



(51) 国際特許分類：

G 0 1 N 21/01 (2006.01)

G 0 1 N 21/59 (2006.01)

(21) 国際出願番号：

PCT/JP2014/002376

(22) 国際出願日：

2014 年 4 月 30 日 (30.04.2014)

(25) 国際出願の言語：

日本語

(26) 国際公開の言語：

日本語

(30) 優先権データ：

特願 2013-099081

2013 年 5 月 9 日 C09.05.2013)

JP

(71) 出願人：国立大学法人徳島大学 (THE UNIVER -

SITY O F TOKUSHIMA)

(JP/JP); 〒 7708501

徳島県徳島市新蔵町 2 丁目 2 4 番地 Tokushima (JP). 株

式会社フジキン (FUJIKIN INCORPORATED)

(JP/JP); 〒 5500012 大阪府大阪市西区立売堀 2 丁

目 3 番 2 号 Osaka (JP).

(72) 発明者：出口 祥啓 (EGUCHI, Yoshihiro); 〒

7708506 徳島県徳島市南常三島町 2 丁目 1 番地

国立大学法人徳島大学大学院ソシオテクノサイ

エンス研究部内 Tokushima (JP). 水瀬 正明 (NA-

GASE, Masaaki); 〒 5500012 大阪府大阪市西区立売

堀 2 丁目 3 番 2 号株式会社フジキン内 Osaka

(JP). 土肥 孝介 (DOHI, Ryosuke); 〒 5500012 大阪

府大阪市西区立売堀 2 丁目 3 番 2 号株式会社フ

ジキン内 Osaka (JP). 池田 信一 (KEDA,

Nobukazu); 〒 5500012 大阪府大阪市西区立売堀 2

丁目 3 番 2 号株式会社フジキン内 Osaka (JP). 西

野 功二 (NISHINO, Kouji); 〒 5 5 00012 大阪府大阪

市西区立売堀 2 丁目 3 番 2 号株式会社フジキン

内 Osaka (JP). 山路 道雄 (YAMAJI, Michio); 〒

5500012 大阪府大阪市西区立売堀 2 丁目 3 番 2

号株式会社フジキン内 Osaka (JP). 薬師神 忠幸

(YAKUSHIJIN, Tadayuki); 〒 5500012 大阪府大阪市

西区立売堀 2 丁目 3 番 2 号株式会社フジキン内

Osaka (JP).

(74) 代理人：谷田 龍一，外 (TANIDA, Ryuichi et al);

〒 54 10054 大阪府大阪市中央区南本町 4 丁目 5

番 7 号 東亜ビル Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保

護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,

BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,

CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES,

FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN,

IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS,

LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,

MY, ML, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH,

PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,

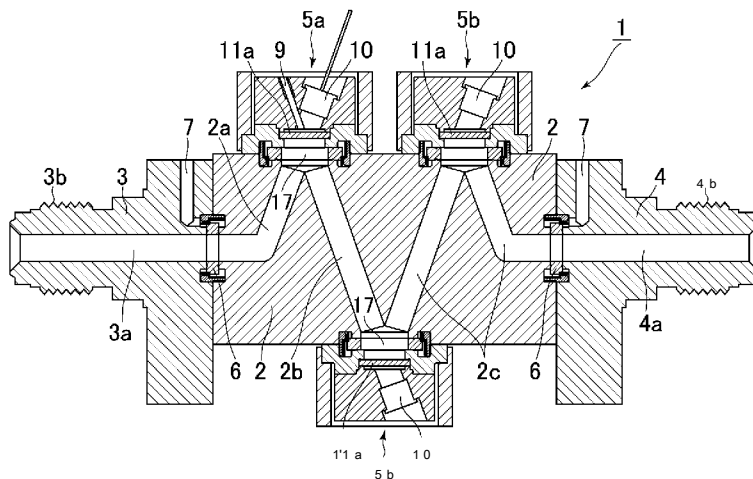
SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,

UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続 葉 有]

(54) Title: RAW MATERIAL FLUID DENSITY DETECTOR

(54) 発明の名称：原料流体濃度検出器



(57) Abstract: The present invention makes the density meter structure used in organic raw material fluid supply systems, and the like, simpler, more compact, and less expensive and provides a density meter that makes it possible to stably measure density while maintaining a constant light transmission window transparency and enhances airtightness and resistance to particles. The present invention is an optical-analysis-type raw material fluid density detector comprising a detector main body (2) and a light oscillation unit and a light detection unit that are provided on an upper surface or a lower surface of the detector main body (2), wherein the detector main body has at least one recess formed on the upper surface and on the lower surface, a fluid flow path connecting a fluid inlet of the detector main body to a recess, a fluid flow path connecting the recesses to each other, and a fluid flow path connecting a recess to a fluid outlet of the detector main body; the light oscillation unit is disposed in the recess that is closest to the inlet; and light detection units are disposed in the remaining recesses.

(57) 要約：

[続 葉 有]



(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ / < (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類 :

－ 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

本発明は、有機原料流体の供給系等で使用する濃度計の構造の簡素化、小型化、製品コストの引下げを図り、光透過窓の透明度を一定に保って安定した濃度測定が出来ると共に、気密性能や耐パーティクル性を高めた濃度計を提供する。本発明は、検出器本体 2 と、検出器本体 2 の上面または下面に設けた光発振部及び光検出部とからなる光分析式原料流体濃度検出器であって、検出器本体には上面及び下面に少なくとも一つの凹部を形成し、検出器本体の流体入口から凹部に連通する流体流路と、凹部間を連通する流体通路と、凹部から検出器本体の流体出口に連通する流体流路とを備えた構成とし、最も入口に近い凹部に光発振部を配置し、残りの凹部に光検出部を配置する構成とする。

明 細 書

発 明 の 名 称 ： 原 料 流 体 濃 度 検 出 器

技 術 分 野

[0001] 本発明は、半導体製造装置の原料流体供給装置等で使用するプロセス流体濃度計の改良に関するものであり、特に、濃度計のセンサー部の小型化及びインライン型を図ると共に、高析出性や高光反応性、腐食性の原料流体に対しても、長期に亘って安定した光透過窓の高透明度及びセンサー内部の高清浄度（耐パーティクル性）を保持できるようにしたインライン型光分析方式の原料流体濃度検出器に関するものである。

背景技術

[0002] 半導体製造装置の原料流体供給装置等では、半導体製品の品質向上を図る点から、安定した濃度のプロセス原料流体を処理装置へ供給することが必要とされる。

そのため、従前のこの種原料流体供給装置、例えば図9に示す如きバプリング型原料流体供給装置においては、温度制御された原料タンク21の原料蒸気出口の近傍に光分析方式の濃度計22を設け、当該濃度計22からの濃度検出信号によって原料タンク21の温度、キャリアガスCGの流量、タンク内蒸気圧力Po等を調整することにより、反応炉23へ所定の原料濃度のプロセスガス24（例えば、タンク21内に貯留したトリメチルガリウムTMGa等の有機金属材料蒸気を含んだプロセスガス）が供給されて行く。

尚、図9において、25は熱式マスフローコントローラ、26はタンク内圧の圧力調整装置である。

[0003] 又、上記光分析方式の濃度計22としては、各種の構成の濃度計22が実用化されているが、大多数の濃度計22は、図10（特開平9_178652）及び図11（特開2004—108981号）に示すように、被測定ガスGが流通する光学セル（ガスセル）27と、光学セル27内へ光線を照射する光源28と、光学セル27内を通過した光線の受光装置29と、受光装置

29の信号から吸光度を求めて原料濃度を算出する演算装置30等から形成されている。尚、31は主管路、32は分岐管路である。

[0004] そして、図10の濃度計22においては、光学セル27内におけるガスの所謂吸光光度を測定すると共に、吸光度の測定結果にランバート・ベールの法則を適用してガス濃度を演算するようにしている。

