

(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2018-9898

(P2018-9898A)

(43) 公開日 平成30年1月18日(2018.1.18)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 21/03 (2006.01)	GO 1 N 21/03 B	2 G O 5 7
GO 1 N 21/3504 (2014.01)	GO 1 N 21/3504	2 G O 5 9
GO 1 N 21/359 (2014.01)	GO 1 N 21/359	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願2016-139648 (P2016-139648)	(71) 出願人	000155023
(22) 出願日	平成28年7月14日 (2016.7.14)		株式会社堀場製作所
			京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
		(74) 代理人	100121441
			弁理士 西村 電平
		(74) 代理人	100154704
			弁理士 齊藤 真大
		(72) 発明者	土坂 祐太郎
			京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
			株式会社堀場製作所内
		Fターム(参考)	2G057 AA01 AB02 AC03 BA05 BB02
			DA20 DB05 EA01 JA14
			2G059 AA01 BB01 EE01 HH01 NN07

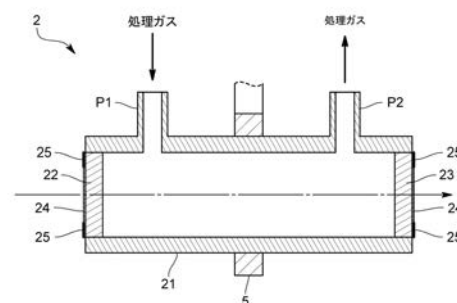
(54) 【発明の名称】 測定セル及びガス分析装置

(57) 【要約】

【課題】測定セルの光入射窓及び光出射窓を所望の温度に加熱するだけでなく、温度制御の応答性及び温度分布の均一性を向上する。

【解決手段】過酸化水素を導入する導入ポートP1及び過酸化水素を導出する導出ポートP2を有する測定セル2であって、セル内部の過酸化水素に近赤外光を照射するための石英ガラスからなる光入射窓22と、セル内部の過酸化水素を透過した近赤外光を出射するための石英ガラスからなる光出射窓23とを有し、光入射窓22及び光出射窓23において近赤外光が通過する部位Xに、近赤外光を透過する導電性発熱膜24が設けられている。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

過酸化水素を含む試料ガスを導入する導入ポート及び前記試料ガスを導出する導出ポートを有する測定セルであって、

セル内部の試料ガスに近赤外光を照射するための石英ガラスからなる光入射窓と、

セル内部の試料ガスを透過した近赤外光を出射するための石英ガラスからなる光出射窓とを有し、

前記光入射窓及び前記光出射窓において前記近赤外光が通過する部位に、前記近赤外光を透過する導電性発熱膜が設けられている測定セル。

【請求項 2】

10

前記導電性発熱膜は、前記光入射窓及び前記光射出窓に密着して設けられている請求項 1 記載の測定セル。

【請求項 3】

前記光入射窓及び前記光出射窓において、前記近赤外光が通過する部位とは異なる位置に前記導電性発熱膜に電圧を印加する一対の電極が設けられている請求項 1 又は 2 記載の測定セル。

【請求項 4】

前記導電性発熱膜は、酸化インジウム (ITO) からなる請求項 1 乃至 3 の何れか一項に記載の測定セル。

【請求項 5】

20

試料ガスを導入する導入ポート及び前記試料ガスを導出する導出ポートを有する測定セルであって、

セル内部の試料ガスに光を照射するための光入射窓と、

セル内部の試料ガスを透過した光を出射するための光出射窓とを有し、

前記光入射窓及び前記光出射窓において前記光が通過する部位に、前記光を透過する導電性発熱膜が設けられている測定セル。

【請求項 6】

請求項 1 乃至 5 の何れか一項に記載の測定セルを備えたガス分析装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】**

30

【0001】

本発明は、ガスの濃度を測定するための測定セル、及びこれを用いてガスの濃度を測定するガス分析装置に関するものである。

【背景技術】**【0002】**

例えば半導体製造プロセスにおいて、半導体ウエハの洗浄などに過酸化水素水をベースとした薬液を気化した処理ガスが用いられている。そして、この処理ガスにおける過酸化水素の濃度を管理するために、当該処理ガスに近赤外光を当てて、その吸光度を測定することにより、処理ガスにおける過酸化水素の濃度を測定している。

【0003】

40

従来、この測定に用いられる測定セルとしては、特許文献 1 に示すように、処理ガス中の過酸化水素の結露や液化を防止するために、例えばシリコンヒータ等のヒータを有するものが考えられている。この測定セルでは、測定セルの光入射窓及び光出射窓にヒータを設けてしまうと光を透過させることができないため、光入射窓及び光出射窓を覆わずに、光入射窓及び光出射窓が設けられたセル本体の外周にヒータを設けて、その予熱によって光入射窓及び光出射窓を加熱するように構成している。

