(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 602 13 339 T2** 2007.09.13

(12) # Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) **EP 1 291 638 B1**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **602 13 339.4**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **02 007 655.0**
(96) Europäischer Anmeldetag: **04.04.2002**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **12.03.2003**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **26.07.2006**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **13.09.2007**

(51) Int Cl.[8]: ***G01N 7/00*** (2006.01)
G01N 11/08 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
2001270335 06.09.2001 JP

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE, DE, FR, IT, NL

(73) Patentinhaber:
Taiyo Nippon Sanso Corporation, Tokio/Tokyo, JP

(74) Vertreter:
Becker, Kurig, Straus, 80336 München

(72) Erfinder:
Sato, Tetsuya, Tokyo, JP; Wu, Shang-Qian, Tokyo, JP; Kimijima, Tetsuya, Tokyo, JP

(54) Bezeichnung: **Verfahren und Vorrichtung zum Messen von Konzentrationen von Komponenten eines Fluids**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

Gebiet der Erfindung

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Messen von Konzentrationen von Komponenten eines Fluids. Insbesondere bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein Verfahren und eine Vorrichtung die rasch und kontinuierlich in der Lage sind die Konzentrationen von Komponenten eines Fluids zu messen.

Beschreibung des Standes der Technik

[0002] In verschiedenen Prozessen der Gasherstellung oder der Halbleiterfabrikation ist es sehr wichtig in der Lage zu sein, die Konzentration der Komponenten eines Gas/Flüssigkeits-Fluids, in Echtzeit mit geringen Kosten zu regeln. Beispielsweise verändern sich in einer Gasseparationsvorrichtung die Konzentrationen der Gaskomponenten an ihrem Auslass, wenn sich jene an ihrem Einlass ändern. Folglich müssen jene Konzentrationen kontinuierlich gemessen werden, um die Bedingungen für die Gasseparation anzupassen, und um die Konzentrationen der Komponenten des Gasprodukts zu regeln. Gleichermaßen müssen die Konzentrationen der Komponenten eines Fluids in anderen Anwendungen, welche ein Regeln der Konzentrationen der Gas/Flüssigkeits-Komponenten erfordern, kontinuierlich gemessen werden. Insbesondere im Bereich der Halbleiterprozesse ist die Leistung eines Halbleiterprodukts relativ abhängig von den Konzentrationen von Verunreinigungen im verwendeten hochreinen Gas. Wenn das hochreine Gas mit unerwarteten Komponenten verunreinigt ist oder in seiner Zusammensetzung variiert, wird die Ausbeute der Halbleiterprodukte signifikant reduziert werden.

[0003] Im Stand der Technik wird eine Komponente mit einer relativ hohen Konzentration in einem Gas mit Hilfe der Gaschromatographie (GC) oder nichtdispersiven Infrarotspektroskopie (NDIR) analysiert. Allerdings kann das GC Verfahren nur nichtkontinuierliche Messungen durchführen und kann nicht für kontinuierliche Messungen in Echtzeit verwendet werden. Ferner muss die zu vermessende Gasprobe mit einem Trägergas wie Helium (He) gemischt werden, da das GC Verfahren eine Separationssäule verwendet, um jede Komponente einer Gasprobe zu separieren, und kann daher nach der Messung nicht wieder verwendet werden. Folglich kann das so genannte „in-line monitoring" nicht unter Verwendung des GC Verfahrens implementiert werden.

[0004] Andererseits kann die NDIR Spektroskopie zur kontinuierlichen Überwachung in Echtzeit verwendet werden und ist ein Verfahren welches regelmäßig zum in-line monitoring verwendet wird. Allerdings ist die Messapparatur zum Vermessen eines unter hohem Druck stehenden Gases sehr sperrig, weil ein Fenster aus einem IR-transparenten Material, wie beispielsweise Quarz, an der Zelle eines IR Spektrometers angebracht werden muss. Ferner hat das IR Verfahren den Nachteil, dass es nicht verwendet werden kann, um die IR-inaktiven Komponenten, wie Stickstoff (N_2) und Sauerstoff (O_2), zu überwachen, welche leicht in die die Zelle einströmen und mit hoher Notwendigkeit überwacht werden müssen, da die zu vermessenden Komponenten IR-aktiv sein müssen.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0005] Demnach stellt die Erfindung ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Verfügung, welche in der Lage sind die Konzentrationen der Komponenten eines Fluids in Echtzeit zu messen und in-line monitoring zu implementieren. Das Verfahren und die Vorrichtung können verwendet werden, um ein, unter hohem Druck stehendes, Gas zu vermessen oder um die Konzentrationen verschiedener Komponenten in einem Fluid zu messen.

[0006] In einem, in dieser Erfindung offenbarten, Verfahren zur Messung der Konzentrationen der Komponenten eines Fluids wird eine Fluidprobe durch ein Messrohr mit einer kleinen Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg geleitet. Der Druckunterschied zwischen dem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung und die Flussrate am Abfluss der kleinen Öffnung werden gemessen, um die Konzentrationen der Komponenten des Fluids zu bestimmen.

[0007] In einem anderen, in dieser Erfindung offenbarten, Verfahren zur Messung der Konzentrationen der Komponenten eines Fluids wird die Fluidprobe durch ein Messrohr mit einer kleinen Öffnung mit einem kon-

stanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg geleitet. Der Druckunterschied zwischen dem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung und eine Flussrate am Abfluss der kleinen Öffnung werden konstant gehalten und die Flussrate am Abfluss der kleinen Öffnung wird gemessen, um die Konzentrationen der Komponenten des Fluids zu bestimmen.

[0008] In beiden oben erwähnten Verfahren dieser Erfindung kann zumindest eine der Temperaturen der Fluidprobe, des Messrohrs, und der Umgebung des Messrohrs gemessen werden, um die soeben bestimmten Konzentrationen der Komponenten zu korrigieren. Außerdem ist es möglich zumindest eine der Temperaturen der Fluidprobe, des Messrohrs, und der Umgebung des Messrohrs konstant zu halten.

[0009] Eine, in dieser Erfindung offenbarte, Vorrichtung zur Messung der Konzentrationen der Komponenten eines Fluids besteht aus einem Messrohr, einem Differentialdruckmesser, einem Flussmesser und einer Rechenvorrichtung. Das Messrohr hat eine kleine Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg. Der Differentialdruckmesser wird zum Messen des Druckunterschieds zwischen dem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung verwendet. Der Flussmesser wird zum Messen der Flussrate des Fluids am Abfluss der kleinen Öffnung verwendet. Die Rechenvorrichtung wird zum Berechnen der Konzentrationen der Komponenten des Fluids aus dem Druckunterschied und der gemessenen Flussrate, verwendet.

[0010] Eine weitere, in dieser Erfindung beschriebene, Vorrichtung zur Messung der Konzentrationen der Komponenten eines Fluids besteht aus einem Messrohr, einer Differentialdrucksteuerung, einem Flussmesser und einer Rechenvorrichtung. Das Messrohr hat eine kleine Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg. Die Differentialdrucksteuerung wird verwendet, um den Druckunterschieds zwischen dem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung konstant zu halten. Der Flussmesser wird zum Messen der Flussrate des Fluids am Abfluss der kleinen Öffnung verwendet. Die Rechenvorrichtung wird zum Berechnen der Konzentration der Komponenten des Fluids, aus dem konstanten Druckunterschied und der gemessenen Flussrate, verwendet.

[0011] In beiden oben erwähnten Vorrichtungen dieser Erfindung können beide zusätzlich eine Vorrichtung zur Temperaturbestimmung enthalten, um zumindest eine der Temperaturen der Fluidprobe, des Messrohrs, und der Umgebung des Messrohrs zu messen, während die Rechenvorrichtung in der Lage ist die soeben bestimmten Konzentrationen der Komponenten, basierend auf den gemessenen Temperaturen, zu korrigieren. Außerdem kann die Vorrichtung einen Temperaturregler enthalten, um zumindest eine der Temperaturen der Fluidprobe, des Messrohrs, und der Umgebung des Messrohrs konstant zu halten.

[0012] Man muss verstehen, dass sowohl die vorhergehende allgemeine Beschreibung als auch die folgende detaillierte Beschreibung exemplarisch sind und beabsichtigen, eine weitere Erklärung der beanspruchten Erfindung zu liefern.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0013] Die begleitenden Zeichnungen wurden aufgenommen, um für ein besseres Verständnis der Erfindung zu sorgen und sind in dieser Spezifikation enthalten und stellen einen Teil von ihr dar. Die Zeichnungen illustrieren Ausführungsformen der Erfindung und dienen, zusammen mit der Beschreibung, dazu die Prinzipien der Erfindung zu erklären. In den Zeichnungen

[0014] illustriert **Fig. 1** schematisch eine Querschnittansicht eines Messrohrs, das einer kleinen Öffnung vom Typ einer Blende mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg besitzt mit der Absicht die Grundlagen dieser Erfindung zu erklären;

[0015] illustriert **Fig. 2** schematisch eine Querschnittansicht eines Messrohrs, das eine kleine Öffnung vom Typ einer Düse mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg besitzt;

[0016] illustriert **Fig. 3** die Konfiguration einer Messapparatur gemäß einer Ausführungsform dieser Erfindung;

[0017] illustriert **Fig. 4** die Konfiguration einer Messapparatur gemäß einer anderen Ausführungsform dieser Erfindung;

[0018] illustriert **Fig. 5** die Konfiguration einer Messapparatur gemäß noch einer anderen Ausführungsform dieser Erfindung;

[0019] illustriert Fig. 6 die Konfiguration einer Messapparatur gemäß noch einer anderen Ausführungsform dieser Erfindung;

[0020] illustriert Fig. 7 die Konfiguration einer Messapparatur gemäß noch einer anderen Ausführungsform dieser Erfindung;

[0021] illustriert Fig. 8 die Konfiguration einer Messapparatur gemäß noch einer anderen Ausführungsform dieser Erfindung;

[0022] illustriert Fig. 9 die Konfiguration der Versuchsvorrichtung die in Beispiel 1 verwendet wird;

[0023] trägt Fig. 10 die, mit dem Flussmesser, mit unterschiedlichen Mischungsverhältnissen von Stickstoff und Krypton (N_2/Kr) gemessene, Flussratenausgabe auf;

[0024] illustriert Fig. 11 die Konfiguration der Versuchsvorrichtung die in Beispiel 2 verwendet wird;

[0025] trägt Fig. 12 die Flussratenausgabe bei einer kontinuierlichen Versorgung mit 100% reinem Stickstoff auf;

[0026] trägt Fig. 13 die Temperatur des Nadelventils bei einer kontinuierlichen Versorgung mit 100% reinem Stickstoff auf;

[0027] stellt Fig. 14 die Korrelation zwischen Temperatur und Flussratenausgabe dar;

[0028] trägt Fig. 15 die korrigierte Flussratenausgabe nach der temperaturbezogenen Korrektur auf;

[0029] trägt Fig. 16 die Flussratenausgabe gegen die Druckdifferenz in Beispiel 3 auf;

[0030] trägt Fig. 17 die Flussratenausgabe gegen die mit der Zeit variierten Druckdifferenzen auf; und

[0031] trägt Fig. 18 die korrigierte Flussratenausgabe nach der temperaturbezogenen Korrektur auf.

BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSFORMEN

[0032] Es sei auf Fig. 1 und Fig. 2 verwiesen, um die Grundlagen dieser Erfindung besser zu verstehen. Fig. 1 illustriert schematisch eine Querschnittansicht eines Messrohrs, das eine kleine Öffnung vom Typ einer Blende mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg besitzt. Fig. 2 illustriert schematisch eine Querschnittansicht eines Messrohrs, das eine kleine Öffnung vom Typ einer Düse mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg besitzt.

[0033] Wie in Fig. 1 und Fig. 2 gezeigt, wenn ein Fluid durch ein Messrohr **14** fließt, das eine kleine Öffnung besitzt, bestehend aus einer Blende **11** oder einer Düse **12** mit einer Öffnungsfläche A welche sehr klein gegenüber dem Durchmesser D des Messrohres **14** ist. Die Flussrate der Flüssigkeit kann aus der Druckdifferenz zwischen Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung **13** bestimmt werden. Und zwar kann, wenn das Fluid kompressionsfrei und wirbelfrei fließt, die Gleichung unten aus Bernoulli's Theorem hergeleitet werden:

$$v = \{2(P1 - P2)/d\}^{1/2}$$

worin P1 und P2 jeweils die Fluiddrücke am Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung **13** sind, v ist die Flussgeschwindigkeit des Fluids am Ausfluss und d ist die Dichte des Fluids. Ferner ist die Flussrate Q des Fluids das Produkt der Geschwindigkeit v, der Öffnungsfläche A der kleinen Öffnung **13** und eines Flusskoeffizienten c zur Korrektur der Flussgeschwindigkeit basierend auf der Kompressibilität und der Viskosität des Fluids:

$$Q = cAv = cA\{2(P1 - P2)/d\}^{1/2}$$

[0034] Der Flusskoeffizient c variiert mit einem Öffnungsquotienten m der durch $m = A/(\pi D^2/4)$ ausgedrückt wird. Wenn allerdings eine Düse im Messrohr **14** verwendet wird, wird das Fluid nicht wesentlich komprimiert, so das der Flusskoeffizient gegen 1 gehen wird.

[0035] Es ist aus obiger Gleichung bekannt, das die Flussrate Q aus der Druckdifferenz (P1-P2) und der Fläche A der kleinen Öffnung **13** hergeleitet werden kann, wenn die Dichte des Fluids konstant ist. Wenn das Fluid allerdings mit einer Komponente gemischt wird, welche eine Dichte besitzt, welche sehr unterschiedlich zu jener des ursprünglichen Fluids ist, dann ändert sich die Dichte des gesamten Fluids, so dass sich die Flussrate merklich ändert, selbst wenn die Druckdifferenz und die Öffnungsfläche beide unverändert bleiben. Folglich kann die Konzentration der dem Fluid beigemischten Komponente, durch die Korrelationsdaten der Flussrate und die Konzentration der Komponente in der Mischung, basierend auf der Druckdifferenz und dem eingesetzten Fluid, bestimmt werden. Allerdings kann das Verfahren auch durchgeführt werden ohne die Druckdifferenz zu steuern, wobei die Druckdifferenz kontinuierlich überwacht und die Flussrate entsprechend korrigiert wird, während die Konzentration der Komponenten aus der korrigierten Flussrate bestimmt wird. Ferner kann die Temperatur des Fluis konstant gehalten werden, um die Konzentration präzise zu bestimmen. Alternativ kann die Temperatur des Fluids kontinuierlich überwacht und die Flussrate entsprechend korrigiert werden, während die Konzentration der Komponente in gleicher Weise aus der korrigierten Flussrate bestimmt wird.

[0036] Grundsätzlich kann, da die Druckdifferenz und die Flussrate des Fluids die Basis der Bestimmung darstellen, die Konzentration einer Komponente kontinuierlich in Echtzeit bestimmt werden. Da die Empfindlichkeit der Konzentrationsbestimmung relativ abhängig von der Dichte des Fluids ist, wird das Verfahren vorzugsweise zum vermessen des Fluids verwendet, das aus zwei Komponenten mit sehr unterschiedlichen Dichten (oder unterschiedlichen Molekulargewichten bei einem Gasfluid) besteht. Ferner kann auch die Konzentration von IR-inaktiven Komponenten, wie Sauerstoff (O_2), Stickstoff (N_2), Helium (He), Argon (Ar) und Krypton (Kr), bestimmt werden. Weiterhin wird das Verfahren vorzugsweise verwendet, um Hochdruckfluide zu vermessen, wenn die Teile der Vorrichtung nur für den Gebrauch in einer Hochdruckumgebung gemacht sind, oder um korrosive Fluide zu vermessen wenn die Teile der Vorrichtung nur aus korrosionsbeständigen Materialien gefertigt sind. Ferner kann die Fluidprobe, bei Verwendung diese Verfahrens, im Prozess wieder verwendet werden, da die Fluidprobe nicht verunreinigt wird und sich während der Messung nicht zersetzt oder mit irgendetwas reagiert. Folglich wird das Verfahren besonders bevorzugt zum in-line monitoring eingesetzt.

[0037] Es sei auf Fig. 3~Fig. 8 verwiesen, welche die Konfigurationen der Messgeräte gemäß den verschiedenen Ausführungsformen dieser Erfindung illustrieren. Vorrichtung **10** zur Bestimmung der Konzentrationen der Komponenten eines Fluids beinhaltet ein Messrohr **14**, einen Druckmesser (P1) **15** an der Zuflussseite und einen Druckmesser (P2) **16** an der Abflussseite, eine Drucksteuerung **17** an der Zuflussseite und eine Drucksteuerung **18** an der Abflussseite, einen Flussmesser **19**, eine Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20** und eine Rechenvorrichtung (Computer) **21**. Das Messrohr **14** hat eine kleine Öffnung **13** mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg. Der Druckmesser **15** an der Zuflussseite und der Druckmesser **16** an der Abflussseite werden verwendet, um die Druckdifferenz (P1-P2) zwischen dem Zufluss und dem Abfluss der kleinen Öffnung **13** zu berechnen. Die Drucksteuerung **17** an der Zuflussseite und die Drucksteuerung **18** an der Abflussseite werden jeweils verwendet, um den Druck am Zufluss und am Abfluss der kleinen Öffnung **13** zu steuern. Der Flussmesser **19** wird verwendet, um die Flussrate am Abfluss der kleinen Öffnung **13** zu messen. Die Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20** wird verwendet, um die Temperatur der Umgebung der kleinen Öffnung **13** zu messen. Die Rechenvorrichtung (Computer) **21** ist in der Lage die Konzentration der Komponente unter Verwendung der Messergebnisse, welche mit den Messgeräten **15**, **16**, **19**, und **20** erhalten wurden oder den gesteuerten Werten, welche mit den Steuerungen **17** und **18** festgesetzt wurden, als Eingangsdaten zu berechnen.

[0038] Ferner beschreiben die, in Fig. 3~Fig. 7 illustrierten Ausführungsformen dieser Erfindung auch einige exemplarische Konfigurationen, zur Beurteilung der Leistung der Vorrichtung **10**, zur Messung der Konzentrationen der Komponenten eines Fluids. In jeder Konfiguration ist eine erste Flusssteuerung (MFC1) **22** und eine zweite Flusssteuerung (MFC2) **23** am Zulauf der Vorrichtung **10** angesetzt, um das Mischungsverhältnis der zwei, in das Messrohr eingespeisten, Komponenten zu variieren.

[0039] Vor der Messung der Konzentrationen der Komponenten in der zu vermessenden Fluidprobe, werden zwei Komponenten, welche identisch zu denen in der zu vermessenden Fluidprobe sind, gemischt, wobei ihre Konzentrationen von der ersten Durchflusssteuerung **22** und der zweiten Durchflusssteuerung **23** moderat gesteuert werden. Die Mischung wir dann in das Messrohr **14** geleitet, wobei die Druckdifferenz zwischen dem Zufluss und dem Abfluss der kleinen Öffnung **13** von der Drucksteuerung **17** an der Zuflussseite und der Drucksteuerung **18** an der Abflussseite gesteuert werden. Wie zuvor erwähnt variiert die Flussrate des Fluids, welches in das Messrohr **14** fließt und die kleine Öffnung **13** passiert mit der Dichte des Fluids (oder dem Hauptmolekulargewicht eines Gasfluids). Folglich ändert sich die mit dem Flussmesser **19** gemessene Flussrate, wenn die Konzentrationen der Komponenten mit der ersten Durchflusssteuerung **22** und der zweiten Durchflusssteuerung **23** verändert werden. Folglich kann eine Kalibrierungskurve angefertigt werden, welche die

Korrelation zwischen der Konzentration der Komponenten und der Flussrate des Fluids zeigt. Folglich kann, wenn eine Fluidprobe aus zwei Komponenten mit unbekannten Konzentrationen besteht, die Fluidprobe durch das Messrohr **14** geleitet werden, wodurch die Konzentration der Komponenten aus der gemessenen Flussrate gemäß der Kalibrierungskurve bestimmt werden kann. Ferner können die Konzentrationen auch kontinuierlich verfolgt werden, wenn sich die Konzentrationen der Komponenten im Fluid mit der Zeit verändern. Weiterhin kann, wenn die Flussrate des eingespeisten Fluids groß ist, eine Umgehungsleitung an geeigneter Stelle angebracht werden, um die Fluidprobe abzuzweigen, so dass nur ein moderater Teil des Fluids in das Messrohr **14** eingespeist wird.

[0040] Die kleine Öffnung **13** im Messrohr **14** muss einen hohen Widerstand gegenüber dem Druck des Fluids aufweisen und kann von jedem Typ sein, wenn es nur möglich ist, während der Messung eine Öffnung mit konstantem Durchmesser zu formen. Der Durchmesser der kleinen Öffnung **13** kann fest oder variabel sein, einschließlich der oben erwähnten Blende **13a** (siehe Fig. 4), eines Kapillarrohrs und eines Nadelventils **13b** (siehe Fig. 5) etc. Die beiden Druckmesser **15** und **16** können von jedem Typ sein, wenn sie nur in der Lage sind den Druck des Fluids zur Bestimmung der Druckdifferenz zu messen. Außerdem kann ein Differentialdruckmesser **15a** (siehe Fig. 6) verwendet werden, um die Drücke an Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung **13** simultan zu messen. Ferner kann, wenn der Druck auf der Zuflussseite oder der Abflussseite wegen einiger spezifischer Anwendungsbedingungen oder anderer Faktoren konstant gehalten werden kann, auf den Druckmesser, auf der Seite, auf welcher der Druck konstant ist, verzichtet werden. Weiterhin kann, wenn die Drücke auf der Zuflussseite und der Abflussseite beide konstant gehalten werden können, und die Druckdifferenz demnach konstant ist, auf beide Druckmesser verzichtet werden.

