

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4590091号
(P4590091)

(45) 発行日 平成22年12月1日(2010.12.1)

(24) 登録日 平成22年9月17日(2010.9.17)

(51) Int. Cl.		F I		
GO 1 N 27/62	(2006.01)	GO 1 N 27/62		C
GO 1 N 30/72	(2006.01)	GO 1 N 30/72		A

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2000-357456 (P2000-357456)	(73) 特許権者	000231235
(22) 出願日	平成12年11月24日(2000.11.24)		大陽日酸株式会社
(65) 公開番号	特開2002-162385 (P2002-162385A)		東京都品川区小山一丁目3番26号
(43) 公開日	平成14年6月7日(2002.6.7)	(74) 代理人	100086210
審査請求日	平成19年10月26日(2007.10.26)		弁理士 木戸 一彦
		(72) 発明者	菊地 勉
			東京都港区西新橋1-16-7 日本酸素株式会社内
		(72) 発明者	西名 明
			東京都港区西新橋1-16-7 日本酸素株式会社内
		(72) 発明者	君島 哲也
			東京都港区西新橋1-16-7 日本酸素株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ガス分析装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

ガス成分を分離するための分離器と、ガス成分を分析するための分析器とを備えたガス分析装置において、試料ガス源から供給される試料ガスを分析器導入弁を介して前記分析器に直接導入する分析器導入経路と、前記分析器導入弁の一次側経路から分岐し、分離器導入弁を介して試料ガスを前記分離器に導入する分離器導入経路と、該分離器から導出したガスを分離器導出弁を介して前記分析器導入弁の二次側経路に導入する分離器導出経路とを備え、前記分析器導入弁が開のときに前記分離器導入弁及び分離器導出弁が連動して閉となり、前記分析器導入弁が閉のときに前記分離器導入弁及び分離器導出弁が連動して開となるように形成したガス切換装置を備え、該ガス切換装置は、分離器導出弁の一次側経路と前記分離器導入弁の二次側経路とを、前記分析器導入弁と同時に開又は閉となるパージ弁を介して接続するパージ経路を備えていることを特徴とするガス分析装置。

【請求項2】

前記ガス切換装置は、各弁及び各経路を一体的に形成した4連4方弁であることを特徴とする請求項1記載のガス分析装置。

【請求項3】

ガス成分を分離するための分離器と、ガス成分を分析するための分析器と、試料ガスを供給する試料ガス源と、前記分離器にキャリアガスを供給するキャリアガス源とを備えたガス分析装置において、前記試料ガス源に接続する試料ガス経路と分析器に接続する分析

10

20

器入口経路とを分析器導入弁を介して接続する分析器導入経路と、前記試料ガス経路と分離器入口経路とを分離器導入弁を介して接続する分離器導入経路と、分離器出口経路と分析器入口経路とを分離器導出弁を介して接続する分離器導出経路と、分離器出口経路と分離器入口経路とをパージ弁を介して接続するパージ経路とを有するガス切換装置を備え、該ガス切換装置は、前記試料ガス源からの試料ガスを前記分析器に直接導入するときには、前記分析器導入弁及びパージ弁が共に開、前記分離器導入弁及び分離器導出弁が共に閉となり、試料ガス源からの試料ガスを分析器導入経路を通して分析器に直接導入するとともに、前記キャリアガス源から分離器に供給されて分離器出口経路から導出されるキャリアガスをパージ経路を通して分離器入口経路に導入し、また、前記試料ガス源からの試料ガスを前記分離器で分離してから分析器に導入するときは、前記分析器導入弁及びパージ弁が共に閉、前記分離器導入弁及び分離器導出弁が共に開となり、試料ガス源からの試料ガスを分離器導入経路を通して分離器に導入するとともに、該分離器で分離してキャリアガスに同伴されて分離器出口経路から導出されるガスを分離器導出経路を通して分析器入口経路に導入することを特徴とするガス分析装置。

10

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、ガス分析装置に関し、詳しくは、各種高純度ガス中のppb～サブppbレベルの不純物を一台の分析器で分析することができるガス分析装置に関する。