【0004】

しかしながら、光入射窓及び光出射窓以外の部分にヒータを設けて窓を加熱する構成では、光入射窓及び光出射窓の加熱不足により、過酸化水素等の結露や液化が生じてしまうという問題がある。また、光入射窓及び光出射窓を間接的に加熱する構成のため、光入射

50

窓及び光出射窓の温度制御の応答性が悪いという問題もある。さらに、光入射窓及び光出射窓を所定温度以上に加熱するためには、その周辺温度を所定温度以上に加熱しなければならずエネルギー効率が悪いだけでなく、光入射窓及び光射出窓に生じる温度分布が大きくなってしまう。

【0005】

なお、特許文献2に示すように、測定セルの外部に設けられた光源ケーシングの窓及び光検出器ケーシングの窓にヒータを設けて、当該ヒータによりケーシングの窓を加熱することによって測定セルの光入射窓及び光出射窓を加熱する構成がある。

【0006】

しかしながら、測定セルの光入射窓及び光出射窓を直接加熱するものではなく、また、光入射窓及び光出射窓において、光の透過を妨げない周辺部位にヒータを設けているので、上記の特許文献1と同様に、光入射窓及び光出射窓の加熱不足の問題、温度制御の応答性の問題、及び温度分布の問題が生じ得る。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開2002-148183号公報

【特許文献2】特開平3-25348号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

20

【0008】

そこで本発明は、上記問題点を一挙に解決すべくなされたものであり、測定セルの光入射窓及び光出射窓を所望の温度に加熱するだけでなく、温度制御の応答性及び温度分布の均一性を向上することをその主たる課題とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0009】

すなわち本発明に係る測定セルは、過酸化水素を含む試料ガスを導入する導入ポート及び前記試料ガスを導出する導出ポートを有する測定セルであって、セル内部の試料ガスに近赤外光を照射するための石英ガラスからなる光入射窓と、セル内部の試料ガスを透過した近赤外光を出射するための石英ガラスからなる光出射窓とを有し、前記光入射窓及び前記光出射窓において前記近赤外光が通過する部位に、前記近赤外光を透過する導電性発熱膜が設けられていることを特徴とする。

30

【0010】

この測定セルによれば、測定セルの光入射窓及び光出射窓において近赤外光が通過する部位に導電性発熱膜が設けられているので、当該導電性発熱膜に電圧を印加することにより、近赤外光が通過する部位を直接的に加熱することができ、印加する電圧を制御することによって、近赤外光が通過する部位を所望の温度に加熱することができる。これにより、光入射窓及び光入射窓における近赤外光が通過する部位で過酸化水素が結露したり液化したりすることを好適に防ぐことができる。また、導電性発熱膜が近赤外光が通過する部位に設けられているので、その温度制御の応答性及び温度分布の均一性を向上させることができる。さらに、光入射窓及び光射出窓が、近赤外光を透過する石英ガラスから形成されており、当該窓に近赤外光を透過する導電性発熱膜が形成されているので、過酸化水素の濃度測定に好適に用いることができる。

40

【0011】

光入射窓及び光射出窓を直接加熱することによって、温度制御の応答性及び温度分布の均一性をさらに向上するためには、前記導電性発熱膜は、前記光入射窓及び前記光射出窓に密着して設けられていることが望ましい。

【0012】

導電性発熱膜に電圧を印加する電極が近赤外線を透過を阻害しないようにするためには、前記入射窓及び前記出射窓において、前記近赤外光が通過する部位とは異なる位置に設

50

けられていることが望ましい。

【 0 0 1 3 】

前記導電性発熱膜は、酸化インジウム（ITO）からなることが望ましい。この酸化インジウムは、高い導電率及び透過性を有するので、光入射窓及び光射出窓の加熱に好適である。

【 発明の効果 】

【 0 0 1 4 】

このように構成した本発明によれば、測定セルの光入射窓及び光射出窓において近赤外光が通過する部位に導電性発熱膜が設けられているので、光入射窓及び光射出窓を所望の温度に加熱するだけでなく、温度制御の応答性及び温度分布の均一性を向上することができる。

10

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 1 5 】

【 図 1 】 本実施形態のガス分析装置の構成を示す模式図である。

【 図 2 】 同実施形態の測定セルの構成を模式的に示す断面図である。

【 図 3 】 同実施形態の測定セルの構成を模式的に示す光軸方向から見た側面図である。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 1 6 】

