

(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2010-25952

(P2010-25952A)

(43) 公開日 平成22年2月4日(2010.2.4)

(51) Int.Cl.
GO 1 N 21/67 (2006.01)F I
GO 1 N 21/67テーマコード (参考)
2 GO 4 3

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願2009-252200 (P2009-252200)
 (22) 出願日 平成21年11月2日 (2009.11.2)
 (62) 分割の表示 特願2005-33372 (P2005-33372)
 の分割
 原出願日 平成17年2月9日 (2005.2.9)

(71) 出願人 000006208
 三菱重工業株式会社
 東京都港区港南二丁目16番5号
 (74) 代理人 100089118
 弁理士 酒井 宏明
 (74) 代理人 100118762
 弁理士 高村 順
 (72) 発明者 山浦 剛俊
 東京都港区港南二丁目16番5号 三菱重
 工業株式会社内
 (72) 発明者 出口 祥啓
 東京都港区港南二丁目16番5号 三菱重
 工業株式会社内

最終頁に続く

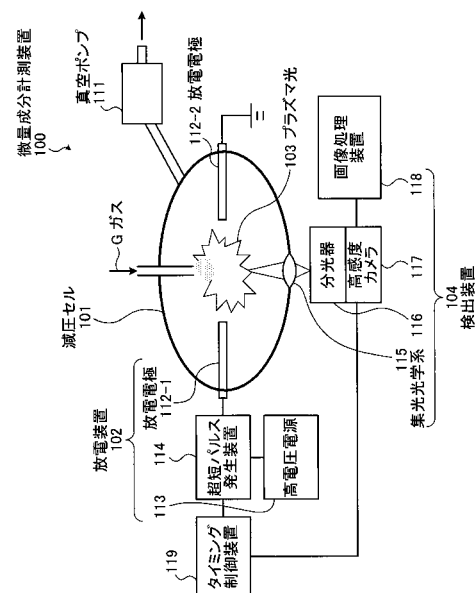
(54) 【発明の名称】 微量成分計測装置

(57) 【要約】

【課題】ガス中の微量成分の計測を簡易にしかも感度良く計測することができるガス中の微量元素成分濃度を計測する微量成分計測装置を提供する。

【解決手段】ガスGの供給・排出ラインを備えた減圧セル101と、該減圧セル101内に噴射されたガスG中の微量成分をプラズマ化する放電装置102と、前記放電により発生したプラズマ光103を分光し、分光して得られたプラズマスペクトルのうち、波長175乃至850nmの発光強度を検出する検出装置104とを具備する微量成分計測装置であって、前記減圧セル内の条件が700～200Paであると共に、前記放電電極に印加する電圧が、2～6kVの高電圧パルスであり、前記高電圧パルスの時間長さが30ns以下であり、且つ前記放電電極の間隔が10mmである。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

ガスの供給・排出ラインを備えた減圧セルと、
該減圧セル内に供給されたガス中の微量成分である水銀をプラズマ化する一対の放電電極を有する放電装置と、

前記発生したプラズマ光を分光し、分光して得られたプラズマスペクトルのうち、波長 175 乃至 850 nm の発光強度を検出する検出装置とを具備する微量成分計測装置であって、

前記減圧セル内の条件が 700 ~ 200 Pa であると共に、

前記放電電極に印加する電圧が、2 ~ 6 kV の高電圧パルスであり、

前記高電圧パルスの時間長さが 30 ns 以下であり、

前記放電電極の間隔が 10 mm であることを特徴とする微量成分計測装置。

10

【請求項 2】

請求項 1 において、

前記減圧セルと放電電極との距離が 100 mm 以下であることを特徴とする微量成分計測装置。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 において、前記放電装置の放電電極が、絶縁材を介して減圧セルから仕切られていることを特徴とする微量成分計測装置。

