200905184

發明專利說明書

（本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫）

※ 申請案號：97109647

※ 申請日期：97/03/19　　※IPC 分類：G01N 21/35 (2006.01)

一、發明名稱：（中文/英文）

氣體濃度之定量分析方法及裝置

METHOD AND APPARATUS FOR GAS CONCENTRATION QUANTITATIVE ANALYSIS

二、申請人：（共 1 人）

姓名或名稱：（中文/英文）

大塚電子股份有限公司

OTSUKA ELECTRONICS CO., LTD.（大塚電子株式会社）

代表人：（中文/英文）

丸山孝 / Takashi MARUYAMA

住居所或營業所地址：（中文/英文）

日本國大阪府枚方市招提田近3丁目26-3

26-3, Shodai-tajika 3-chome, Hirakata-shi, Osaka 573-1132, Japan

國　籍：（中文/英文）

日本 / Japan

三、發明人：（共 2 人）

姓　名：（中文/英文）

(1) 新田哲士 / Satoshi NITTA

(2) 大澤祥宏 / Yoshihiro OSAWA

國　籍：（中文/英文）

(1)~(2) 日本 / Japan

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項☐第一款或☐第二款規定之事實，其事實發生日期為：　年　月　日。

☑ 申請前已向下列國家（地區）申請專利：

【格式請依：受理國家（地區）、申請日、申請案號　順序註記】

☑ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本；2007/03/20；2007-072738
2.
3.
4.
5.

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號　順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料　【格式請依：寄存機構、日期、號碼　順序註記】

國外生物材料　【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼　順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於對混入至氣體中之微量成分的濃度進行定量之方法及裝置。

【先前技術】

在使用有傅立葉變換紅外分光光度計之氣體濃度之定量分析方法中，對試樣氣體中之微量成分氣體之濃度進行定量測定時，提高測定精度係一課題。因此，必須在不受漂移(drift)或雜訊干擾的情況下進行準確的測定。

因此，對計算例如選擇氨氣作為試樣氣體、並選擇水作為微量成分氣體之情況下的吸光度光譜 Abs 的方法進行說明[1]。求出上述氨氣之單光束光譜 SB(Samp)，並求出在水之測定波數區域不具有吸收之背景氣體(background gas)(例如氮氣)的單光束光譜 SB(BG)，根據該等兩種單光束光譜而算出吸光度光譜 Abs。

[專利文獻 1]日本專利特開 2002-22536 號公報

然而，在該方法中，必須使用經 100%去除水分的背景氣體，但獲得經 100%去除水分之背景氣體是不可能的。即使使用純度為 99.9999%(6 N)之氮氣，因其中含有 0.01 ppm 之水分，故仍難以對試樣氣體中之微量水分進行定量。又，因測定試樣氣體之條件與測定背景氣體之條件無法完全相同，故會留下溫度隨著時間經過而變動等導致漂移之要因。

【發明內容】

本發明之目的在於提供一種可減少因試樣氣體或背景氣體之測定而引起之漂移或雜訊，並可準確地測定出僅試樣氣體中所包含之微量成分氣體濃度的氣體濃度之定量分析方法及裝置。

本發明之氣體濃度之定量分析方法係，特別指定試樣氣體與該試樣氣體之測定波數區域，並特別指定上述測定波數區域內不具有吸收之背景氣體，對上述背景氣體進行FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(BG)與合成單光束光譜SSB(BG)，並進行上述試樣氣體之 FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(Samp)與合成單光束光譜 SSB(Samp)，然後根據上述背景氣體之單光束光譜 SB(BG)、上述背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)、上述試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、以及上述試樣氣體之合成單光束光譜 SSB(Samp)，而算出下式表示試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs，

$$DSAbs = -\log[SB(Samp)SSB(BG)/SSB(Samp)SB(BG)] \quad (1),$$

根據該雙重合成吸光度光譜 DSAbs 求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度。

根據該方法，可求出上述 SB(Samp)、SSB(BG)、SSB(Samp)、以及 SB(BG)四種單光束光譜，並可根據該等單光束光譜而算出試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs。該雙重合成吸光度光譜 DSAbs 係自試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs 減去背景氣體之合成吸光度光譜之形

式，其中該試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs 即

SAbs=-log[SB(Samp)/SSB(Samp)]　　(2)，

該背景氣體之合成吸光度光譜即

-logSB(BG)/SSB(BG)　　(3)。

該背景氣體之合成吸光度光譜(3)係將背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)作為基準(reference)而表示的背景氣體之單光束光譜 SB(BG)。

因此，如(3)式，藉由將背景氣體之單光束光譜 SB(BG)除以該背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)，而可獲得經去除漂移或雜訊之影響且僅包含微量成分的背景氣體之吸光度光譜(3)。

另一方面，上述試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs((2)式)係經去除漂移或雜訊之影響而包含微量成分的試樣氣體之吸光度光譜。

因此，藉由自上述試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs((2)式)除以僅該背景氣體之吸光度光譜((3)式)，即，在該等對數之間進行減法運算，可獲得經去除背景氣體中所包含之微量成分、且準確地僅表示試樣氣體之微量成分之雙重合成吸光度光譜 DSAbs((1)式)。

藉此，可獲知微量成分固有之吸光度光譜，因此可使用校準曲線(calibration curve)來求出其濃度。

本發明之氣體濃度之定量分析方法亦可更進一步包括計算試樣氣體之正常吸光度光譜 Abs 之步驟。

又，本發明之氣體濃度之定量分析方法亦可更進一步包

括計算試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs 之步驟。

再者，為了根據雙重合成吸光度光譜 DSAbs 而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度，可使用校準曲線，該校準曲線係規定微量成分濃度已知的氣體之吸光度光譜在上述測定波數區域內的積分值與該微量成分之濃度之關係的資料。

又，本發明之氣體濃度之定量分析裝置係與上述氣體濃度之定量分析方法之發明實質相同之發明裝置。

本發明之上述、或此外其他之優點、特徵以及效果可參照隨附圖式並由以下所述之實施形態而明瞭。

【實施方式】

圖 1 係表示用以進行試樣氣體之定量分析的定量分析裝置。

於該圖 1 中，裝入有試樣氣體之試樣氣體儲氣瓶 11 及裝入有背景氣體之儲氣瓶 13，通過用以調節氣體流量之質量流量控制器 12、開關閥 14，而設置於氣囊(gas cell)15 之氣體入口 IN 上。試樣氣體儲氣瓶 11 與儲氣瓶 13 之切換係藉由安裝於各儲氣瓶 11、13 上之閥來進行。

另一方面，於氣囊 15 之氣體出口 OUT 上連接有調節閥 16、以及形成負壓之真空發生器 17(壓力噴射器亦可)。於真空發生器 17 上連接有空氣或氮氣等之高壓儲氣瓶 25。

如圖 1 所示，氣囊 15 包括圓筒狀之具固定容積之囊室 15a、以及設置於該囊室 15a 兩端面之透光窗 15b、15c。

於囊室 15a 上設置有上述氣體入口 IN 以及氣體出口 OUT，進而設置有與用以測定囊室 15a 內之壓力之壓力轉換器 18 相連之埠。

上述質量流量控制器 12、調節閥 16 以及壓力轉換器 18 之控制線連接於壓力控制部 19。壓力控制部 19 根據壓力轉換器 18 之壓力測定值，而對試樣氣體、背景氣體之流量及調節閥 16 之開關度進行調節，藉此將氣囊 15 內之壓力保持在既定之壓力。

上述透光窗 15b、15c 採用使紅外線穿透之材質，例如自硒化鋅(ZnSe)、二氟化鈣(CaF_2)、及二氟化鋇(BaF_2)中選擇。

上述氣囊 15 由發泡聚苯乙烯等隔熱材料(未圖示)所包圍，以易於保持在既定溫度。又，整個氣囊 15 與紅外線光源 G、分光器 S、紅外線檢測器 D 一併收納於保溫容器(未圖示)中。保溫容器內藉由加熱器(heater)或珀耳帖元件等(Peltier element)而保持在固定溫度。

元件符號 G 表示紅外線光源 G。紅外線之產生可採用任意方式，例如可使用陶瓷加熱器(表面溫度為 450℃)等。再者，亦可附加對紅外線光源 G 所產生之光以固定週期加以遮斷通過之旋轉截波器(chopper)(未圖示)。

又，設置有用以對紅外線之波長進行選擇之分光器 S。分光器 S 之構成可採用使用有凹面繞射光柵之分光器等任意之構成。

自紅外線光源 G 照射而穿過上述分光器 S 並穿過透光窗

15c 後進入至氣囊 15 中之光，穿過上述透光窗 15b 而自氣囊 15 射出，而藉由紅外線檢測器 D 來檢測。上述紅外線檢測器 D 由 DtGs 檢測器(Deuterized triglycine sulfate detector，氘化三甘氨硫酸酯檢測器)、InAs 檢測器或 CCD 元件等而構成。

紅外線檢測器 D 之檢測信號藉由吸光度/濃度測定部 20 來解析。其解析方法將於後述。

上述壓力控制部 19、吸光度/濃度測定部 20 之處理功能係藉由個人電腦運行被記錄於 CD-ROM 或硬碟等既定之媒體中的程式來實現。又，連接於吸光度/濃度測定部 20 之記憶體 20a 藉由在硬碟等記錄媒體內所製成之可寫入/讀出之檔案而實現。

於以上之測定系統中，將儲存於儲氣瓶 11、13 中之試樣氣體或背景氣體引導至氣囊 15 之中。藉由壓力轉換器 18，對氣囊 15 內部進行壓力測定。然後，藉由上述壓力控制部 19，對上述質量流量控制器 12 以及上述調節閥 16 進行控制，以使上述壓力測定值達到目標值。藉由該反饋控制，而使氣囊 15 內部最終保持在所需之固定壓力。

於該狀態下，自上述紅外線光源 G 照射光，使上述分光器 S 進行光譜掃描，並藉由上述紅外線檢測器 D 來讀取穿透氣囊 15 後之光強度。以此方式，可對填充於氣囊 15 內之試樣氣體或背景氣體之光譜光強度進行測定。

圖 2 係表示干涉儀 S 之內部構造的圖。如圖所示，採用麥克森干涉儀來作為干涉儀 S。此處，對麥克森干涉儀之

測定原理進行簡單說明。

所謂「干涉」，是指兩個光波重疊時相互增強或相互削弱之現象。干涉儀係使該干涉產生之光學裝置。通常，其具有如下構造：將自光源發出之光分成數個光程，使兩者間產生光程差並再次進行合成，藉此引起干涉。

