試樣室的容積設為 $V1$ 時，係 $C1=n \cdot V1/T$ ，且 n 為 0.01 以上 1 以下；

將前述第 2 孔口的氣導設為 $C2$ ，封入於前述試樣內之前述氣體的量設為 Q ，前述質譜儀的測定上限壓設為 $P_{\max}$ 時，係 $C2=m \cdot Q \cdot C1/V1/P_{\max}$ ，且 m 為 0.01 以上 1 以下；

前述 $C1$ 及前述 $C2$ 至少於前述氣體的分析中為固定。

2. 如申請專利範圍第 1 項所述之氣體分析裝置，更包括：運算機構，將以前述質譜儀所測得之每一種前述氣體的氣體分壓或對應於前述氣體分壓之物理量設為 P ，前述氣體分壓或前述物理量的初始值設為 P_0 時，以下述

形式的式子近似前述 P 的時間變化，

$$P(t)=P_0+\alpha (\exp \beta t-\exp \gamma t) \quad (\alpha 、 \beta 、 \gamma \text{ 為參數})$$

並從由該近似所求得之 α 之值，求取前述氣體的分壓或被封入於前述試樣內之每一種前述氣體的量。

3. 如申請專利範圍第 1 項所述之氣體分析裝置，其中，於前述排氣裝置連接有用以連結前述分析室與將前述分析室排氣之排氣裝置之複數條配管；

前述複數條配管包含：具有前述第 2 孔口之第 1 配管、以及不具有前述第 2 孔口之第 2 配管；

以使前述氣體可流通於前述第 1 及第 2 配管中的任一者或兩者之方式，使前述複數條配管的流路可相互切換。

4. 如申請專利範圍第 1 項所述之氣體分析裝置，其中，於前述試樣室內可配置複數個前述試樣；

更包括：破壞機構，藉由將刀具或纜線斜向地壓抵於前述複數個試樣所形成之排，來依序破壞在前述排上排列之前述複數個試樣。

5. 如申請專利範圍第 1 項所述之氣體分析裝置，其中，於前述試樣室的窗具有透鏡及照明的至少一方。

6. 如申請專利範圍第 1 項所述之氣體分析裝置，更包括：作為用以將前述試樣室排氣之配管的第 3 配管；

前述第 1 孔口配置在前述第 3 配管以外的區域；

於前述第 3 配管設置有閥；

於可將前述試樣室內的前述氣體排氣至較前述試

樣室更上方之位置，配置前述閥。

7. 如申請專利範圍第 1 項所述之氣體分析裝置，其中，
前述第 1 孔口係設置在前述試樣室的側面側或上面側。
8. 一種氣體分析方法，係分析被封入於試樣內之氣體的組成者，係包括：

於試樣室內將前述試樣開封之步驟；

使由前述試樣所釋出之前述氣體通過氣導為已知之第 1 孔口並流入分析室內之步驟；

使前述分析室內的前述氣體通過氣導為已知之第 2 孔口並進行排氣之步驟；

求取時間變化 $P(t)$ 之步驟，該時間變化 $P(t)$ 係於至少從將前述試樣開封之步驟前開始至通過前述第 2 孔口進行排氣之步驟為止之間的前述分析室內之每一種前述氣體的氣體分壓或對應於前述氣體分壓之物理量的時間變化 $P(t)$ ；以及

將前述氣體分壓或前述物理量的初始值設為 P_0 時，以下述形式的式子近似前述 $P(t)$ ，

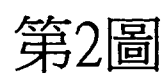
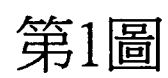
$$P(t) = P_0 + \alpha (\exp \beta t - \exp \gamma t) \quad (\alpha、\beta、\gamma \text{ 為參數})$$

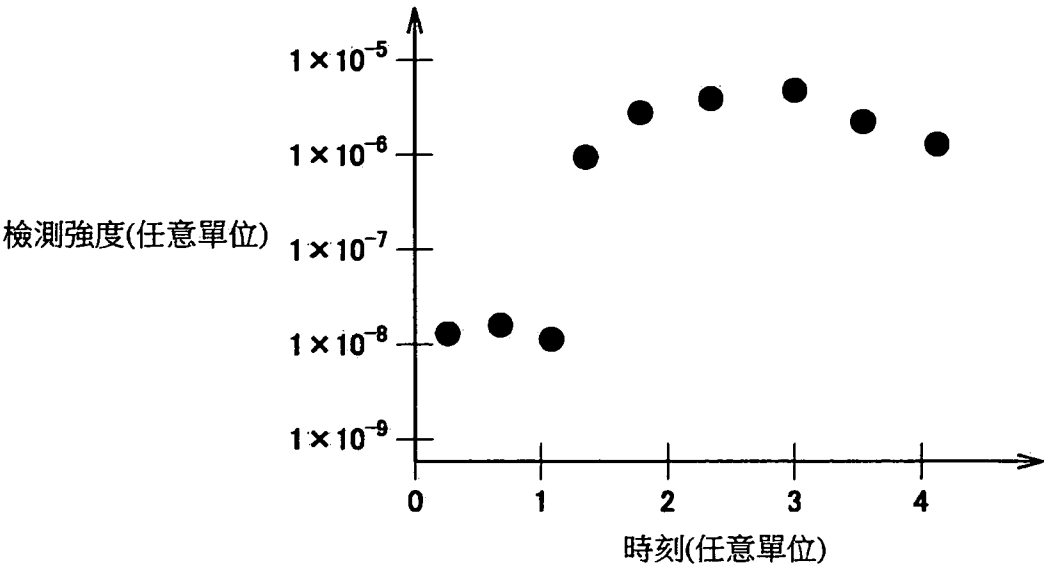
並從由該近似所求得之 α 之值，求取前述氣體的分壓或被封入於前述試樣內之每一種前述氣體的量之步驟。

