

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3649836号
(P3649836)

(45) 発行日 平成17年5月18日(2005.5.18)

(24) 登録日 平成17年2月25日(2005.2.25)

(51) Int.Cl.⁷

F I

GO 1 M 3/20

GO 1 M 3/20

B

GO 1 N 27/62

GO 1 N 27/62

H

HO 1 J 49/04

HO 1 J 49/04

HO 1 J 49/10

HO 1 J 49/10

請求項の数 3 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平9-10485
 (22) 出願日 平成9年1月23日(1997.1.23)
 (65) 公開番号 特開平10-206272
 (43) 公開日 平成10年8月7日(1998.8.7)
 審査請求日 平成15年7月29日(2003.7.29)

(73) 特許権者 000231464
 株式会社アルバック
 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地
 (74) 代理人 100060025
 弁理士 北村 欣一
 (74) 代理人 100082315
 弁理士 田代 作男
 (74) 代理人 100092381
 弁理士 町田 悦夫
 (72) 発明者 高橋 直樹
 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本
 真空技術株式会社内
 (72) 発明者 林 俊雄
 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地 日本
 真空技術株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 漏洩検知用磁場偏向型質量分析管の分解能向上方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

内部を真空中に排気した中空の漏洩検知対象物の周囲に、ヘリウムガス、アルゴンガス等のプローブガスを吹き付け、該対象物の漏洩部からその内部へ侵入する該プローブガスのガス原子や分子を電子衝撃によりイオン化すると共にイオン引出電極のスリットを介してイオンを引き出すイオン化室と、該イオン化室から引き出されたイオンのうち特定のイオンを選別する永久磁石を用いた磁場偏向型分析器と、該特定のイオンの量をコレクタースリットを介して入射するイオンコレクターにより検出する検出室を備えた質量分析管に於いて、該磁場偏向型分析器を構成する永久磁石のイオン入射側の有効磁場面に対し該イオン化室から引き出されたイオンの中心軸を斜めに設定すると共にイオン引出電極のスリット幅と該コレクタースリットの幅の少なくとも一方を狭めたことを特徴とする漏洩検知用磁場偏向型質量分析管の分解能向上方法。

【請求項2】

上記磁場偏向型分析器は、該分析器へ入射するイオンの中心軸に対して該分析器から出射するイオンの中心軸を90度偏向させる永久磁石で構成され、該永久磁石の有効磁場面に対して20度斜めにイオンを入射させることを特徴とする請求項1に記載の漏洩検知用磁場偏向型質量分析管の分解能向上方法。

【請求項3】

上記プローブガスは、ヘリウム、アルゴン、二酸化炭素、窒素、酸素であることを特徴とする請求項1に記載の漏洩検知用磁場偏向型質量分析管の分解能向上方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ヘリウム等のプローブガスを中空の漏洩検知対象物の周囲に吹き付け、該対象物の漏洩部を検知するプローブ法に使用される漏洩検知装置の磁場偏向型質量分析管の分解能を向上させる方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、この種の漏洩検知装置に使用される磁場偏向型質量分析管は、内部が真空中に排気された管内に、図1に示すようにイオン化室aと磁場偏向型分析器b及び検出室cとを設けて構成され、該分析器bとして扇形の永久磁石dが用いられる。該イオン化室a内にはグリッド（エレクトロンコレクター）eとフィラメントf及びイオン引出電極gが設けられ、該検出室cにはコレクタースリットhを介してイオンコレクターiが設けられる。また該フィラメントfはフィラメント電源jとイオン加速電源kに接続され、該フィラメントf及びイオン引出電極gには電子加速電源lが接続される。nはイオン電流測定器である。