干涉儀 S 由半透鏡(分光鏡 BS)、1 片經固定之固定鏡 Mf 及 1 片可移動之鏡 Mm 而構成。分光鏡 BS 具有使自紅外線光源 G 入射之一部分光穿透，使剩餘部分之光反射，而將光分割成兩部分之作用。經入射至干涉儀 S 之光束首先經分光鏡 BS 而分割成兩部分光束，分割成之兩部分光束分別由固定鏡 Mf、鏡 Mm 反射後，返回至分光鏡 BS，並藉由分光鏡 BS 而再次合成。將兩部分光束之光程差設為 x。

混合有各種波數之光係入射至干涉儀 S 中。若將合成光之強度 I(x)表示為光程差 x 之函數，則如下所示：

$$I(x)=\int B(\nu)(1+\cos 2\pi\nu x)d\nu \qquad (4)$$

(ν 係波數，對 $\nu=0$ 至無限大作積分，$B(\nu)$係波數光譜)。該式(4)包括直流分量與交流分量，若改變交流分量，則 I(x)如下所示：

$$I(x)=\int B(\nu)\cos 2\pi\nu x d\nu \qquad (5)。$$

該式(5)稱為「干涉圖(Interferogram)」，藉由對該干涉圖進行傅立葉變換，而獲得波數光譜 $B(\nu)$。

$$B(\nu)=\int I(x)\cos 2\pi\nu x dx \qquad (6)$$

理論上對 x＝負無限大至正無限大作積分。將該波數光

譜 B(ν)稱作「單光束光譜」。即使上述「無限大」之值並不太大，只要達到 x＝0 左右之 I(x)之強度高之部分，即可獲得充分準確之光譜，因此，實際上將積分範圍設為 x＝0 至上限值 x_0 即可。上限值 x_0 例如為 1 cm。

當利用上述(6)式進行積分計算時，藉由減少 x 之點數進行傅立葉變換，而獲得解析度有意降低之光譜。將該光譜稱作「合成單光束光譜」。該合成單光束光譜係經去除由微量成分(雜質)而產生之微細凹凸的光譜。

本發明之氣體濃度之定量分析方法中，於吸光度光譜/濃度測定部 20 中，根據如下圖 3 所示之步驟進行資料處理。

於本發明之實施形態中，首先，選擇在微量成分(雜質)之測定波數區域不具有吸收之氮氣 N_2 作為背景氣體，並選擇氨氣作為試樣氣體。在氨氣中加入水作為微量成分(雜質)。又，在作為背景氣體之氮氣中，亦加入極少量(4 N～6 N 之級別)之水作為微量成分(雜質)。對該氨氣中之水之濃度進行定量。

再者，實施本發明時，對氣體之選定並不限於上述情況。亦可選擇其他種類之氣體來作為背景氣體、試樣氣體。例如，可舉出如氬氣的紅外惰性氣體作為背景氣體，且可舉出 HCl(氯化氫)等作為試樣氣體。

參照圖 3，首先，測定者制訂用以對氣體濃度進行定量之解析方法，並將該解析方法登錄於記憶體 20a 中(步驟 S1)。該解析方法中具有如下模式：使用背景氣體與試樣

氣體之單光束光譜來進行解析之解析方法「通常模式」；使用試樣氣體之單光束光譜與合成單光束來進行解析之解析方法「合成模式」；以及使用背景氣體與試樣氣體之單光束光譜及合成單光束來進行解析之「雙重合成模式」。於登錄各解析方法之前，事先亦對測定濃度已知氣體之吸光度光譜而獲得之校準曲線資料進行分別設定並登錄。

當利用通常模式進行解析時，特別指定背景氣體與試樣氣體之種類，並分別測定該等氣體之干涉圖，對該等干涉圖進行傅立葉變換而分別求出單光束光譜，並根據該等算出試樣氣體之吸光度光譜(稱作正常吸光度光譜)。

當利用合成模式進行解析時，特別指定試樣氣體之種類，求出試樣氣體之單光束光譜，並根據此求出正常吸光度光譜，並且求出試樣氣體之合成單光束光譜，然後根據該等算出吸光度光譜(稱作合成吸光度光譜)。

於雙重合成模式下，特別指定試樣氣體、背景氣體之種類，求出背景氣體之單光束光譜，根據此算出正常吸光度光譜，並且求出試樣氣體之單光束光譜，根據此算出正常吸光度光譜，然後求出背景氣體之合成單光束光譜，根據此算出合成吸光度光譜，然後求出試樣氣體之合成單光束光譜，根據此算出合成吸光度光譜。接著，根據該等吸光度光譜算出雙重合成吸光度光譜。

其次，設定測定條件(步驟 S2)。測定條件中包括解析度、測定波數區域。解析度例如自 0.5 cm^{-1}～2 cm^{-1} 中選

定，因求出合成單光束光譜時與求出單光束光譜時的解析度有所不同，故針對此兩種情況而分別設定解析度。合成單光束光譜之解析度更低。關於測定波數區域，係選定一個或數個存在微量成分(雜質)之高峰值的區域，而當選定數個測定波數區域時，為了提高測定靈敏度，而自存在微量成分(雜質)之高峰值之區域開始依序選定。

其次，設定所保存之光譜種類(步驟 S3)。所保存之光譜係自干涉圖、單光束光譜、正常吸光度光譜、合成單光束光譜、合成吸光度光譜、及雙重合成吸光度光譜中選擇一種或數種。

其次，選擇解析方法(步驟 S4)。解析方法係自上述通常模式、合成模式、或雙重合成模式中選擇。

其次，根據所選擇之解析方法來進行測定及解析(步驟 S6～S8)。參照圖 4，詳細說明該測定解析內容。

圖 4 係用以說明正常吸光度光譜、合成吸光度光譜、以及本發明所獨特的雙重合成吸光度光譜之求出方法的步驟圖。

當以通常模式進行測定及解析時，進行背景氣體之 FTIR 測定而獲得干涉圖(步驟 T1)，求出單光束光譜 SB(BG)(步驟 T2)。其次，進行試樣氣體之 FTIR 測定而獲得干涉圖(步驟 T4)，求出單光束光譜 SB(Samp)(步驟 T5)。接著，對該等單光束光譜進行除法運算而求出正常吸光度光譜 Abs(步驟 T7)。

$$Abs=-\log SB(Samp)/SB(BG) \qquad (7)$$

該正常吸光度光譜表示以背景氣體之單光束光譜為基準之試樣氣體之單光束光譜。

用以對微量成分(雜質)氣體進行定量測定之試樣氣體有數種，對該等各試樣氣體均於一日內進行測定。因此，在一日內對試樣氣體進行數次測定。然而，對背景氣體之測定則通常係一日一次。因此，當根據正常吸光度光譜((7)式)對試樣氣體中所包含之微量成分(雜質)氣體進行定量測定時，則難以消除因溫度等之變動(漂移)而引起之干擾。

當以合成模式進行測定及解析時，進行試樣氣體之FTIR測定而獲得干涉圖(步驟 T4)，求出單光束光譜SB(Samp)(步驟T5)。其次，進行試樣氣體之FTIR測定而獲得干涉圖，求出合成單光束光譜SSB(Samp)(步驟T6)。接著，對該等單光束光譜進行除法運算而求出合成吸光度光譜SAbs(步驟T8)。

$$SAbs=-\log SB(Samp)/SSB(Samp) \qquad (8)$$

該合成吸光度光譜SAbs對包含微量成分(雜質)之試樣氣體而言，係表示以該試樣氣體之合成單光束光譜SSB(Samp)為基準之該試樣氣體之單光束光譜SB(Samp)。如上所述，合成單光束光譜SSB(Samp)係經去除由微量成分(雜質)而產生微細凹凸之光譜。合成單光束光譜SSB(Samp)與單光束光譜SB(Samp)係基於同時測定之同一資料而獲得的，合成單光束光譜SSB(Samp)具有去除因溫度等的變動成分而引起之干擾的功能。藉此，對包含微量

成分(雜質)之試樣氣體而言，可獲得已消除雜訊或漂移之影響、且包含該微量成分(雜質)的吸光度光譜。

當以雙重合成模式進行測定及解析時，獲得背景氣體之干涉圖(步驟 T1)，求出單光束光譜 SB(BG)(步驟 T2)。其次，根據背景氣體之干涉圖，求出合成單光束光譜 SSB(BG)(步驟 T3)。其次，獲得試樣氣體之干涉圖(步驟 T4)，求出單光束光譜 SB(Samp)(步驟 T5)。其次，根據試樣氣體之干涉圖，求出合成單光束光譜 SSB(Samp)(步驟 T6)。

接著，根據該等背景氣體之單光束光譜 SB(BG)、背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)、試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、試樣氣體之合成單光束光譜 SSB(Samp)，來計算雙重合成吸光度光譜 DSAbs(步驟 T9)。

$$DSAbs = -\log[SB(Samp)SSB(BG)/SSB(Samp)SB(BG)]$$
$$= -[\log SB(Samp)/SSB(Samp) - \log SB(BG)/SSB(BG)] \quad (9)$$

由該雙重合成吸光度光譜之函數式(9)可知，該雙重合成吸光度光譜 DSAbs 係自合成吸光度光譜 SAbs((8)式)減去背景氣體之合成吸光度光譜之形式，其中該背景氣體之合成吸光度光譜即

$$-\log SB(BG)/SSB(BG) \quad (10)。$$

該背景氣體之合成吸光度光譜((10)式)係以背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)為基準而表示的背景氣體之單光束光譜 SB(BG)。藉由將該背景氣體之單光束光譜 SB(BG)

除以該背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)，可獲得經去除因溫度等的變動成分而引起之干擾的背景氣體之吸光度光譜(10)式。

如上所述，於背景氣體中，添加有極少量(4 N～6 N之級別)之微量成分(雜質)。

而且，藉由自上述試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs((8)式)除以僅該背景氣體之吸光度光譜((10)式)，即，在該等對數間進行減法運算，而可獲得經去除背景氣體內之微量成分(雜質)且僅含有試樣氣體之微量成分(雜質)的雙重合成吸光度光譜 DSAbs((9)式)。

藉此，可準確地獲知試樣氣體中所包含微量成分(雜質)之吸光度光譜。

其次，將該微量成分(雜質)之吸光度光譜適用於已於同一溫度、同一壓力等的條件下而作成的校準曲線中，以求出微量成分(雜質)之濃度。

此處，所謂「校準曲線」，係規定測定波數區域內之吸光度光譜之積分值與氣體濃度之關係的資料。校準曲線係使用微量成分濃度已知之氣體與該氣體之吸光度光譜而作成。試著改變微量成分氣體之濃度，來測定該氣體之吸光度光譜。將橫軸設為微量成分氣體之濃度，將縱軸設為上述「測定波數區域中之吸光度光譜之積分值」，而製成圖表，使用最小平方法等來決定曲線形狀。將該曲線形狀之資料記憶於吸光度/濃度測定部 20 之記憶體 20a 中。