又、後者の特開2004-108981号においては、図11に示すように、光学セル（吸光セル）を内蔵したインラインセンサー33を管路31へ固定し、前記光学セルを透過した光の光度測定を行うようにしている。

[0005] 尚、上記光分析方式の濃度計22や光学セル（吸光セル）27を内蔵したインラインセンサー33は、公知であるためここではその詳細な説明を省略する。

[0006] 而して、原料ガス濃度の測定に際しては、先ず、光学セル27を管路32（又は管路31）へ接続固定することが必要になる。しかし、光学セル27と管路32（又は管路31）の接続部の気密性確保は容易でなく、例えば、通常のパッキン材やシール材を用いたねじ込み接続やフランジ接続工法では、高度な気密性を備えた接続固定が容易でなく、半導体製造装置の分野で要求される気密性能（外部リーク 1×10^{-1} 叩a・mVsec以下）を確保することが、現実に達成できないと云う問題がある。

[0007] 又、安定したガス濃度測定を長期に亘って連続的に行なう為には、光学セル27の光透過窓の透明度が長期に亘って安定している必要があり、透明度が経時変化をする場合には、安定したガス濃度測定が困難となる。

[0008] ところが、従前のガス濃度計においては、光透過窓の構成材として石英ガラスが多く用いられているため、高腐食性又は高析出性を有する有機原料ガスの濃度測定においては、光透過窓が腐食され、又は原料の析出によりその透明度が早期に低下することになり、安定した原料ガス濃度の測定ができないと云う問題が残されている。

[0009] 一方、光学セル27内部の各種構造物も、高い気密性をもって光学セル27の本体に堅固に固定保持する必要がある。そのため、光学セル27の内部

では、各種の合成樹脂製シール材や銀蝋付け、金蝋付け等が使用されている。

しかし、光学セル 27 内の合成樹脂製シール材や銀蝋付け、金蝋付け等の部材は、各部材自体の内部に含有されているガスやパーティクルを有機原料ガス内へ放出する放出源になる危険性があり、現実には、パーティクルの放出によるガス純度の低下が生ずると云う問題がある。そのため、半導体製造用ガス供給系に於いては、銀蝋付けや金蝋付けの使用は望ましいことでない。

[001 0] 上述のように、従前の光分析方式の濃度計を用いた場合には、設備の小型化や設備費の低減が困難だけでなく、ガス気密性の保持や濃度測定精度の安定性確保及び高ガス純度の保持等の点に多くの問題があり、特に、有機原料ガスの場合には、その腐食性に起因して生ずる光透過窓の透明度の低下や、シール用部材によるガス純度の低下及び気密性確保等の問題の解決が急がれている。

先行技術文献

特許文献

- [001 1] 特許文献 1 :特開平 9 _ 1 7 8 6 5 2 号公報
特許文献 2 :特開 2 0 0 4 _ 1 0 8 9 8 1 号公報
特許文献 3 :特開平 1 1 - 2 8 0 9 6 7 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [001 2] 本発明は、従前の原料流体供給装置等で使用する原料濃度計に於ける上述のような問題、即ち (I) 濃度計の構造の簡素化及び小型化並びに製品コストの引下げを容易に図れないこと、及び、 (II) 光透過窓の透明度が変動するため、安定且つ高精度な原料流体濃度の測定が出来ないこと等の問題を解決し、高腐食性の有機原料流体であっても、長期に亘って光透過窓の透明度が変動せずに高精度で安定した濃度測定が行なえ、しかも、小型で安価に製造できるようにしたインライン型の原料流体濃度検出器を提供することを、発

明の主目的とするものである。

課題を解決するための手段

- [001 3] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 1 の態様は、検出器本体 2 と、検出器本体 2 の上面または下面に設けた光発振部 5 a 及び光検出部 5 b とを備える光分析式原料流体濃度検出器であって、検出器本体 2 には上面及び下面に少なくとも一つの凹部 17 を形成し、検出器本体 2 の流体入口から凹部 17 に連通する流体流路 2 a と、凹部 17 間を連通する流体通路 2 b と、凹部 17 から検出器本体 2 の流体出口に連通する流体流路 2 c とを備え、少なくとも一つの凹部に光発振部 5 a を配置し、残りの凹部に光検出部 5 b を配置したことを発明の基本構成とする。
- [0014] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 2 の態様は、上記第 1 の態様において、光発振部が、光透過板と、光強度検出用のフォトダイオードと、光発振用の光源(光ファイバ)を備え、光検出部が、光透過板と、光強度検出用のフォトダイオードと、を備える。
- [001 5] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 3 の態様は、前記第 2 の態様において、検出器本体に形成した凹部に配置する光透過板は、ガスケット型シールを用いて気密に固定される。
- [001 6] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 4 の態様は、検出器本体 2 と、検出器本体 2 の上面に設けた光発振部 5 a 及び検出器本体 2 の下面に設けた光検出部 5 b とを備える光分析式原料流体濃度検出器であって、検出器本体 2 の上面及び下面に設けられ流体通路 2 b により連通された凹部 17 と、当該凹部 17 内に装着したガスケット型シール 6 と、ガスケット型シール 6 と対向して配置され、光透過板 11 a を気密に挟着して接合固定した第一固定フランジ 14 及び第二固定フランジ 16 と、第二固定フランジ 16 内に設けた光ファイバ 9 及びフォトダイオード 10 と、前記接合固定した両固定フランジ 14、16 をガスケット型シール 6 を介して検出器本体 2 の凹部内へ気密に固定する保持固定体 12 と、を備える。
- [001 7] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 5 の態様は、検出器本体 2 と、検出

器本体 2 の上面に設けた光発振部 5 a と、検出器本体 2 の下面に設けた光検出部 5 b とを備えた光分析式原料流体濃度検出器であって、前記検出器本体 2 が、上面及び下面に夫々設けた凹部 17 と、両凹部 17 間を連通する流体通路 2 ヒと、流体入口と上面の凹部 17 間を連通する流体通路 2 a と、流体出口と下面の凹部 17 間を連通する流体通路 2 c を備え、前記光発振部 5 a 及び光検出部 5 ヒが、前記凹部 17 に繋がるガスケット収容部 17 a 内に装着したガスケット型シール 6 と、内周面が階段状に縮径した挿入凹部 14 b を有し、前記ガスケット型シール 6 と対向状に配置した第一固定フランジ 14 と、前記第一固定フランジ 14 の挿入凹部 14 b の最奥部に配置した光透過板 11 a と、前記第一固定フランジ 14 の挿入凹部 14 b 内へ階段状外周面を有する突出部 16 b を挿入して前記光透過板 11 a を挟んで前記挿入凹部 14 b へ気密に接合固定した第二固定フランジ 16 と、第二固定フランジ 16 内の前記光透過板 11 a の外側に配設固定した光強度検出用のフォトダイオード 10 と、前記嵌合固定した両固定フランジ 14、16 を収容するフランジ収納部 12 a を中央に備え、固定用ボルト 8 の締め込みによりフランジ収納部 12 a 内に収納した両固定フランジ 14、16 をガスケット型シール 6 を介して検出器本体 2 へ気密に固定する保持固定体 12 と、を備える。

[001 8] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 6 の態様は、上記第 5 の態様において、第二固定フランジ 16 の突出部 16 b の先端面 16 d と、第一固定フランジ 14 の挿入凹部 14 b の底面 14 c を光透過板 11 a のシール面とした。

[001 9] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 7 の態様は、上記第 5 の態様において、第一固定フランジ 14 のガスケット収容部 14 d の底面 14 e をガスケットシール面とするようにしたものである。