【0002】

20

【従来の技術】

半導体製造分野では、使用する高純度ガス中の微量不純物が製品のデバイス性能に悪影響を及ぼすことから、微量不純物の監視が必要とされている。高純度ガス中に存在するppbレベルからpptレベルの各種不純物を分析する手段として、近年、ガスクロマトグラフ等の分離器と大気圧イオン化質量分析器(API-MS)等の分析器とを組合わせたものが用いられている。

【0003】

このように分離器と分析器とを組合わせた分析装置では、例えば、図4の系統図に示すように、試料ガス源11から供給される試料ガスを分析器12で直接分析する場合と、分離器13で試料ガスの主成分と不純物とを分離してから分析器12で分析する場合とで、試料ガス源からの試料ガスの導入方向を、試料ガス入口側の第1ガス切換装置14で分析器12方向と分離器13方向とに切換るとともに、分析器12への試料ガスの受入れ方向も、試料ガス導出側の第2ガス切換装置15で直接導入方向と分離器方向とに切換える必要がある。

30

【0004】

すなわち、分析器12で試料ガスを直接分析する場合には、第1ガス切換装置14における遮断弁14aを開、遮断弁14bを閉とし、かつ、第2ガス切換装置15における遮断弁15aを開、遮断弁15bを閉とするようにしており、また、分離器13を介して試料ガスの分析を行う場合は、第1ガス切換装置14における遮断弁14aを閉、遮断弁14bを開とし、かつ、第2ガス切換装置15における遮断弁15aを閉、遮断弁15bを開とするようにしていた。なお、キャリアガス源16から分離器13に供給されるキャリアガスは、分離器13を分析に使用しないときには、分離器13の出口経路に設けた放出弁17から外部に放出するようにしていた。

40

【0005】**【発明が解決しようとする課題】**

しかし、上述の構成では、2個のガス切換装置を使用しなければならず、しかも、両ガス切換装置における遮断弁の開閉を連動させておく必要があった。さらに、分離器13を使用するときには、両ガス切換装置間の流路に試料ガスが封じ込められて滞留した状態となるため、ガスの切換えを迅速に行うことができなくなり、また、配管内面への試料ガス成分の吸脱着によって分析結果に悪影響を及ぼすことがあった。

50

【0006】

そこで本発明は、ガス切換装置を一つに集約することによってガスの滞留を最小限とし、各種高純度ガス中のppb～サブppbレベルの不純物を一台の分析器で効率よく高精度で分析することができるガス分析装置を提供することを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、本発明のガス分析装置は、ガス成分を分離するためのガスクロマトグラフ等の分離器と、ガス成分を分析するための質量分析計等の分析器とを備えたガス分析装置において、試料ガス源から供給される試料ガスを分析器導入弁を介して前記分析器に直接導入する分析器導入経路と、前記分析器導入弁の一次側経路から分岐し、分離器導入弁を介して試料ガスを前記分離器に導入する分離器導入経路と、該分離器から導出したガスを分離器導出弁を介して前記分析器導入弁の二次側経路に導入する分離器導出経路とを備え、前記分析器導入弁が開のときに前記分離器導入弁及び分離器導出弁が連動して閉となり、前記分析器導入弁が閉のときに前記分離器導入弁及び分離器導出弁が連動して開となるように形成したガス切換装置を備えていることを特徴としている。

10

【0008】

特に、本発明のガス分析装置は、前記ガス切換装置が、分離器導出弁の一次側経路と前記分離器導入弁の二次側経路とを、前記分析器導入弁と同時に開又は閉となるパージ弁を介して接続するパージ経路を備えており、さらに、各弁及び各経路を一体的に形成した4連4方弁であることを特徴としている。