如上所述，可使用校準曲線，來定量地求出試樣氣體中

所包含濃度未知的微量成分(雜質)之濃度。

<實施例 1>

選擇氮氣作為背景氣體，並選擇氨氣作為試樣氣體，來進行對干涉圖、單光束光譜、合成單光束光譜、及吸光度光譜之測定，因此使用圖表(圖 5～圖 13)來進行說明。說明中之[A]、[B]等係對應於圖 4 中之符號。於單光束光譜之情況下，解析度選為 2 cm^{-1}，於合成單光束光譜之情況下，解析度選為 8cm^{-1}，且測定波數區域選為 3,000 cm^{-1}(3.3 μm)～4,500 cm^{-1}(2.2 μm)之範圍內。

圖 5 係背景氣體之干涉圖[A]。橫軸表示鏡 Mm 之移動距離(單位：點，於本實施例中，1 點相當於 1.25 μm)。鏡 Mm 進行往返移動，於圖表中，分別以最大移動距離而表示有折返前之「往」與折返後之「返」。利用縱線表示光程差 x＝0 之點。

圖 6 係試樣氣體之干涉圖[B]。與圖 5 相比，於 x=0 之點附近出現有微量成分(雜質)即水的信號。

圖 7 表示背景氣體之單光束光譜[C]。此係對背景氣體之干涉圖[A]進行傅立葉變換處理而得者。

圖 8 表示背景氣體之合成單光束光譜[D]。此係對背景氣體之干涉圖[A]降低解析度而進行傅立葉變換處理所得者。

圖 9 表示試樣氣體之單光束光譜[E]。此係對試樣氣體之干涉圖[B]進行傅立葉變換處理而得者。

圖 10 表示試樣氣體之合成單光束光譜[F]。此係對試樣

氣體之干涉圖[B]降低解析度而進行傅立葉變換處理所得者。

圖 11 係試樣氣體之正常吸光度光譜 Abs 之圖表。該圖表係根據圖 7 之圖表[C]與圖 9 之圖表[E]計算而成。根據該圖表，沿著橫軸，正常吸光度光譜 Abs 之平均值或直流成分發生變動，而觀察到漂移。

圖 12 係試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs 之圖表。其係根據圖 9 之圖表[E]與圖 10 之圖表[F]計算而成。根據該圖表，沿著橫軸，正常吸光度光譜 Abs 之平均值或直流成分未發生變動，而未出現漂移。

圖 13 係試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs 之圖表。其係根據圖 7 之圖表[C]、圖 8 之圖表[D]、圖 9 之圖表[E]、及圖 10 之圖表[F]計算而成。於圖 12、圖 13 中，實際解析所使用之波數區域處於 3659 cm^{-1} 至 3681 cm^{-1} 附近。於該波數區域中，藉由背景氣體進行校正，而使雜訊得到減少。

<實施例 2>

選擇氮氣作為背景氣體，並選擇空氣作為試樣氣體，而對干涉圖、單光束光譜、合成單光束光譜、及正常吸光度光譜進行測定，因此使用圖表(圖 14～圖 22)來進行說明。說明中之[A]、[B]等係對應於圖 4 中之符號。於單光束光譜測定之情況下，解析度選為 2 cm^{-1}，於合成單光束光譜測定之情況下，解析度選為 8 cm^{-1}，且測定波數區域選為 600 cm^{-1}(3.3 μm)～4,500 cm^{-1}(2.2 um)之範圍內。

圖 14 係背景氣體之干涉圖[A]。橫軸表示鏡 Mm 之移動距離(單位：點，於本實施例中，1 點相當於 1.25 μm)。鏡 Mm 進行往返移動，於圖表中，分別以最大移動距離表示折返前之「往」與折返後之「返」。利用縱線表示光程差 x＝0 之點。

圖 15 係試樣氣體之干涉圖[B]。

圖 16 表示背景氣體之單光束光譜[C]。此係對背景氣體之干涉圖[A]進行傅立葉變換處理而得者。於 1,500 cm^{-1} 附近，出現有作為微量成分(雜質)之水或二氧化碳之光譜。其原因在於，於作為背景氣體之氮氣中，亦添加有極少量(4 N～6 N 之級別)之水或二氧化碳作為微量成分(雜質)。

圖 17 表示背景氣體之合成單光束光譜[D]。其係對背景氣體之干涉圖[A]進行降低解析度之傅立葉變換處理而得者。與圖 16 相比，微量成分(雜質)之水或二氧化碳之信號消失。

圖 18 表示試樣氣體之單光束光譜[E]。其係對試樣氣體之干涉圖[B]進行傅立葉變換處理而得者。藉由進行傅立葉變換處理，而出現空氣中水分、CO_2 之吸收。

圖 19 表示試樣氣體之合成單光束光譜[F]。其係對試樣氣體之干涉圖[B]減少點數並降低解析度而進行傅立葉變換處理所得者。與圖 18 相比，微量成分(雜質)之水或二氧化碳之信號(1,500 cm^{-1} 附近)消失。

圖 20 係試樣氣體之正常吸光度光譜 Abs 之圖表。其係

根據圖 16 之圖表[C]與圖 18 之圖表[E]計算而成。根據該圖表，沿著橫軸，正常吸光度光譜 Abs 之平均值或直流成分發生變動，而明顯地觀察到漂移。

圖 21 係試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs 之圖表。其係根據圖 18 之圖表[E]與圖 19 之圖表[F]計算而成的之使用有合成背景氣體的吸收光譜。與圖 20 相比，沿著橫軸，正常吸光度光譜 Abs 之平均值或直流成分未發生變動，而消除漂移之影響。

圖 22 係試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs 之圖表。其係根據圖 16 之圖表[C]、圖 17 之圖表[D]、圖 18 之圖表[E]、及圖 19 之圖表[F]計算而成。與圖 21 之圖表相比可知，藉由背景氣體進行校正，而使雜訊減少。

【圖式簡單說明】

圖 1 係表示用以測定試樣氣體之定量分析裝置的概略圖。

圖 2 係表示干涉儀 S 之內部構造的光程圖。

圖 3 係表示本發明之氣體濃度之定量分析步驟的流程圖。

圖 4 係用以說明正常吸光度光譜、合成吸光度光譜、以及雙重合成吸光度光譜之計算方法的步驟圖。

圖 5 係表示實施例 1 之背景氣體之干涉圖[A]的圖表。

圖 6 係表示實施例 1 之試樣氣體之干涉圖[B]的圖表。

圖 7 係表示實施例 1 之背景氣體之單光束光譜[C]的圖表。

圖 8 係表示實施例 1 之背景氣體之合成單光束光譜[D]的圖表。

圖 9 係表示實施例 1 之試樣氣體之單光束光譜[E]的圖表。

圖 10 係表示實施例 1 之試樣氣體之合成單光束光譜[F]的圖表。

圖 11 係實施例 1 之試樣氣體之正常吸光度光譜的圖表。

圖 12 係實施例 1 之試樣氣體之合成吸光度光譜的圖表。

圖 13 係實施例 1 之試樣氣體之雙重合成吸光度光譜的圖表。

圖 14 係表示實施例 2 之背景氣體之干涉圖[A]的圖表。

圖 15 係表示實施例 2 之試樣氣體之干涉圖[B]的圖表。

圖 16 係表示實施例 2 之背景氣體之單光束光譜[C]的圖表。

圖 17 係表示實施例 2 之背景氣體之合成單光束光譜[D]的圖表。

圖 18 係表示實施例 2 之試樣氣體之單光束光譜[E]的圖表。

圖 19 係表示實施例 2 之試樣氣體之合成單光束光譜[F]的圖表。

圖 20 係表示實施例 2 之試樣氣體之正常吸光度光譜的圖表。

圖 21 係實施例 2 之試樣氣體之合成吸光度光譜的圖表。

圖 22 係實施例 2 之試樣氣體之雙重合成吸光度光譜的

圖表。

【主要元件符號說明】

11	試樣氣體儲氣瓶
12	質量流量控制器
13	儲氣瓶
14	開關閥
15	氣囊
15a	囊室
15b、15c	透光窗
16	調節閥
17	真空發生器
18	壓力轉換器
19	壓力控制部
20	吸光度/濃度測定部
20a	記憶體
25	高壓儲氣瓶
BS	分光鏡
D	紅外線檢測器
G	紅外線光源
IN	氣體入口
Mf	固定鏡
Mm	鏡
OUT	氣體出口
S	分光器

五、中文發明摘要：

本發明之氣體濃度之定量分析方法係進行背景氣體之FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(BG)[C]與合成單光束光譜 SSB(BG)[D]，並進行試樣氣體之 FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(Samp)[E]與合成單光束光譜 SSB(Samp)[F]，以算出由下式表示試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs(步驟 T9)，而求出上述試樣氣體中之微量成分(雜質)之濃度。

DSAbs＝-log[SB(Samp)SSB(BG)/SSB(Samp)SB(BG)]

六、英文發明摘要：

An FTIR measurement is conducted on a background gas to obtain a single beam spectrum SB(BG)[C] and a synthetic single beam spectrum SSB(BG)[D], and an FTIR measurement is conducted on a sample gas to obtain a single beam spectrum SB(Samp)[E] and a synthetic single beam spectrum SSB(Samp)[F]. A double synthetic absorbance spectrum DSAbs of the sample gas as expressed by the following formula (Step T9) is calculated to obtain a concentration of a trace component (impurity) contained in the sample gas：

$$DSAbs = -\log[SB(Samp)SSB(BG)/SSB(Samp)SB(BG)]$$

十、申請專利範圍：

1.一種氣體濃度之定量分析方法，係使用 FTIR(傅立葉變換紅外分光光度計)來定量地求出試樣氣體中之濃度未知的微量成分之濃度的方法；其特徵在於，其包括：

特別指定(specifying)試樣氣體與該試樣氣體之測定波數區域之步驟；

特別指定在上述測定波數區域不具吸收之背景氣體之步驟；

進行上述背景氣體之 FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(BG)與合成單光束光譜 SSB(BG)之步驟；

進行上述試樣氣體之 FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(Samp)與合成單光束光譜 SSB(Samp)之步驟；

根據上述背景氣體之單光束光譜 SB(BG)、上述背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)、上述試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、以及上述試樣氣體之合成單光束光譜 SSB(Samp)，而求出由下式表示試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs 之步驟，