[0020] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第 8 の態様は、上記第 5 の態様において、光発振部 5 a の第二固定フランジ 16 に光ファイバ挿入孔 9 a を設けると共に、フォトダイオード 10 を光透過板 11 a からの反射光強度の検出用フォトダイオードとしたものである。

[0021] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第9の態様は、上記第5の態様において、光検出部5bの第二固定フランジ16に設けたフォトダイオード10を光透過板11aからの透過光強度の検出用フォトダイオードとしたものである。

[0022] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第10の態様は、上記第5の態様において、検出器本体2の上面に間隔を置いて他の光検出部5bを設けると共に、検出器本体2の下面に設けた光検出部5bの凹部17と前記他の光検出部5bの凹部17間を流体通路2cにより連通し、前記下面に設けた光検出部5bの光透過板11aからの反射光強度を前記他の光検出部5bにて検出するように構成したものである。

[0023] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第11の態様は、上記第5の態様において、原料流体を、析出性又は高反応性若しくは腐食性の有機原料蒸気としたものである。

[0024] 本発明に係る原料流体濃度検出器の第12の態様は、上記第5の態様において、光透過板11aをサファイア製としたものである。

発明の効果

[0025] 本発明は、検出器本体2には上面及び下面に少なくとも一つの凹部17を形成し、検出器本体2の流体入口から凹部17に連通する流体流路2aと、凹部17間を連通する流体通路2cと、凹部17から検出器本体2の流体出口に連通する流体流路2cとを備え、少なくとも一つの凹部に光発振部5aを配置し、残りの凹部に光検出部5bを配置しているため、原料濃度検出器をインライン型で且つ極めて簡単な構成のものとする事が出来る。

[0026] 又、光発振部5a及び光検出部5bが、前記ガスケット収容部17a内に装着したガスケット型シール6と、これと対向状に配置した挿入凹部14bを有する第一固定フランジ14と、挿入凹部14bへ突出部16bを挿入して圧入により第一固定フランジ14へ気密に接合固定した第二固定フランジ16と、両フランジ間に気密に挟持したサファイア製光透過板11aと、両フランジ14、16を検出器本体2へ押圧固定する保持固定体12を備える

ため、光発振部 5 a 及び光検出部 5 b の構造を単純化できると共に、高度な気密性を保持できる。

[0027] 更に、光透過窓 11 をサファイア製としているため、析出性や反応性、腐食性流体であつても光透過率が低下せず、安定した高精度な濃度測定が可能となる。

また、ガスケット型シールを用いているため、他の合成樹脂製シール材や銀蝸材、金蝸材等を用いるシール構造に比較して、流体内への不純物の混入を皆無にすることが出来る。

[0028] 加えて、脆性破壊材料から成る板材 11 である光透過窓を第一固定フランジ 14 と第二固定フランジ 16 の間に挟み込みしたうえ両フランジを気密に接合固定すると共に、当該光透過窓を装着して気密に接合固定した両フランジを、本体 2 へ固定した保持固定体 12 により凹部 17 内へ気密に挿着するようにしているため、シール材を用いなくて光透過窓を高気密性で容易に、且つ堅固に保持固定することが出来る。

[0029] このように、本発明の原料流体濃度検出器は、設備の小型化や設備費の削減、気密性の保持、濃度測定精度の安定性確保及び高ガス純度の保持等の点で、優れた効果を奏する。

図面の簡単な説明

[0030] [図1] 本発明の実施形態に係る原料流体濃度検出器の縦断面概要図である。

[図2] 図1の原料流体濃度検出器の平面図である。

[図3] 図1の原料流体濃度検出器の光発振部の縦断面概要図である。

[図4] 図3の光発振部の保持固定体の縦断面図及び平面図である。

[図5] 図3の光発振部の第二固定フランジの縦断面図である。

[図6] 図3の光発振部の第一固定フランジの縦断面図である。

[図7] 図3の光発振部のガスケット型シールの概要を示す断面図である。

[図8] 本発明に係る濃度計の試験装置の概要を示す系統図である。

[図9] 従前の半導体製造装置用原料ガス供給装置の概要説明図である。

[図10] 従前のガス濃度計の使用例を示すものである。

[図 11] 従前の他のガス濃度計の使用例を示すものである。

発明を実施するための形態

[0031] 以下、本発明の実施の形態を図面に基づいて詳細に説明する。

図 1 及び図 2 は、本発明の第 1 実施形態に係る原料流体濃度検出器 1 を示すものであり、当該原料流体濃度検出器 1 は、検出器本体 2 と、その両側部に固定した入口ブロック 3 及び出口ブロック 4 と、検出器本体 2 の上面側に並列状に設けた光発振部 5 a 及び光検出部 5 ヒと、検出器本体 2 の下面側に設けた光検出部 5 b 等から構成されている。

[0032] 上記検出器本体 2、入口ブロック 3 及び出口ブロック 4 はステンレス鋼等から形成されており、流体通路 2 a、2 b、2 c、3 a、4 a が夫々連通状に設けられている。また、検出器本体 2 の両側部にはガスケット型シール 6 を介して入口ブロック 3 及び出口ブロック 4 がボルト (図示省略) により気密に固定されている。尚、3 b、4 b は継手部、7 は漏洩検査用孔、8 は光発振部 5 a の固定用ボルトである。また、光検出部 5 b も前記光発振部 5 a と同様に固定用ボルト 8 により固定されている (図示省略)。

[0033] 上記光発振部 5 a 及び光検出部 5 b は、検出器本体 2 の上面側に間隔を置いて並置されており、光源や回析格子やミラー等からなる光源装置 (図示省略) からの可視領域又は紫外領域の所定波長の光が、光ファイバ 9 を経て前記光発振部 5 a 内の脆性破壊材料から成る板材 1 1、即ち、サファイア製光透過板材から成る光透過板 1 1 a へ入射される。

[0034] 前記入射された光の大部分は、サファイア製光透過板 1 1 a を透過して流体通路 2 a 内へ入射されるが、前記入射された光の一部はサファイア製光透過板 1 1 a により反射され、この反射光の強度がフォトダイオード 1 0 により検出される。

[0035] 前記光検出部 5 b は、光発振部 5 a の斜め下方の検出器本体 2 の下面側に前記光発振部 5 a と対向状に設けられており、流体通路 2 b を通して光発振部 5 a から入射された光が、サファイア製光透過板 1 1 a を通して光検出部 5 b 内のフォトダイオード 1 0 へ入射され、当該入射光の光強度が検出され

る。

[0036] また、検出器本体 2 の下面側の光検出部 5 b 内のサファイア製光透過板 1 1 a に於いても、入射光の一部が反射されるが、この反射光は、流体通路 2 c を通して検出器本体 2 の上面側の光検出部 5 b へ入射され、当該光検出部 5 b で前記下面側の光検出部 5 b からの反射光の強度が検出される。

[0037] 前記下面側の光検出部 5 b において検出された光強度は、流体通路 2 b 内を流通する原料流体（プロセス用流体）の濃度等によって変化し、検出した光強度信号は演算装置（図示省略）へ入力され、ここで原料流体内の原料濃度が演算される。

尚、原料濃度 C は、基本的には、分光光度計で求めた吸光度 A を基にして、次の（1）式により演算される。

$$A = \log_{10}(I_0/I) = \varepsilon \cdot C \cdot l \cdots (1)$$

但し、（1）式において、 I_0 は光発振部 5 a からの入射光強度、 I は透過光強度（光検出部 5 b のフォトダイオード 10 への入射光強度）、 ε は原料のモル吸光係数、 C は原料濃度、 A は吸光度である。

