

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-337780

(P2005-337780A)

(43) 公開日 平成17年12月8日(2005.12.8)

(51) Int. Cl.⁷

GO1N 15/02

F I

GO1N 15/02

D

GO1N 15/02

A

テーマコード(参考)

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号

特願2004-154287 (P2004-154287)

(22) 出願日

平成16年5月25日(2004.5.25)

(71) 出願人

000005821

松下電器産業株式会社

大阪府門真市大字門真1006番地

(74) 代理人

100097445

弁理士 岩橋 文雄

(74) 代理人

100103355

弁理士 坂口 智康

(74) 代理人

100109667

弁理士 内藤 浩樹

(72) 発明者

福島 朋也

大阪府門真市大字門真1006番地 松下

電器産業株式会社内

(72) 発明者

八木 正隆

大阪府門真市大字門真1006番地 松下

電器産業株式会社内

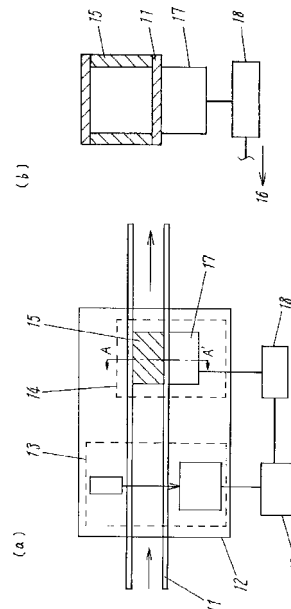
(54) 【発明の名称】 液中粒子検出装置及び液中粒子の検出方法

(57) 【要約】

【課題】 粒子と気泡が多数混在している液体中の粒子測定において、気泡による測定誤差の影響を無くし、インラインで粒子のみを検出することができる液中粒子検出装置及び液中粒子の検出方法を提供する。

【解決手段】 検出セル12の上流に配設した粒子・気泡検出手段13内を流れる試料液体に粒子・気泡検出手段13から検出光を照射し、液中の粒子及び気泡を光散乱方式により検出する。検出セル12の下流側には、検出セル12内の気泡に超音波を照射して気泡を収縮させる超音波発振手段15、気泡が収縮する際の発光現象を検出する画像認識・処理手段17及び画像認識・処理手段17にて検出された発光状態などから気泡の粒子数・粒径に換算する気泡分析手段18とから構成された気泡検出手段14が配設されている。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項1】

液体を通過させる流路に設けられた検出セルと、
前記検出セルの上流側に配設され、前記液体中の粒子や泡を検出して前記粒子や泡の粒径に対応した信号を出力する粒子・気泡検出手段と、
前記検出セルの下流側に配設され、前記液体に超音波を照射することにより前記気泡にのみ対応した信号を出力する気泡検出手段と、
前記粒子・気泡検出手段からの出力信号及び前記気泡検出手段からの出力信号を演算処理して前記粒子や泡の粒径及び粒数を算出する信号処理手段を具備したことを特徴とする液中粒子検出装置。

10

【請求項2】

前記気泡検出手段は、気泡の体積を変化させるための少なくともひとつの超音波振動子を有し、所定の周波数及び出力を付与できる超音波発振手段と、前記超音波発振手段から照射される超音波によって前記気泡の体積が収縮する際の発光現象を計測する画像認識・処理手段と、前記画像認識・処理手段からの情報を気泡の粒径および粒数へ変換する気泡分析手段から構成されていることを特徴とする請求項1記載の液中粒子検出装置。

【請求項3】

前記気泡検出手段は、気泡の体積を変化させるための少なくともひとつの超音波振動子を有し、所定の周波数及び出力を付与できる超音波発振手段と、液中の温度状態を計測する液温測定手段と、液温測定手段からの情報を気泡の粒径および粒数へ変換する気泡分析手段から構成されていることを特徴とする請求項1記載の液中粒子検出装置。

20

【請求項4】

検出セルに測定対象とする液体を流す工程と、
前記液体に検出光を照射して前記液体中の粒子及び気泡を光散乱方式により検出する工程と、
前記液体に超音波を照射して前記気泡が収縮する際の発光現象を検出する工程と、
前記気泡の発光状態を分析して前記気泡の数及び粒径の情報を演算する工程と、
前記光散乱検出方式により検出された前記粒子及び気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号と、前記気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号とから演算処理を行い、前記粒子のみの数および粒径の情報を選択的に算出する工程を備えた液中粒子の検出方法。