[0041] Die Drucksteuerungen **17** und **18** können ebenfalls von jedem Typ sein, wenn sie nur dazu verwendet werden können den Fluiddruck im Messrohr **14** genau zu steuern. Da die Druckdifferenz so gesteuert werden kann, dass sie konstant ist, können die Konzentrationen der Komponenten des Fluids akkurat bestimmt werden, indem die Flussrate des Fluids nur am Abfluss der kleinen Öffnung **14** gemessen wird. Ferner kann, wenn der Druck auf der Zuflussseite oder der Abflussseite wegen einiger spezifischer Anwendungsbedingungen oder anderer Faktoren, innerhalb eines akzeptablen Rahmens, nahe einer Konstante gehalten werden kann, auf die Drucksteuerung **17** oder **18**, auf der Seite, auf welcher der Druck konstant ist, verzichtet werden. Weiterhin kann, wenn die Konzentration der Komponenten mit Hilfe der Flussrate am Abfluss der kleinen Öffnung **13** und der Druckdifferenz (P1-P2) über die kleine Öffnung **13** bestimmt wird demnach konstant ist, auf die beiden Drucksteuerungen **17** und **18** verzichtet werden. Außerdem kann die Drucksteuerung **17** an der Zuflussseite durch einen Gegendruckregler **17a** ersetzt werden, was in Fig. 7 illustriert ist, um die Effizienz der Konzentrationsmessung zu erhöhen.

[0042] Der Flussmesser **19** kann von jedem Typ sein, wenn er nur dazu verwendet werden kann, die Flussrate des überwachten Fluids akkurat zu messen. Abhängig von der Art des vermessenen Fluids kann es sich bei dem Flussmesser um einen Massenflussmesser (MFM), einen Seifenfilmflussmesser, einen Schwimmkörperflussmesser, einen Drehflügelflussmesser, einen Oval Gear Flussmesser, einen Karman-Wirbelflussmesser, einen Ultraschallflussmesser, einen Coriolis-Flussmesser oder einen Schalldüsenflussmesser etc. handeln. Unter diesen besitzt der Massenflussmesser eine sehr hohe Reaktionsgeschwindigkeit und kann für kontinuierliche Messungen verwendet werden und ist demnach einer der am meisten bevorzugten Flussmesser, die geeigneterweise in diese Erfindung verwendet werden.

[0043] Ferner wird es in einer Halbleiterfabrikationsvorrichtung oder ähnlichem bevorzugt einen Massenflussmesser zu verwenden, welcher keine internen Verunreinigungen verursacht und eine exzellente Widerstandsfähigkeit gegenüber korrosiven Effekten aufweist, so dass die Fluidprobe nicht verunreinigt wird. Ferner kann, wenn die Wärmeleitfähigkeit der Komponenten sehr unterschiedlich sind, ebenso wie ihre Dichten, ein Massenflussmesser verwendet werden, welcher die Flussrate misst, indem er die Wärmeleitfähigkeit detektiert, um die Messempfindlichkeit synergistisch zu erhöhen, und ist demnach gegenüber kommerziell erhältlichen Massenflussmessern stärker bevorzugt. Beispielsweise ist ein Massenflussmesser besonders effektiv zum Vermessen eines Gasgemisches aus zwei Komponenten für jede der Kombinationen, die in Tabelle 1 mit einem hohlen Kreis O markiert sind, weil das Molekül mit einem größeren Molekulargewicht in jeder markierten Kombination eine geringere Wärmeleitfähigkeit aufweist.

Tabelle 1

	He	Ar	Kr	N_2	H_2	CO	CO_2	CH_4
He					O			
Ar				O	O	O		O
Kr				O	O	O	O	O
Xe				O	O	O	O	O
N_2		O	O					O
H_2	O	O	O					
O_2		O	O					O
CO		O	O					O
CO_2			O					
AsH_3			O					
BF_3			O					
B_2H_6		O	O			O	O	
PH_3		O	O				O	
SiH_4		O	O				O	
WF_6								
Cl_2			O				O	O
HCl		O	O					O
NH_3		O	O	O		O		
CF_4								
C_2F_6								
CH_4		O	O	O		O		
C_2H_6		O	O				O	
C_3H_8			O				O	
NO		O	O					O
N_2O			O				O	

[0044] Ferner führt in vielen Fällen die Temperaturänderung des Fluids oder die der Rohrleitung zu einer Änderung der Flussrate und verursacht folglich einen Fehler in der Messung der Konzentrationen. Um das Problem zu lösen wird eine Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20** verwendet, um kontinuierlich die Temperatur der Fluidprobe, der Region um die kleine Öffnung **13**, des Messrohrs **14** und der Umgebung des Messrohrs **14** zu messen, um die, mit dem Flussmesser **19** gemessene, Flussratenausgabe zu korrigieren. Dadurch

können die Konzentrationen der Komponenten eines Fluids selbst dann akkurat bestimmt werden, wenn die Temperatur sich mit der Zeit verändert, Wenn allerdings die erfindungsgemäße Vorrichtung an einem Ort verwendet wird, an dem sich die Temperatur nur geringfügig ändert, wie beispielsweise einem Reinraum, wird sich die Temperatur der Vorrichtung oder der Fluidprobe nicht ändern und es kann auf die Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20** verzichtet werden. Ferner kann die gesamte Vorrichtung in einem Thermostat untergebracht werden, um die Temperatur der Fluidprobe c der des Messrohrs auf einer Konstanten zu halten, so dass die Konzentrationen ohne die Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20** akkurat bestimmt werden können.

[0045] Im Verfahren zur Konzentrationsbestimmung wird die zuvor erwähnte Rechenvorrichtung **21** verwendet, um die Ausgangsdaten jedes Messgeräts oder Steuerungsgeräts zu sammeln und die Ergebnisse gemäß der gemessenen Temperaturänderung oder Druckänderung zu korrigieren. Folglich können die Konzentrationen der Komponenten des Fluids selbst dann in Echtzeit bestimmt und ausgegeben werden, wenn sich Temperatur oder Druck mit der Zeit ändern.

[0046] Ferner müssen die wesentlichen Teile der, in dieser Erfindung offenbarten, Erfindung, umfassend das Messrohr **14** mit einer kleinen Öffnung **13** mit einem konstanten Durchmesser, den Flussmesser **19**, den Druckmesser **15** und **16** und die Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20** etc., nicht separiert werden und können als integrierter Bestandteil verwendet werden. Weiterhin kann, wie in Fig. 4 gezeigt, die Drucksteuerung **18** auf der Abflussseite am Zufluss des Flussmessers **19** angebracht werden.

[0047] Ferner können, ausgenommen für ein Zweikomponentenfluid, für welches die Konzentration beider Komponenten exakt bestimmt werden kann, das Verfahren und die Vorrichtung dieser Erfindung auch verwendet werden, um ein Fluid, welches aus drei oder mehr Komponenten besteht, zu vermessen. In dieser Situation kann die Gesamtkonzentration von mehr als einer Spurenkomponente bestimmt werden, wenn die Empfindlichkeit jeder Spurenkomponente im Fluid nur von jener der Matrixkomponente mit dem selben Vorzeichen (±) abweicht. Folglich können, wenn ein reines Fluid auf die Konzentration einer darin enthaltenen Verunreinigung hin kontrolliert wird, die oben erwähnte Vorrichtung und das Verfahren dieser Erfindung verwendet werden, um Verunreinigungen im reinen Fluid zu detektieren, selbst dann, wenn möglicherweise eine Vielzahl unbekannter Komponenten mit dem reinen Fluid vermischt sind.

[0048] Ferner wird, es sie auf Fig. 8 verwiesen, wenn eine Fluidprobe, welche Verunreinigungen, umfassend unbekannte Materialien, enthält, qualitativ analysiert werden soll, eine Separationssäule **24**, wie beispielsweise ein Gaschromatograph oder ein Flüssigkeitschromatograph, am Zustrom des Messrohrs **14** angebracht. Die Verunreinigungen der Fluidprobe werden voneinander getrennt und dann nacheinander in das Messrohr **14** geleitet, so dass die Konzentration jeder Komponente bestimmt werden kann. Die Konzentrationen mehrerer Komponenten können demnach gemessen werden, obwohl eine kontinuierliche Messung nicht erreicht werden kann.

Beispiel 1

[0049] In diesem Fall wird die in Fig. 9 illustrierte Versuchsvorrichtung verwendet, worin das Messrohr **14** ein Nadelventil **13** (UCVIIL hergestellt von MOTYAMA ENG. WORKS, LTD.) darin enthält. Eine erste und zweite Flusssteuerung **22** und **23**, jeweils zum Einleiten von Kryptongas (Kr) und Stickstoffgas (N_2), sind an der Zuflussseite angebracht. Ein Gegendruckregulator **17a** (UR7340B von STEC) ist in der Vorrichtung angebracht. Ein Flussmesser **19** (SEF4400 Massenflussmesser vom Wärmeleitfähigkeitstyp von STEC) ist an der Abflussseite angebracht.

[0050] Die Ventilerhebung des Nadelventils **13b** wird passend eingestellt und der Fluiddruck wird unter Verwendung des Gegendruckgenerators **17a** auf 145 kPa eingestellt. Die beiden Flusssteuerungen **22** und **23** werden verwendet, um das Mischungsverhältnis von Krypton (Kr) und N_2 zu ändern und jede Mischung mit einem spezifischen Mischungsverhältnis wird durch das Nadelventil **13b** geleitet, um unter Verwendung des Flussmessers **19** vermessen zu werden. Die Korrelation zwischen der Flussratenausgabe mit dem Flussmesser **19** und dem Mischungsverhältnis von Krypton und Stickstoff (N_2/Kr) ist in Fig. 10 dargestellt.

Beispiel 2

[0051] Die in Fig. 11 illustrierte Versuchsvorrichtung wird in diesem Beispiel verwendet. Die Vorrichtung basiert auf der, in Beispiel 1 verwendeten, Vorrichtung, ferner die unten beschriebenen Teile umfassend. Ein Druckmesser **15** an der Zuflussseite ist darauf ausgelegt, den Druck am Zufluss des Nadelventils **13b** zu messen. Ein Druckmesser **16** ist am Abfluss des Flussmessers **19** angebracht, um den Druck am Abfluss des Na-

delventils **13b** zu messen.

[0052] Eine Vorrichtung zur Temperaturbestimmung **20**, die in der Lage ist, die Temperatur des Nadelventils **13b** zu messen, ist ebenfalls in der Vorrichtung angebracht.

[0053] Die Druckdifferenz zwischen Zufluss und Abfluss des Nadelventils **13b** wird auf 45 kPa gehalten und Stickstoffgas von 100% Reinheit wird kontinuierlich über 16 h zugeführt, während die, unter Verwendung des Flussmessers **19** gemessenen, Flussratenausgaben in Fig. 12 dargestellt werden. Ferner ist die, mit der Vorrichtung zur Temperaturmessung **20** gemessene, Temperaturänderung des Nadelventils **13b** in Fig. 13 dargestellt und die Korrelation zwischen Temperatur und Flussratenausgabe ist in Fig. 14 dargestellt.

[0054] Wie in Fig. 14 gezeigt, ist die Flussratenausgabe umgekehrt proportional zur Temperatur und die Steigung der Geraden wurde mit –0,881 berechnet. Die Steigung wird mit einer Temperaturdifferenz basierend auf 25°C multipliziert und dann zur soeben gemessenen Flussratenausgabe addiert, um eine Temperaturkorrektur durchzuführen. Die Ergebnisse sind in Fig. 15 gezeigt.