[0038] また、経年変化等により、光発振部 5 a や光検出部 5 b の光透過特性は変化することに成るが、この光透過特性の変化は、反射光を検出する上面側の光発振部 5 a のフォトダイオード 10 や上面側の光検出部 5 b のフォトダイオード 10 の検出値の変化として現れる。そのため、当該上面側の光発振部 5 a 及び光検出部 5 b の各フォトダイオード 10 の検出値を用いて、上記（1）式における入射光強度 I_0 や透過光強度 I の補正が行われる。

[0039] 前記光発振部 5 a 及び光検出部 5 b は、構造的には全く同一のものであり、図 3 に示すように、ステンレス鋼製の中央にフランジ収容孔 12 a を有する保持固定体 12 と、検出器本体 2 の外表面に設けた第一固定フランジ 14 と、第二固定フランジ 16 と、両フランジ 14、16 間に気密に挟み込み固定したサファイア製光透過板 11 a と、光透過板 11 a の上方に位置して第二固定フランジ 16 に固定したフォトダイオード 10 等とから形成されている。

[0040] 即ち、第二固定フランジ 16 と第一固定フランジ 14 とは、後述するように第二固定フランジ 16 の突出部 16 b を第一固定フランジ 14 の挿入凹部 14 b 内へ 8 ～ 12 N の力で圧入することにより、突出部 16 b の先端面 16 d と挿入凹部 14 b の底面 14 c とをシール面として、サファイア製光透過板 11 a を挟み込み固定した状態で気密に一体化されている。

そして、この第二固定フランジ 16 と第一固定フランジ 14 を一体化したものを保持固定体 12 のフランジ収容孔 12 a 内へ挿入し、保持固定体 12 を固定用ボルト 8 によりガスケット型シール 6 を介して検出器本体 2 へ押圧固定することにより、光発振部 5 a 及び光検出部 5 b は検出器本体 2 へ気密に固定されている。

[0041] 尚、図 3 において、17 は検出器本体 2 の外表面に形成した凹部、6 a はガスケット、13 は両固定フランジ 14, 16 間のシール面、14 e はガスケット 6 a と第一固定フランジ 14 間のシール面、9 a は光ファイバの挿入孔である。

また、前記図 1 の実施形態においては、検出器本体 2 の上面側に光発振部 5 a 及び光検出部 5 b を間隔を置いて設けるようにしているが、上面側の光検出部 5 b を省略し、且つ下面側の光検出部 5 b の凹部 17 と流体出口側とを流体通路 2 c により直接連通しても良いことは勿論である。

更に、検出器本体 2 の上面側に光検出部 5 b を、下面側に光発振部 5 a を設ける、つまり、光発振部 5 a は入口に最も近い凹部に配置する以外に、別の凹部に設置することも可能であり、また、前記サファイア製光透過板 11 a に代えて、その他の材質、例えば石英ガラス等を使用することも可能である。

[0042] 具体的には、前記保持固定体 12 は、図 4 に示すように、厚さ 12 ～ 15 mm の四角型鋼板の中央部にフランジ収容孔 12 a が設けられており、その両側部に固定用ボルト 8 の挿入孔 12 b が設けられている。

また、保持固定体 12 の下端部には、第一固定フランジ 14 の外周部上面に嵌合してこれを押圧するための段部 12 c が形成されており、フランジ収

容孔 12 a の下方は拡径されて、第一固定フランジ 14 の収容部に形成されている。

[0043] 前記第二固定フランジ 16 は、図 5 に示すようにステンレス鋼製の短い円柱体に形成されており、その一侧の中央部は、2 段の段部 16 a により階段状に縮径された突出部 16 b に形成されている。

又、縮径された突出部 16 b の先端部の先端面 16 d は、厚さ 0.8〜1.5mm 程度の薄い光透過板 11 a に当接するシール面になっている。

[0044] 前記第一固定フランジ 14 は、図 6 に示すようにステンレス鋼により円盤状に形成されており、中央部には 3 段の段部 14 a により階段状に縮径された挿入凹部 14 b に形成されている。又、この挿入凹部 14 b は貫通状に形成されており、検出器本体 2 の凹部 17 に連通されている。

更に、前記 3 段の段部 14 a の中間部は、サファイア製光透過板 11 a の収納部を成しており、ここにサファイア製光透過板 11 a が載置固定されている。

尚、第一固定フランジ 14 の下面側にはガスケット 6 a の収容部 14 d が形成されており、ここにガスケット型シール 6 の上半部が挿入固定される。

[0045] 前記ガスケット型シール 6 は、図 7 に示すように、第一固定フランジ 14 のガスケット収容部 14 d と、検出器本体 2 側のガスケット収容部 17 a と、リング状のガスケット 6 a と、リング状のリテーナー 6 b と、リング状のガイドリング 6 c 等から構成されており、シール面 15、15 によって 2 重にシールされる構成となっている。

[0046] 又、前記脆性破壊材料から成る板材 11 製の光透過窓を構成するサファイア製光透過板 11 a は、所謂高純度のアルミナ (Al_2O_3) の単結晶であり、厚さ 0.8〜1.5mm に形成されていて、耐摩耗性、耐腐食性 (耐薬品性)、耐熱性等に優れており、半導体製造用に使用され有機原料ガスにより腐食や変質され、その光透明度が変化することは殆ど無いことが確認されている。

[0047] 尚、上記ガスケット型シール 6、サファイア製光透過板 11 a 及びフォトダイオード 10 等は公知なものであるため、ここではその詳細な説明は省略

する。

[0048] 次に、本発明に係る原料流体濃度検出器 1 の濃度検出試験とその結果について説明する。

先ず、図 8 に示すように、半導体製造装置用のプロセスガス（有機原料 TMGa 蒸気）の供給管路へ原料流体濃度検出器 1 をインライン状に接続し、光源装置 18 より光ファイバ 9 を通して光発振部 5a へ光を入射した。尚、光発振部 5a 及び光検出部 5b のフォトダイオード 10 は、受光面 1.0mm X 1.1mm、直径 504mm、高さ 3.6mm に選定されている、また、サファイア製光透過板 11a は、厚さ 1.0mm、直径 8.0mm、であり、更に、光発振部 5a と光検出部 5b 間の流通路 2b の長さは 30mm、流路の内径は 4.0mm に設定されている。

[0049] 光発振部 5a へ光を入射し、光発振部 5a のフォトダイオード 10 からの検出出力を反射光検出装置 18a を介して演算装置 19 へ入力すると共に、光検出部 5b のフォトダイオード 10 からの検出出力を出力光検出装置 18b を介して演算装置 19 へ入力し、ここで、前記（1）式を用いて、流体通路 2a 内を流通する有機原料 TMGa 蒸気の濃度を所定の時間間隔を置いて演算し、その結果を記録、表示する。

前記反射光検出装置 18a からの検出出力は、演算装置 19 に於ける原料濃度検出値の補正に用いられ、これにより、光源装置 18 からの入射光の所謂揺らぎやサファイア製光透過板 11a の光透過率の経年変化等により生ずる原料濃度の測定誤差が補正される。

[0050] 試験の結果から、本発明に係る原料流体濃度検出器は、従前の高価な濃度検出計に劣ることない高精度な濃度測定が可能なが、確認されている。

産業上の利用可能性

[0051] 本願発明は、半導体製造用ガス供給系のみならず、析出性や光反応性、腐食性流体を取り扱うあらゆる流体供給管路や流体使用機器類における流体濃度の連続的検出に使用することが可能である。