以下に本発明に係る測定セルを用いたガス分析装置の一実施形態について図面を参照して説明する。

20

【 0 0 1 7 】

本実施形態のガス分析装置 1 0 0 は、例えば半導体製造プロセスにおいて、半導体ウエハの洗浄などに過酸化水素水をベースとした薬液を気化した処理ガスに含まれる過酸化水素の濃度を測定するものである。

【 0 0 1 8 】

具体的にこのガス分析装置 1 0 0 は、図 1 に示すように、過酸化水素を含む処理ガス（試料ガス）が導入される測定セル 2 と、当該測定セル 2 に波長 8 0 0 n m ~ 2 5 0 0 n m の近赤外光を照射する光源 3 と、測定セル 2 を通過して射出された近赤外光の強度を検出する光検出器 4 とを備えている。そして、ガス分析装置 1 0 0 は、光検出器 4 により得られた光強度信号を用いて吸光度を算出して過酸化水素の濃度を算出する。

30

【 0 0 1 9 】

次に、測定セル 2 の詳細について図 2 及び図 3 を参照して説明する。

【 0 0 2 0 】

測定セル 2 は、処理ガスを導入する導入ポート P 1 及び処理ガスを導出する導出ポート P 2 を有するセル本体 2 1 と、当該セル本体 2 1 に設けられた光入射窓 2 2 及び光射出窓 2 3 とを備えている。

【 0 0 2 1 】

セル本体 2 1 は、例えば石英ガラス製のもので、円筒形状をなすものである。このセル本体 2 1 の側周壁に導入ポート P 1 及び導出ポート P 2 が設けられている。また、セル本体 2 1 の軸方向一端部に光入射窓 2 2 が設けられており、軸方向他端部に光射出窓 2 3 が設けられている。半導体プロセスにおいては、金属コンタミの問題があるため、セル本体 2 1 は石英ガラス製が望ましいが、金属コンタミが実質的に問題とならない半導体プロセスや例えば食品加工用途などのその他の用途においては、セル本体 2 1 を例えば S U S 3 1 6 等の金属製のものとしても良い。

40

【 0 0 2 2 】

光入射窓 2 2 及び光射出窓 2 3 は、例えば近赤外光等の光を透過するとともに、過酸化水素等の処理ガス成分に対して耐蝕性を有する円板状の石英ガラスから形成されている。

【 0 0 2 3 】

そして、光入射窓 2 2 及び光射出窓 2 3 の内面又は外面の少なくとも一方に、近赤外光を透過する透明導電膜（導電性発熱膜）2 4 が形成されている。この透明導電膜 2 4 は、

50

電圧が印加されることにより発熱して光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 を加熱するものである。具体的に透明導電膜 2 4 は、酸化インジウム (ITO) からなるものであり、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 に例えば、CVD、PVD、蒸着法等により形成されている。つまり、透明導電膜 2 4 は、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 に密着して設けられている。その他、透明導電膜 2 4 は、接着剤やテープなどを用いて光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 に張り付けても良いし、オプティカルコンタクト等のそのほかの接合方法を用いて密着して設けるようにしても良い。この透明導電膜 2 4 は、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 において、近赤外光が通過する部位 X (図 3 参照) を含む領域に設けられている。本実施形態では、石英ガラスの中央部が近赤外光の通過部位 X となる。

【0024】

10

ここで、透明導電膜 2 4 による処理ガスへのコンタミ又は処理ガスに含まれる過酸化水素等の成分による透明導電膜 2 4 への腐食の問題から、透明導電膜 2 4 は、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 の外面に設けられていることが好ましい。本実施形態では透明導電膜 2 4 は、石英ガラスの外面全体に設けられている。

【0025】

また、透明導電膜 2 4 には、当該透明導電膜 2 4 に電圧を印加するための一対の電極 2 5 が接続されている。この一対の電極 2 5 は、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 において、近赤外光が通過する部位 X (図 3 参照) とは異なる位置、例えば石英ガラスの周辺部に設けられている。

【0026】

20

なお、一対の電極 2 5 は、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 に形成された透明導電膜 2 4 と電氣的な接続がされたものであれば、セル本体 2 1 に設けられたものであっても良い。また、測定セル 2 において、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 における結露及び液化を防ぐだけでなく、セル本体 2 1 内面における結露及び液化を防ぐためには、セル本体 2 1 の外面に従来のシリコンヒータ等のヒータや、透明導電膜を形成しても良い。

【0027】

その他、本実施形態の測定セル 2 のセル本体 2 1 は、外部の支持部材 5 により挟持されることにより保持されている。具体的には、セル本体 2 1 の側周壁において導入ポート P 1 及び導出ポート P 2 の間を例えばクランプ等の支持部材 5 により保持されている。