9. 如申請專利範圍第 8 項所述之氣體分析方法，其中，
前述於試樣室內將前述試樣開封之步驟係包含：

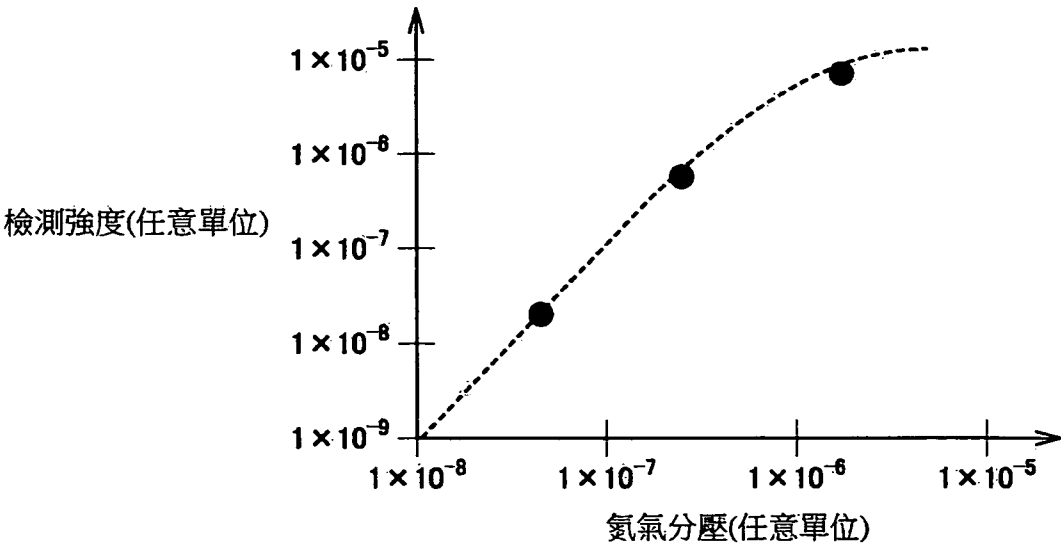
將複數個前述試樣配置在前述試樣室內之步驟，

以箔覆蓋前述複數個試樣之步驟，以及
一邊破壞前述箔一邊同時破壞前述複數個試樣之