符号の説明

[0052] 1 は原料流体濃度検出器

- 2 は検出器本体
- 2 a は流体通路
- 2 b は流体通路
- 2 c は流体通路
- 3 は入口ブロック
- 3 a は流体通路
- 3 b は継手部
- 4 は出口ブロック
- 4 a は流体通路
- 4 b は継手部
- 5 a は光発振部
- 5 b は光検出部
- 6 はガスケット型シール
- 6 a はガスケット
- 6 b はリング状リテーナー
- 6 c はガイドリング
- 7 は漏洩検査用孔
- 8 は固定用ボルト
- 9 は光ファイバ
- 9 a は光ファイバ挿入孔
- 10 はフォトダイオード
- 11 は脆性破壊材料から成る板材 (光透過窓)
- 11 a はサファイア製光透過板
- 12 は保持固定体
- 12 a はフランジ収納部
- 12 b はボルト挿入孔
- 12 c は段部
- 13 はシール面

- 14 は第一固定フランジ
- 14 a は階段部
- 14 b は挿入凹部
- 14 c は凹部の底面 (シール面)
- 14 d はガスケット収容部
- 16 は第二固定フランジ
- 16 a は階段部
- 16 b は突出部
- 16 c はフォトダイオード収納凹部
- 16 d は突出部の先端面 (シール面)
- 17 は凹部
- 17 a はガスケット収容部
- 18 は光源装置
- 18 a は反射光検出装置
- 18 b は出力光検出装置
- 19 は演算装置
- 20 は標準濃度計

請求の範囲

- [請求項1] 検出器本体と、検出器本体の上面または下面に設けた光発振部及び光検出部とを備える光分析式原料流体濃度検出器であって、検出器本体には上面及び下面の其々に少なくとも一つの凹部が形成され、検出器本体の流体入口から凹部に連通する流体流路と、凹部間を連通する流体通路と、凹部から検出器本体の流体出口に連通する流体流路とを備え、少なくとも一つの凹部に光発振部が配置され、残りの凹部に光検出部が配置された、原料流体濃度検出器。
- [請求項2] 光発振部が、光透過板と、光強度検出用のフォトダイオードと、光発振用の光源(光ファイバ)とを備え、光検出部が、光透過板と、光強度検出用のフォトダイオードと、を備える、請求項1に記載の原料流体濃度検出器。
- [請求項3] 検出器本体に形成した凹部に配置する光透過板は、ガスケット型シールを用いて気密に固定されるようにした、請求項2に記載の原料流体濃度検出器。
- [請求項4] 検出器本体と、検出器本体の上面に設けた光発振部及び検出器本体の下面に設けた光検出部とを備える光分析式原料流体濃度検出器であって、検出器本体の上面及び下面に設けられ流体通路により連通された凹部と、当該凹部内に装着したガスケット型シールと、ガスケット型シールと対向して配置され、光透過板を気密に挟着して接合固定した第一固定フランジ及び第二固定フランジと、第二固定フランジ内に設けた光ファイバ及びフォトダイオードと、前記接合固定した両固定フランジをガスケット型シールを介して検出器本体の凹部内へ気密に固定する保持固定体と、を備える原料流体濃度検出器。
- [請求項5] 検出器本体と、検出器本体の上面に設けた光発振部と、検出器本体の下面に設けた光検出部とを備えた光分析式原料流体濃度検出器であって、前記検出器本体が、上面及び下面に夫々設けた凹部と、両凹部間を連通する流体通路と、流体入口と上面の凹部間を連通する流体通

路と、流体出口と下面の凹部間を連通する流体通路を備え、また、前記光発振部及び光検出部の各々が、前記凹部に繋がるガスケット收容部内に装着したガスケット型シールと、内周面が階段状に縮径した挿入凹部を有し、前記ガスケット型シールと対向状に配置した第一固定フランジと、前記第一固定フランジの挿入凹部の最奥部に配置した光透過板と、前記第一固定フランジの挿入凹部内に階段状外周面を有する突出部を挿入して前記光透過板を挟んで前記第一固定フランジへ気密に接合固定した第二固定フランジと、第二固定フランジ内の前記光透過板の外側に配設固定した光強度検出用のフォトダイオードと、前記接合固定した両固定フランジを收容するフランジ収納部を中央に備え、固定用ボルトの締め込みによりフランジ収納部内に収納した両固定フランジをガスケット型シールを介して検出器本体へ気密に固定する保持固定体と、を備える原料流体濃度検出器。

[請求項6] 第二固定フランジの突出部の先端面と、第一固定フランジの挿入凹部の底面を光透過板のシール面とした請求項5に記載の原料流体濃度検出器。

[請求項7] 第一固定フランジのガスケット收容部の底面をガスケットシール面とした請求項5に記載の原料流体濃度検出器。

[請求項8] 光発振部の第二固定フランジに光ファイバ挿入孔を設けると共に、フォトダイオードを光透過板からの反射光強度の検出用フォトダイオードとした請求項5に記載の原料流体濃度検出器。

[請求項9] 光検出部の第二固定フランジに設けたフォトダイオードを光透過板からの透過光強度の検出用フォトダイオードとした請求項5に記載の原料流体濃度検出器。

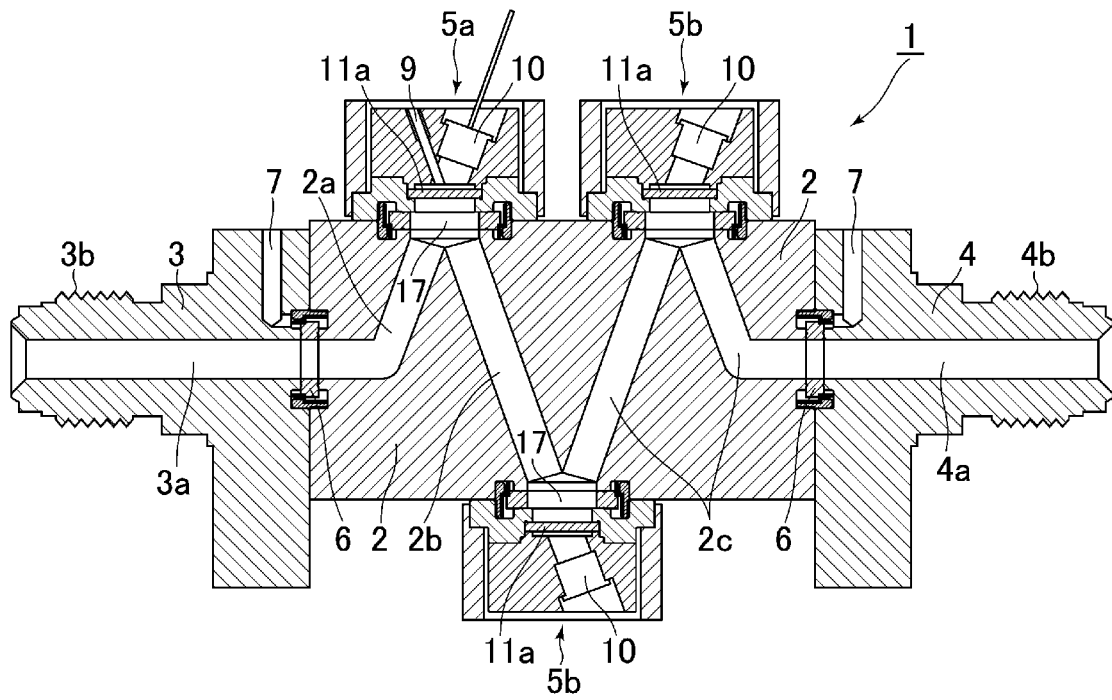
[請求項10] 検出器本体の上面に間隔を置いて他の光検出部を設けると共に、検出器本体の下面に設けた光検出部の凹部と前記他の光検出部の凹部間を流体通路により連通し、前記下面に設けた光検出部の光透過板からの反射光強度を前記他の光検出部にて検出するようにした請求項5に