10

【0003】

永久磁石を用いた該分析器bには、代表的なもので60度偏向、90度偏向、180度偏向等があるが、いずれも

$$r = (1.44 \times 10^{-4} \text{ Mu} \times V) / B \dots \text{式 1}$$

20

という基本的な式により質量分離するのが原理である。ここで、r：回転半径、Mu：質量数、B：磁束密度である。

【0004】

60度偏向型の該分析管bの具体的構成の1例は図2に示す如くであり、気密の管の中間に永久磁石dを配置し、該管の一端にイオン化室aを設け、他端に検出室cが設けられる。該イオン化室aと永久磁石dのとの間の該管の側壁に漏洩検知対象物の中空内部及び真空ポンプへ繋がる測定管pの端部が接続される。該測定管pには、例えば図3に示すようにターボ分子ポンプやメカニカルブースターポンプ等の真空ポンプqで排気されるチャンバーrが接続され、漏洩検知対象物sに漏洩部が存在したとき、該対象物sに吹きかけたプローブガスがその内部から該分析管b内へ拡散して漏洩の存在が確認される。即ち、真空の該分析管b内では該フィラメントfから放出された熱電子が電子加速電源lによって調整された速度でグリッドe内へ飛翔し、そこに存在する該対象物sから漏れたプローブガスを電子衝撃してこれをイオン化し、そのイオンは静電加速系やイオン加速電源kの電圧の力を受けてイオン引出電極gより引き出される。そしてイオン加速電源kによる加速電圧とグリッド電圧を調整すると、1式のBが一定であるから質量数Muにより回転半径が異なることを利用してある特定のイオンをイオンコレクターiに到達させることができる。イオン加速電源kの電圧を変化させると、イオンコレクターiに到達するイオンの種類が変化するから、該分析管b中のガスの組成を検出することもできる。グリッド電圧はプローブガスを集めることができる電圧に調整される。

30

【0005】

40

【発明が解決しようとする課題】

従来の漏洩検知装置では、プローブガスとしてヘリウムガスを使用するのが一般的であるが、ヘリウムガスは価格が高いという欠点がある。また、簡便な漏洩検知装置の磁場偏向型質量分析管ではヘリウムスペクトルのみが分離できればよいのでその分解能が4～8程度に設計されており、ヘリウムよりも質量数の大きい気体のスペクトルを分離できるようにするには、該分析管の感度を大幅に落として分解能を向上させるか、大型で高価な磁場偏向型質量分析管を使用したり、或いは漏洩検知用よりもはるかに高価な四重極質量分析管を使用しなければならず、装置価格の上昇を嫌って結局はヘリウムガスを使用することで漏洩検知の経済性を求めることが多くなっている。尚、漏洩検知の方法として、プローブガスとしてヘリウムガス以外の例えばアルゴンガスを使用することは、すでに特開昭5

50

4 - 5 0 3 9 0 号公報に開示されている。

【 0 0 0 6 】

本発明は、簡便な構成で比較的小型の漏洩検知用の磁場偏向型質量分析管の分解能を向上させ、各種のプロープガスを使用して漏洩検知を安価に行える方法を提案することを目的とするものである。

【 0 0 0 7 】

【課題を解決するための手段】

本発明では、内部を真空に排気した中空の漏洩検知対象物の周囲に、ヘリウムガス、アルゴンガス等のプロープガスを吹き付け、該対象物の漏洩部からその内部へ侵入する該プロープガスのガス原子や分子を電子衝撃によりイオン化すると共にイオン引出電極のスリットを介してイオンを引き出すイオン化室と、該イオン化室から引き出されたイオンのうちの特定のイオンを選別する永久磁石を用いた磁場偏向型分析器と、該特定のイオンの量をコレクタースリットを介して入射するイオンコレクターにより検出する検出室を備えた質量分析管に於いて、該磁場偏向型分析器を構成する永久磁石のイオン入射側の有効磁場面に対し該イオン化室から引き出されたイオンの中心軸を斜めに設定すると共に該イオン引出電極のスリット幅と該コレクタースリットの幅の少なくとも一方を狭めることにより、上記の目的を達成するようにした。該磁場偏向型分析器を、該分析器へ入射するイオンの中心軸に対して該分析器から出射するイオンの中心軸を 90 度偏向させる永久磁石で構成し、該永久磁石の有効磁場面に対して 20 度斜めにイオンを入射させることが好ましく、プロープガスには、ヘリウム、アルゴン、二酸化炭素、窒素、酸素が使用でき、通常は安価なアルゴンガスを使用して漏洩検知を行い、微少な漏洩を検知するときにヘリウムガスに交換して行える。