DSAbs＝-log[SB(Samp)SSB(BG)/SSB(Samp)SB(BG)]；以及

根據該雙重合成吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度之步驟。

2.如申請專利範圍第 1 項之氣體濃度之定量分析方法，其中，

更進一步包括的步驟是根據上述試樣氣體之單光束光

譜 SB(Samp)、以及上述背景氣體之單光束光譜 SB(BG)，而算出由下式表示試樣氣體之正常吸光度光譜 Abs，

Abs=-logSB(Samp)/SB(BG)，

並根據該正常吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度。

3.如申請專利範圍第 1 項之氣體濃度之定量分析方法，其中，

更進一步包括的步驟是根據上述試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、以及上述試樣氣體之合成單光束光譜 SSB(Samp)，而算出由下式表示試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs，

SAbs=-logSB(Samp)/SSB(Samp)，

並根據該合成吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度。

4.如申請專利範圍第 1 項之氣體濃度之定量分析方法，其中，

更進一步包括：

根據上述試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、以及上述背景氣體之單光束光譜 SB(BG)，而算出由下述式表示試樣氣體之正常吸光度光譜 Abs，

Abs=-logSB(Samp)/SB(BG)，

並根據該正常吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度之步驟；以及

根據上述試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、以及上述

試樣氣體之合成單光束光譜 SSB(Samp)，而算出由下式表示試樣氣體之合成吸光度光譜 SAbs，

SAbs=-logSB(Samp)/SSB(Samp)，

並根據該合成吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度之步驟。

5.如申請專利範圍第 1 項之氣體濃度之定量分析方法，其中，

根據上述雙重合成吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度的步驟，係包括將上述雙重合成吸光度光譜適用於校準曲線的步驟，而該校準曲線係規定微量成分濃度已知的氣體之吸光度光譜在上述測定波數區域內的積分值與該微量成分之濃度之關係的資料。

6.一種氣體濃度之定量分析裝置，係使用 FTIR 來定量地求出試樣氣體中之濃度未知之微量成分之濃度的裝置；其特徵在於，其包括：

FTIR 測定裝置；

特別指定試樣氣體與該試樣氣體之測定波數區域的手段；

特別指定在上述測定波數區域不具有吸收之背景氣體的手段；

進行上述背景氣體之 FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(BG)與合成單光束光譜 SSB(BG)的手段；

進行上述試樣氣體之 FTIR 測定而求出單光束光譜 SB(Samp)與合成單光束光譜 SSB(Samp)的手段；

根據上述背景氣體之單光束光譜 SB(BG)、上述背景氣體之合成單光束光譜 SSB(BG)、上述試樣氣體之單光束光譜 SB(Samp)、以及上述試樣氣體之合成單光束光譜 SSB(Samp)，而求出由下式表示試樣氣體之雙重合成吸光度光譜 DSAbs 之手段，

DSAbs=-log[SB(Samp)SSB(BG)/SSB(Samp)SB(BG)]；以及

根據該雙重合成吸光度光譜而求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度的手段。

7. 如申請專利範圍第 6 項之氣體濃度之定量分析裝置，其中，

求出上述試樣氣體中之微量成分之濃度的手段係將上述雙重合成吸光度光譜適用於校準曲線者，該校準曲線係規定微量成分濃度已知的氣體之吸光度光譜在上述測定波數區域內的積分值與該微量成分之濃度之關係的資料。