步驟。

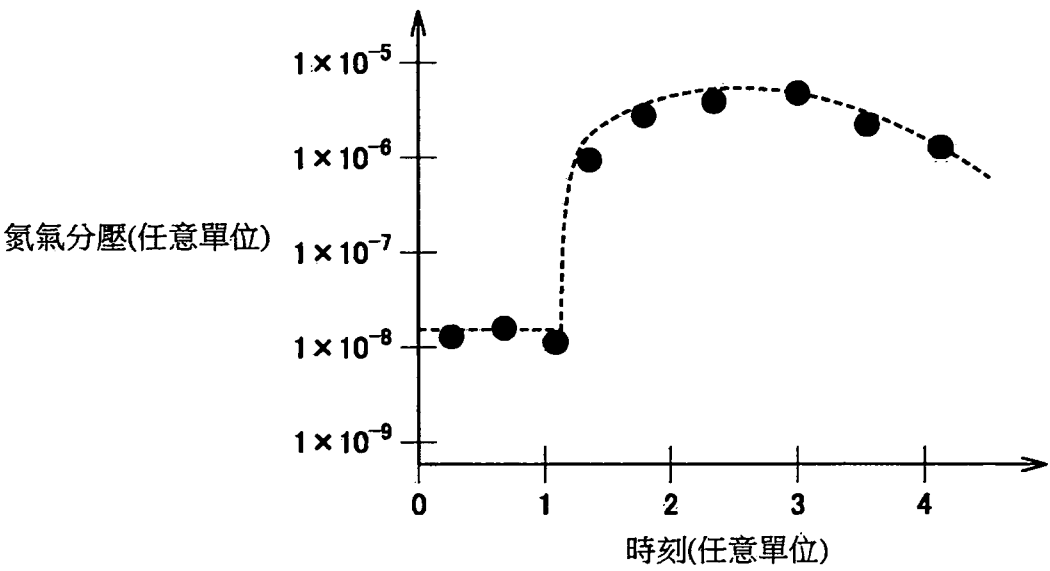




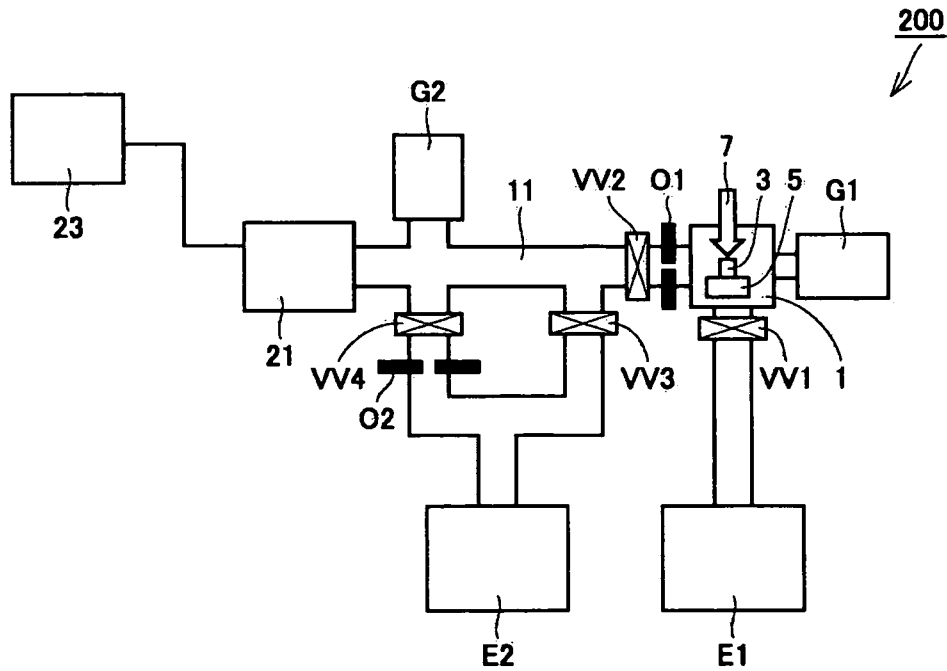
第3圖



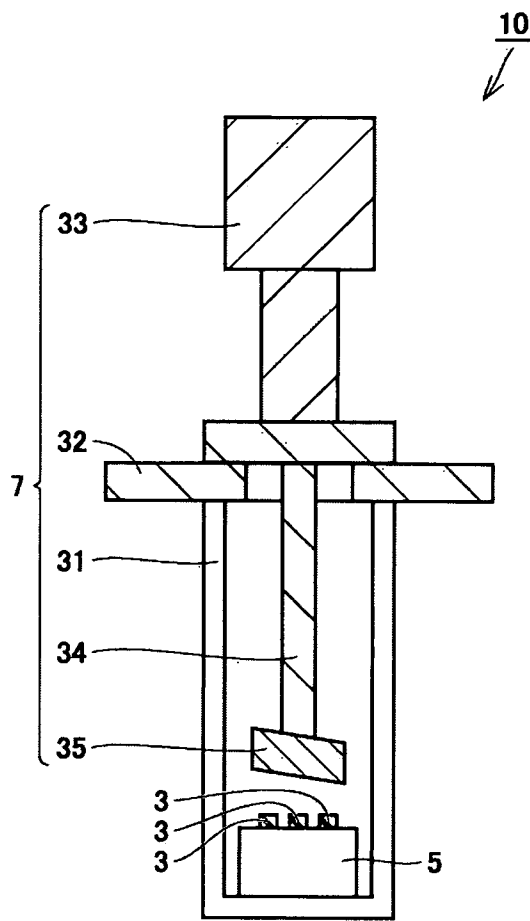
第4圖