30

【請求項5】

検出セルに測定対象とする液体を流す工程と、
前記液体に検出光を照射して前記液体中の粒子及び気泡を光散乱方式により検出する工程と、
前記液体に超音波を照射して前記気泡が膨張・収縮する際の温度変化を検出する工程と、
前記気泡の温度変化を分析して前記気泡の数及び粒径の情報を演算する工程と、
前記光散乱検出方式により検出された前記粒子及び気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号と、前記気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号とから演算処理を行い、前記粒子のみの数および粒径の情報を選択的に算出する工程を備えた液中粒子の検出方法。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、液中の粒子と気泡を選別し、粒子のみを計測する液中粒子検出装置及び検出方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、粒子と気泡を選別して、粒子のみを計測する液中粒子検出装置及び方法としては、温度による粒径体積の変化によるパルス波高値の差異あるいは、液中の圧力を変化させることで、変化前後での光強度の差を利用したものがあつた。

【0003】

50

図 5 に従来技術における液中粒子検出装置 5 1 の構成模式図を示す。

【0004】

流路を通過する試料液体中に存在する粒子や泡などの粒径に対応した信号を出力する第 1 光散乱式粒子検出器 5 2 及び第 2 光散乱式粒子検出器 5 4 と、第 1 光散乱式粒子検出器 5 2 及び第 2 光散乱式粒子検出器 5 4 の間の流路に設置されて通過する試料液体を所定温度に冷却する冷却器 5 3 と、第 1 光散乱式粒子検出器 5 2 及び第 2 光散乱式粒子検出器 5 4 の出力信号を比較演算処理し、粒子や気泡などの粒径及び粒数を算出する信号処理部 5 5 を備えている。

【0005】

第 1 光散乱式粒子検出器 5 2 での粒子及び気泡に起因した信号パルス波高値を出力信号 A とし、次に冷却器 5 3 により冷却された粒子及び気泡を第 2 光散乱式粒子検出器 5 4 で検出した信号パルス波高値を出力信号 B とした場合、気泡の大きさは液温により溶解度が異なり、低温になると溶解度が低下するため、気泡の粒径は小さくなる。

10

【0006】

そのため、散乱光強度は第 1 光散乱式粒子検出器 5 2 でのパルス波高値の出力信号 A に比べ、第 2 光散乱式粒子検出器 5 4 でのパルス波高値の出力信号 B は小さくなるため、気泡に対応した出力信号 B を信号処理部 5 5 に伝達し、粒子と気泡の選別を行う方法があった（特許文献 1 参照）。

【0007】

また、特許文献 2 には、測定対象となる試料液体を収納する密閉容器で形成される検知セルと、この検知セルに収納された測定対象液に所定の圧力を付与する圧力付与部が加圧し、この圧力付与部が付与する圧力を変化させるように制御する圧力制御部が変化させ、前記収納手段に収納された液体に光学検出部が光を照射して検出光を検出信号として出力し、前記変化させた圧力状態の前後で検出された検出信号に基づいて演算処理部が液体に含有される気泡を除く微粒子のみの検出データを演算することにより、液体に含有される気泡を除く微粒子にのみ検出データを抽出する構成で、粒子と気泡の選別を行うなどの方法があった。

20

【特許文献 1】特開平 10 - 104150 号公報

【特許文献 2】特開 2000 - 105186 号公報

【発明の開示】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、特許文献 1 に開示された液体を冷却して気泡の選別を行う方式では、気泡に起因したパルス波高値が冷却前後で異なることで粒子と気泡の識別は可能であるが、粒子と気泡が多数混在している液中では、どのパルス波高値と同期しているかなど正確に計測し、判別することは遅延回路などを用いても、かなり困難を伴う。

【0009】

また、特許文献 2 に開示された密閉容器内での圧力変化による気泡の選別方式は、圧力を変化させるために密閉する必要があるため、インラインでの液中の粒子と気泡の判別は困難であった。

40

【0010】

本発明は、上記従来問題を解決することを目的とするものであり、多様な粒径をもつ粒子や気泡を含有する試料液体から、インラインで粒子のみを検出することができる液中粒子検出装置及び方法を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0011】