Beispiel 3

[0055] Die Vorrichtung in diesem Beispiel ist dieselbe wie in Beispiel 2. Die Temperatur des Nadelventils **13b** wird auf 25°C gehalten und Argongas von 100% Reinheit zugeführt, während die Druckdifferenz zwischen Zufluss und Abfluss des Nadelventils **13b** für je 30 min. auf 100 kPa, 200 kPa und 300 kPa eingestellt wird. Fig. 16 trägt die Flussratenausgabe gegen die mit der Zeit veränderten Druckdifferenzen auf. Derweil wird die Flussratenausgabe in Fig. 17 gegen die Druckdifferenz aufgetragen. Wie in Fig. 17 gezeigt ist die Flussratenausgabe proportional zur Druckdifferenz und die Steigung der Geraden wird als 3,73 berechnet. Die Steigung wird mit einer Druckdifferenz basierend auf 300 kPa multipliziert und dann zur soeben gemessenen Flussratenausgabe addiert, um eine Druckkorrektur durchzuführen. Die Ergebnisse sind in Fig. 18 gezeigt.

[0056] Zusammenfassend kann gesagt werden, dass unter Verwendung des Verfahrens und der Vorrichtung dieser Erfindung die Konzentrationen der Komponenten eines Fluids kontinuierlich und akkurat, ohne Mischung mit anderen Komponenten, bestimmt werden können. Ferner kann diese Erfindung verwendet werden, um unbekannte Verunreinigungen, die einem reinen Fluid oder einem Mischfluid beigemischt sind, in Echtzeit zu detektieren, und kann, wenn sie mit einer Separationssäule kombiniert wird verwendet werden, um die Komponenten qualitativ zu analysieren.

[0057] Es wird sachkundigen Personen ersichtlich werden, dass verschiedene Modifikationen und Variationen an der Struktur der vorliegenden Erfindung durchgeführt werden können, ohne den Bereich der Erfindung zu verlassen. Angesichts des Vorhergehenden ist beabsichtigt, dass die vorliegende Erfindung Modifikationen und Variationen dieser Erfindung abdeckt, sofern sie in den Bereich der folgenden Ansprüche fallen.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Messen von Konzentrationen von zwei vorbestimmten Komponenten eines Zweikomponentenfluids, umfassend:
– Leiten des Zweikomponentenfluids durch ein Messrohr (**14**) mit einer kleinen Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg, und
– Messen eines Druckunterschieds zwischen einem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung und einer Flussrate an dem Abfluss der kleinen Öffnung, um die Konzentrationen der Komponenten des Zweikomponentenfluids zu bestimmen, (**15**, **16**)
wobei eine Komponente des Zweikomponentenfluids eine Dichte aufweist, die niedriger ist als eine Dichte der anderen Komponente, und eine Wärmeleitfähigkeit aufweist, die größer ist als eine Wärmeleitfähigkeit der anderen Komponente, und
wobei die Flussrate unter Verwendung eines Massenflussmessers (**19**) Wärmeleitfähigkeitstyp gemessen wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei mindestens eine erste Temperatur der Fluidprobe, eine zweite Temperatur des Messrohrs oder eine dritte Temperatur vom Umstand des Messrohrs gemessen werden, um die Konzentrationen der Komponenten zu korrigieren. (**20**)

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, wobei mindestens eine erste Temperatur der Fluidprobe, eine zweite Temperatur des Messrohrs oder eine dritte Temperatur vom Umstand des Messrohrs gesteuert wird, um kon-

stant zu sein.

4. Verfahren zum Messen von Konzentrationen von zwei vorbestimmten Komponenten eines Zweikomponentenfluids, umfassend:
– Leiten des Zweikomponentenfluids durch ein Messrohr (**14**) mit einer kleinen Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg, und wobei ein Druckunterschied des Fluids zwischen einem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung gesteuert wird, um konstant zu sein, und (**17**, **18**)
– Messen einer Flussrate an dem Abfluss der kleinen Öffnung, um die Konzentrationen der Komponenten des Zweikomponentenfluids zu bestimmen, (**19**)
wobei eine Komponente des Zweikomponentenfluids eine Dichte aufweist, die geringer als eine Dichte der anderen Komponente ist, und eine Wärmeleitfähigkeit aufweist, die größer als eine Wärmeleitfähigkeit der anderen Komponente ist, und
wobei die Flussrate unter Verwendung eines Massenflussmessers (**19**) vom Wämeleitfähigkeitstyp gemessen wird.

5. Verfahren gemäß Anspruch 4, wobei mindestens eine erste Temperatur der Fluidprobe, eine zweite Temperatur des Messrohrs oder eine dritte Temperatur vom Umstand des Messrohrs gemessen wird, um die Konzentrationen der Komponenten zu korrigieren. (**20**)

6. Verfahren gemäß Anspruch 4, wobei mindestens eine erste Temperatur der Fluidprobe, eine zweite Temperatur des Messrohrs oder eine dritte Temperatur vom Umstand des Messrohrs gesteuert wird, um konstant zu sein.

7. Eine Vorrichtung zum Messen von Konzentrationen von zwei vorbestimmten Komponenten eines Zweikomponentenfluids, umfassend:
– ein Messrohr (**14**) mit einer kleinen Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg, der dem Zweikomponentenfluid ermöglicht, hindurch zu fließen,
– ein Differenzdruckmesser (**15**, **16**) zum Messen eines Druckunterschieds zwischen einem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung,
– ein Massenflussmesser (**19**) vom Wärmeleitfähigkeitstyp zum Messen einer Flussrate an dem Abfluss der kleinen Öffnung, und
– eine Rechenvorrichtung (**21**) zum Berechnen der Konzentrationen der Komponenten des Zweikomponentenfluids aus dem Druckunterschied und der gemessenen Flussrate,
wobei eine Komponente des Zweikomponentenfluids eine Dichte aufweist, die geringer ist als eine Dichte der anderen Komponente, und eine Wärmeleitfähigkeit aufweist, die größer ist als eine Wärmeleitfähigkeit der anderen Komponente.

8. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, weiter umfassend eine Temperaturmessvorrichtung (**20**) zum Messen mindestens einer ersten Temperatur des Messrohrs oder einer zweiten Temperatur vom Umstand des Messrohrs, wobei die Rechenvorrichtung im Stande ist, die Konzentrationen der Komponenten auf Basis der gemessenen Temperatur zu korrigieren.

9. Vorrichtung gemäß Anspruch 7, weiter umfassend eine Temperatursteuerung zum Steuern mindestens einer ersten Temperatur des Messrohrs oder einer zweiten Temperatur vom Umstand des Messrohrs, um konstant zu sein.

10. Vorrichtung zum Messen von Konzentrationen von zwei vorbestimmten Komponenten eines Zweikomponentenfluids, umfassend:
– ein Messrohr (**14**) mit einer kleinen Öffnung mit einem konstanten Durchmesser in einem Fluidströmungsweg, der dem Zweikomponentenfluid ermöglicht, hindurch zu fließen,
– eine Differenzdrucksteuerung (**17**, **18**) zum Steuern eines Druckunterschieds zwischen einem Zufluss und Abfluss der kleinen Öffnung, um konstant zu sein,
– einen Massenflussmesser (**19**) vom Wärmeleitfähigkeitstyp zum Messen eine Flussrate an dem Abfluss der kleinen Öffnung, und
– eine Rechenvorrichtung (**21**) zum Berechnen der Konzentrationen der Komponenten des Zweikomponentenfluids aus dem Druckunterschied und der gemessenen Flussrate,
wobei eine Komponente des Zweikomponentenfluids eine Dichte aufweist, die geringer ist als eine Dichte der anderen Komponente, und eine Wärmeleitfähigkeit aufweist, die größer ist als eine Wärmeleitfähigkeit der anderen Komponente.

11. Vorrichtung gemäß Anspruch 10, weiter umfassend eine Temperaturmessvorrichtung (**20**) zum Messen mindestens einer ersten Temperatur des Messrohrs oder einer zweiten Temperatur vom Umstand des Messrohrs, wobei die Rechenvorrichtung im Stande ist, die Konzentrationen der Komponenten basierend auf der gemessenen Temperatur zu korrigieren.

12. Vorrichtung gemäß Anspruch 10, weiter umfassend eine Temperatursteuerung zum Steuern mindestens einer ersten Temperatur des Messrohrs oder einer zweiten Temperatur vom Umstand des Messrohrs, um konstant zu sein.

Es folgen 14 Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

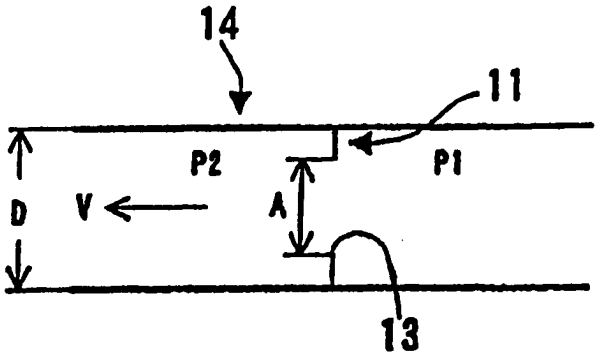

FIG. 1

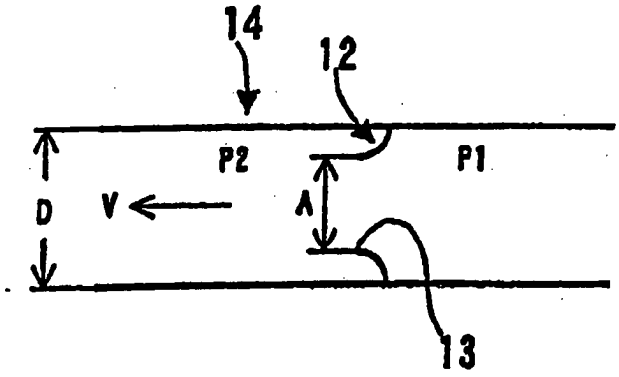

FIG. 2

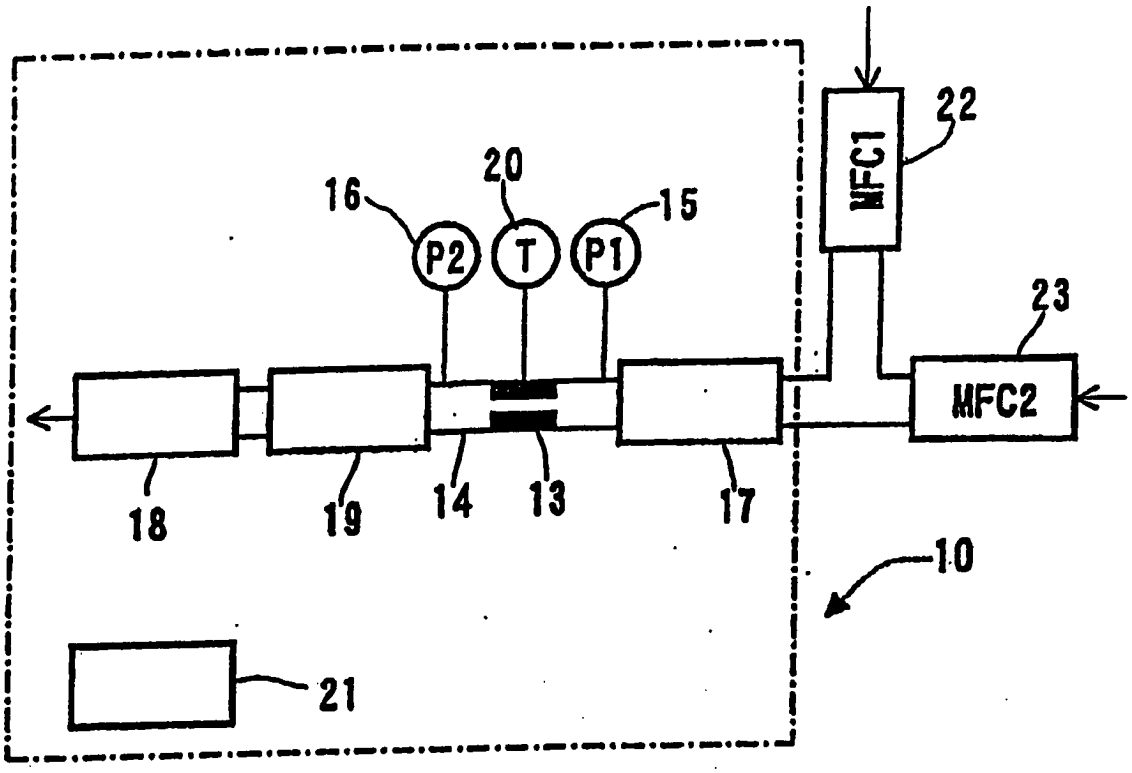
MFC1
22
20
16
15
P2
T
P1
23
MFC2
18
19
14
13
17
10
21