【0028】

30

このように構成した本実施形態の分析装置 100 によれば、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 に透明導電膜 2 4 において近赤外光が通過する部位 X に導電性発熱膜 2 4 が設けられているので、当該透明導電膜 2 4 に電圧を印加することにより、近赤外光が通過する部位 X を直接的に加熱することができ、印加する電圧を制御することによって、近赤外光が通過する部位 X を所望の温度に加熱することができる。また、透明導電膜 2 4 が近赤外光が通過する部位 X に設けられているので、近赤外光が通過する部位 X の温度制御の応答性及び近赤外光が通過する部位 X の温度分布の均一性を向上させることができる。さらに、光入射窓 2 2 及び光出射窓 2 3 が、近赤外光を透過する石英ガラスから形成されており、当該窓 2 2、2 3 に近赤外光を透過する透明導電膜 2 4 が形成されているので、過酸化水素の濃度測定に好適に用いることができる。

40

【0029】

なお、本発明は前記実施形態に限られるものではない。

例えば、透明導電膜 2 4 としては、ITO 膜の他に、近赤外光を透過するものであれば種々のものを用いることができる。例えば、酸化亜鉛 (ZnO) や酸化スズ (SnO₂) からなるものであっても良い。このように透明導電膜 2 4 は、導電性を有し、過酸化水素の吸収波長に対して少なくとも過酸化水素の濃度測定が行える程度の透光性を有し、また、発熱するものであれば、いかなる材質ものであっても良い。なお、透光性は、過酸化水素の吸収波長を可及的に透過して吸収しないものであることが望ましい。

【0030】

また、各窓における透明導電膜 2 4 の形成範囲は、近赤外光の通過部位を含む範囲であ

50

れば、窓全体に形成されたものの他、通過部位のみ等の窓の一部に形成されたものであっても良い。なお、温度分布の均一性を向上させる観点からすれば、窓全体に形成することが望ましい。

【0031】

さらに、近赤外光の通過範囲の温度を過酸化水素水等の結露や液化を防ぐことができる温度に加熱できるものであれば、通過部位を取り囲むなどのように、各窓22、23において通過部位を含まない領域に形成されたものであっても良い。

【0032】

さらに、透明導電膜24は、所定の形成パターンにより形成されたものであっても良い。

10

【0033】

その上、1つの透明導電膜24に対して一对の電極25を複数対設けるようにしても良い。

【0034】

加えて、光入射窓22又は光出射窓23において、1つの透明導電膜24を形成する他、2つ以上の透明導電膜24を形成するようにしても良い。

【0035】

前記実施形態では、過酸化水素を含む試料ガスを測定セルに導入して過酸化水素の濃度を測定するものであったが、過酸化水素以外の試料ガスを測定セルに導入してその試料ガスに含まれる所定成分の濃度を測定するものであっても良い。この場合、測定セルに照射される光は近赤外光に限られず、前記所定成分の濃度測定に適した波長の光が照射される。この場合、透明導電膜は、導電性を有し、前記所定成分の濃度測定に適した吸収波長に対して少なくとも前記所定成分の濃度測定が行える程度の透光性を有し、発熱する膜であればよい。なお、透光性は、所定成分の吸収波長を可及的に透過して吸収しないものであることが望ましい。また、測定セル、特に光入射窓及び光射出窓は、試料ガスに対して腐食性を有する材料から形成されたものであればよい。

20

【0036】

その他、本発明は前記実施形態に限られず、その趣旨を逸脱しない範囲で種々の変形が可能であるのは言うまでもない。

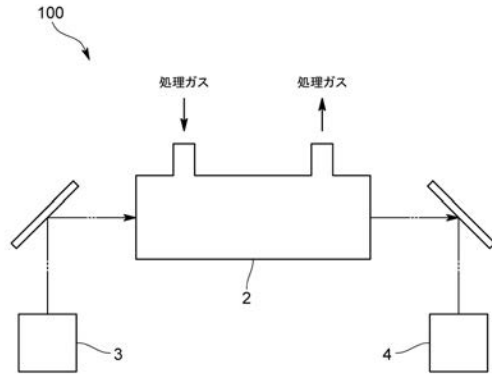
【符号の説明】

30

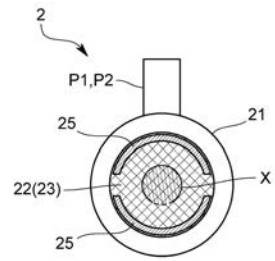
【0037】

100・・・ガス分析装置
P1・・・導入ポート
P2・・・導出ポート
2・・・測定セル
22・・・光入射窓
23・・・光出射窓
24・・・導電性発熱膜（透明導電膜）
X・・・近赤外光が通過する部位

【図 1】



【図 3】



【図 2】