【 0 0 0 8 】

【発明の実施の形態】

本発明の実施の形態を図 4 に基づき説明すると、同図に於いて符号 1 は中空の漏洩検知対象物、2 は一端が該対象物 1 の内部に連なり他端が磁場偏向型質量分析管 3 に接続された測定管、4 は該測定管 2 及び該分析管 3 内を真空に排気するターボ分子ポンプとメカニカルブースターポンプで構成された排気系、5 は該測定管 2 の中間に設けたチャンバーを示す。該磁場偏向型質量分析管 3 は、漏洩検知用の簡易で小型のもので、イオン化室 6 と永久磁石 7 から成る磁場偏向型分析器 8 を設けたイオン偏向部 9 及び検出室 10 で構成され、該イオン化室 6 にはグリッド（エレクトロンコレクター）11、フィラメント 12 及びスリット状のイオン引出電極 13 を設け、該検出室 10 には該分析器 8 で選別されたイオンを通過させるコレクタースリット 14 とイオン電流検出器 15 に接続されたイオンコレクター 16 が設けられる。

【 0 0 0 9 】

こうした構成は図 3 に示した従来の漏洩検知装置の構成と特に変わりがなく、該グリッド 11 にイオン加速電源 17 を接続すると共にフィラメント 12 との間に電子加速電源 18 を接続し、該フィラメント 12 にフィラメント電源 19 を接続する構成も従来のものと同様であり、排気系 4 を作動させてプロープガスを該対象物 1 に吹き付け、該対象物 1 の漏洩部からその内部へ漏れたプロープガスを該分析管 3 内のイオン化室 6 に於いてイオン化し、そのイオンを永久磁石 7 で偏向してイオンコレクター 16 に入射させて漏洩部の存在を検知することも従来のものと同様である。

【 0 0 1 0 】

これを更に説明すると、該分析管 3 内へ漏れたプロープガスは電子加速電源 18 により加速されたフィラメント 12 からの熱電子と衝突してイオン化され、イオン引出電極 13 の電位により永久磁石 7 に向けて引き出され、該永久磁石 7 により特定の質量数のイオンのみがイオンコレクター 16 に入射し、イオン電流検知器に於いてイオン電流として漏れの存在が検知される。

【 0 0 1 1 】

しかし、該分析管 3 の分解能は一般には 4 ~ 8 程度であり、ヘリウム以外の質量数の大き

10

20

30

40

50

なガスをプローブガスとして使用しても、質量スペクトルとして分離ができない。該分析管 3 の分解能 R は、通常、

$$R = r / (S_1 + S_2 + r^2 + r \cdot V / V) \dots \text{式 2}$$

で表される。ここで r : 偏向半径、 S_1 : イオン引出電極のスリット幅、 S_2 : コレクタースリット幅、 θ : イオンの発散角、 ΔV : イオンのエネルギー分散、 V : イオンのエネルギーを示す。右辺分母の第 3 項は、イオン化室から引き出されたイオンが有限の発散角を持つことによって生じるイオンコレクターでの像の広がりを示し、第 4 項はイオン化室で生成されたイオンのエネルギー分散によって生じるイオンコレクターでの像の広がりを示す。

【0012】

10

本発明は、この分解能 R を、該永久磁石 7 のイオン入射側の有効磁場面 20 に対し該イオン化室 6 からイオン引出電極 13 のスリットを介して引き出されたビーム状又は帯状イオンの中心軸 21 を斜めに設定すると共に該コレクタースリット 14 の幅を可能な範囲で狭めることにより向上させるようにしたもので、これにより、該分析管 3 の大きさを変えず、或いは該分析管 3 の代わりに高価な四重極質量分析管などを使用しなくても安価に分解能を向上させ得る。

【0013】

該イオン化室 6 から引き出されたイオンの中心軸 21 を、該永久磁石 7 の有効磁場面 20 の垂直軸に対して例えば 20 度内側へ傾斜させて設定すると、イオンはイオン出射側の有効磁場面 22 の垂直軸に対しても例えば 20 度内側から出射する傾向になり、イオンの質量数の差が大きくなると図 6 に示すように出射側で生じるイオンの収束点 23 がイオンの軌道面に対し垂直方向の収束点 24 へと大きな距離 L_2 で変化し、この距離が分解能に関与することが判明した。即ち、質量数が異なる 2 種のイオンを有効磁場面に垂直に入射させた場合、図 7 に示すように収束点 25、26 に於いて収束し、その間の距離は L_1 となるが、その距離 L_1 はこれら 2 種のイオンを図 6 のように 20 度斜めに入射させたときの収束点 23、24 間の距離 L_2 よりも短く、 L_2 / L_1 の比は、式 2 から計算した垂直入射の場合の分解能と実験で求めた 20 度斜め入射の場合の分解能との比に略一致することが分かった。