FIG. 3

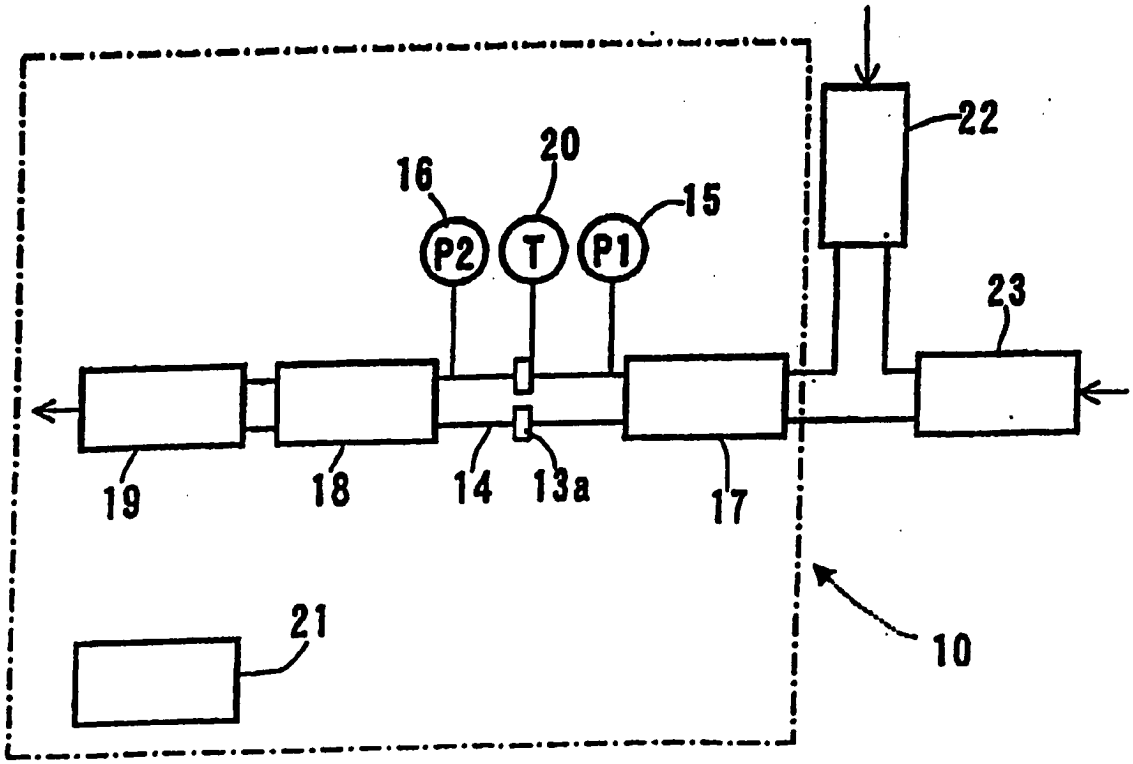
22
20
16
15
P2
T
P1
23
19
18
14
13a
17
21
10

FIG. 4

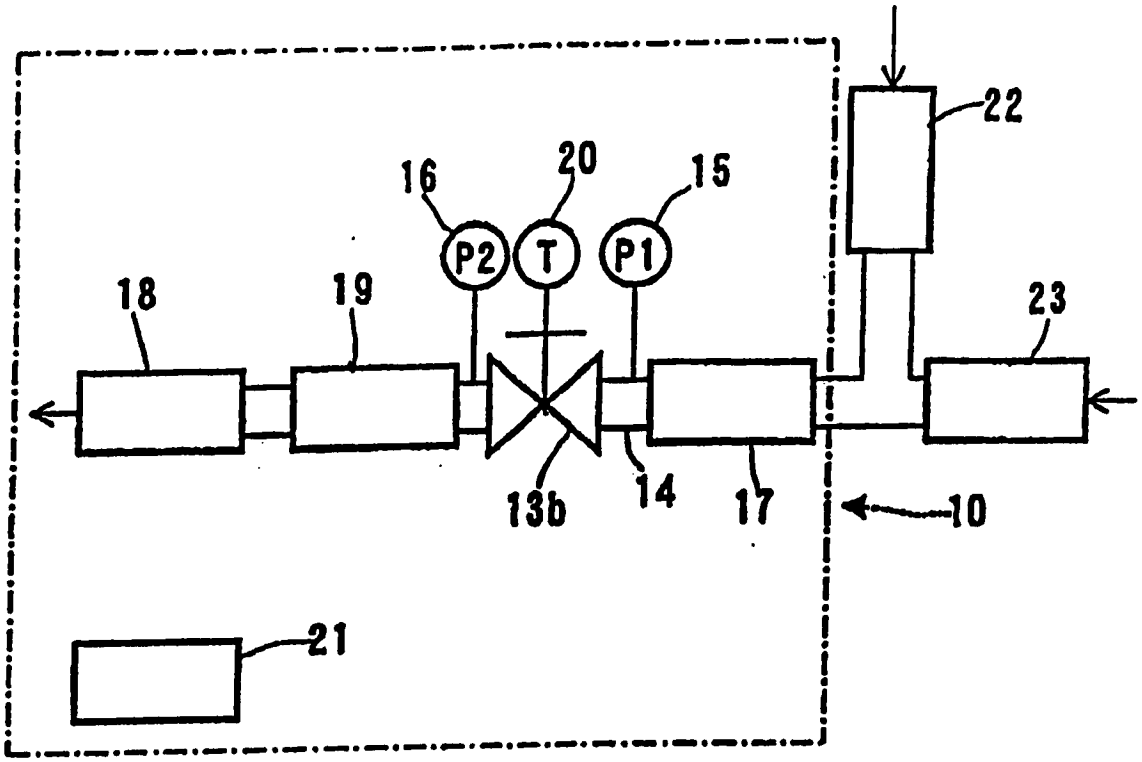
22
16
20
15
P2
T
P1
18
19
23
13b
14
17
10
21

FIG. 5

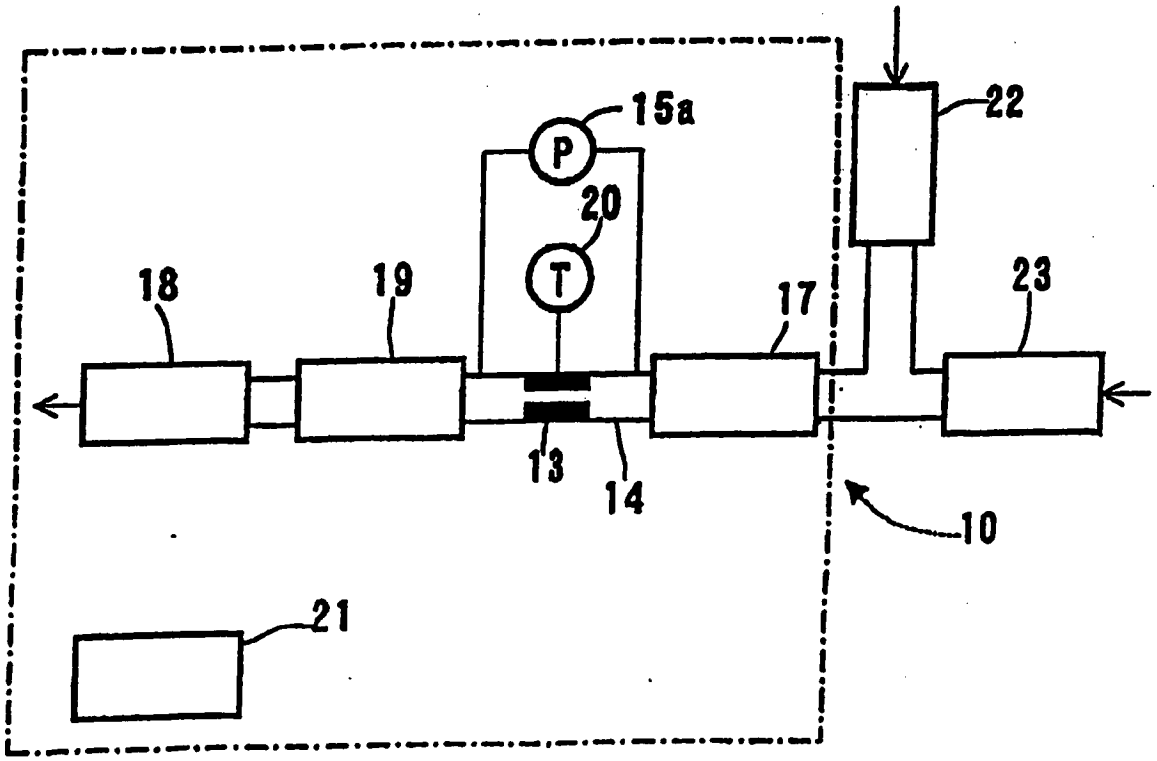
15a
22
P
20
T
18
19
17
23
13
14
10
21

FIG. 6

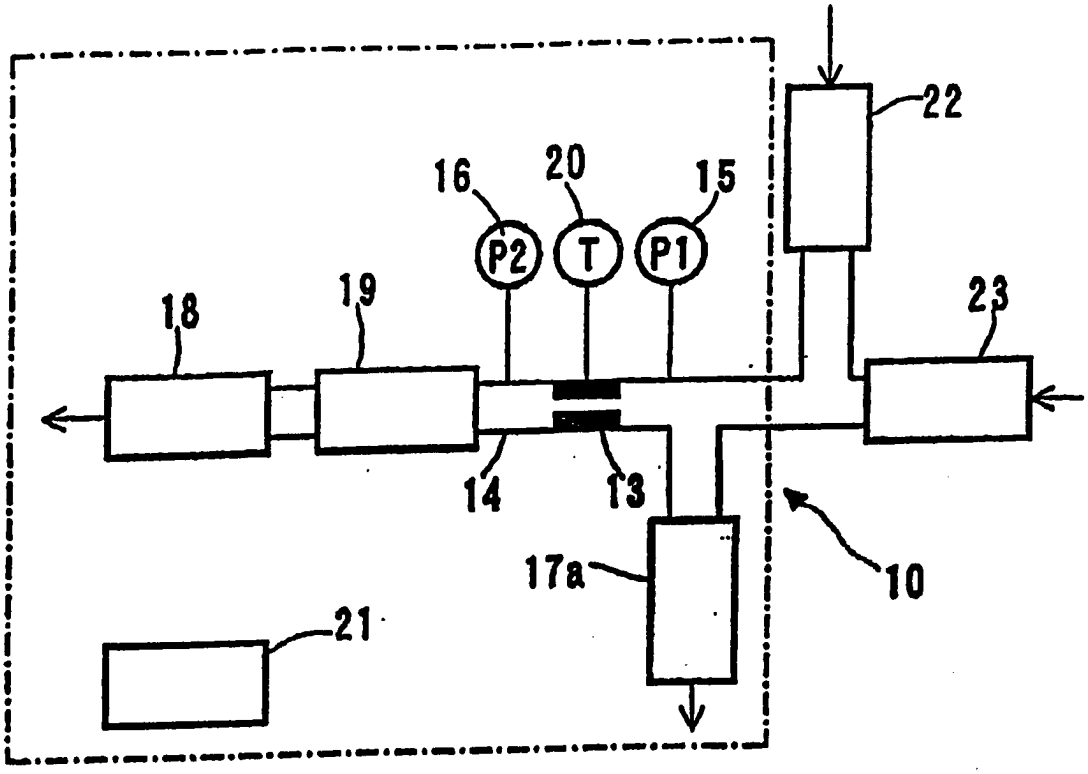
22
16
20
15
P2
T
P1
18
19
23
14
13
17a
10
21