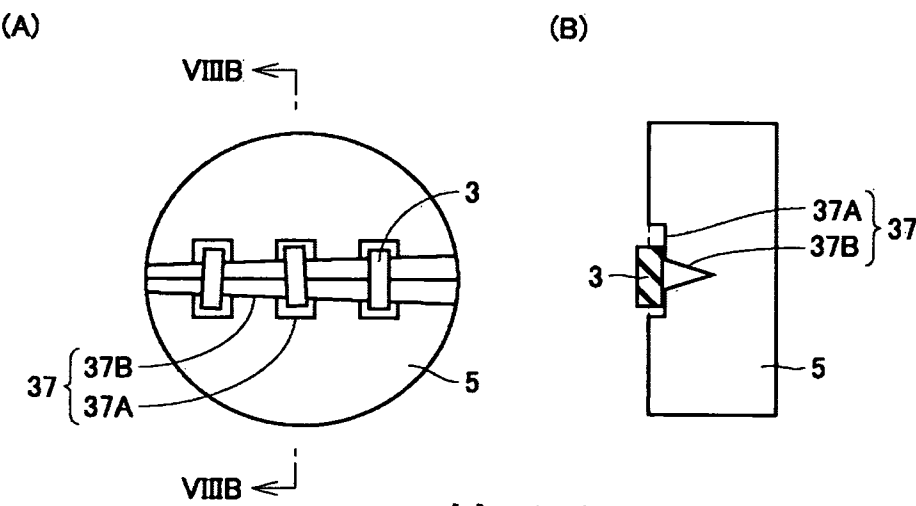
第5圖



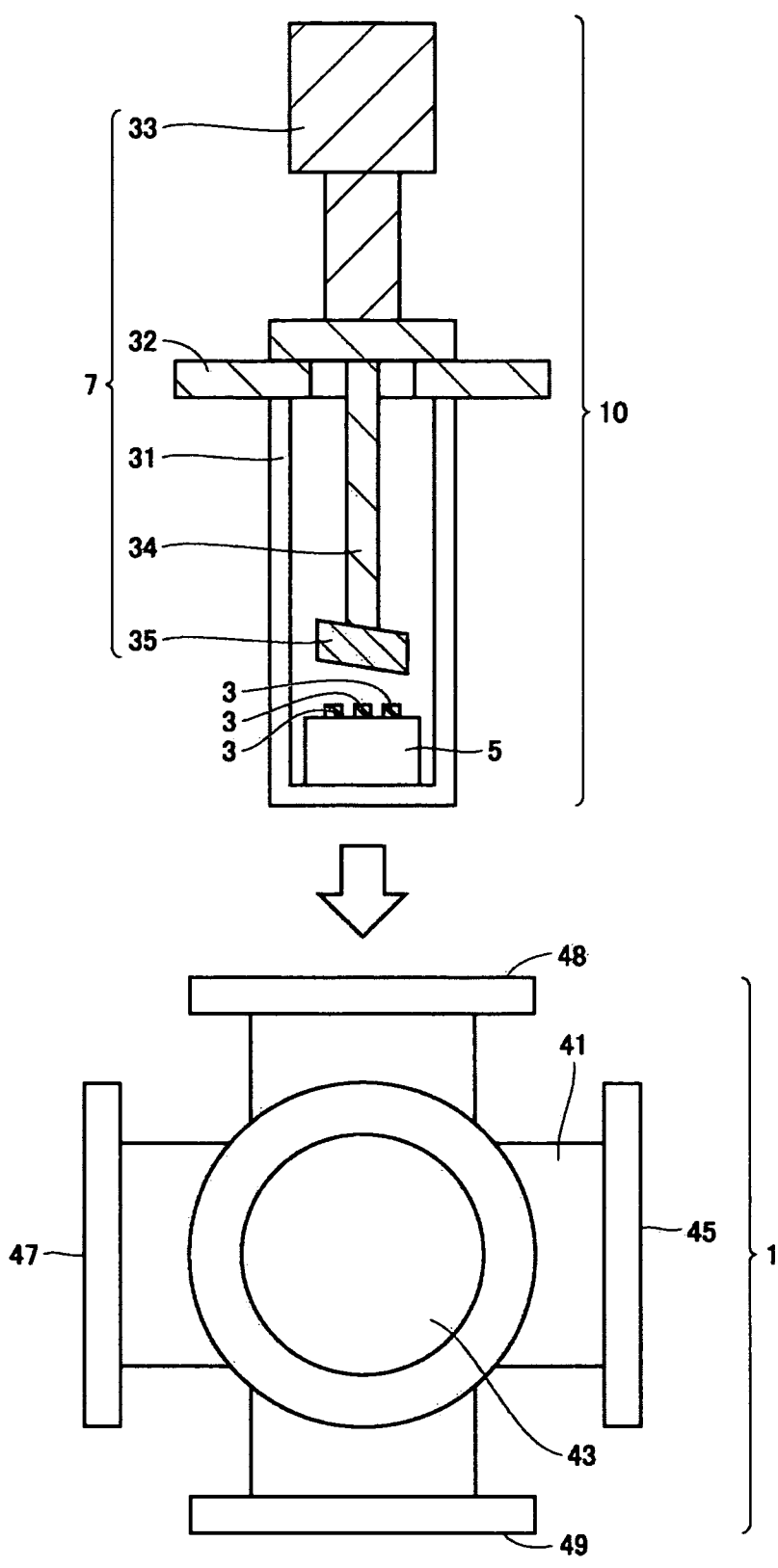
第6圖



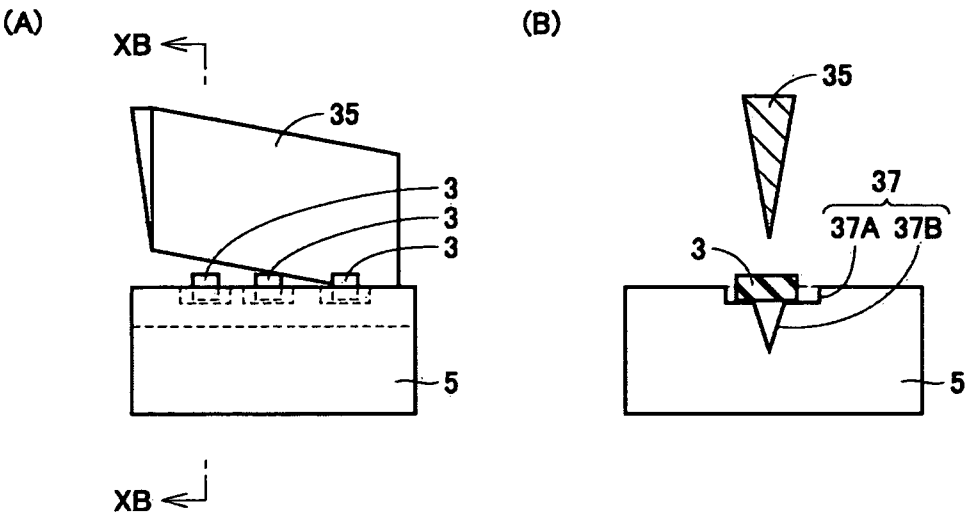
第7圖



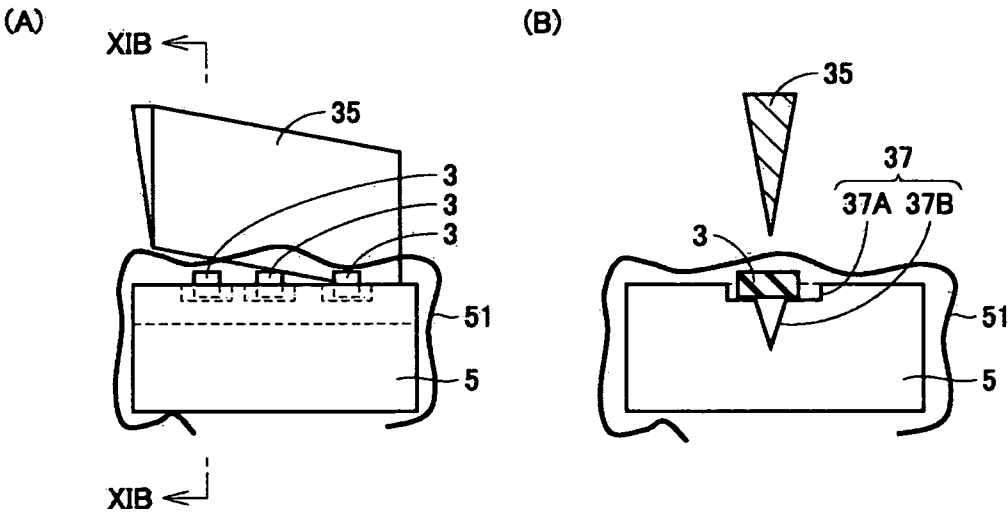