十一、圖式：

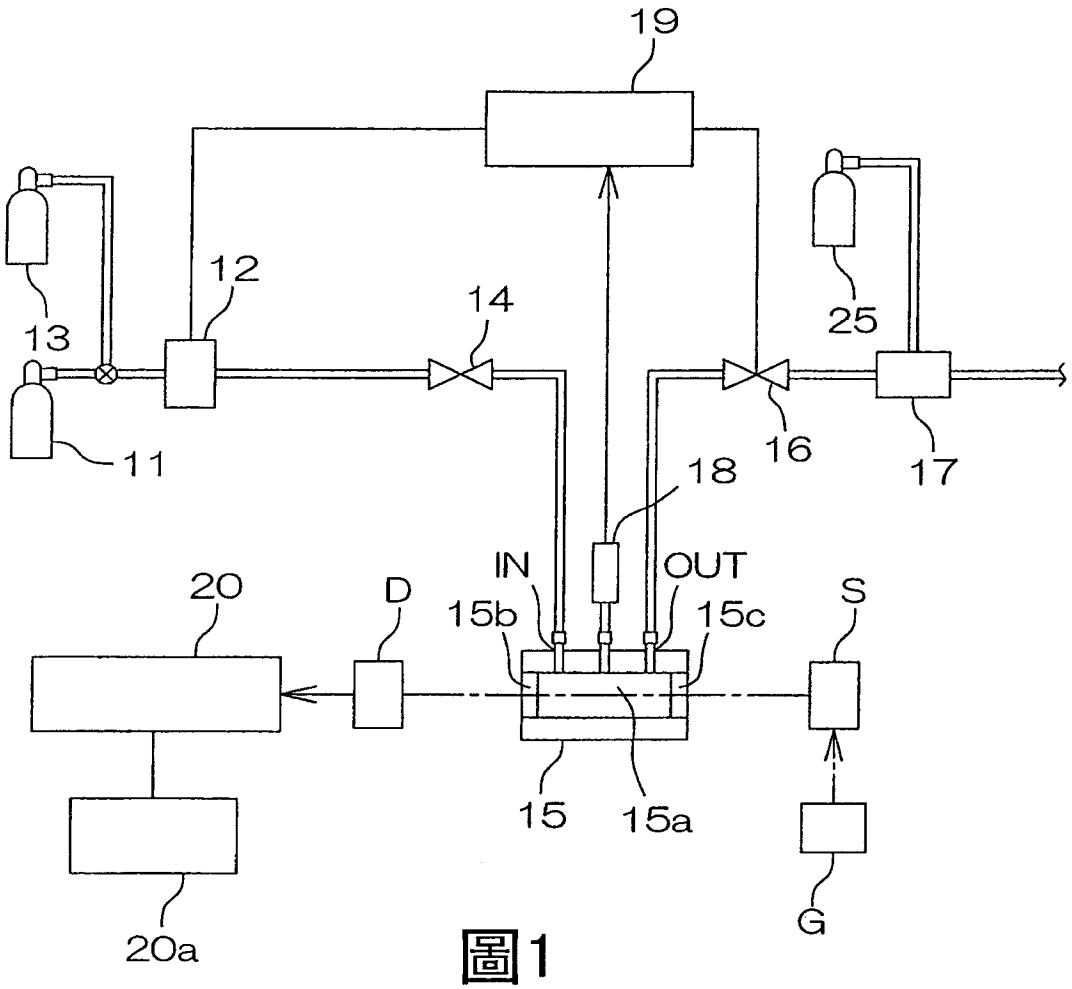

19
12
13
14
25
11
16
17
18
IN
OUT
20
D
15b
15c
S
15
15a
G
20a

圖1

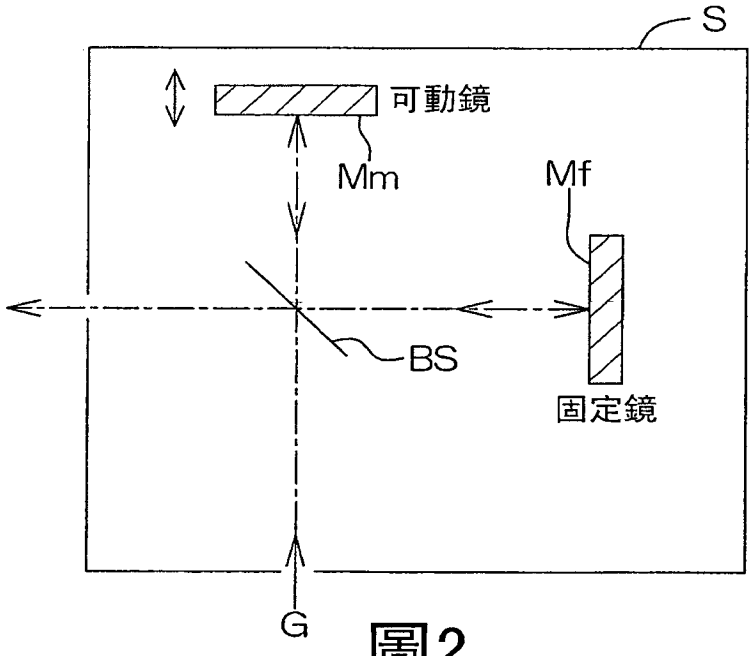

S
可動鏡
Mm
Mf
BS
固定鏡
G

圖2

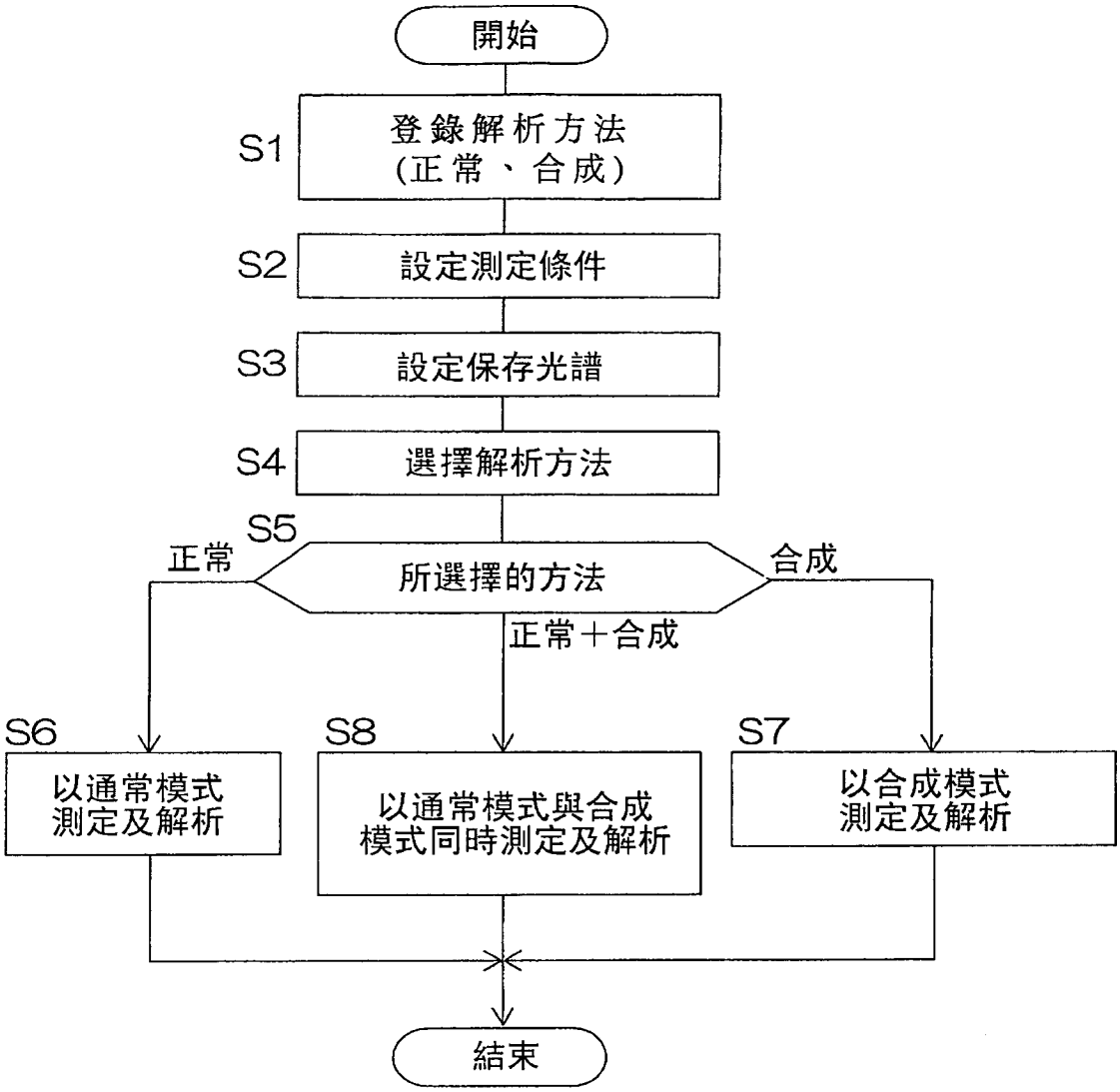

開始
S1
登錄解析方法
(正常、合成)
S2
設定測定條件
S3
設定保存光譜
S4
選擇解析方法
S5
正常
所選擇的方法
合成
正常＋合成
S6
以通常模式
測定及解析
S8
以通常模式與合成
模式同時測定及解析
S7
以合成模式
測定及解析
結束

圖3

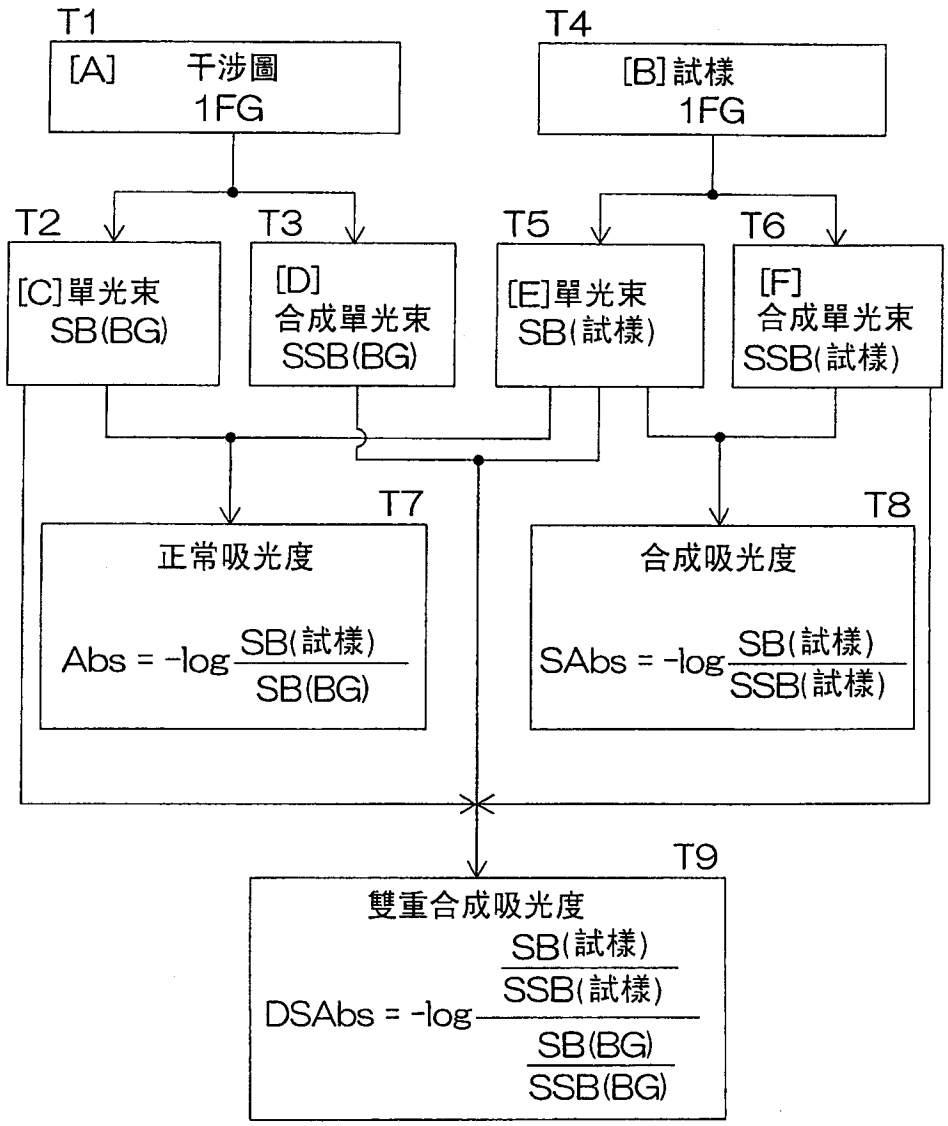

T1
[A] 干涉圖
1FG
T4
[B]試樣
1FG
T2
[C]單光束
SB(BG)
T3
[D]
合成單光束
SSB(BG)
T5
[E]單光束
SB(試樣)
T6
[F]
合成單光束
SSB(試樣)
T7
正常吸光度
Abs = -log SB(試樣) / SB(BG)
T8
合成吸光度
SAbs = -log SB(試樣) / SSB(試樣)
T9
雙重合成吸光度
DSAbs = -log (SB(試樣)/SSB(試樣)) / (SB(BG)/SSB(BG))

圖4

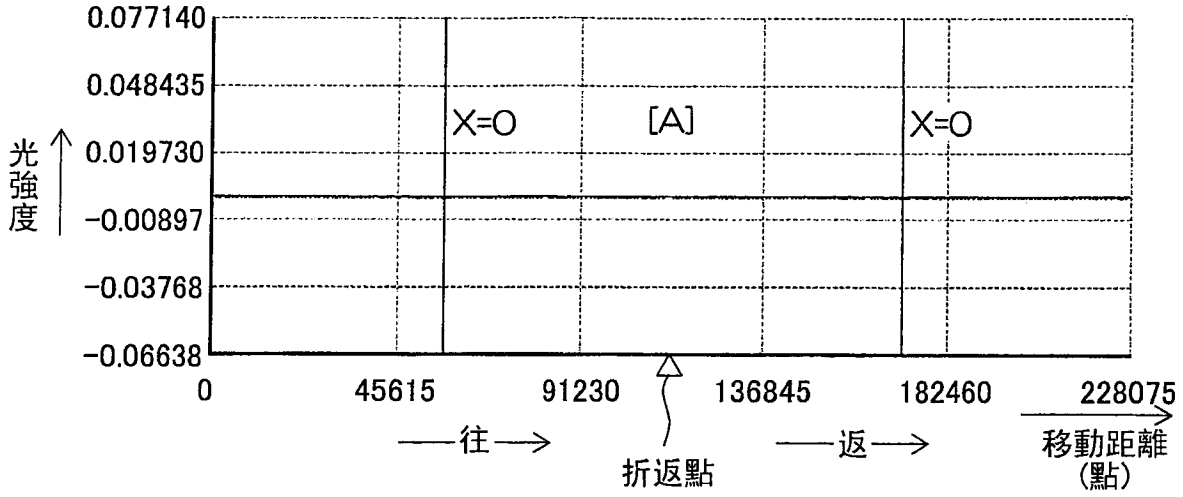

0.077140
0.048435
0.019730
-0.00897
-0.03768
-0.06638
光強度
X=0
[A]
X=0
0
45615
91230
136845
182460
228075
往
返
折返點
移動距離
(點)

圖5

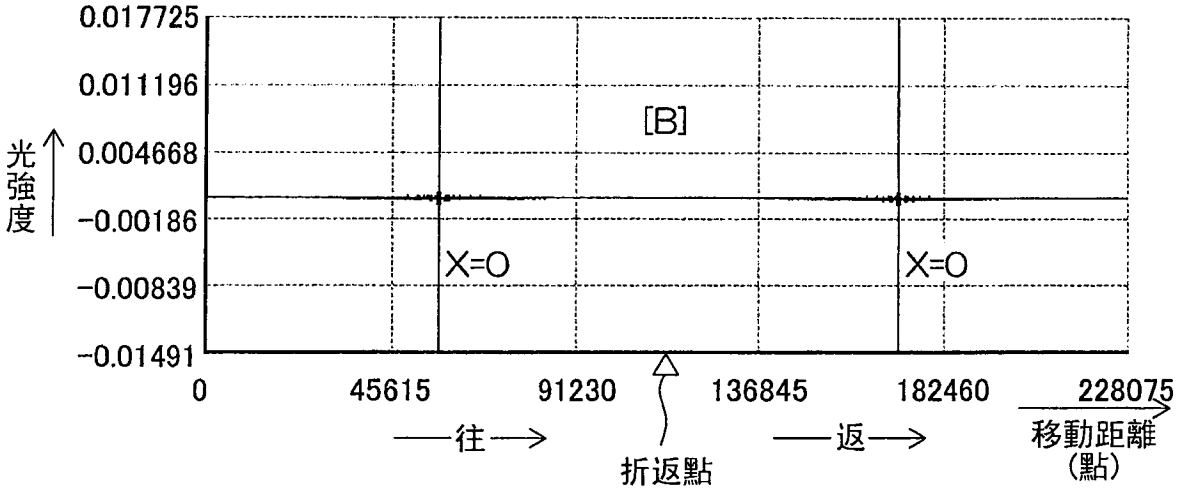

0.017725
0.011196
0.004668
-0.00186
-0.00839
-0.01491
光強度
[B]
X=0
X=0
0
45615
91230
136845
182460
228075
往
返
折返點
移動距離
(點)