上記課題を解決するために、本発明の液中粒子検出装置は、液体を通過させる流路に設けられた検出セルと、前記検出セルの上流側に配設され、前記液体中の粒子や泡を検出して前記粒子や泡の粒径に対応した信号を出力する粒子・気泡検出手段と、前記検出セルの下流側に配設され、前記液体に超音波を照射することにより前記気泡にのみ対応した信号

50

を出力する気泡検出手段と、前記粒子・気泡検出手段からの出力信号及び前記気泡検出手段からの出力信号を演算処理して前記粒子や泡の粒径及び粒数を算出する信号処理手段を具備したことを特徴とする。

【0012】

前記気泡検出手段は、気泡の体積を変化させるための少なくともひとつの超音波振動子を有し、所定の周波数及び出力を付与できる超音波発振手段と、前記超音波発振手段から照射される超音波によって前記気泡の体積が収縮する際の発光現象を計測する画像認識・処理手段と、前記画像認識・処理手段からの情報を気泡の粒径および粒数へ変換する気泡分析手段から構成されていることが好ましい。

【0013】

また、前記気泡検出手段は、気泡の体積を変化させるための少なくともひとつの超音波振動子を有し、所定の周波数及び出力を付与できる超音波発振手段と、液中の温度状態を計測する液温測定手段と、液温測定手段からの情報を気泡の粒径および粒数へ変換する気泡分析手段から構成されていてもよい。

【0014】

本発明の液中粒子の検出方法は、検出セルに測定対象とする液体を流す工程と、前記液体に検出光を照射して前記液体中の粒子及び気泡を光散乱方式により検出する工程と、前記液体に超音波を照射して前記気泡が収縮する際の発光現象を検出する工程と、前記気泡の発光状態を分析して前記気泡の数及び粒径の情報を演算する工程と、前記光散乱検出方式により検出された前記粒子及び気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号と、前記気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号とから演算処理を行い、前記粒子のみの数および粒径の情報を選択的に算出する工程を備えている。

【0015】

また、本発明の別の液中粒子の検出方法は、検出セルに測定対象とする液体を流す工程と、前記液体に検出光を照射して前記液体中の粒子及び気泡を光散乱方式により検出する工程と、前記液体に超音波を照射して前記気泡が膨張・収縮する際の温度変化を検出する工程と、前記気泡の温度変化を分析して前記気泡の数及び粒径の情報を演算する工程と、前記光散乱検出方式により検出された前記粒子及び気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号と、前記気泡の数及び粒径の情報に関する出力信号とから演算処理を行い、前記粒子のみの数および粒径の情報を選択的に算出する工程を備えている。

【発明の効果】

【0016】

本発明は、上記した構成を備えることにより、流路内を流れる液中の粒子と気泡を高速かつ正確に選別して液中の粒子数を計測することが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下、本発明の実施の形態を、図面を参照して説明する。

【0018】

(実施の形態1)

図1は、本発明の実施の形態1における液中粒子検出装置の構成模式図であり、(a)は全体の構成、(b)は図1(a)におけるA-A'での断面を示した図である。

【0019】

検出対象である粒子や気泡を含んだ試料液体を流路11の検出セル12の上流に配設した粒子・気泡検出手段13内に流す。粒子・気泡検出手段13内を流れる試料液体に粒子・気泡検出手段13から検出光を照射し、液中の粒子及び気泡を光散乱方式により検出する。ここで、検出された粒子及び気泡の出力信号は、信号処理手段16に伝達され、粒子及び気泡の総合的な情報として粒径及び粒数として計数される。

【0020】

検出セル12の下流側には、気泡検出手段14が配設されている。この気泡検出手段14は、所定の周波数・出力を付与できる超音波発振手段15、CCDやCMOSセンサ等

10

20

30

40

50

の画像認識・処理手段 17 及び画像認識・処理手段 17 にて検出された発光状態などから気泡の粒数・粒径に換算する気泡分析手段 18 とから構成されている。

【0021】

気泡検出手段 14 は、検出セル 12 内の気泡に超音波を照射し、気泡が収縮した際に発光する特性を利用して、画像認識・処理手段 17 にて発光現象を検出し、気泡分析手段 18 にて気泡の発光状態を分析し、その発光状態から気泡数および粒径を演算し、信号処理手段 16 に出力する。

