

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第6部門第1区分

【発行日】平成29年11月9日(2017.11.9)

【公開番号】特開2016-80679(P2016-80679A)

【公開日】平成28年5月16日(2016.5.16)

【年通号数】公開・登録公報2016-029

【出願番号】特願2015-95974(P2015-95974)

【国際特許分類】

G 01 N 27/62 (2006.01)

【F I】

G 01 N 27/62 F

【手続補正書】

【提出日】平成29年9月28日(2017.9.28)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0006】

特開2008-180581号公報においては、大気圧の中空でありその容積が0.05cc以上0.5cc以下の気密部品内のガス組成が、中空気密部品の容積によらずに高精度に測定できる。その方法は、試料を開封する試料室と質量分析計にてガス分析を行なう分析室との間に、中空気密部品の容積に対応したコンダクタンスを有するオリフィスを設けることにより、測定開始時に分析室に送り込むガス量を中空気密部品の容積によらず一定にすることである。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0014】

【図1】実施の形態1のガス分析装置の構成を示す概略図である。

【図2】実施の形態1のガス分析方法を用いて試料を開封した場合の、試料室および分析室の圧力の時間変化を示すグラフである。

【図3】質量分析計で得られる検出強度の時間変化を示すグラフである。

【図4】窒素分圧と、当該窒素分圧の質量分析計による検出感度との関係を示すグラフである。

【図5】質量分析計で得られる検出感度をフィッティングすることにより得られる窒素分圧の時間変化を示すグラフである。

【図6】実施の形態2のガス分析装置の構成を示す概略図である。

【図7】実施の形態3における開封機構の構成を示す概略断面図である。

【図8】図7の試料台およびその上の試料の態様を示す概略平面図(A)と、図8(A)のVIIIB-VIIIB線に沿う部分における試料台およびその上の試料の態様を示す概略断面図(B)とである。

【図9】実施の形態3の開封機構を試料室の内部にセットする態様を示す概略断面図である。

【図10】実施の形態3において刃が試料を開封する態様を示す概略斜視図(A)および図10(A)のXB-XB線に沿う部分における概略断面図(B)とである。

【図11】実施の形態3において刃が箔および当該箔に覆われた試料を開封する様子を示す概略斜視図(A)および図11(A)のXIB-XIB線に沿う部分における概略断面図(B)とである。

【図12】図12(B)のXIJA-XIJA線に沿う部分における、実施の形態4の開封機構の構成を示す概略断面図(A)と、図12(A)の開封機構の構成を示す概略平面図(B)とである。

【図13】実施の形態4の開封機構を試料室の内部にセットする様子を示す概略断面図である。

【図14】図12(A)の点線で囲まれた領域XIVの概略拡大断面図である。

【図15】実施の形態4においてワイヤが箔および当該箔に覆われた試料を開封する様子を示す概略断面図である。

【図16】実施の形態5のガス分析装置の構成を示す概略図である。

【図17】実施の形態6のガス分析装置における、開封機構が試料室の内部にセットされた様子を示す概略断面図である。

【図18】25の空気の圧力に対する平均自由行程を示すグラフである。

【図19】オリフィスの穴径に対する、25の空気のコンダクタンスを示すグラフである。

【図20】オリフィスに形成された穴の第1例を示す概略平面図である。

【図21】オリフィスに形成された穴の第2例を示す概略平面図である。

【図22】オリフィスに形成された穴の第3例を示す概略平面図である。

【図23】図6のガス分析装置の第1の変形例の、特に配管とバルブの形状および位置関係を示す概略図である。

【図24】図6のガス分析装置の第2の変形例の、特に試料室と第1のオリフィスとの位置関係を示す概略図である。

### 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0030

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0030】

ここで図2のグラフは試料室1および分析室11のそれぞれの内部における全圧についての計算結果であるが、試料室1内および分析室11内に複数のガス種が混在する場合には、それぞれのガス種ごとに(お互いに干渉することなく)ガスの流れが生じる。これはガスの圧力が低い(ガス分子の平均自由行程がオリフィスO1,O2のガスが通る穴の径または幅と同程度以上の長さを有する)ためにガスの流れが分子流となるためである。