20

【0014】

具体的には、図 5 の形態の 90 度偏向型の磁場偏向型質量分析管 3 であって、式 2 の定数 r : 35 mm、 S_1 : 2.5 mm、 S_2 : 2 mm、 θ : 0.028 rad、 ΔV : 7 V、 V : 250 V である場合、有効磁場面にイオンを垂直入射させたときは式 2 から分解能 $R = 7$ になるが、20 度斜めに入射させたときは実験では分解能 $R = 11$ になり、またこの場合質量数の異なるイオンを垂直入射させたときと 20 度斜め入射させたときの比は $L_2 / L_1 = 1.5$ で、この値は分解能の比 $11 / 7$ に略一致している。従って、 $L_2 / L_1 = R$ としてイオンを有効磁場面に斜め入射させた形態の磁場偏向型質量分析管の分解能は、 $R = L \cdot r / (S_1 + S_2 + r^2 + r \cdot V / V) \dots \text{式 3}$ と表せることが分かった。そしてこの式 3 に基づき S_1 、 S_2 のスリット幅の一方又は双方を可能な範囲で小さな値にすればより一層分解能を向上させ得る。

30

【0015】

40

図 5 の形態の分析管では、分解能が低く、質量数 19 のフッ素系の気体や質量数 44 の二酸化炭素が多い雰囲気では例えばアルゴンガスをプローブガスとして使用すると、質量数 20 のアルゴン 2 価イオンや質量数 40 のアルゴン 1 価イオンのピークがフッ素系気体や二酸化炭素のピークと接近して確認したいピークを分離できず、漏洩検知を行なえないが、有効磁場面にイオンを斜め入射させ且つイオン引出電極 13 のスリットの幅とコレクタースリット 14 のスリット幅を例えば 0.5 mm に狭めると、分解能 R を例えば 27 に向上させることができる。

【0016】

【実施例】

図 4 及び図 5 に示す偏向角 90 度の永久磁石からなる磁場偏向型分析器 8 を設けた漏洩検

50

知装置であって、その分析管 3 の式 2 に関する定数を $r : 3.5 \text{ mm}$ 、 $S_1 : 2.5 \text{ mm}$ 、 $S_2 : 2 \text{ mm}$ 、 $\theta : 0.028 \text{ rad}$ 、 $V : 7 \text{ V}$ 、 $V_0 : 250 \text{ V}$ としたときの到達圧力約 $1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ での質量スペクトルは、図 8 の曲線 A で示す如くであった。また測定管 2 に約 $10^{-7} \text{ Pa m}^3 / \text{s}$ 台の流量のアルゴンガスを導入し、約 $6 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ としたときの質量スペクトルは図 8 の曲線 B のようになった。尚、これらの測定中には $10^{-9} \text{ Pa m}^3 / \text{s}$ 台の流量のヘリウムガスを流した。