20

【0009】

また、本発明のガス分析装置は、ガス成分を分離するためのガスクロマトグラフ等の分離器と、ガス成分を分析するための質量分析計等の分析器と、試料ガスを供給する試料ガス源と、前記分離器にキャリアガスを供給するキャリアガス源とを備えたガス分析装置において、前記試料ガス源に接続する試料ガス経路と分析器に接続する分析器入口経路とを分析器導入弁を介して接続する分析器導入経路と、前記試料ガス経路と分離器入口経路とを分離器導入弁を介して接続する分離器導入経路と、分離器出口経路と分析器入口経路とを分離器導出弁を介して接続する分離器導出経路と、分離器出口経路と分離器入口経路とをパージ弁を介して接続するパージ経路とを有するガス切換装置を備え、該ガス切換装置は、前記試料ガス源からの試料ガスを前記分析器に直接導入するときには、前記分析器導入弁及びパージ弁が共に開、前記分離器導入弁及び分離器導出弁が共に閉となり、試料ガス源からの試料ガスを分析器導入経路を通して分析器に直接導入するとともに、前記キャリアガス源から分離器に供給されて分離器出口経路から導出されるキャリアガスをパージ経路を通して分離器入口経路に導入し、また、前記試料ガス源からの試料ガスを前記分離器で分離してから分析器に導入するときは、前記分析器導入弁及びパージ弁が共に閉、前記分離器導入弁及び分離器導出弁が共に開となり、試料ガス源からの試料ガスを分離器導入経路を通して分離器に導入するとともに、該分離器で分離してキャリアガスに同伴されて分離器出口経路から導出されるガスを分離器導出経路を通して分析器入口経路に導入することを特徴としている。

30

【0010】

【発明の実施の形態】

図1は、本発明のガス分析装置の参考例を示す系統図である。このガス分析装置は、ガスクロマトグラフ等の分離器13と大気圧イオン化質量分析器等の分析器12とをガス切換装置21を介して組合わせたものであって、ガス切換装置21のガス流路を切換えることにより、試料ガス源11から供給される試料ガスを、分析器12に直接導入して分析する操作と、試料ガスを分離器13に導入してガス成分を分離してから分析器12で分析する操作とを切換えられるようにしている。

40

【0011】

本参考例で用いているガス切換装置21は、試料ガス源11から試料ガス経路51によって供給される試料ガスを分析器導入弁22Vを介して前記分析器12に接続する分析器

50

入口経路52に直接導入する分析器導入経路22と、前記分析器導入弁22Vの一次側経路22aから分岐し、分離器導入弁23Vを介して試料ガスを分離器入口経路53から前記分離器13に導入する分離器導入経路23と、該分離器13から分離器出口経路54に導出したガスを分離器導出弁24Vを介して前記分析器導入弁22Vの二次側経路22bに導入し、前記分析器入口経路52を介して前記分析器12に導入する分離器導出経路24とを備えた集積化バルブ、いわゆる三連四方弁を使用している。

【0012】

このガス切換装置21は、分析器導入弁22Vに対して分離器導入弁23Vと分離器導出弁24Vとが同時に作動するように形成されており、分析器導入弁22Vが開のときには、分離器導入弁23V及び分離器導出弁24Vは共に閉となるように形成されている。また、分離器出口経路54には、キャリアガス源16から分離器13に供給されるキャリアガスを放出するための放出弁17が設けられている。

10

【0013】

試料ガスを分析器12で直接分析する場合は、ガス切換装置21の分析器導入弁22Vを開とする。これに連動して分離器導入弁23V及び分離器導出弁24Vは共に閉となり、また、放出弁17が開となる。これにより、試料ガス源11からガス切換装置21に供給される試料ガスは、分析器導入弁22Vを通り、分析器導入経路22を経て分析器入口経路52から分析器12に導入され、分析器12で所定の分析操作が行われる。このとき、分離器13に供給されて分離器出口経路54に導出されたキャリアガスは、放出弁17から系外に放出される。

20

【0014】

また、分離器13でガス成分を分離してから分析器12で分析を行う場合は、分析器導入弁22V及び放出弁17を閉とし、これに連動させて分離器導入弁23V及び分離器導出弁24Vを共に開とする。これにより、試料ガス源11から供給される試料ガスは、分離器導入弁23Vを通り、分離器導入経路23から分離器入口経路53を経て分離器13に導入され、該分離器13のサンプリング部13aで試料ガスの計量が行われる。計量後の試料ガスは、分離器13内に設けられた分離カラムで所定の分離操作が行われた後、キャリアガス源16から所定流量で供給されるキャリアガスに同伴されて分離器13から分離器出口経路54に導出され、分離器導出経路24の分離器導出弁24Vを通過して分析器導入弁22Vの二次側経路22bに導入され、分析器入口経路52を経て分析器12に導入される。