圖6

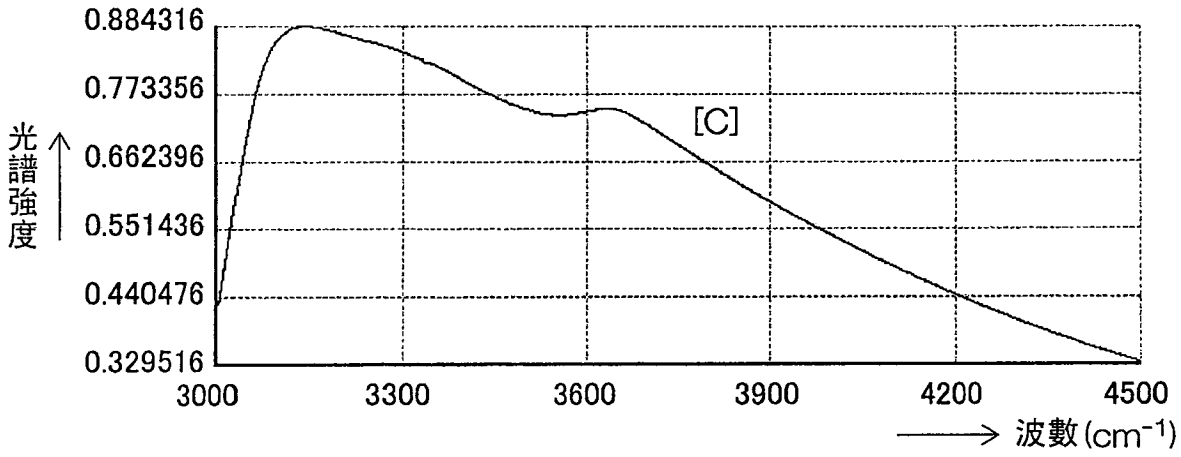

0.884316
0.773356
0.662396
0.551436
0.440476
0.329516
光譜強度
[C]
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數 (cm-1)

圖7

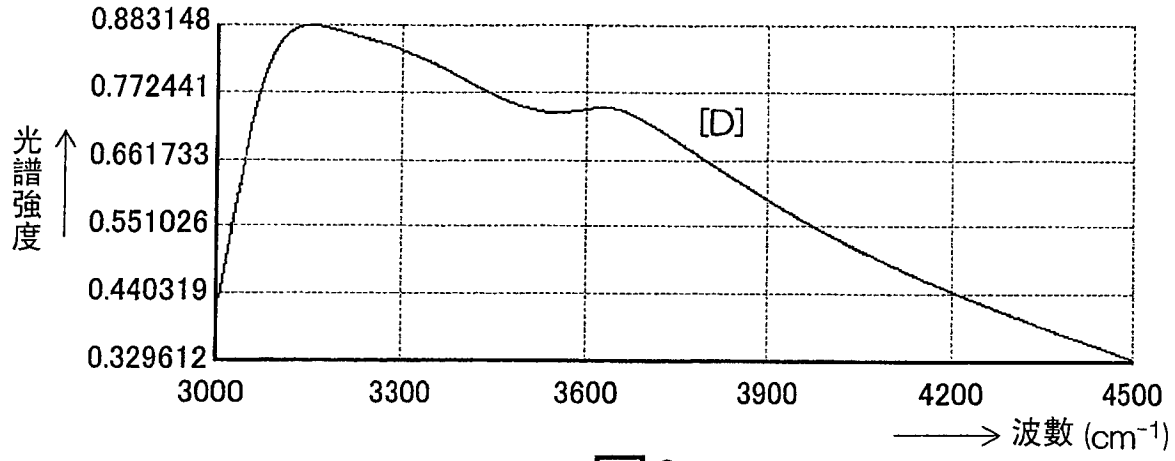

0.883148
0.772441
0.661733
0.551026
0.440319
0.329612
光譜強度
[D]
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數 (cm-1)

圖8

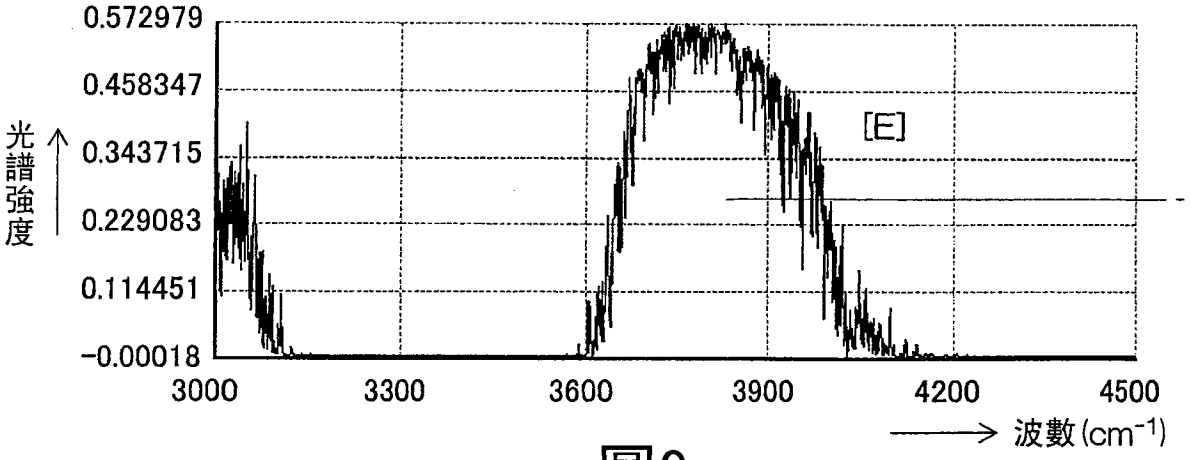

0.572979
0.458347
0.343715
0.229083
0.114451
-0.00018
光譜強度
[E]
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數(cm-1)

圖9

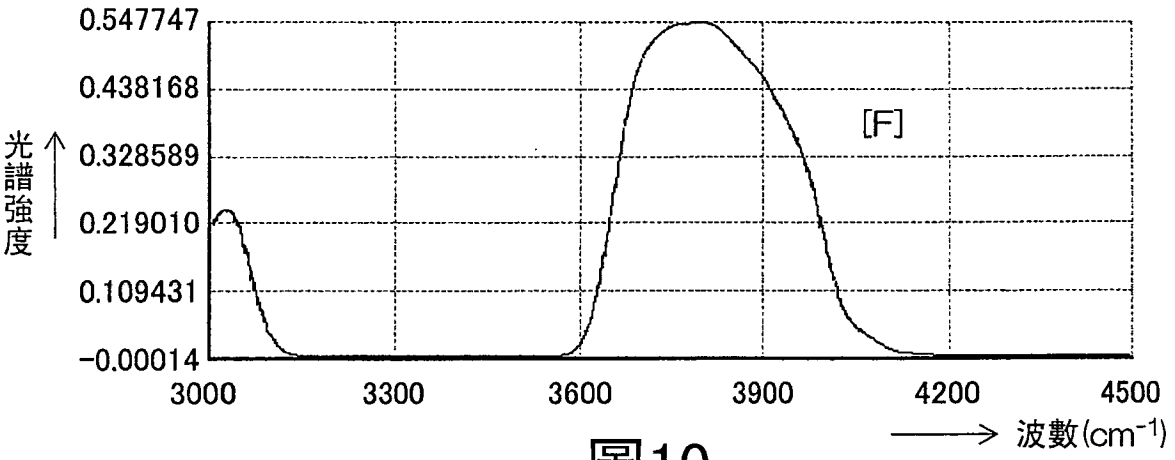

0.547747
0.438168
0.328589
0.219010
0.109431
-0.00014
光譜強度
[F]
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數(cm-1)

圖10

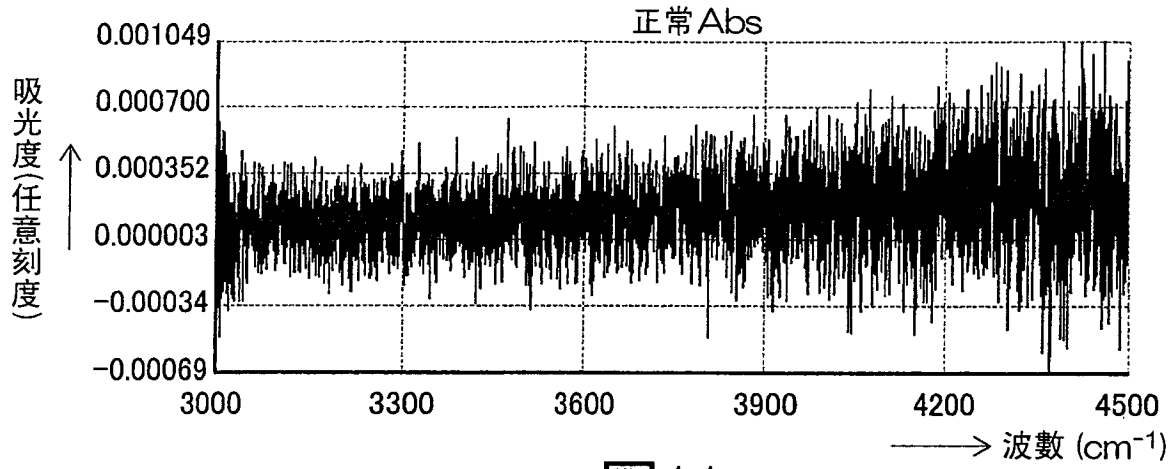

正常Abs
0.001049
0.000700
0.000352
0.000003
-0.00034
-0.00069
吸光度(任意刻度)
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數 (cm-1)

圖11

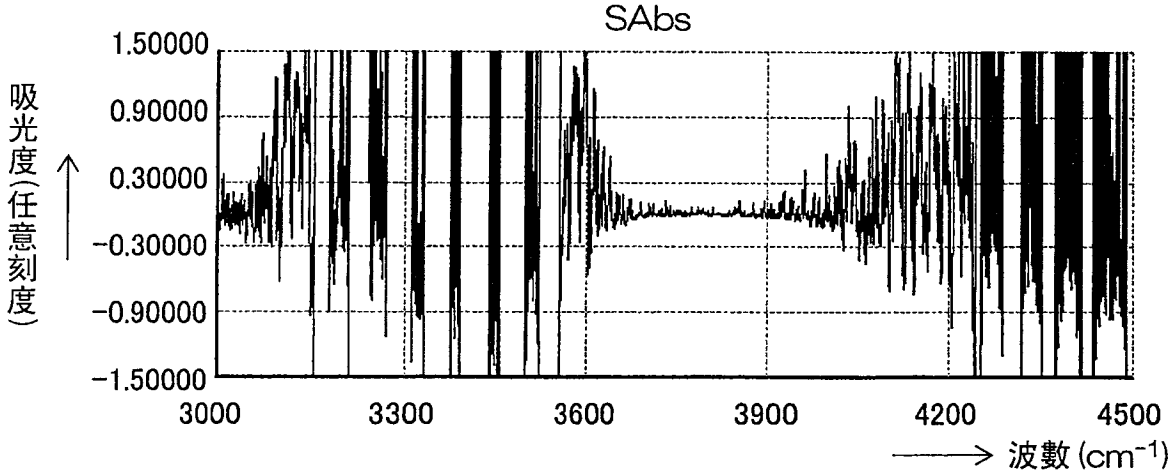

SAbs
1.50000
0.90000
0.30000
-0.30000
-0.90000
-1.50000
吸光度(任意刻度)
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數 (cm-1)