第8圖



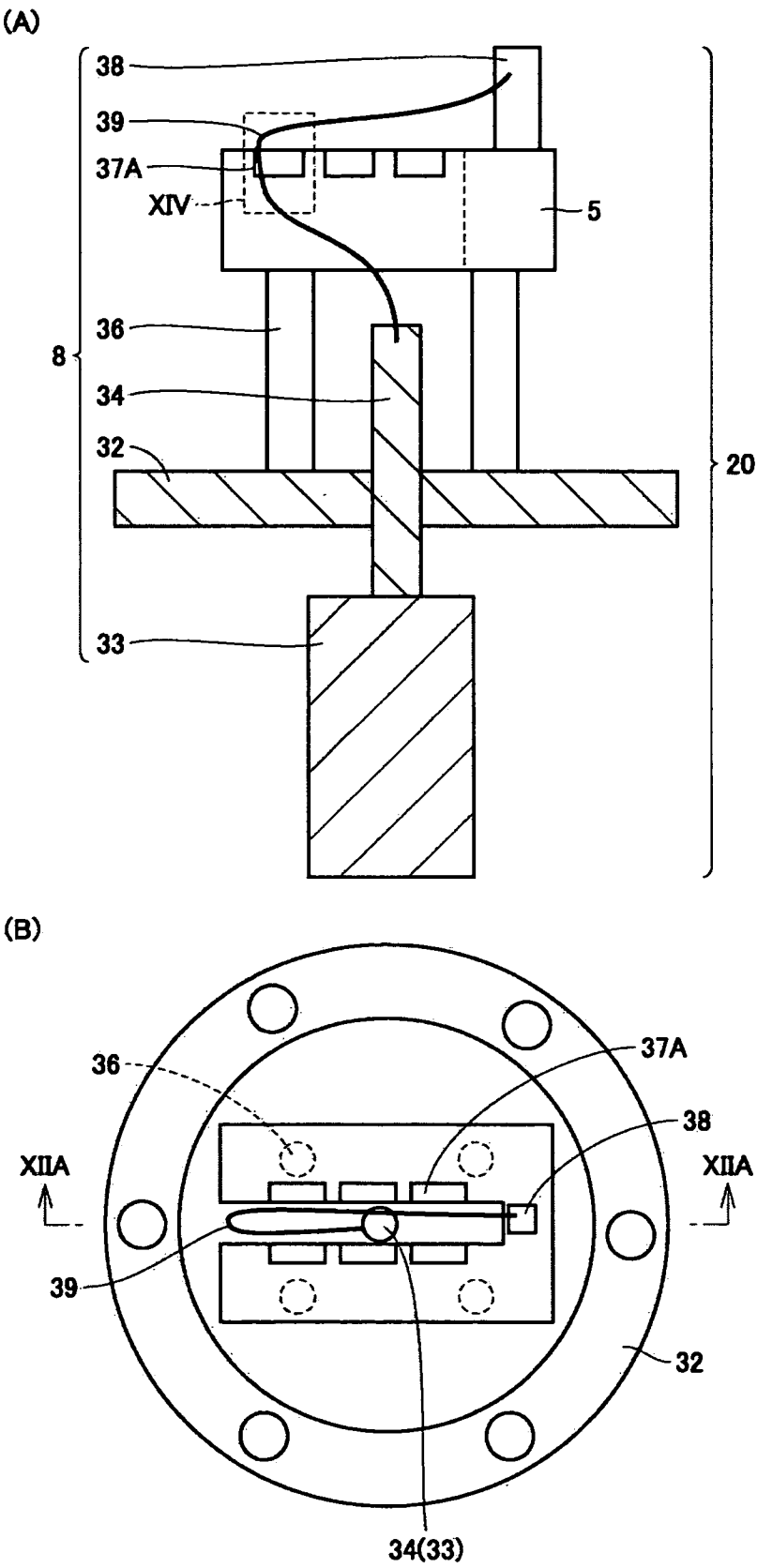
第9圖



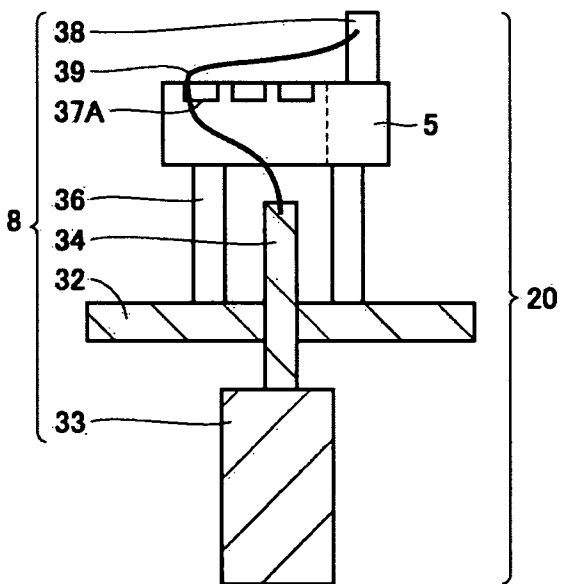
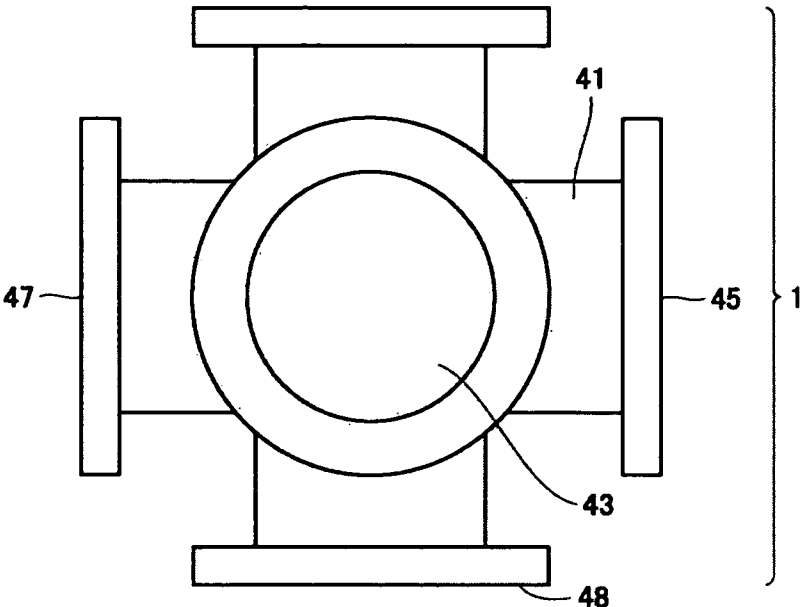
第10圖