FIG. 7

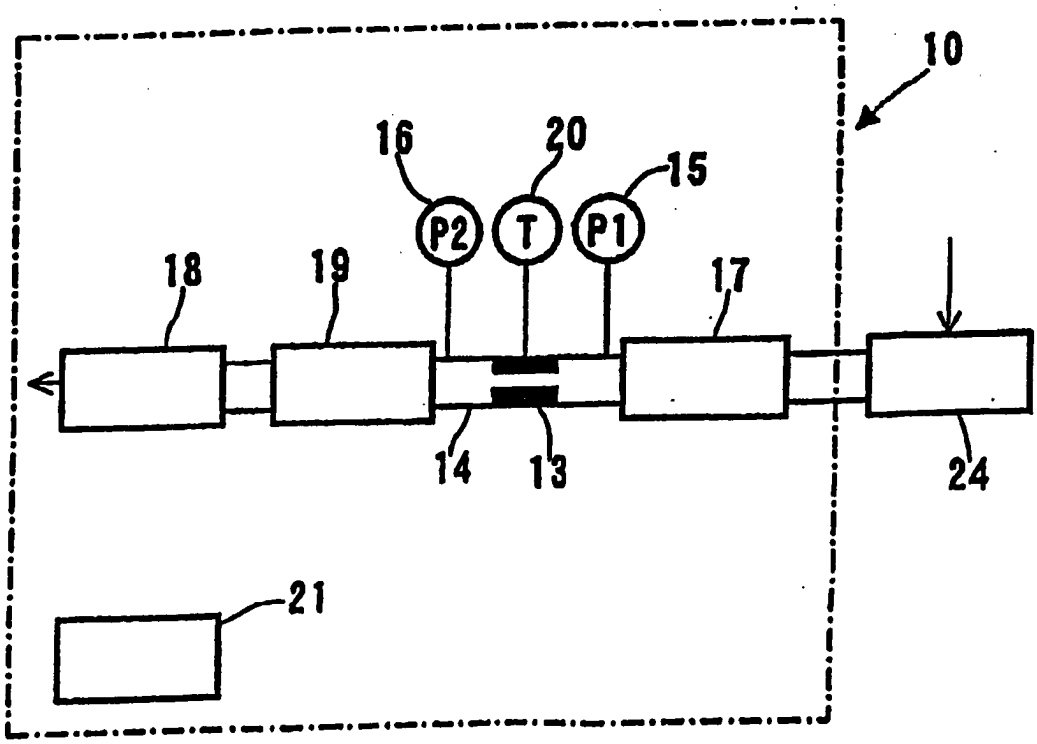
10
16
20
15
P2
T
P1
18
19
17
14
13
24
21

FIG. 8

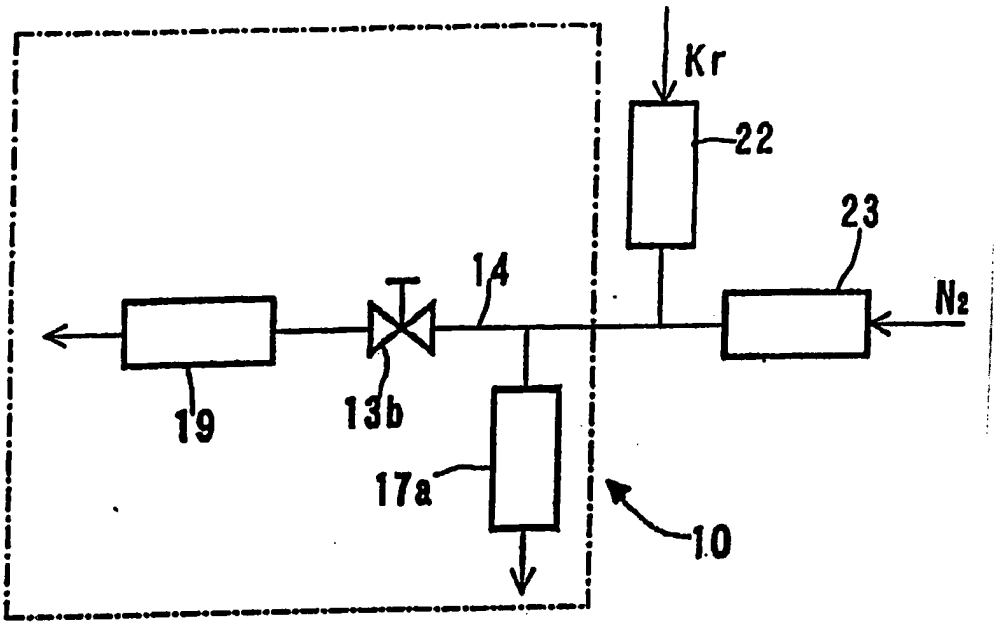

FIG. 9

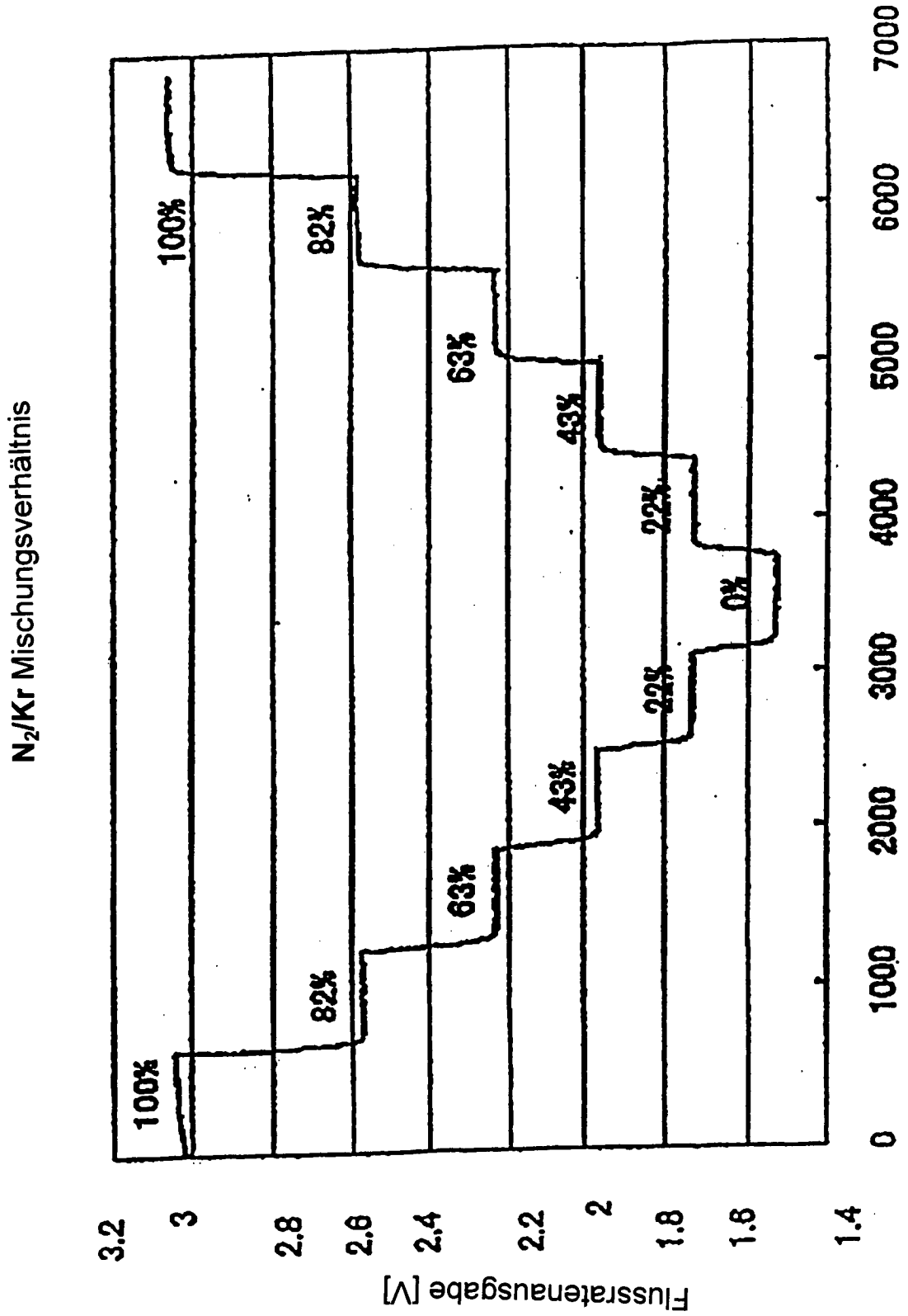
N_2/Kr Mischungsverhältnis
100%
82%
63%
43%
22%
0%
Flussratenausgabe [V]
3.2
3
2.8
2.6
2.4
2.2
2
1.8
1.8
1.4
0
1000
2000
3000
4000
5000
6000
7000
Zeit [min]