圖12

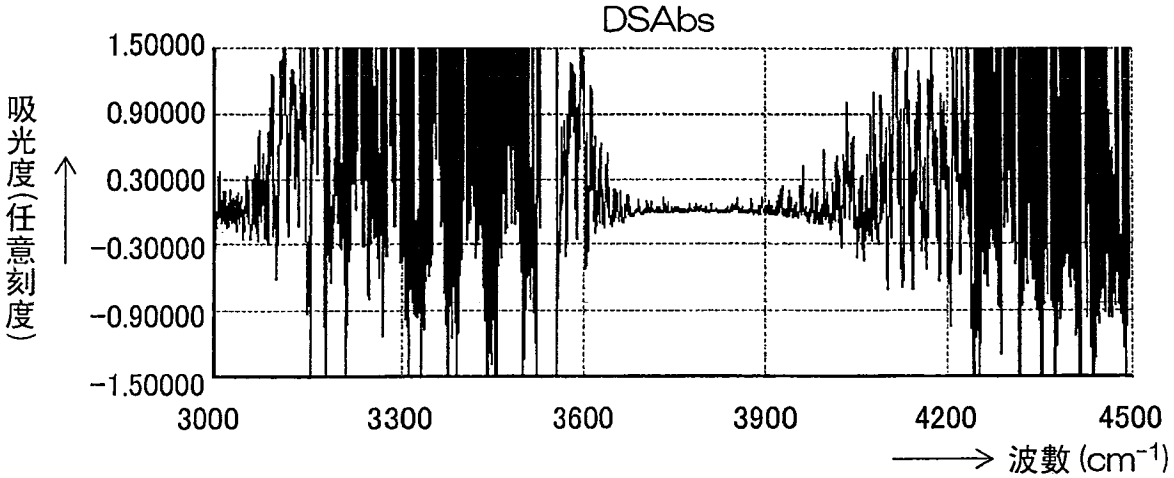

DSAbs
1.50000
0.90000
0.30000
-0.30000
-0.90000
-1.50000
吸光度(任意刻度)
3000
3300
3600
3900
4200
4500
波數 (cm-1)

圖13

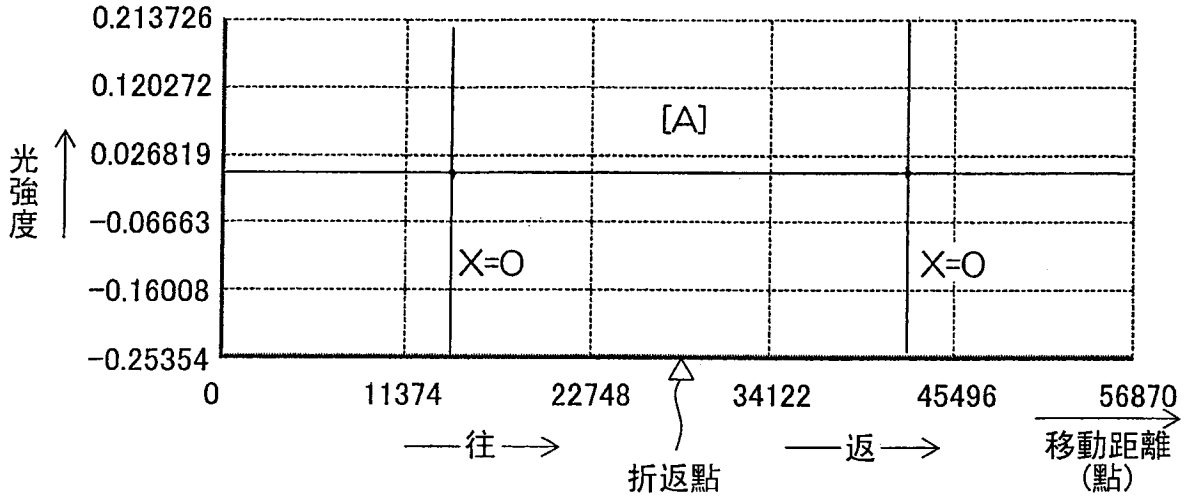

0.213726
0.120272
0.026819
-0.06663
-0.16008
-0.25354
光強度
[A]
X=0
X=0
0
11374
22748
34122
45496
56870
往
返
折返點
移動距離
(點)

圖14

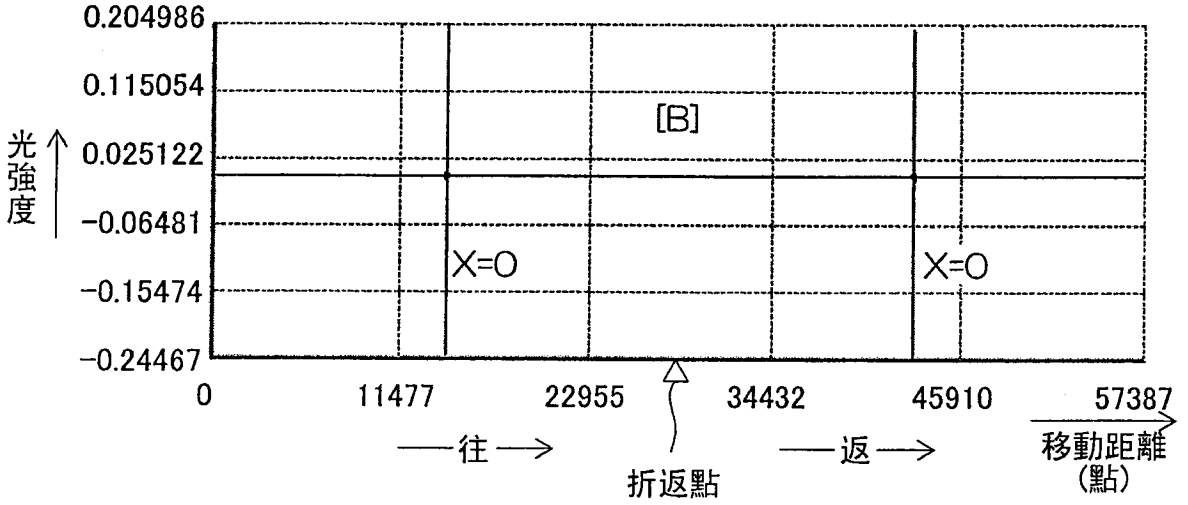

0.204986
0.115054
0.025122
-0.06481
-0.15474
-0.24467
光強度
[B]
X=0
X=0
0
11477
22955
34432
45910
57387
往
返
折返點
移動距離
(點)

圖15

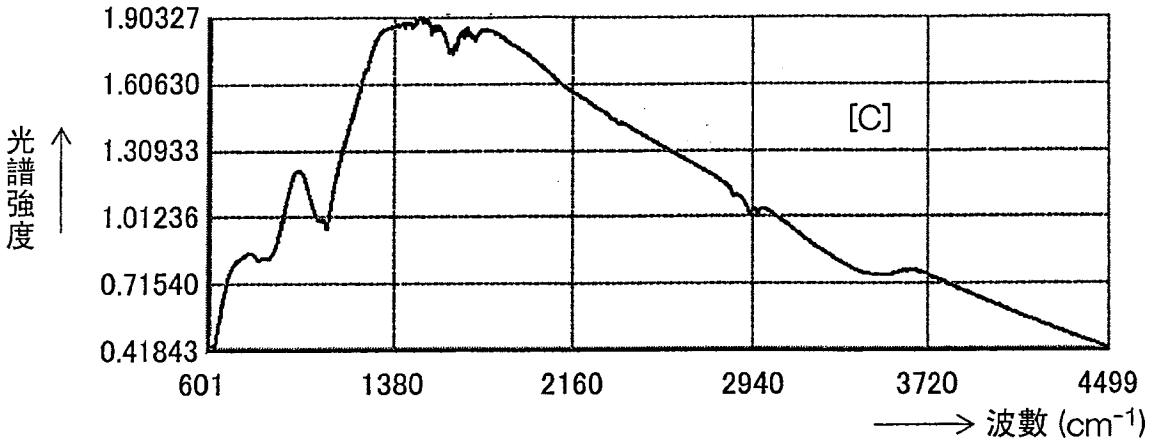

1.90327
1.60630
1.30933
1.01236
0.71540
0.41843
光譜強度
[C]
601
1380
2160
2940
3720
4499
波數 (cm-1)

圖16

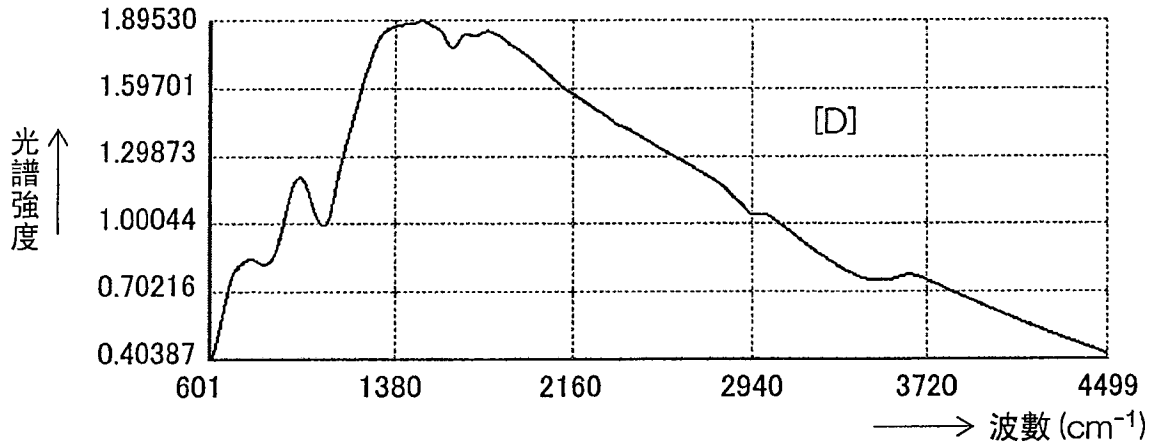

1.89530
1.59701
1.29873
1.00044
0.70216
0.40387
光譜強度
[D]
601
1380
2160
2940
3720
4499
波數 (cm-1)