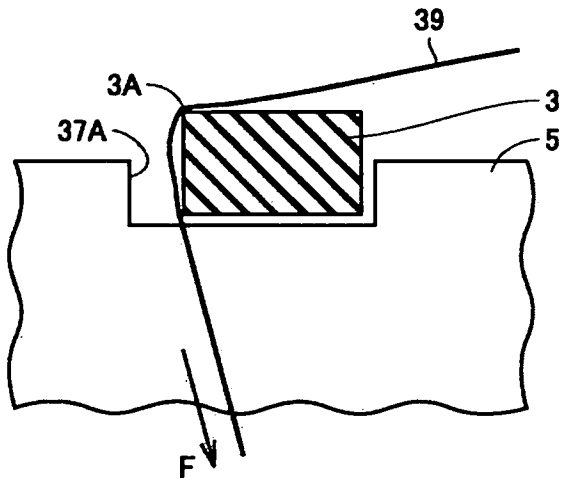
第11圖



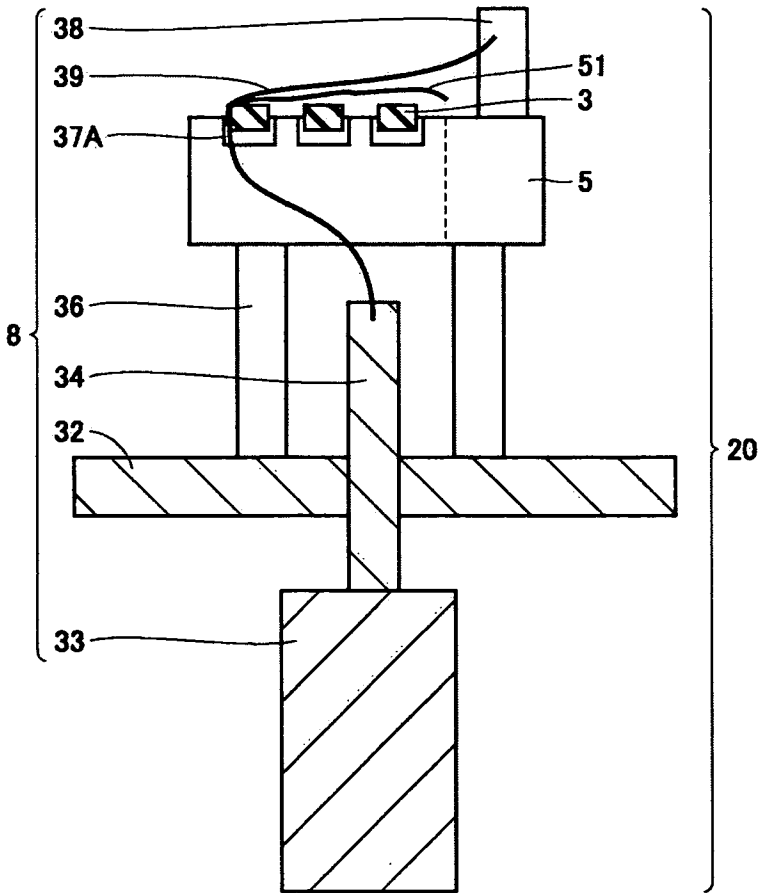
第12圖



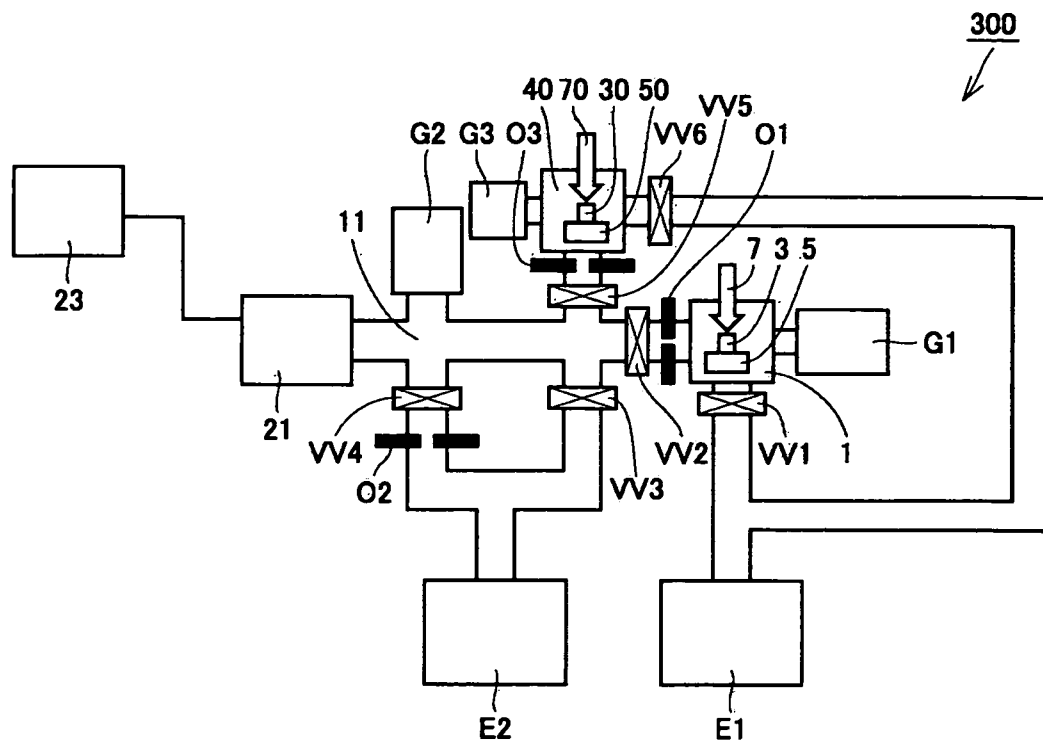
第13圖



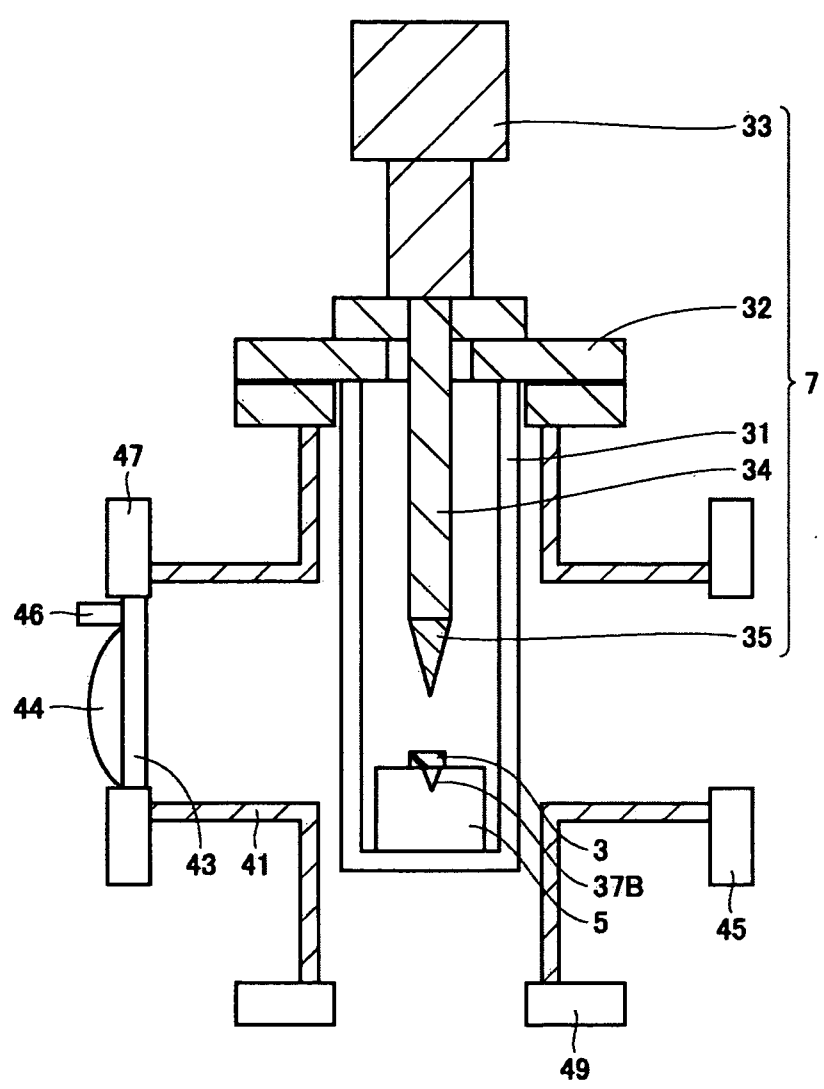