30

【0015】

このように形成したガス切換装置21は、直接分析の際に使用する分析器導入経路22に分析器導入弁22Vが1個だけしか設けられていないので、試料ガスを分離器13で分離する際に分析器導入弁22Vを閉じても試料ガスが封じ込められることがなく、滞留ガスの吸脱着が起らないため、ガスの切換え連続測定を精度良く迅速に行うことが可能になる。また、従来に比べて弁の数が減ったことにより、シンプルで省スペース、かつ、低コストのガス切換装置を得ることができる。

【0016】

図2は、本発明のガス分析装置の第1形態例を示す系統図であって、前記参考例では系外に放出していたキャリアガスを分離器13のパージガスとして利用するようにしたものである。なお、以下の説明において、前記参考例の構成要素と同一の構成要素には同一の符号を付して詳細な説明は省略する。

40

【0017】

すなわち、本形態例で用いるガス切換器31は、前記同様の分析器導入弁22Vを有する分析器導入経路22と、分離器導入弁23Vを有する分離器導入経路23と、分離器導出弁24Vを有する分離器導出経路24とに加えて、前記分離器導出弁24Vの一次側経路24aと前記分離器導入弁23Vの二次側経路23bとを、パージ弁25Vを備えたパージ経路25で接続し、該パージ弁25Vを、前記分析器導入弁22Vと同時に開又は閉となるように形成している。

50

【0018】

試料ガスを分析器12で直接分析する際には、分析器導入弁22Vとパージ弁25Vとが共に開となり、分離器導入弁23Vと分離器導出弁24Vとが共に閉となるので、キャリアガス源16から分離器13に供給されて分離器導出経路24に流出したキャリアガスは、分離器導出弁24Vが閉じているので、一次側経路24aからパージ経路25に流れ、パージ弁25Vを通過して分離器導入弁23Vの二次側経路23bに流入し、分離器導入弁23Vが閉じているので、分離器導入経路23から分離器13に流入し、サンプリング部13aを通過して排気経路13bから系外に排出される。

【0019】

また、分離器13を使用して分析を行う場合は、分析器導入弁22V及びパージ弁25Vが閉、分離器導入弁23V及び分離器導出弁24Vが開となり、試料ガス源11からの試料ガスは、分離器導入弁23Vを通り、分離器導入経路23から分離器13に導入されてサンプリング部13aで計量され、所定の分離操作が行われた後、キャリアガス源16からのキャリアガスに同伴されて分離器13から導出され、分離器導出経路24の分離器導出弁24Vを通過して分析器導入弁22Vの二次側経路22bに導入され、分析器導入経路22を経て分析器12に導入される。

10

【0020】

したがって、分離器13のサンプリング部13aを含む経路には、該分離器13を使用して分析を行う際には試料ガスが流れており、分離器13を使用しないで試料ガスを分析器12で直接分析する際にはキャリアガスが流れていることになるので、すなわち、分析器12に導入されないガスが常に分離器13のサンプリング部13aに流れることになるので、サンプリング部13aを含む経路に試料ガスが滞留することがなくなり、また、排気経路13bから大気が排気管内を経てサンプリング部13aにまで逆流することを確実に防止することができ、サンプリング部13aやここに至る経路内が滞留ガスや大気によって汚染されることがなくなる。

20

【0021】

これにより、ガスの切換え連続測定を更に精度良く迅速に行うことができる。このとき、ガス切換器31内の各経路において、ガスの滞留する部分を全て極小化しなくても、分離器導入弁23Vからサンプリング部13aに試料ガスを流す際のガス滞留部G1が小さくなっていればよく、キャリアガスがサンプリング部13aに流れる際のガス滞留部G2は多少大きくなっていても、分析への悪影響は少ない。

30

【0022】

図3は、本発明のガス分析装置の第2形態例を示す系統図である。本形態例に示すガス切換装置41は、前記第1形態例で示したガス切換装置31と同様に、分析器導入弁22Vを有する分析器導入経路22と、分離器導入弁23Vを有する分離器導入経路23と、分離器導出弁24Vを有する分離器導出経路24と、パージ弁25Vを有するパージ経路25とを備えたものであり、本形態例のガス切換装置41では、各経路の接続部が最短となるように、各弁の配置を工夫したものである。