【請求項 4】

請求項 1 又は 2 において、前記検出装置が、減圧セルの内部から外部に光を導光する導光部材を設けたことを特徴とする微量成分計測装置。

20

【請求項 5】

請求項 1 又は 2 において、前記減圧セルが非導電体、非磁性体のいずれかからなることを特徴とする微量成分計測装置。

【請求項 6】

請求項 5 において、前記減圧セルが、光透過部材からなると共に、減圧セルの周囲に反射ミラーを配設し、該反射ミラーによりプラズマ光を集光してなることを特徴とする微量成分計測装置。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】**【0001】**

本発明はガス中の微量元素成分濃度を計測する微量成分計測装置に関する。

【背景技術】**【0002】**

近年環境問題の高まりから、水銀 (Hg) 等の重金属の排出を規制する動向があり、セメント・ソーダ・鉄鋼等の各種工場において、排ガス水銀分析計の設置を義務付けることが求められており、簡易且つ迅速な微量成分の計測装置の出現が望まれている。

【0003】

そこで、本発明者等は先に、微量成分をプラズマ化手段によりプラズマ化させてガス中の微量元素成分濃度を計測する微量成分計測装置を提案した (特許文献 1)。

40

【0004】

図 8 に従来 of 微量成分計測装置を示す。図 8 に示すように、従来技術にかかる微量成分計測装置 10 は、燃料ガス 11 の供給・排出ライン 12, 13 を備えた減圧セル 14 と、該減圧セル 14 内に供給されたガス 11 中の微量成分をプラズマ化するプラズマ化手段 15 と、一定のディレイ時間を経た後に、上記プラズマ化により発生したプラズマ光 25 を分光器 17 で分光し、該分光器 17 により分光して得られたプラズマスペクトルのうち、波長 175 乃至 850 nm の発光強度のみを検出する検出手段 18 とを具備するものである。図中、符号 19 は減圧セル内を 50 kPa 以下となるように減圧する真空ポンプ、20 はレーザ光を吸収するビームダンパである。

50

【 0 0 0 5 】

図 8 においては、上記プラズマ化手段 1 5 として、レーザ照射手段 1 5 A を用いており、該レーザ照射手段 1 5 A からの発振されたレーザ光 2 1 は集光レンズ 2 2 により集光されて減圧セル 1 4 に設けられた計測窓 2 3 を介して測定場 2 4 に集光される。このため、測定場 2 4 に存在する微粒子がプラズマ化し、プラズマ化した成分物質からはプラズマ光 2 5 が発生する。

【 0 0 0 6 】

発生したプラズマ光は、測定場 2 4 の計測窓（図示せず）から外部に出力され、レンズ 2 6 で集光されて分光器 1 7 に入射される。分光器 1 6 は、波長が 1 7 5 乃至 8 5 0 nm（或いはこの範囲内の一部の波長域）のプラズマ光 2 5 を分光し、分光した光成分を I C C D カメラ等の検出手段 1 8 に入力する。

10

【 先行技術文献 】

【 特許文献 】

【 0 0 0 7 】

【 特許文献 1 】 特開 2 0 0 4 - 5 3 2 9 4 号公報

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 8 】

しかしながら、特許文献 1 にかかる装置において、微量成分である例えば H g を計測するに際し、特にレーザ照射によってプラズマ化させる場合、圧力を低下させるとプラズマが発生しにくくなり、計測不能となるという問題がある。

20

【 0 0 0 9 】

そこで、対向する電極に高電圧を印加して放電させることで、プラズマ化することはできるものの、ノイズが多くなり、微量成分の信号強度は小さい場合検出が困難であるという問題がある。

【 0 0 1 0 】

本発明は、前記問題に鑑み、ガス中の微量成分の計測を簡易にしかも感度良く計測することができるガス中の微量元素成分濃度を計測する微量成分計測装置を提供することを課題とする。