第14圖



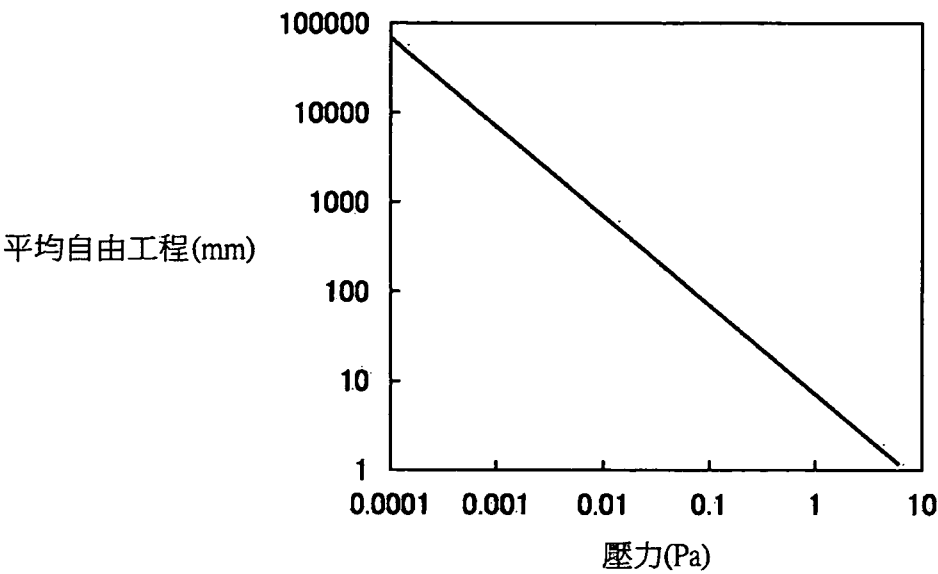
第15圖



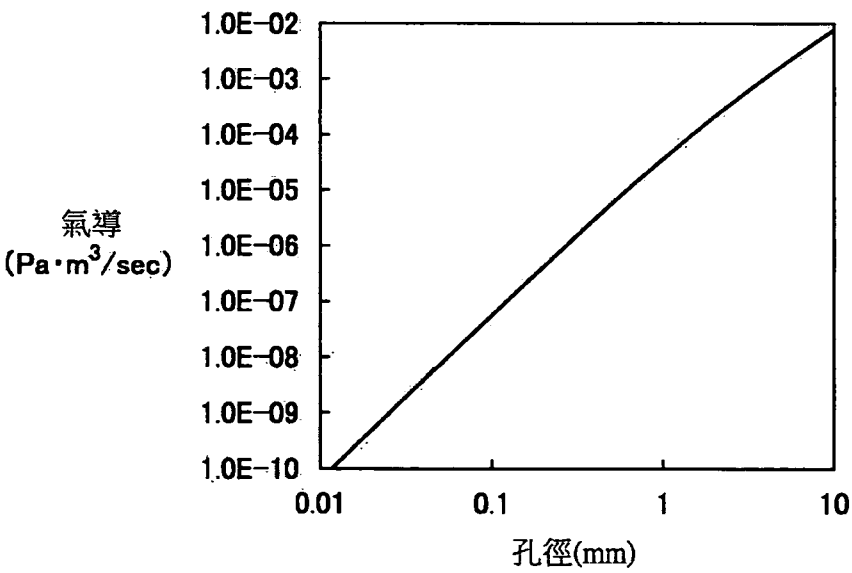
第16圖



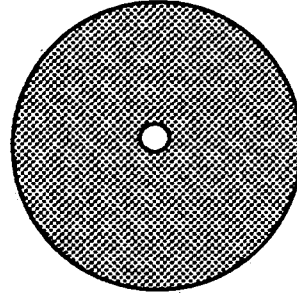
第17圖



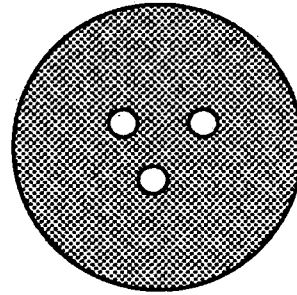