【0023】

すなわち、各弁を90度間隔で等間隔に配置するとともに、ガス切換装置41内の各経路の分岐点(合流点)をできるだけ弁に近付けることにより、弁の開閉が切換えられたときのガス滞留部を極小化している。

40

【0024】

このように、全てのガス滞留部を極小化することにより、複数種の試料ガスを切換えて分析する際にも、前回分析した試料ガスが、次回の試料ガスの分析の際に不純物として検出されることを抑えることができる。

【0025】

例えば、第2形態例のガス切換装置41において、試料ガスが酸素、キャリアガスがヘリウムであり、酸素中の不純物を分析する場合を説明する。まず、初期状態では、ガス切換装置41では、分離器導入弁23Vと分離器導出弁24Vとが開、分析器導入弁22V

50

とパーズ弁 2 5 V とが閉となっているので、試料ガス源 1 1 から試料ガスである酸素がガス切換装置 4 1 に流れると、分離器導入弁 2 3 V を通り、分離器導入経路 2 3 から分離器 1 3 に流入してサンプリング部 1 3 a に導入される。このとき、分析器 1 2 には、キャリアガス源 1 6 から分離器 1 3 に供給されたキャリアガスであるヘリウムが、分離器導出経路 2 4 から分離器導出弁 2 4 V を通って導入されている。

【 0 0 2 6 】

サンプリング部 1 3 a でサンプリングされた試料ガスの内、分離器 1 3 で分離された分析対象不純物は、キャリアガスに同伴されて分離器 1 3 から導出し、ガス切換装置 4 1 の分離器導出弁 2 4 V を通り、分離器導出経路 2 4 から分析器 1 2 に導入されて分析される。

【 0 0 2 7 】

次に、ガスの切換え操作を行う。すなわち、ガス切換装置 4 1 の分離器導入弁 2 3 V と分離器導出弁 2 4 V と閉じるとともに、分析器導入弁 2 2 V とパーズ弁 2 5 V とを開く。これにより、試料ガス源 1 1 からの酸素は、ガス切換装置 4 1 の分析器導入弁 2 2 V を通り、分析器導入経路 2 2 から分析器 1 2 に導入され、酸素中の不純物が直接分析される。このとき、分離器 1 3 から流出するヘリウムは、パーズ弁 2 5 V を通ってサンプリング部 1 3 a に向かって流れ、排気経路 1 3 b から排出される。

【 0 0 2 8 】

したがって、分析器 1 2 にも、分離器 1 3 にも、試料ガスである酸素か、キャリアガスであるヘリウムかのいずれかが途切れることなく供給され続けるため、サンプリング部 1 3 a への大気の逆流による汚染や、ガスの滞留による吸脱着を避けることができる。

【 0 0 2 9 】

このとき、第 1 形態例で示したガス切換装置 3 1 では、第 2 形態例で示したガス切換装置 4 1 に比べてガスの滞留部が大きくなってしまいが、流されるキャリアガスは、分析に影響を与え得る測定対象不純物ではなく、サンプリング部 1 3 a を含む経路のパーズを目的とした分析に影響を与えにくいガスであるから、ガス滞留部の分析への影響は、ガス切換装置 3 1 においても極小となる。

【 0 0 3 0 】

酸素の直接分析を完了した後は、初期状態に戻すことにより、再び分離器 1 3 を使用した分析を行うことができる。このように、ガス切換装置の各遮断弁を制御することにより、試料ガスの直接分析と分離分析とのガス切換えを迅速かつ精度よく行うことが可能となる。

【 0 0 3 1 】

【 発明の効果 】

以上説明したように、本発明のガス分析装置によれば、試料ガス中の不純物を直接分析する操作とガスクロマトグラフ等の分離器を用いて主成分と不純物とを分離してから分析する操作とを一台の分析装置で効率よく、迅速かつ確実に行うことができる。また、試料ガスの導入経路が一つであるため、一台の校正装置で直接導入分析と分離分析とに対する校正が可能となる。