【0022】

信号処理手段 16 では、あらかじめ粒子・気泡検出手段 13 より出力されている総合的な情報と上記粒径情報から、気泡検出手段から出力された気泡の情報を演算処理し、液中の粒子のみの計数を行う。

10

【0023】

なお、粒子・気泡検出手段 13 で、粒子または気泡を検出すると、その信号出力が気泡検出手段 14 に伝達され、超音波照射が行われる。

【0024】

以上のような構成の液中粒子検出装置による液体中の粒数の検出方法について図 2 を参考にして以下、説明する。

【0025】

流路 21 に配設された検出セル 22 に測定対象である粒子や気泡を含有する試料液体を流す(図 2(a))。そして、粒子・気泡検出手段 23 において、試料液体に検出光を照射し光散乱方式により、液体中に粒子または気泡が含まれていることを検出し、検出した粒子または気泡の総合的な出力信号を信号処理手段 26 に出力する(図 2(b))。

20

【0026】

液体中に粒子または気泡が含まれていることを検出した場合、超音波発振手段 25 により、超音波を照射し、気泡の膨張・収縮を起こさせる(図 2(c))。

【0027】

超音波を照射されている気泡は、音圧により収縮した際に発光する。画像認識・処理手段 27 にてこの発光現象を検出し、気泡分析手段 28 にて気泡の発光状態を分析し、気泡のみの情報として、信号処理手段 26 に出力する。

【0028】

粒子・気泡検出手段 23 から出力された粒子および気泡の総合的情報の出力信号 A と、気泡検出手段 24 から出力された気泡のみの情報の出力信号 B を、信号処理手段 26 にて、演算処理を行い、粒子のみの粒数・粒径情報が出力信号 C として出力される。

30

【0029】

本実施の形態によれば、液中に含まれる泡を粒子と完全に分離して識別できるため、液中粒子の検出を精度良く行うことが可能である。また、インラインでの測定ができるため、実際に配管等を通じて供給される液中粒子数を計測でき、例えば半導体製造における洗浄工程やウエットエッチング工程で処理を止めることなく薬液状態あるいは純水の状態等の管理ができるので、設備異常等を的確に検知でき、歩留まり低下を有効に防止できる。

【0030】

40

(実施の形態 2)

図 3 は、本発明の実施の形態 2 における液中粒子検出装置の構成模式図であり、(a) は全体の構成、(b) は図 3(a) における A-A' での断面を示した図である。

【0031】

検出対象である粒子や気泡を含んだ試料液体を流路 31 の検出セル 32 の上流に配設した粒子・気泡検出手段 33 内に流す。粒子・気泡検出手段 33 内を流れる試料液体に粒子・気泡検出手段 33 から検出光を照射し、液中の粒子及び気泡を、光散乱方式により検出する。ここで、検出された粒子及び気泡の出力信号は、信号処理手段 36 に伝達され、粒子及び気泡の総合的な情報として粒径及び粒数として計数される。

【0032】

50

検出セル 3 2 の下流側には、気泡検出手段 3 4 が配設されている。気泡検出手段 3 4 は、所定の周波数・出力を付与できる超音波発振手段 3 5、温度センサなどの液温測定手段 3 9 及び液温測定手段 3 9 によって計測された熱量などから気泡の粒数・粒径に換算する気泡分析手段 3 8 とから構成されている。

【 0 0 3 3 】

気泡検出手段 3 4 は、検出セル 3 2 内の気泡に超音波を照射して気泡を収縮させた際に、気泡内の圧力が高くなり、気泡内の温度が液体試料及び粒子に比べ高温になる現象を利用して、液温測定手段 3 9 により気泡の温度状態を測定して、測定された温度状態を気泡分析手段 3 8 にて分析して気泡数および粒径を演算し、信号処理手段 3 6 に出力する。

【 0 0 3 4 】

信号処理手段 3 6 では、あらかじめ粒子・気泡検出手段 3 3 より出力されている総合的な情報と上記粒径情報から、気泡検出手段から出力された気泡の情報を演算処理し、液中の粒子のみの計数を行う。