【0017】

同図から質量数 4 のヘリウムガスのピークでの分解能は $R = 11$ であり、計算値の約 1.5 倍になっている。また、アルゴンの 1 価イオンのピーク（質量数 40）、アルゴンの 2 価イオンのピーク（質量数 20）、さらに窒素又は一酸化炭素ピーク、酸素ピーク（質量数 28、32）ははっきりと分離できている。また質量数 4 のヘリウムイオンのピークの高さは 3 ~ 4 倍の値をとる。質量数 19 や 44 が多い雰囲気であると、質量数 20 や 40 は十分に分離できない。そのためイオン引出電極 13 とコレクタースリット 14 のスリット幅を $S_1 = S_2 = 0.5 \text{ mm}$ に狭め、式 3 による計算上の分解能が $R = 27$ となるようにした。そして図 8 の測定時と同条件で質量スペクトルを測定した結果を図 9 に示す。図 9 の曲線 C は到達圧力約 $1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ での質量スペクトル、曲線 D は測定管 2 に約 $10^{-7} \text{ Pa m}^3 / \text{s}$ 台の流量のアルゴンガスを導入し、約 $6 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ としたときの質量スペクトルである。図 9 から質量数 4 のヘリウムでの分解能は $R = 25$ でほぼ計算値と一致する。また、質量数 40 のアルゴンの 1 価イオンのピークと、質量数 20 のアルゴンの 2 価イオンのピーク、さらには窒素または一酸化炭素ピーク、酸素ピークは十分に分離されている。この場合でも二酸化炭素（質量数 44）などの多い雰囲気であると質量数 40 は分離できないが、質量数 20 のピークや質量数 28、32 などのピークは、その他の質量数の気体の多い雰囲気でも分離できる。従って、質量数 20 のアルゴンの 2 価イオンのピーク、または窒素ピーク、酸素ピークを検出することで漏洩を検知することができる。また、図 9 のヘリウムピークの高さは、図 2 の従来の分析管による質量数 4 のヘリウムピークの高さと同等であった。比較のために図 2 の従来の分析管で有効磁場面にイオンを垂直入射させた場合の質量スペクトルを図 10 に示した。図 10 曲線 E は、図 2 の分析管で $r : 40 \text{ mm}$ 、 $S_1 : 2.5 \text{ mm}$ 、 $S_2 : 2 \text{ mm}$ 、 $\theta : 0.028 \text{ rad}$ 、 $V : 7 \text{ V}$ 、 $V_0 : 250 \text{ V}$ の条件ときの到達圧力約 $1 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ の質量スペクトルで、計算上の分解能は $R = 7.8$ である。また、図 10 の曲線 F は同条件でアルゴンガスを導入し圧力を約 $6 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ にしたときの質量スペクトルである。

【0018】

尚、プローブガスとしてアルゴンを選択したときには検出できないような微小な漏洩を検出することの要望があるときは、プローブガスとしてヘリウムを選択することができ、しかもその検出限界は図 2 で表される従来の分析管を使用した場合と同様である。

【0019】

図 9 からは、通常真空中に見られる主だったピークを全て確認することができる。例えば、質量数 16、17、18、28、32 等である。従って、本発明の方法は、漏洩検知ばかりでなく質量数 1 から 50 までの簡易質量測定法としても利用できる。

【0020】

【発明の効果】

以上のように本発明によるときは、漏洩検知用の磁場偏向型質量分析管を構成する永久磁石の磁場偏向型分析器の有効磁場面にイオン化室から引き出されたイオンの中心軸を斜めに入射させ、更にイオン引出電極とコレクタースリットのスリット幅を可能な限り狭めて分解能を向上させるようにしたので、該有効磁場面に対するイオン入射角とスリット幅を調整するだけで簡単に分解能が向上し、従来の比較的小型で簡易な構造の分析管によりアルゴンガス等のヘリウムガス以外の安価なプローブガスを使用して漏洩検知できるから経済的であり、必要に応じてヘリウムガスを使用して微小な漏洩を検知することもでき、漏洩検知の限界も従来のものと遜色がなく、質量分析にも適用できる等の効果がある。

【図面の簡単な説明】

10

20

30

40

50

【図 1】従来の磁場偏向型質量分析管の構成の説明図

【図 2】図 1 の具体的構成の説明図

【図 3】図 1 の分析管を使用した漏洩検知装置の全体の説明図

【図 4】本発明の方法を適用した漏洩検知装置の全体の説明図

【図 5】図 4 の磁場偏向型質量分析管の具体的構成の説明図

【図 6】本発明の方法により 2 種類のイオンを永久磁石に入射させた場合の収束点の軌跡を示す線図

【図 7】従来の垂直に 2 種類のイオンを永久磁石に入射させた場合の収束点の軌跡を示す線図

【図 8】図 5 の磁場偏向型質量分析管の永久磁石にイオンを斜め入射させて分析した質量スペクトルの線図 10

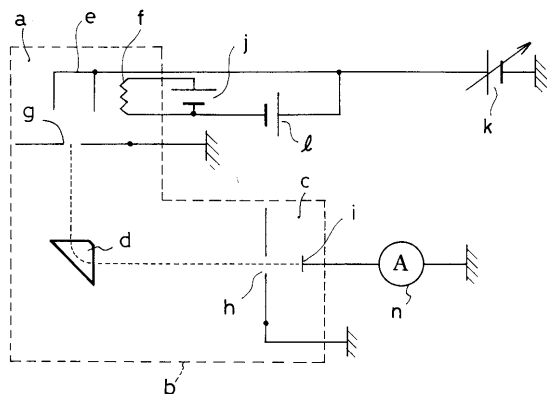
【図 9】図 5 の磁場偏向型質量分析管の永久磁石にイオンを斜め入射させると共にイオン引出電極及びコレクタースリットのスリット幅を狭めて分析した質量スペクトルの線図