FIG. 10

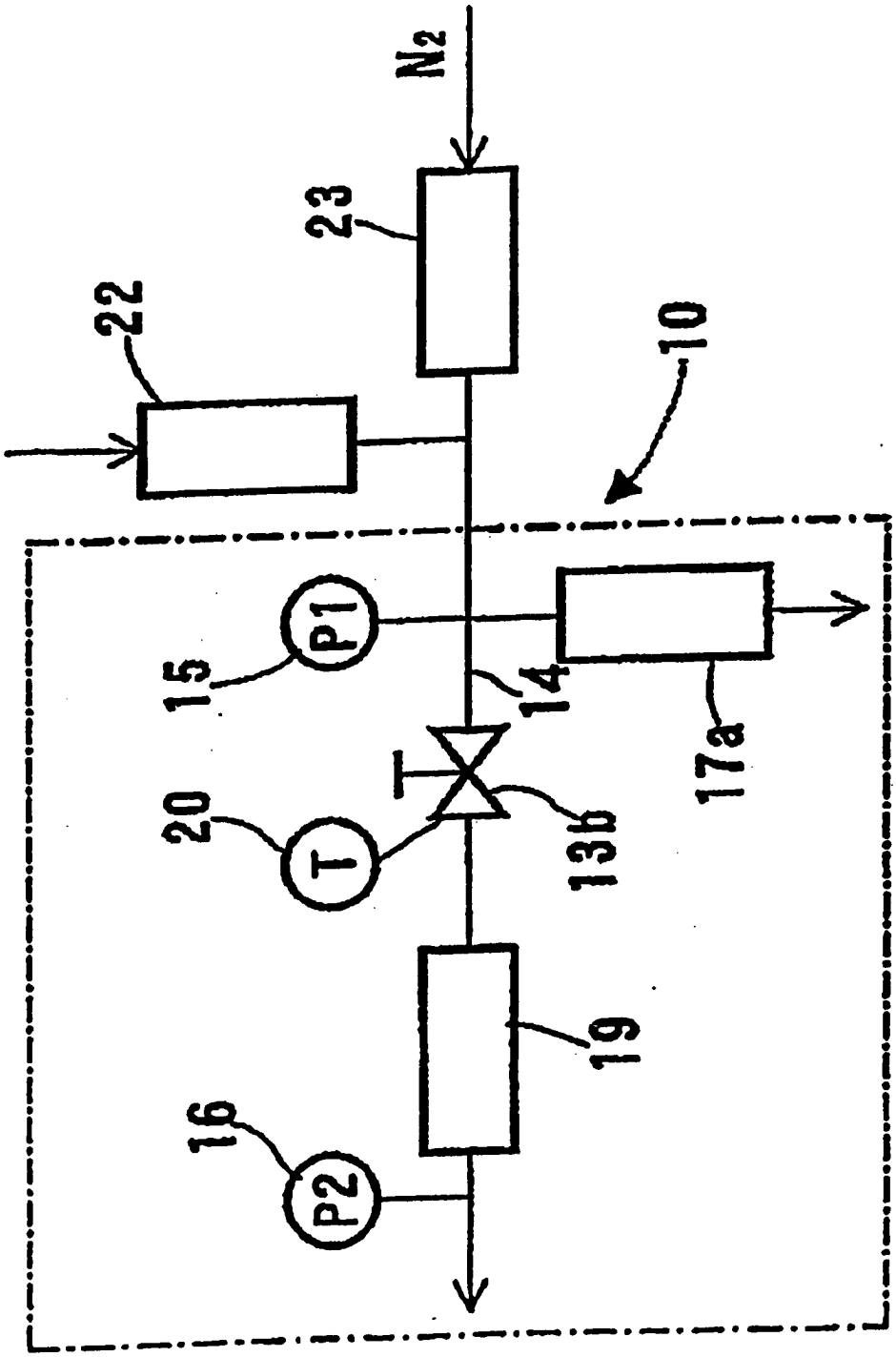

FIG. 11

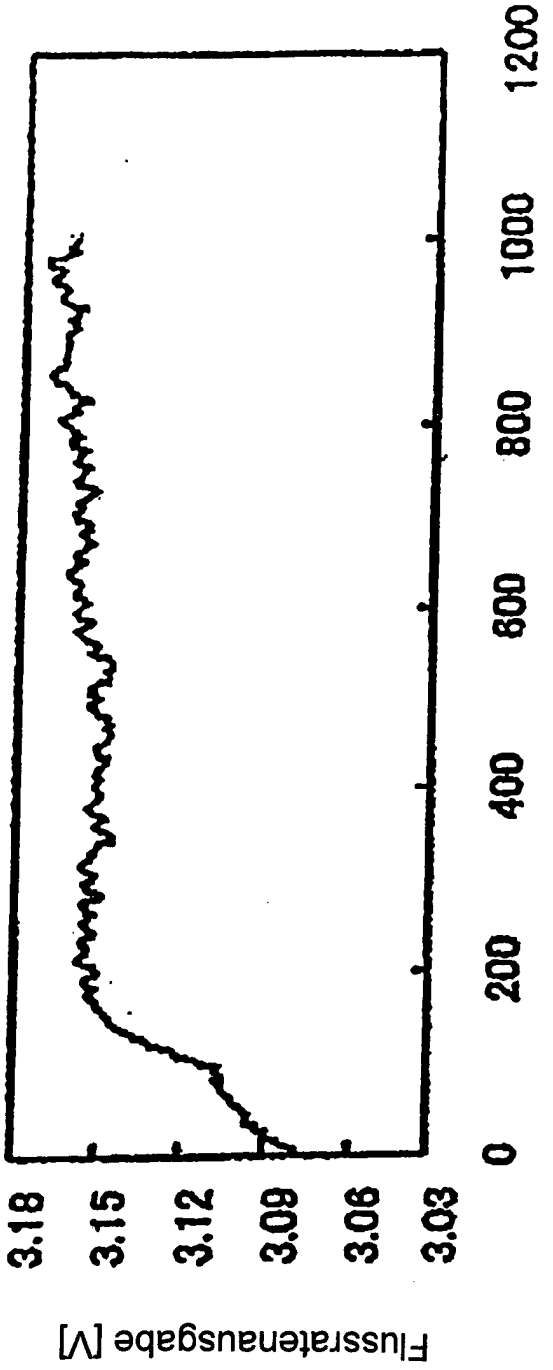
Flussratenausgabe [V]
3.18
3.15
3.12
3.09
3.06
3.03
0
200
400
600
800
1000
1200
Zeit [min]

FIG. 12

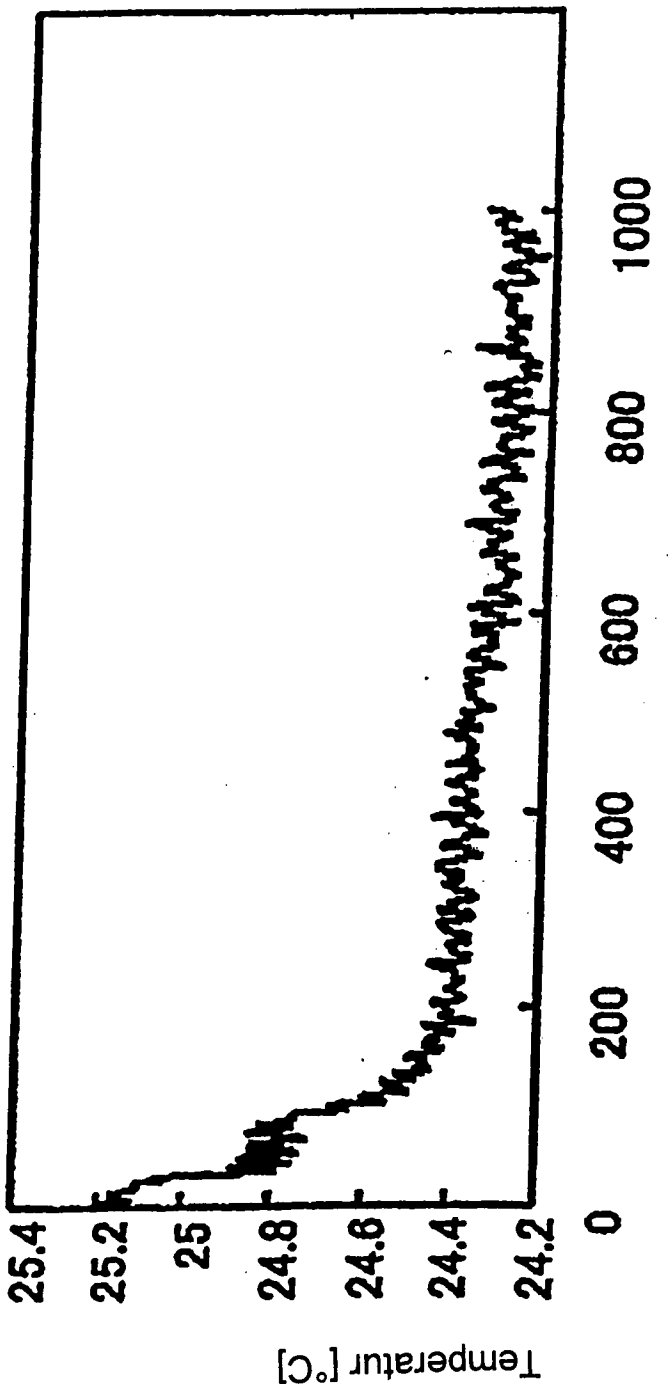
Temperatur [°C]
25.4
25.2
25
24.8
24.6
24.4
24.2
0
200
400
600
800
1000
Zeit [min]

FIG. 13

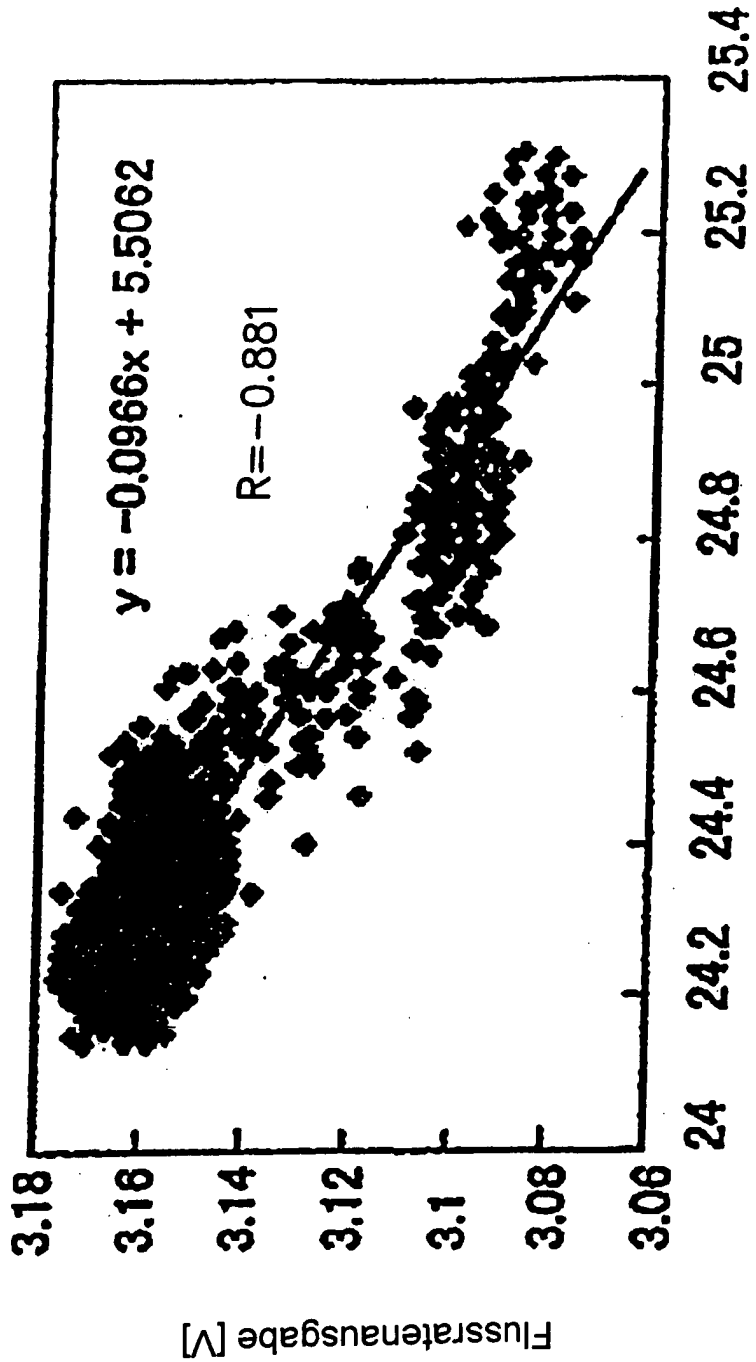
y = -0.0966x + 5.5062
R=-0.881
3.18
3.16
3.14
3.12
3.1
3.08
3.06
24
24.2
24.4
24.6
24.8
25
25.2
25.4
Flussratenausgabe [V]
Zeit [min]