【 0 0 3 5 】

なお、粒子・気泡検出手段 3 3 で、粒子または気泡を検出すると、その信号出力が気泡検出手段 3 4 に伝達され、超音波照射が行われる。

【 0 0 3 6 】

以上のような構成の液中粒子検出装置による液体中の粒数の検出方法について図 4 を参考にして以下、説明する。

【 0 0 3 7 】

流路 4 1 に配設された検出セル 4 2 に測定対象である粒子や気泡を含有する試料液体を流す(図 4 (a))。そして、粒子・気泡検出手段 4 3 において、試料液体に検出光を照射し光散乱方式により、液体中に粒子または気泡が含まれていることを検出し、検出した粒子または気泡の総合的な出力信号を信号処理手段 4 6 に出力する(図 4 (b))。

【 0 0 3 8 】

液体中に粒子または気泡が含まれていることを検出した場合、超音波発振手段 4 5 により、超音波を照射し、気泡の膨張・収縮を起こさせる(図 4 (c))。

【 0 0 3 9 】

超音波を照射された気泡は、試料液体及び粒子に比べ高温になる。液温測定手段 4 9 にてこの温度上昇を検出し、気泡分析手段 4 8 にて気泡の温度状態を分析し、気泡のみの情報として、信号処理手段 4 6 に出力する。

【 0 0 4 0 】

粒子・気泡検出手段 4 3 から出力された粒子および気泡の総合的な出力信号 A と、気泡検出手段 4 4 から出力された気泡のみの情報の出力信号 B を、信号処理手段 4 6 にて、演算処理を行い、粒子のみの粒数・粒径情報が出力信号 C として出力される。

【 0 0 4 1 】

本実施の形態によれば、実施の形態 1 にて得られるように、液中に含まれる泡を粒子と完全に分離して識別できるため、液中粒子の検出を精度良く行うことが可能である。

【 0 0 4 2 】

また、その他の効果も実施の形態 1 と同様に得ることができる。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 4 3 】

本発明の液中粒子検出装置及び方法は、液中粒子計測分野において液中の粒子と気泡を選別して、粒子のみの計測ができる点で有用である。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 4 4 】