【 課題を解決するための手段 】

30

【 0 0 1 1 】

上述した課題を解決するための本発明の第 1 の発明は、ガスの供給・排出ラインを備えた減圧セルと、該減圧セル内に供給されたガス中の微量成分である水銀をプラズマ化する一対の放電電極を有する放電装置と、前記発生したプラズマ光を分光し、分光して得られたプラズマスペクトルのうち、波長 1 7 5 乃至 8 5 0 nm の発光強度を検出する検出装置とを具備する微量成分計測装置であって、前記減圧セル内の条件が 7 0 0 ~ 2 0 0 Pa であると共に、前記放電電極に印加する電圧が、2 ~ 6 k V の高電圧パルスであり、前記高電圧パルスの時間長さが 3 0 ns 以下であり、且つ前記放電電極の間隔が 1 0 mm であることを特徴とする微量成分計測装置にある。

【 0 0 1 2 】

40

第 2 の発明は、第 1 の発明において、前記減圧セルと放電電極との距離が 1 0 0 mm 以下であることを特徴とする微量成分計測装置にある。

【 0 0 1 3 】

第 3 の発明は、第 1 又は 2 の発明において、前記放電装置の放電電極が、絶縁材を介して減圧セルから仕切られていることを特徴とする微量成分計測装置にある。

【 0 0 1 4 】

第 4 の発明は、第 1 又は 2 において、前記検出装置が、減圧セルの内部から外部に光を導光する導光部材を設けたことを特徴とする微量成分計測装置にある。

【 0 0 1 5 】

第 5 の発明は、第 1 又は 2 の発明において、前記減圧セルが非導電体、非磁性体のい

50

れかからなることを特徴とする微量成分計測装置にある。

【 0 0 1 6 】

第 6 の発明は、第 5 の発明において、前記減圧セルが、光透過部材からなると共に、減圧セルの周囲に反射ミラーを配設し、該反射ミラーによりプラズマ光を集光してなることを特徴とする微量成分計測装置にある。

【発明の効果】

【 0 0 1 7 】

本発明によれば、微量成分の信号強度が小さい場合でも、ノイズが低減し、ガス中の微量成分の計測を簡易にしかも感度良く計測することができる。

【図面の簡単な説明】

10

【 0 0 1 8 】

【図 1】図 1 は、実施例 1 にかかる微量成分計測装置の概略図である。

【図 2】図 2 は、実施例 2 にかかる微量成分計測装置の模式図である。

【図 3】図 3 は、実施例 3 にかかる微量成分計測装置の模式図である。

【図 4】図 4 は、実施例 4 にかかる微量成分計測装置の模式図である。

【図 5】図 5 は、実施例 5 にかかる微量成分計測装置の模式図である。

【図 6】図 6 は、信号強度と波長との関係図である。

【図 7】図 7 は、信号強度と波長との関係図である。

【図 8】図 8 は、従来技術にかかる微量成分計測装置の模式図である。

【発明を実施するための形態】

20

【 0 0 1 9 】

以下、この発明につき図面を参照しつつ詳細に説明する。なお、この実施例によりこの発明が限定されるものではない。また、下記実施例における構成要素には、当業者が容易に想定できるもの、あるいは実質的に同一のものが含まれる。

【実施例 1】

【 0 0 2 0 】

本発明による実施例 1 に係る微量成分計測装置について、図面を参照して説明する。

図 1 は、実施例 1 に係る微量成分計測装置を示す概念図である。

図 1 に示すように、本実施例に係る微量成分計測装置 1 0 0 は、ガス G の供給・排出ラインを備えた減圧セル 1 0 1 と、該減圧セル 1 0 1 内に噴射されたガス G 中の微量成分をプラズマ化する放電装置 1 0 2 と、前記放電により発生したプラズマ光 1 0 3 を分光し、分光して得られたプラズマスペクトルのうち、波長 1 7 5 乃至 8 5 0 n m の発光強度を検出する検出装置 1 0 4 とを具備するものである。