第18圖



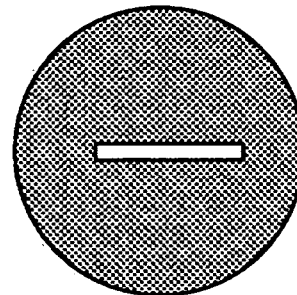
第19圖



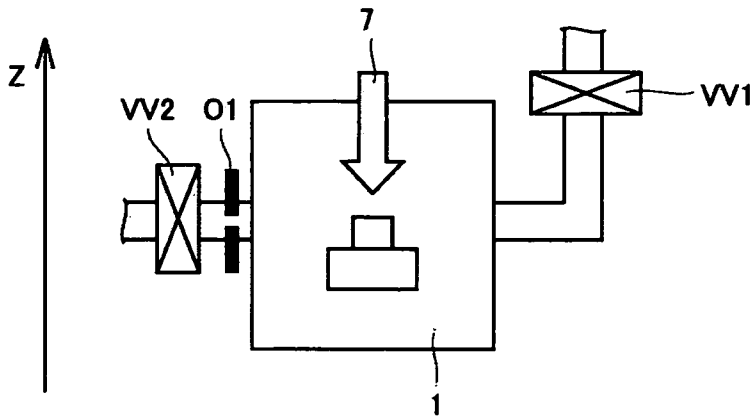
第20圖



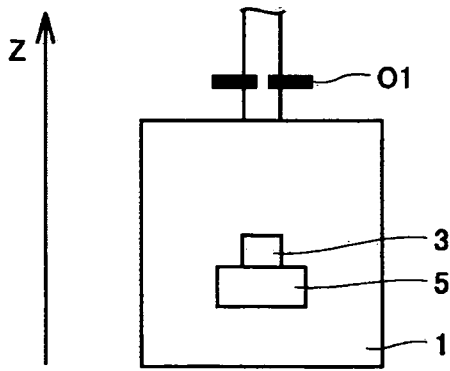
第21圖



第22圖



第23圖



第24圖