【図 10】図 2 の磁場偏向型質量分析管の永久磁石にイオンを垂直入射させて分析した質量スペクトルの線図

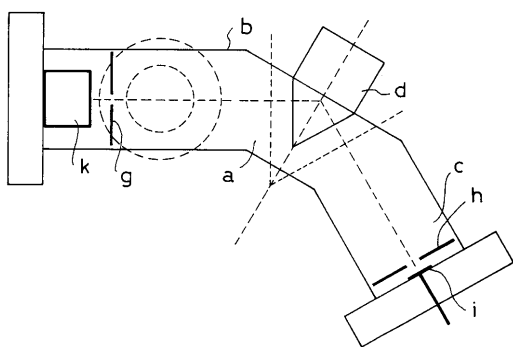
【符号の説明】

1 漏洩検知対象物、3 磁場偏向型質量分析管、6 イオン化室、7 永久磁石、8 磁場偏向型分析器、10 検出室、11 グリッド、12 フィラメント、13 イオン引出電極、14 コレクタースリット、16 イオンコレクター、

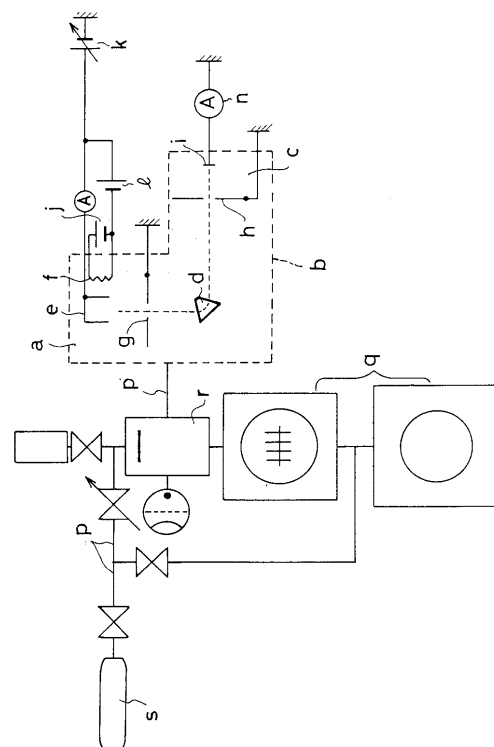
【図 1】



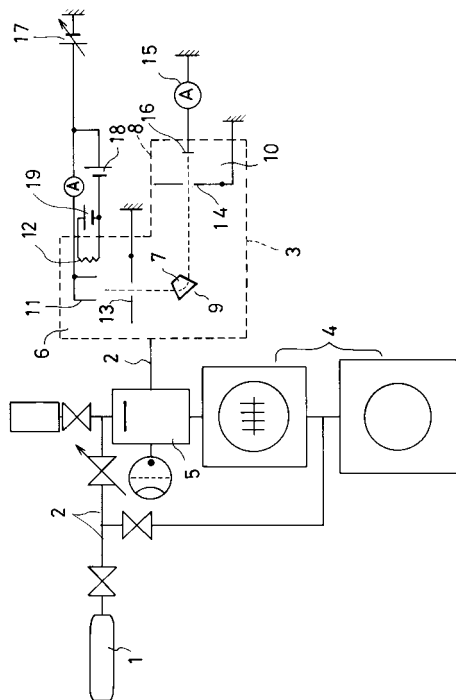
【図 2】



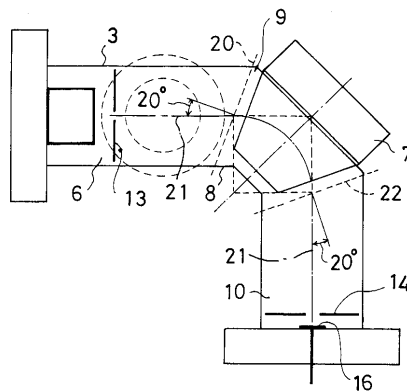
【図 3】



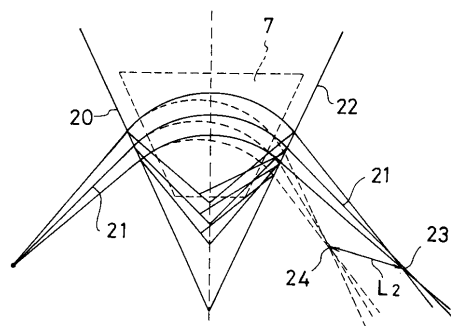
【図4】



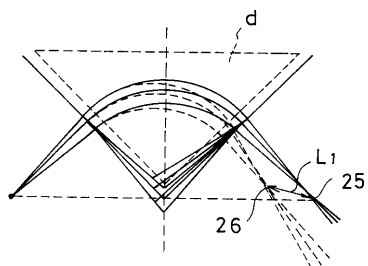