30

【 0 0 2 1 】

前記減圧セル 1 0 1 は真空ポンプ 1 1 1 にて 7 0 0 ~ 2 0 0 P a まで減圧している。

本発明では減圧セルの真空度合いを極めて低くすることで、検出対象である微量成分以外の不純物のノイズを低減するようにしている。なお、減圧条件が 7 0 0 P a を超える場合には、図 6 に示すように、ガス中の微量成分（例えば水銀）が他のノイズと区別することができないからであり、2 0 0 P a 未満であると、信号強度が小さくなり、定量精度が不安定となるからである。

40

【 0 0 2 2 】

前記放電装置 1 0 2 は、一対の放電電極 1 1 2 - 1、1 1 2 - 2 と、超短パルスが発生させる高電圧電源 1 1 3 を備えた超短パルス発生装置 1 1 4 とからなる。

【 0 0 2 3 】

また検出装置 1 0 4 は、プラズマ光 1 0 3 を集光する集光光学系 1 1 5 と集光されたプラズマ光 1 0 3 の波長が 1 7 5 乃至 8 5 0 n m（或いはこの範囲内の一部の波長域）の帯域を分光する分光器 1 1 6 と、該分光した光成分を検出する高感度カメラ（例えば ICCD カメラ等）1 1 7 と、該高感度カメラ 1 1 7 の画像を表示する画像処理装置 1 1 8 とを具備するものである。

なお、超短パルス発生装置 1 1 4 と高感度カメラ 1 1 7 とを同期させるタイミング制御

50

装置 119 が設けられている。

【0024】

ここで、前記高電圧電源は 2 ~ 6 kV 程度とし、超短パルス発生装置 114 からの高電圧パルスの時間長さ（パルス半値幅）を 50 ns 以下、好ましくは 40 ns 以下、より好ましくは 30 ns 以下とするのが好ましい。これは、図 7 に示すように、パルス半値幅を短くすることで、検出対象である微量成分（Hg）以外の不純物のノイズの低減を図ることができるようにしている。

なお、パルス半値幅とは、ピーク電圧に対する半分の電圧を超える時間長さをいう。

よって、パルス半値幅を 50 ns 以下とすることでノイズが低減した微量成分の検出が可能となる。

10

【0025】

ここで、前記微量成分計測装置において、減圧セル 101 内の電極 112 - 1, 112 - 2 間で放電するためには、減圧セル 101 と + 側電極 112 - 1 との間での放電条件に比べて、接地側電極 112 - 2 の放電条件が優位（放電電圧が低い）である必要がある。

減圧セルを模式化した図 2 に示すように、圧力変動などの要因を考慮し、電極 112 - 1、112 - 2 間の距離を L、減圧セル 101 と電極の距離を d とすると、 $d = 10 \times L$ 程度とするのが望ましい。

試験の結果、放電電圧を 2 kV にすると、電極の間隔 L は 10 mm 程度で放電した。この結果、 $d = 100$ mm となり、直径 200 mm の容器にする必要がある。

しかしながら、減圧セル 101 が大きくなることは、応答性、利便性の面から計測装置の減圧セル容器としては好ましくない。

20

そこで、実施例 2 乃至 4 のようにすることで、減圧セルをコンパクトとしても計測が可能とするようにした。以下に装置のコンパクト化の実施例について説明する。

【実施例 2】

【0026】

本実施例は、図 2 の図面において、減圧セル 101 の材質をガラス、密度の高いセラミックス等の非導電体で構成してする。なお、本実施例では、減圧セルと放電電極のみを示し、他の構成は実施例 1 にかかる図 1 と同様であるので、省略する（以下の実施例においても同様）。

減圧セル 101 を非導電体とすることで、減圧セル 101 と放電電極との放電をなくし、電極間のみでの放電を行うことができる。

30

これにより、減圧セルを大型化することなく、コンパクトな計測装置とすることができる。

【実施例 3】

【0027】

図 3 は実施例 3 にかかる計測装置の模式図である。

図 3 に示すように、減圧セル 101 内に対向して設けられる電極 112 - 1、112 - 2 は、減圧セル内において周囲に絶縁材 220 を用いて、減圧セル 101 から仕切られるようにしている。この絶縁材 220 を設けることにより、減圧セル 101 と電極間とで放電が発生せず、容器を小さくしても電極 112 - 1、112 - 2 間での放電を行うことができる。すなわち、絶縁材 220 を設けることで、絶縁破壊が発生しないようにし、これによって、減圧セルが小さい場合においても、電極間での放電が可能となる。