【 図面の簡単な説明 】

【 図 1 】 本発明のガス分析装置の参考例を示す系統図である。

【 図 2 】 本発明のガス分析装置の第 1 形態例を示す系統図である。

【 図 3 】 本発明のガス分析装置の第 2 形態例を示す系統図である。

【 図 4 】 分離器と分析器とを組合わせた従来の分析装置の一例を示す系統図である。

【 符号の説明 】

1 1 ... 試料ガス源、1 2 ... 分析器、1 3 ... 分離器、1 3 a ... サンプリング部、1 3 b ... 排気経路、1 6 ... キャリアガス源、1 7 ... 放出弁、2 1 , 3 1 , 4 1 ... ガス切換装置、2 2 ... 分析器導入経路、2 2 V ... 分析器導入弁、2 3 ... 分離器導入経路、2 3 V ... 分離器導入弁、2 4 ... 分離器導出経路、2 4 V ... 分離器導出弁、2 5 ... パーズ経路、2 5 V ... パーズ弁、5 1 ... 試料ガス経路、5 2 ... 分析器入口経路、5 3 ... 分離器入口経路、5 4 ... 分離器出口経路、G 1 , G 2 ... ガス滞留部

10

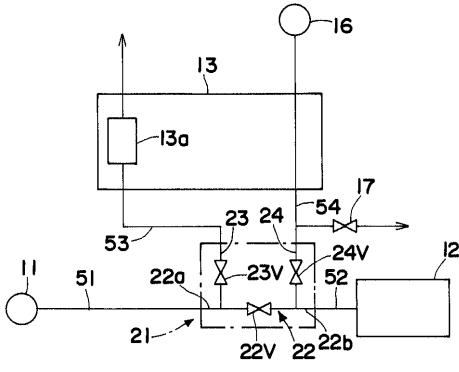
20

30

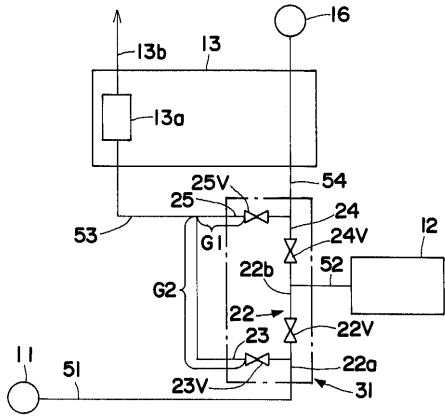
40

50

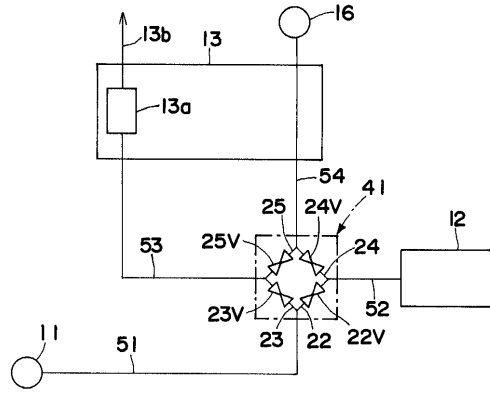
【図1】



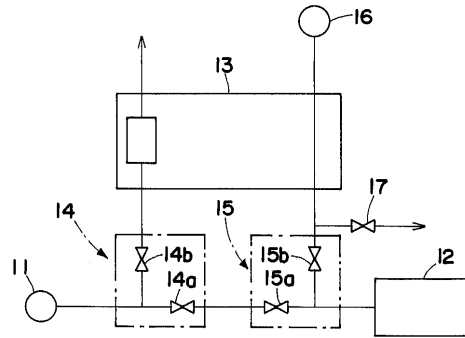
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

審査官 廣田 健介

- (56)参考文献 特開平 1 1 - 2 9 5 2 7 0 (J P , A)
特公平 0 6 - 0 8 0 4 2 3 (J P , B 2)
特開平 1 1 - 2 9 5 2 6 9 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

G01N 27/60-27/70
H01J 49/00-49/48
G01N 30/00-30/96
JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)