【図5】



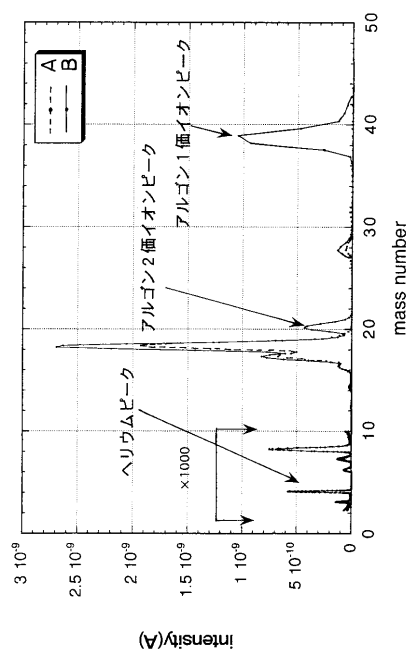
【図6】



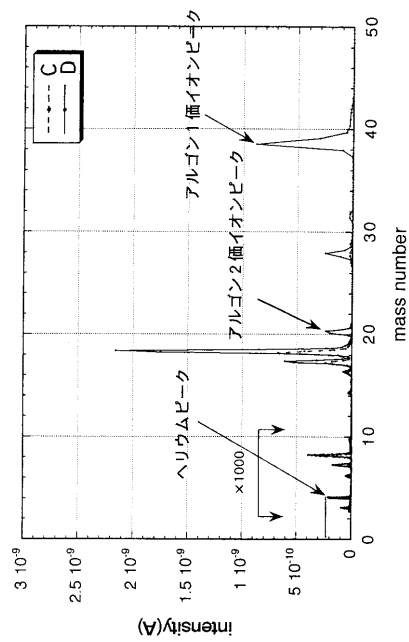
【図7】



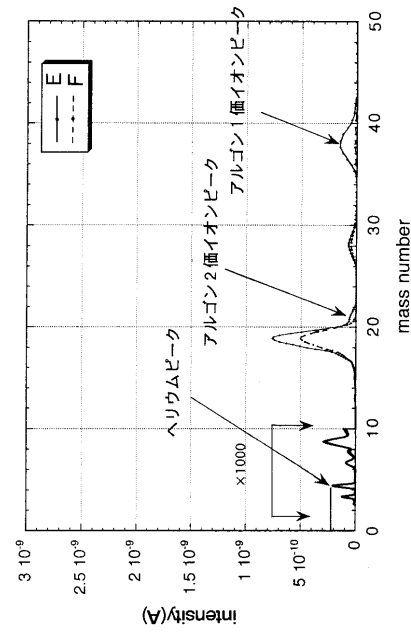
【図8】



【 図 9 】



【 図 10 】



フロントページの続き

審査官 本郷 徹

- (56)参考文献 特開平08-145835(JP,A)
特開平09-325083(JP,A)
特開昭59-063652(JP,A)
特開昭50-132987(JP,A)
特開昭54-050390(JP,A)
特開昭61-237357(JP,A)
実開平6-78838(JP,U)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)

G01M 3/20

G01N 27/62

H01J 49/04

H01J 49/10