記載の原料流体濃度検出器。

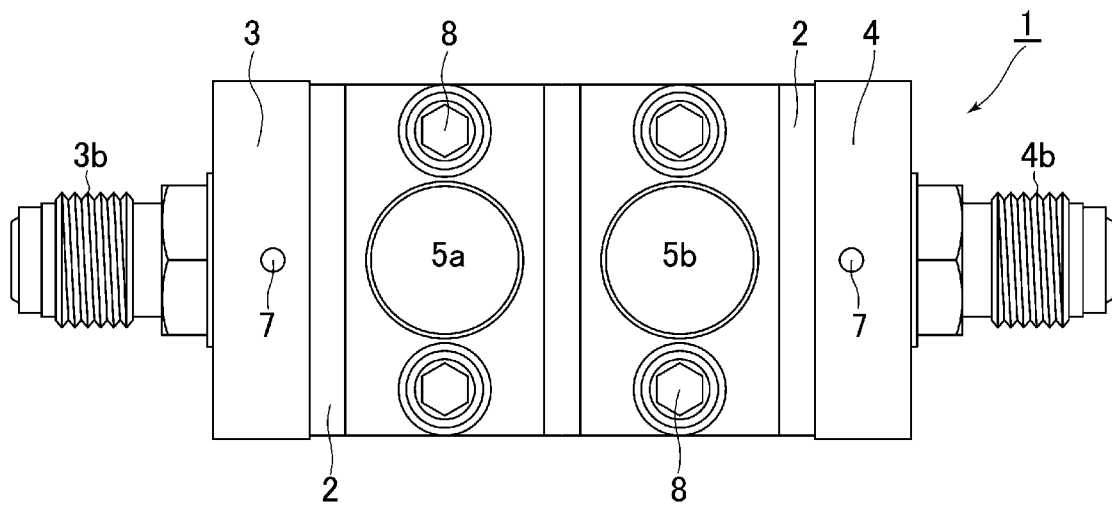
[請求項 11] 原料流体を、析出性又は高反応性若しくは腐食性の有機原料蒸気とした請求項 5 に記載の原料流体濃度検出器。

[請求項 12] 光透過板をサファイア製光透過板とした請求項 5 に記載の原料流体濃度検出器。

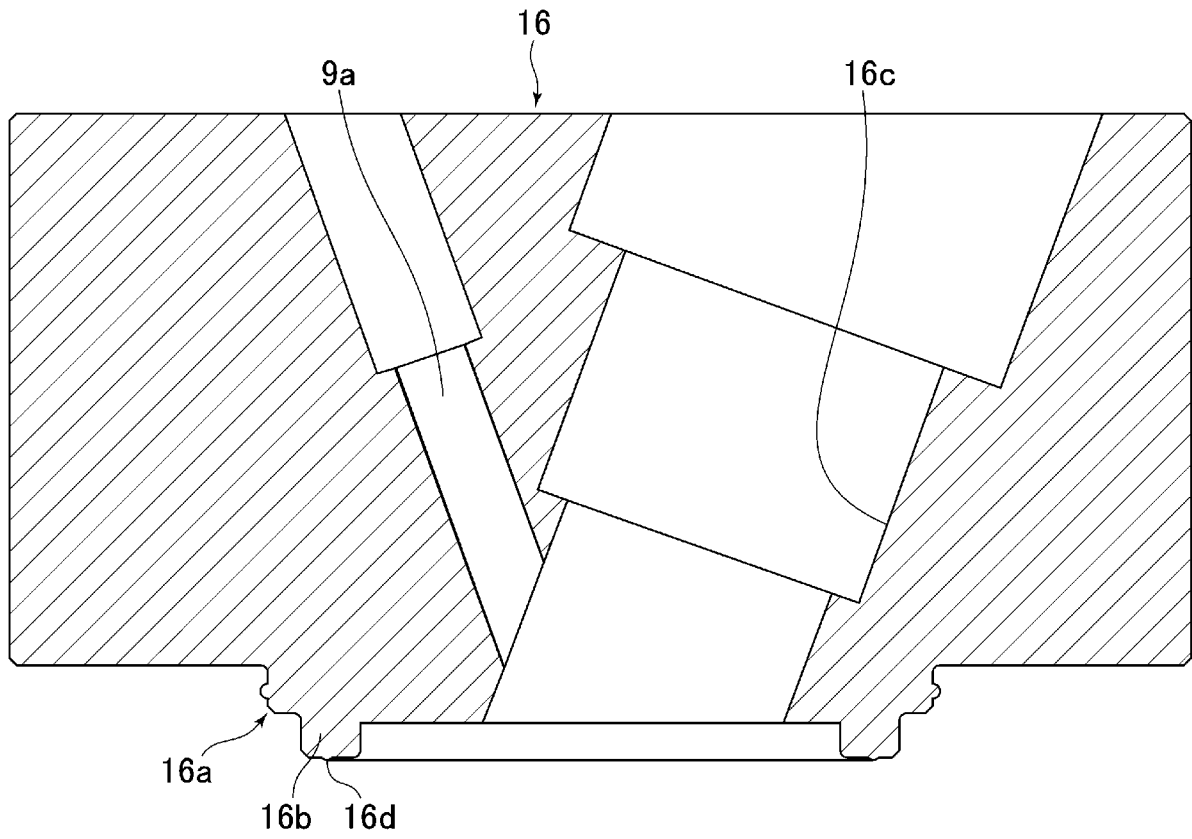
[図1]



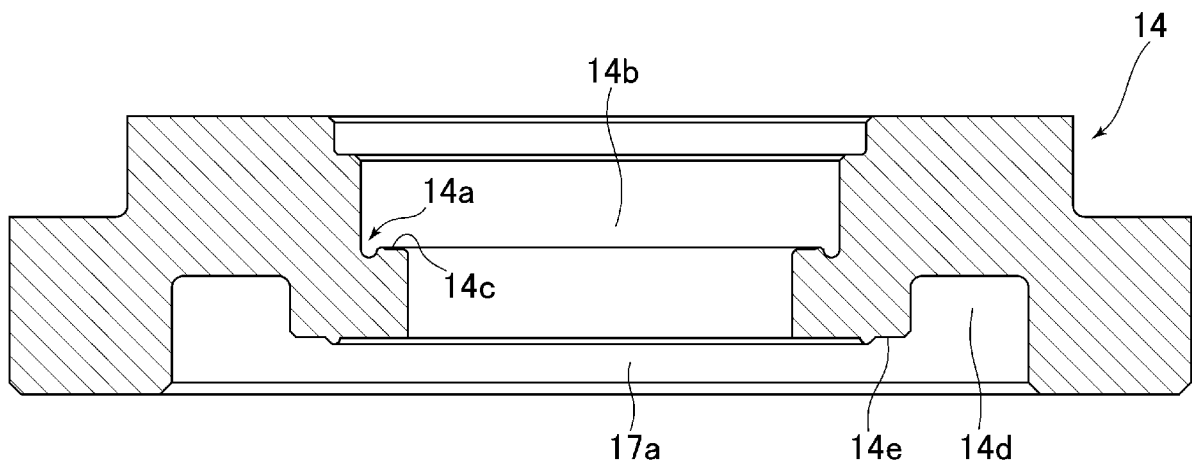
[図2]