### 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0096

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0096】

図7および図8(A),(B)を参照して、本実施の形態においては、試料台5の試料3をセットする上面に凹み37が形成されている。凹み37は試料固定溝37Aと切欠き37Bとを有している。試料固定溝37Aは試料3をセットするための溝であり、試料台5の上面に互いに間隔をあけて複数(図7、図8においては3つ)形成されている。これにより試料室1内には複数の試料3を一列に配置することが可能となっている。また切欠き37Bは、複数の試料固定溝37Aの底面を含むように形成された、たとえば三角形の断面形状を有するよう深く刻まれた領域である。切欠き37Bは複数の試料固定溝37Aのうち隣り合う1対の間に挟まれた領域においても、試料台5の上面を深く刻むように三角形状に形成されている。これにより、刃35で試料3を破壊するときに刃35が試料

台 5 の上面に当たることが抑制されている。

【手続補正 5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0098

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0098】

図 10 (A), (B) を参照して、試料 3 の開封の動作時には、軸 34 が下方に移動する。これにより、軸 34 の伸びる各図の上下方向に対して斜め方向に伸びる刃 35 の特に最も低い部分が、複数の試料 3 のうちの 1 つ（たとえば図 10 (A) に示すように 3 つ並ぶ試料 3 のうちもっとも右に配置される試料 3）の表面に押しつけられる。これにより、当該もっとも右の試料 3 が破壊（開封）されてその中のガスが解放される。このもっとも右の試料 3 の内部のガスの分析が完了すれば、試料室 1 および分析室 11（たとえば図 6 参照）が排気され、次の測定の準備がなされる。次の分析は、更に刃 35 を押し下げ、たとえば図 10 (A) の 3 つ並ぶ試料 3 のうち中央の試料 3 が破壊されることによりなされる。なお、複数の試料 3 のうちいずれの試料 3 を分析中（破壊中）であるかについては、図 9 の窓 43 により目視で確認できる。

【手続補正 6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0122

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0122】

真空状態でのガスの流れは、分子の平均自由行程がその流路の幅程度以下になると、分子流となる。分子流では、分子の質量によって飛行する速度が異なる。このため試料室 1 から分析室 11 へ、あるいは分析室 11 から排気装置 E2 へガスが流れる場合に、（試料 3 の開封後の）試料室 1 や分析室 11 のガスの組成が時間的に変化する。

【手続補正 7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0127

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0127】

図 18 を参照して、このグラフは、オリフィスを通る温度が 25 の空気の圧力と、その圧力に対する平均自由行程との関係を示している。ガス分析時においてオリフィスにガスが通るが、その通過するガスの（このオリフィス内での）最大圧力に対応した平均自由行程に比べてこのオリフィスの径がほぼ同じであるかまたは小さければ、このオリフィスを流れるガスは分子流と見なすことができる。

【手続補正 8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0128

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0128】

オリフィス O1 を通過するガス（空気）の最大圧力は、オリフィス O1 に接続される試料室 1 内の最大圧力と同じであると考えることができる。このため図 2 のグラフのような空気の検出強度の時間変化が得られた場合においては、オリフィス O1 を通るガスの最大圧力は約 1 Pa となり、このときの当該ガスの平均自由行程は図 18 のグラフより約 10 mm となる。

【手続補正 9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 2 9

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 2 9】

またオリフィスO 2を通過するガス（空気）の最大圧力は、オリフィスO 2に接続される分析室1 1内の最大圧力と同じであると考えれば、図2より約0.01Paとなり、このときの当該ガスの平均自由行程は図1 8のグラフより約1000mmとなる。したがつてオリフィスO 1の穴径が10mm以下、オリフィスO 2の穴径が1000mm以下であれば、当該オリフィスO 1, O 2を流れる空気は分子流であるとみなすことができる。ただし上記の穴径とは、オリフィスO 1, O 2の穴が円筒形の穴であることを仮定している。

【手続補正1 0】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 3 7

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 3 7】

図2 2を参照して、オリフィスO 1, O 2として、図2 0と同様の円盤にスリット状の貫通穴をあけたものが用いられてもよい。この場合、スリットの隙間幅が平均自由行程より小さければ分子流となる。なおスリットの形状は直線である必要はなく、曲線形状または枝分かれ形状であってもよい。

【手続補正1 1】

【補正対象書類名】図面

【補正対象項目名】図8

【補正方法】変更

【補正の内容】

【図8】

図8