【図 1】本発明の実施の形態 1 における液中粒子検出装置の構成模式図であり、(a) は全体の構成を示した図、(b) は A - A ' での断面を示した図

【図 2】本発明の実施の形態 1 における液体中の粒数の検出方法を説明する図

【図 3】本発明の実施の形態 2 における液中粒子検出装置の構成模式図であり、(a) は

10

20

30

40

50

全体の構成を示した図、(b)はA-A'での断面を示した図

【図4】本発明の実施の形態2における液体中の粒子数の検出方法を説明する図

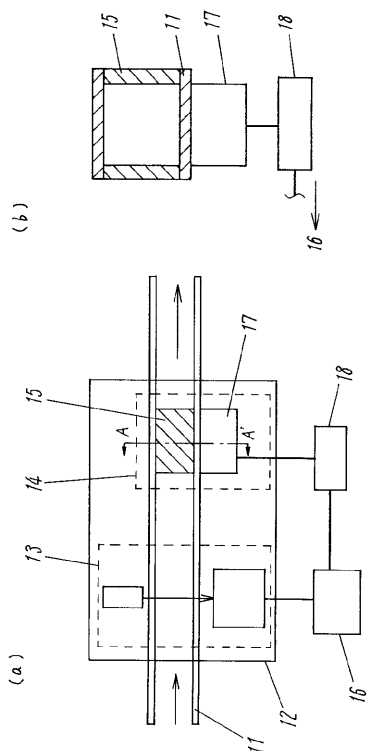
【図5】従来の技術における液中粒子検出装置の構成模式図

【符号の説明】

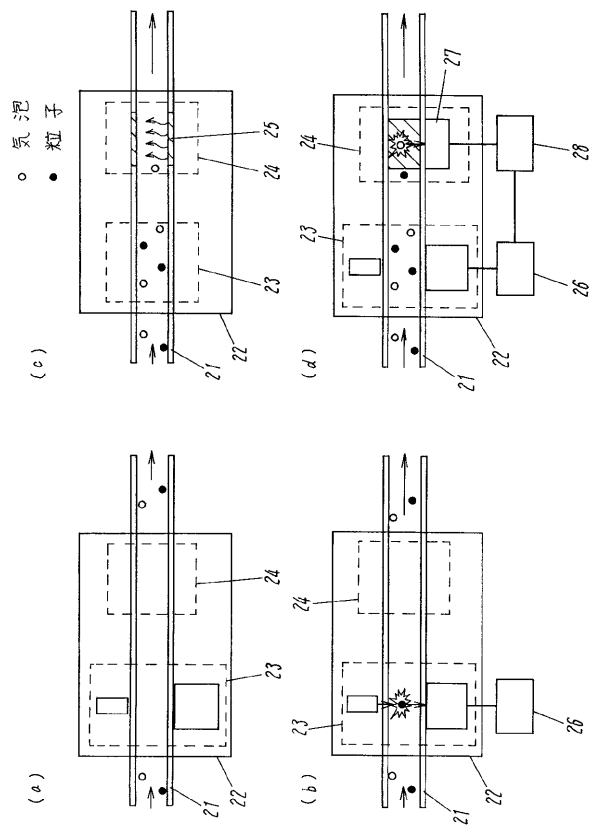
【0045】

- 11、21、31、41 流路
- 12、22、32、42 検出セル
- 13、23、33、43 粒子・気泡検出手段
- 14、24、34、44 気泡検出手段
- 15、25、35、45 超音波発振手段
- 16、26、36、46 信号処理手段
- 17、27 画像認識・処理手段
- 18、28、38、48 気泡分析手段
- 39、49 液温測定手段
- 51 液中粒子測定器
- 52 第1光散乱式粒子検出器
- 53 冷却器
- 54 第2光散乱式粒子検出器
- 55 信号処理部

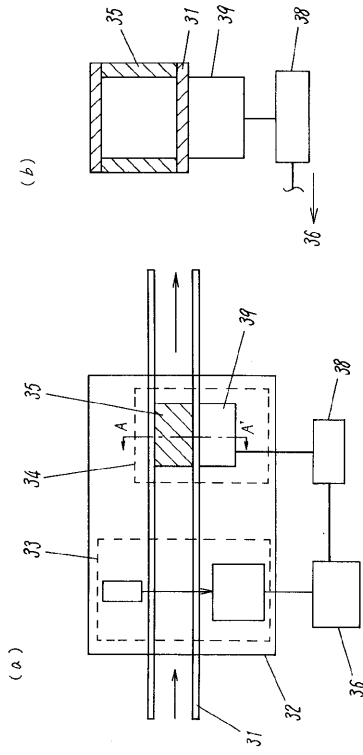
【図1】



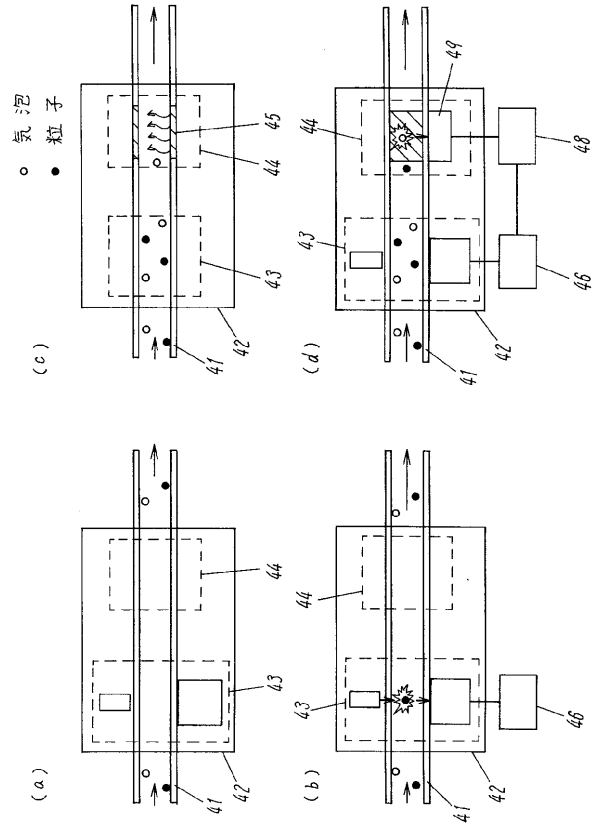
【図2】



【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】