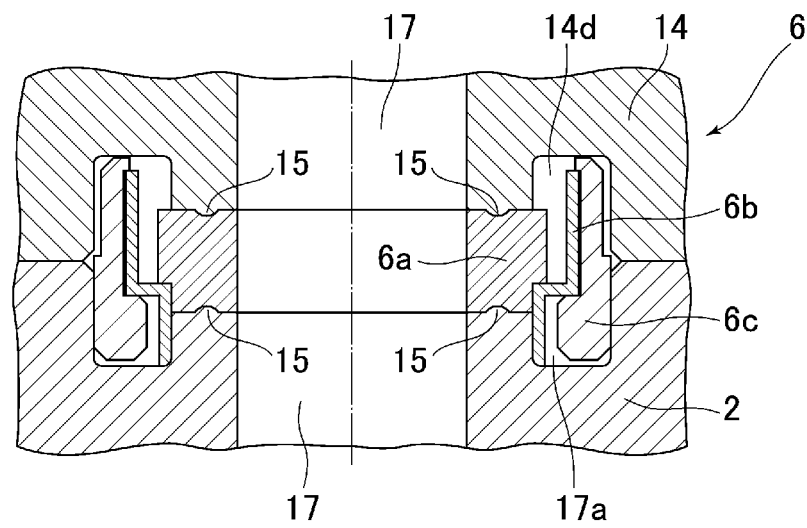
[図5]



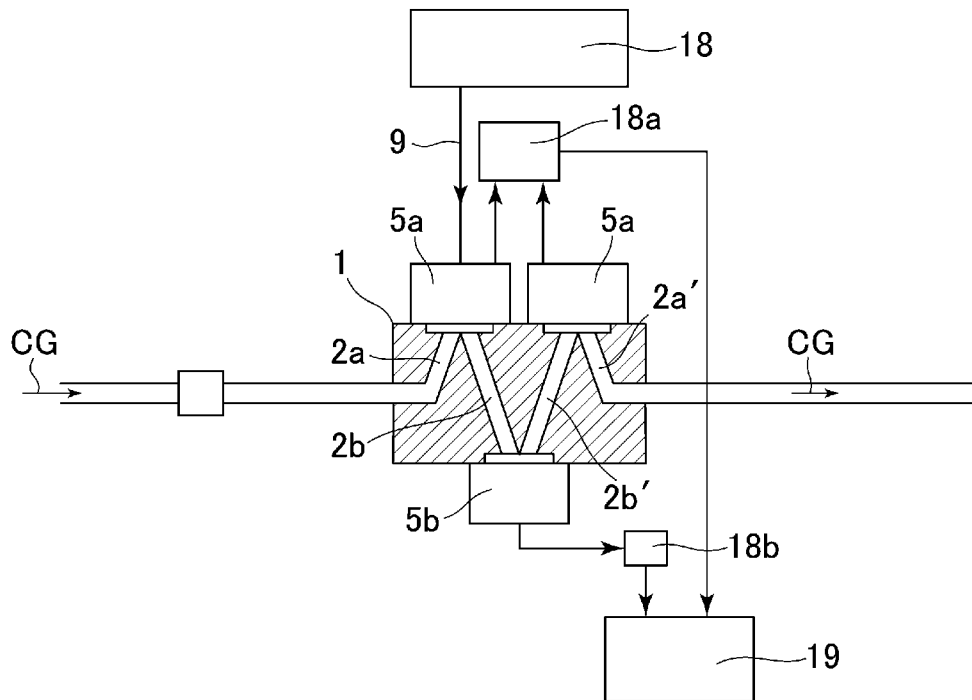
[図6]



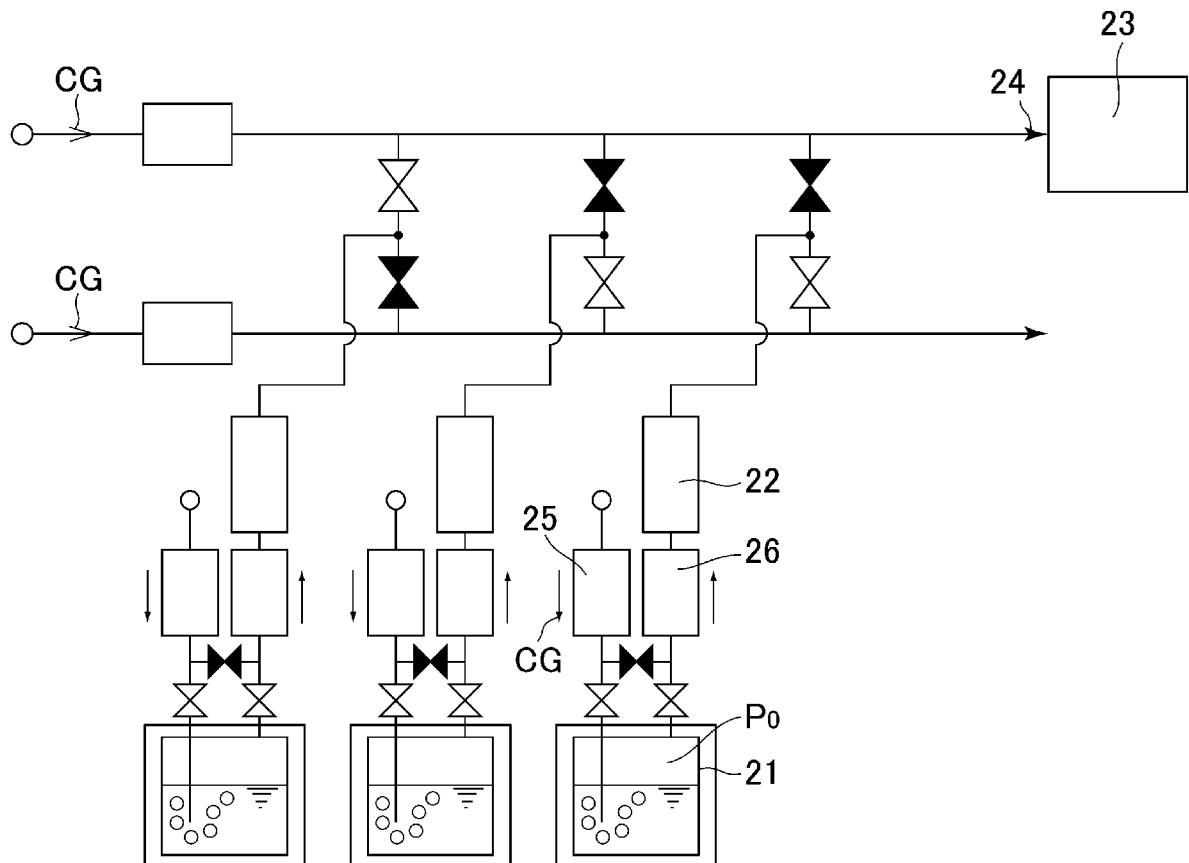
[図7]



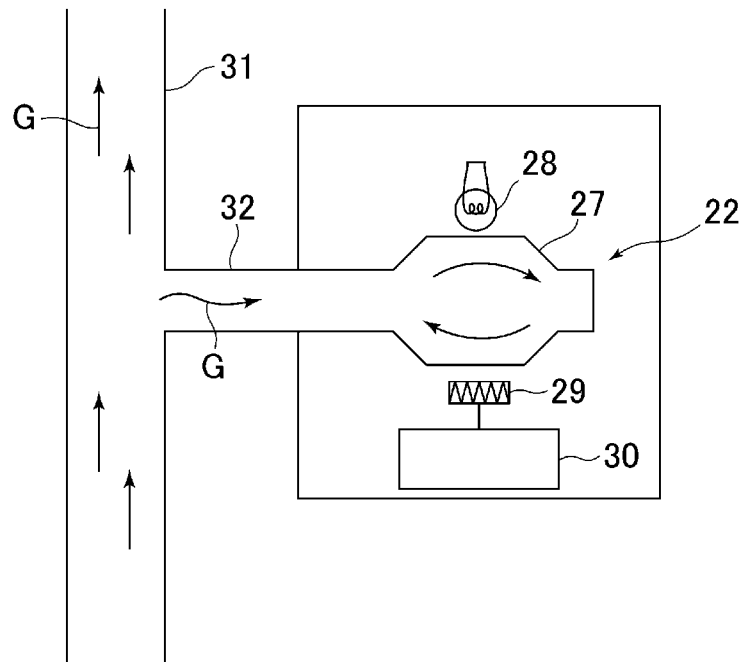
[図8]