圖17

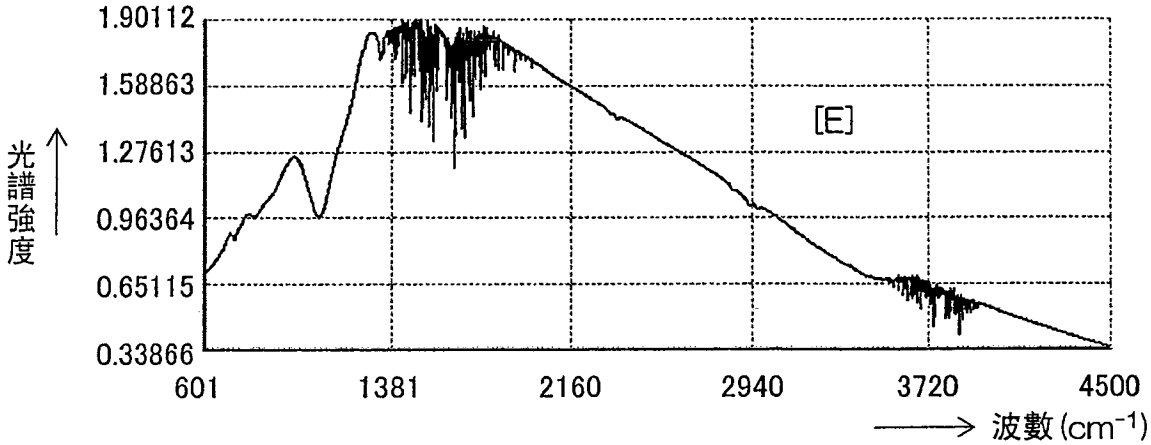

1.90112
1.58863
1.27613
0.96364
0.65115
0.33866
光譜強度
[E]
601
1381
2160
2940
3720
4500
波數 (cm-1)

圖18

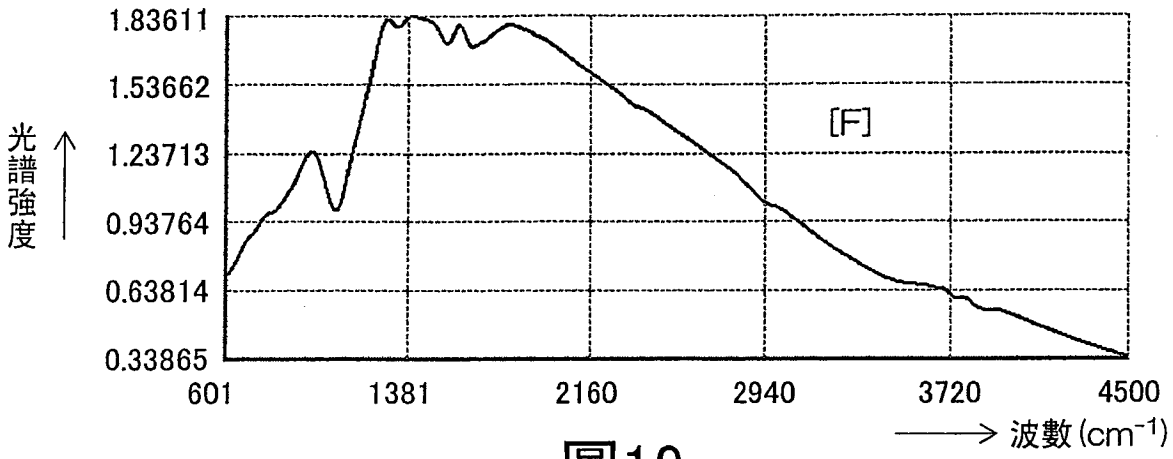

1.83611
1.53662
1.23713
0.93764
0.63814
0.33865
光譜強度
[F]
601
1381
2160
2940
3720
4500
波數 (cm-1)

圖19

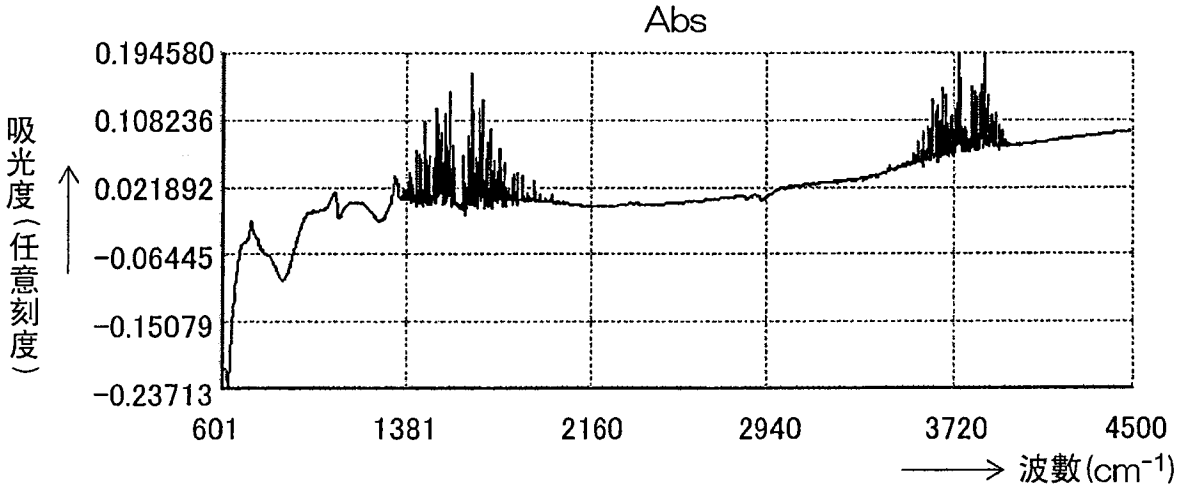

Abs
0.194580
0.108236
0.021892
-0.06445
-0.15079
-0.23713
吸光度（任意刻度）
601
1381
2160
2940
3720
4500
波數 (cm-1)

圖20

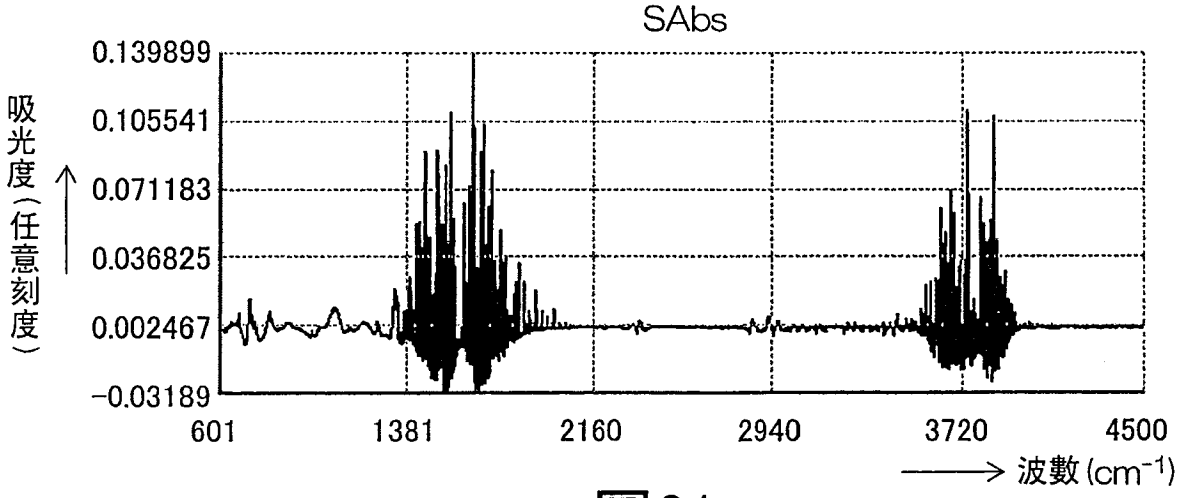

SAbs
0.139899
0.105541
0.071183
0.036825
0.002467
-0.03189
吸光度（任意刻度）
601
1381
2160
2940
3720
4500
波數 (cm-1)

圖21

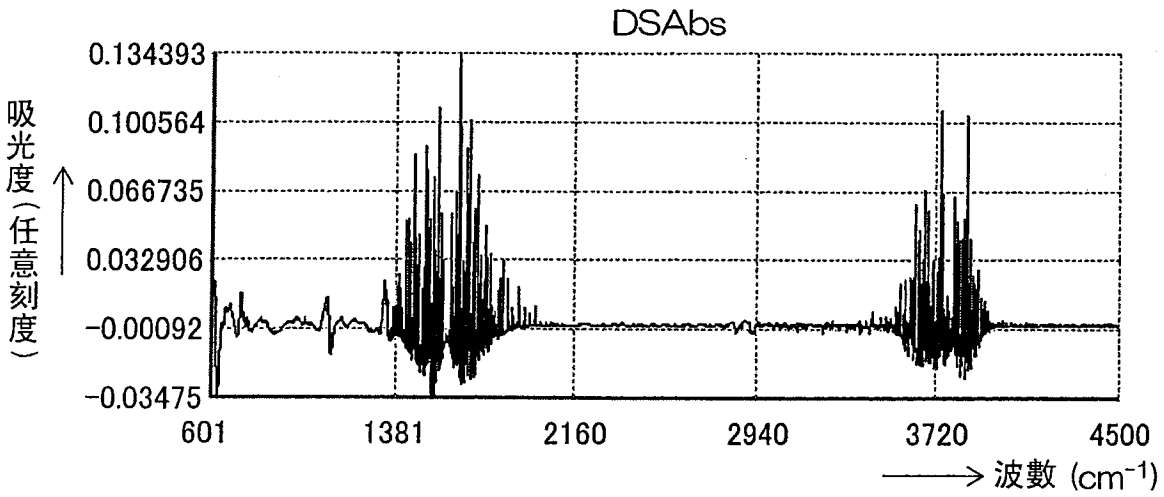

DSAbs
0.134393
0.100564
0.066735
0.032906
-0.00092
-0.03475
吸光度（任意刻度）
601
1381
2160
2940
3720
4500
波數 (cm-1)

圖22

七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第（ 4 ）圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明:

無

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

無