FIG. 14

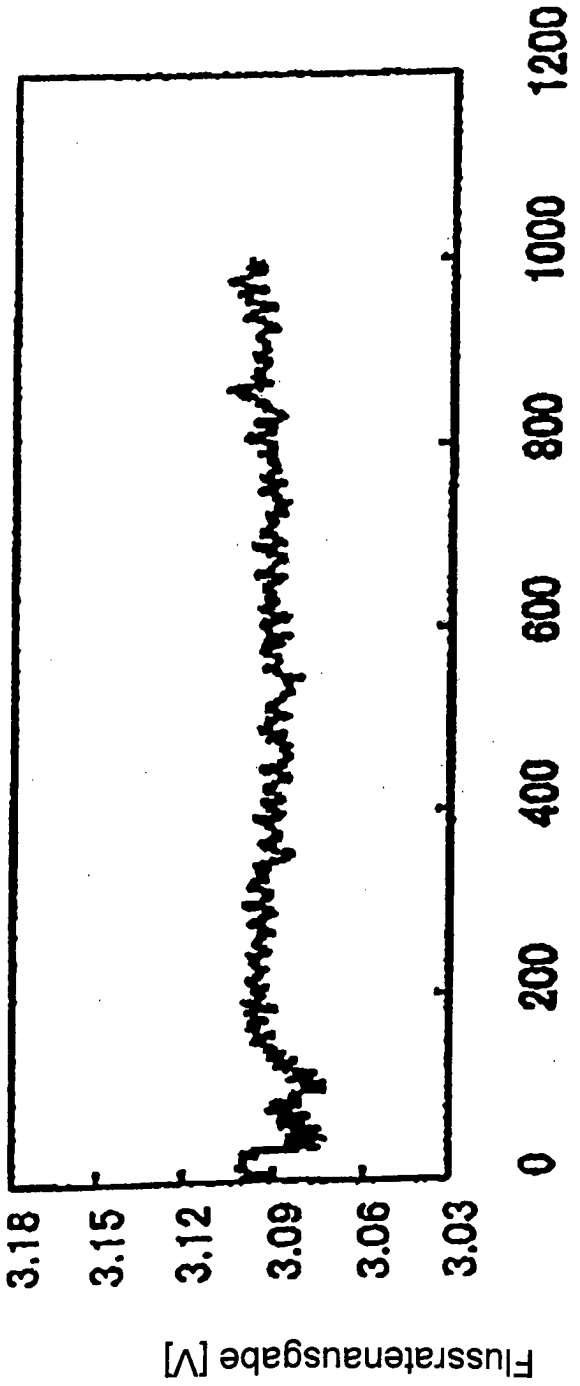
Flussratenausgabe [V]
3.18
3.15
3.12
3.09
3.06
3.03
0
200
400
600
800
1000
1200
Zeit [min]

FIG. 15

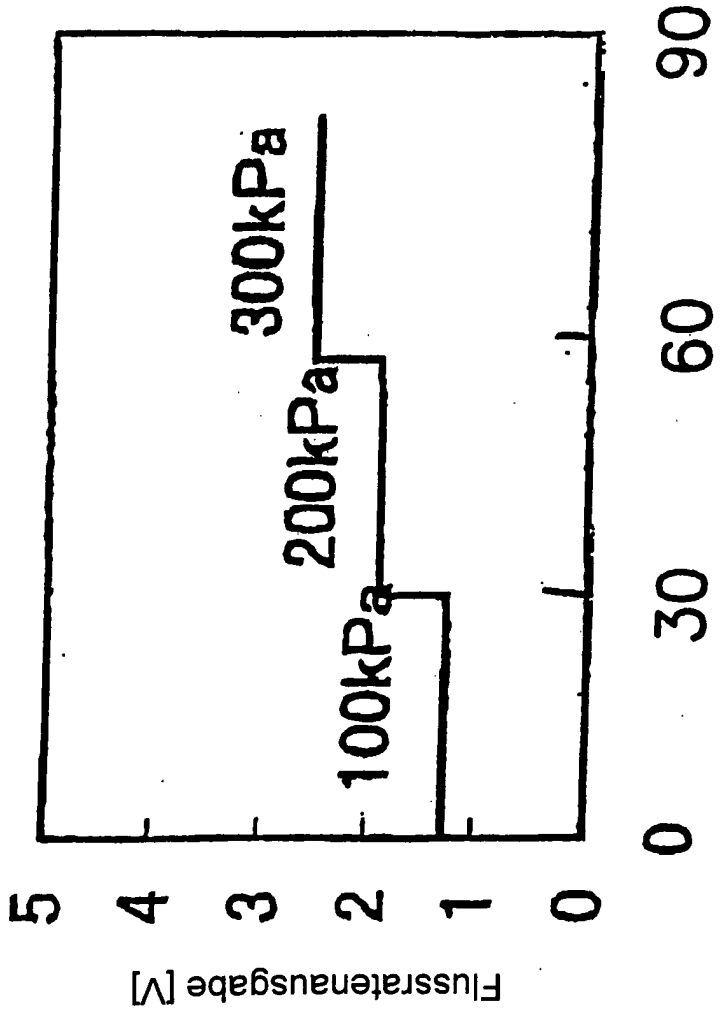
300kPa
200kPa
100kPa
0
30
60
90
Zeit [min]
5
4
3
2
1
0
Flussratenausgabe [V]

FIG. 16

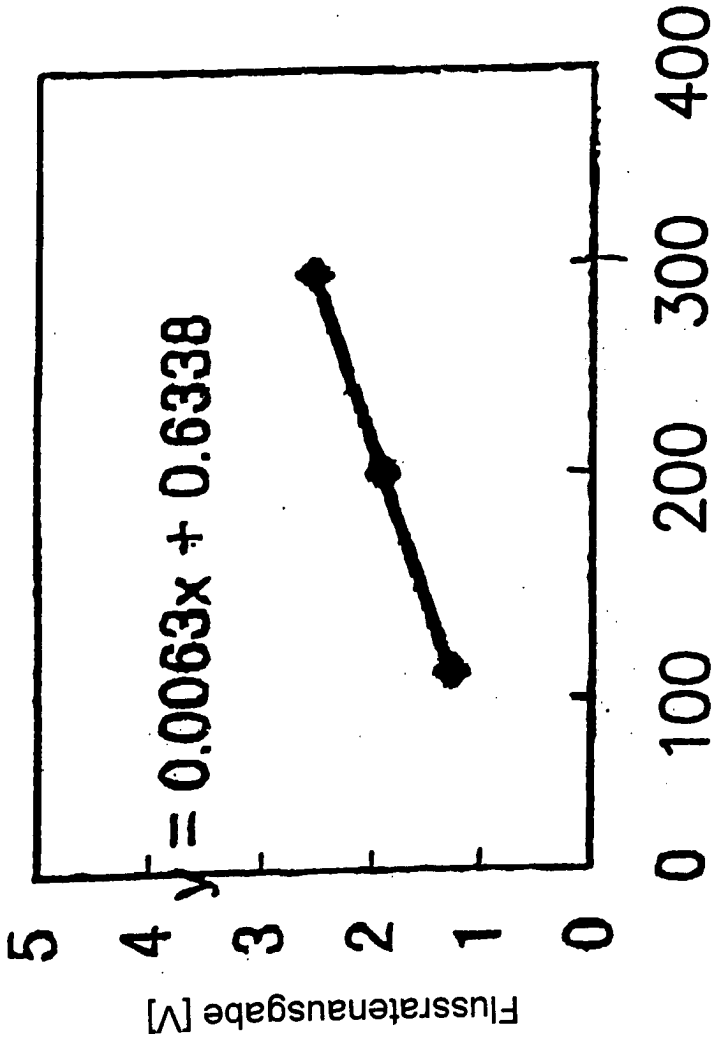
y = 0.0063x + 0.6338
Flussratenausgabe [V]
0
1
2
3
4
5
0
100
200
300
400
Druckdifferenz [kPa]

FIG. 17

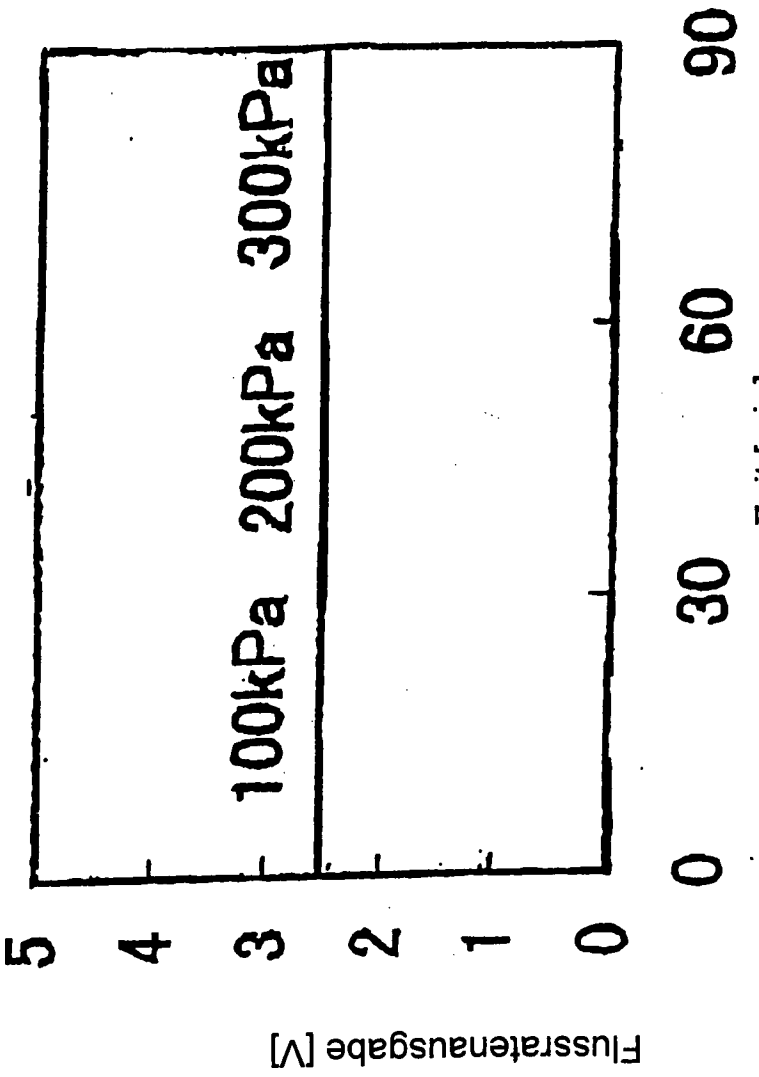
100kPa
200kPa
300kPa
5
4
3
2
1
0
0
30
60
90
Zeit [min]
Flussratenausgabe [V]

FIG. 18