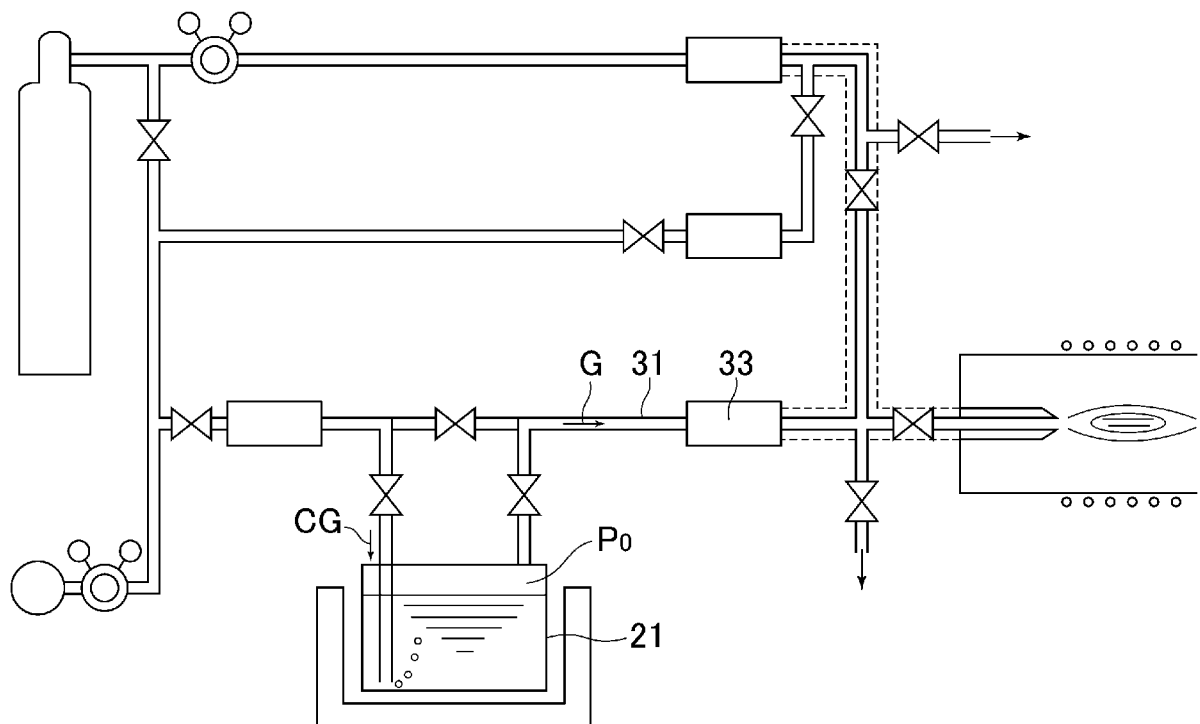
[図9]



[図10]



[図11]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 014 / 002376

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G 0 1 N2 1 / 0 1 (2 0 0 6 . 0 1) i , G 0 1 N21 / 33 (2 0 0 6 . 0 1) i , G 0 1 N2 1 / 59 (2 0 0 6 . 0 1) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G 0 1 N2 1 / 0 0 - 2 1 / 9 5 8

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo	Shinan	Koho	1922-1996	Jitsuyo	Shinan	Toroku	Koho	1996-2014	
Kokai	Jitsuyo	Shinan	Koho	1971-2014	Toroku	Jitsuyo	Shinan	Koho	1994-2014

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	J P 3 1 5 5 8 4 2 U (Terumo Corp.), 0 3 December 2 0 0 9 (0 3 . 1 2 . 2 0 0 9) , entire text ; fig . 6 , 7 (Family : none)	1-12
Y	J P 2 0 0 7 - 3 0 5 9 4 5 A (Waseda University) , 2 2 November 2 0 0 7 (2 2 . 1 1 . 2 0 0 7) , entire text ; all drawings (Family : none)	1-12
Y	J P 1 1 - 2 8 0 9 6 7 A (Fujikin Inc.) , 1 5 October 1 9 9 9 (1 5 . 1 0 . 1 9 9 9) , entire text ; all drawings & US 6 1 6 1 8 7 5 A & EP 9 4 7 7 5 3 A2 & DE 6 9 9 2 0 3 1 1 D & TW 3 8 1 2 0 4 B	1-12



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T"

later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y"

document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&"

document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

1 0 July , 2 0 1 4 (1 0 . 0 7 . 1 4)

Date of mailing of the international search report

2 2 July , 2 0 1 4 (2 2 . 0 7 . 1 4)

Name and mailing address of the ISA/

Japan e Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 014 / 002376

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2010-530067 A (BP Chemicals Ltd.), 02 September 2010 (02.09.2010), paragraph [0021] & US 2010/0127217 A1 & EP 2003440 A & WO 2008/152351 A1 & DE 602008003803 D & CA 2690078 A & KR 10-2010-0017804 A	1~12
A	JP 5-331000 A (Kobe Steel, Ltd.), 14 December 1993 (14.12.1993), entire text; all drawings (Family: none)	1~12
A	JP 2005-331045 A (Japan Atomic Energy Research Institute), 02 December 2005 (02.12.2005), entire text; all drawings (Family: none)	1-12
A	JP 2008-218698 A (Hitachi Kokusai Electric Inc.), 18 September 2008 (18.09.2008), entire text; all drawings (Family: none)	1~12

A . 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))
 Int.Cl. G01N2 1/0K2006. 01) i, G01N2 1/33 (2006. 01) i, G01N21/59 (2006. 01) i

B . 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. G01N2 1/00-2 1/958

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1 9 2 2 -
 日本国公開実用新案公報 1 9 7 1 - 2
 日本国実用新案登録公報 1 9 9 6 -
 日本国登録実用新案公報 1 9 9 4 - 2

国際調査で使った電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)
 年

C . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 3 155842 U (テルモ株式会社) 2009. 12.03, 全文, 第 6 図, 第 7 図 (ファミリーなし)	1 - 1 2
Y	JP 2007-305945 A (学校法人早稲田大学) 2007. 11.22, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1 - 1 2
Y	JP 11-280967 A (株式会社フジキン) 1999. 10.15, 全文, 全図 & US 6 16 1875 A & EP 947753 A 2 & DE 699203 11 D & TW 38 1204 B	1 - 1 2

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの

「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日後に公表されたもの

「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献

「F」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの

「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの

「Z」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日
 1 0 . 0 7 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日
 2 2 . 0 7 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先
 日本国特許庁 (I S A / J P)
 郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官 (権限のある職員)
 高橋 亨
 電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 2 5 0

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2010-530067 A (ビーピーケミカルズ リミテッド) 2010.09.02, 段落 [002 1] & US 2010/0127217 A1 & EP 2003440 A & WO 2008/15235 1A1 & DE 602008003803 D & CA 2690078 A & KR 10-2010-0017804 A	1 - 12
A	JP 5-331000 A (株式会社神戸製鋼所) 1993.12.14, 全文, 全図 (ファミ:リーなし)	1 - 12
A	JP 2005-331045 A (日本原子力研究所) 2005.12.02, 全文, 全図 (ファミ:リーなし)	1 - 12
A	JP 2008-218698 A (株式会社日立国際電気) 2008.09.18, 全文, 全図 (ファミ:リーなし)	1 - 12