40

【実施例 4】

【0028】

図 4 は実施例 4 にかかる計測装置の模式図である。

図 4 に示すように、本実施例では、減圧セル 101 内に、プラズマ光を導光する導光部材 130 を設けて、減圧セル 101 の外部へプラズマ光を導くようにしている。なお、導光部材 130 により集められた光はレンズ 131 により集光され、分光器光導入部 132 を介して、図示しない分光器 116 に送られる。

【0029】

50

前記導光部材 130 としては、例えば石英の棒等を例示することができるが、プラズマ光を導光できる材質であれば、これに限定されるものではない。

この結果、微量成分の光の発散量が小さいうちにおいて、導光部材 130 により外部へ導光されるので、検出感度が向上する。

また、導光部材 130 はプラズマ光側の径を大きく、レンズ 131 側の径を小さいテーパ形状とすることで、より効率良く光を集めることができる。

【実施例 5】

【0030】

図 5 は実施例 5 にかかる計測装置の模式図である。本実施例では、実施例 2 と同様に減圧セル 101 をガラス容器とすると共に、さらに、ガラスの減圧セル 101 の周囲に光反射体であるミラー 140 を配設し、ガラスから周囲に放出する光を集めて分光器導入部 132 に集めるようにしている。

10

これにより、減圧セル 101 の周囲に放出した光を集光することができるので、微量成分の検出感度が向上する。

【産業上の利用可能性】

【0031】

以上のように、本発明にかかる微量成分計測装置は、微量成分の信号強度が小さい場合でも、ノイズが低減し、ガス中の微量成分の計測を簡易計測することができ、例えば排ガス中の有害物質の計測に用いて適している。

20

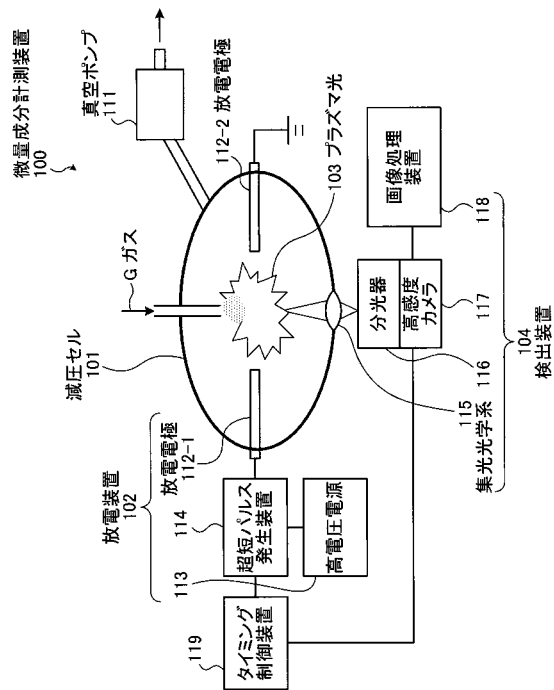
【符号の説明】

【0032】

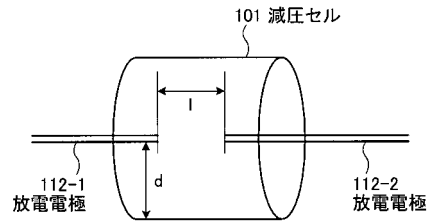
- 100 微量成分計測装置
- 101 減圧セル
- 102 放電装置
- 103 プラズマ光
- 104 検出装置
- 112 - 1、112 - 2 放電電極
- 220 絶縁材
- 130 導光部材
- 140 ミラー

30

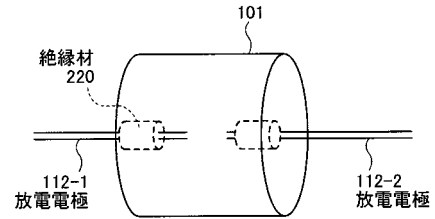
【図 1】



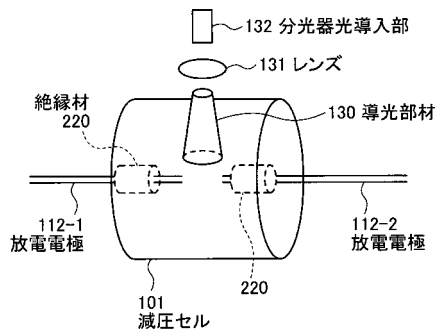
【図 2】



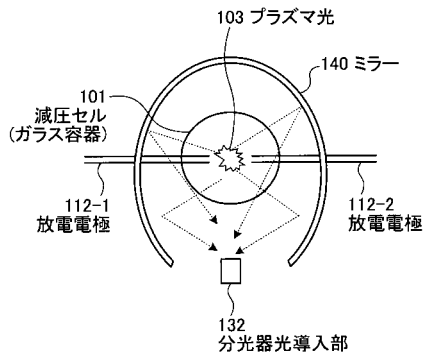
【図 3】



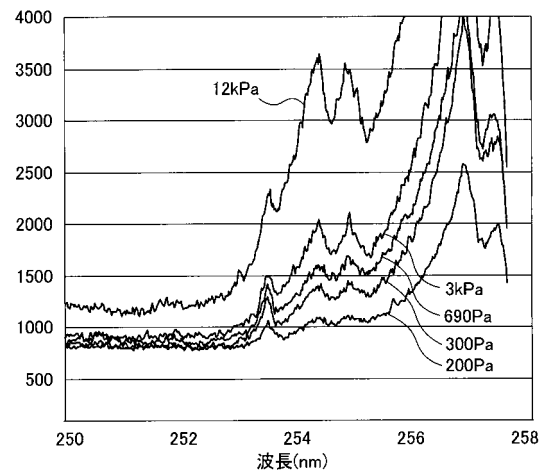
【図 4】



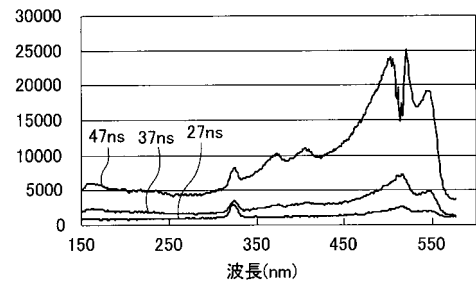
【図 5】



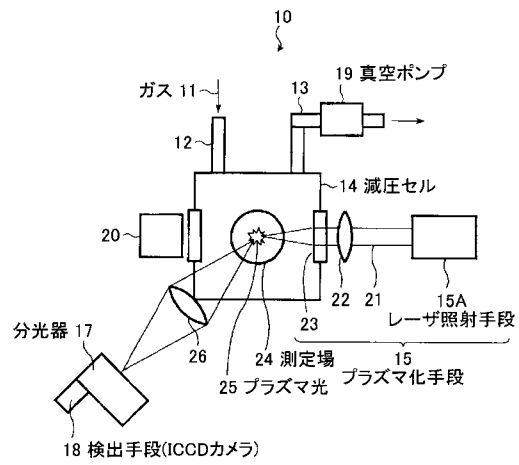
【図 6】



【図 7】



【 図 8 】



フロントページの続き

F ターム(参考) 2G043 AA01 BA04 CA01 DA05 DA08 EA09 GA07 GA10 GB02 GB08
GB16 HA01 HA03 HA05 JA01 KA01 KA02 KA03 LA03