

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2017年6月29日(29.06.2017)



(10) 国際公開番号
WO 2017/110118 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 27/62 (2006.01) H01J 49/10 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/068762
- (22) 国際出願日: 2016年6月24日(24.06.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2015-251434 2015年12月24日(24.12.2015) JP
- (71) 出願人: 株式会社島津製作所 (SHIMADZU CORPORATION) [JP/JP]; 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 中野 智仁 (NAKANO, Tomohito); 〒6048511 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所内 Kyoto (JP).
- (74) 代理人: 鹿島 義雄 (KASHIMA, Yoshio); 〒5300052 大阪府大阪市北区南扇町7-2 ユニ東梅田409号 新生国際特許事務所内 Osaka (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,

BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

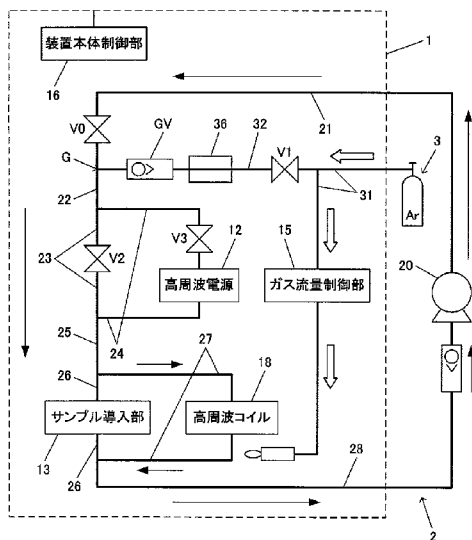
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: ICP MASS SPECTROMETER

(54) 発明の名称: ICP質量分析装置



12 High-frequency power supply
13 Sample introduction part
15 Gas flow control part
16 Device body control part
18 High-frequency coil

(57) Abstract: Provided is an ICP mass spectrometer which is able to effectively discharge residual water by limiting the consumption of Ar gas and a fluctuation in supply pressure of an Ar gas source at the time of an Ar gas purge for a coolant system. The ICP mass spectrometer is provided with: a device body part 1; a coolant system 2 that supplies a coolant from a water source 20 to to-be-cooled structure parts including a high-frequency power supply 12, a high-frequency coil 18, and a sample introduction part 13, which need to be cooled; and an Ar gas supply system 3. Intermediate valves V2, V3 are disposed on the downstream side of a main valve V0, a purge gas channel 32 having a purge valve V1, and a meeting point G of the purge gas channel 32. The to-be-cooled structure parts are connected to a cooling-use pipe on the downstream side of the intermediate valves V2, V3. A valve control part 35 is configured to perform intermittent purge control of repeating accumulation and discharge of the Ar gas on the upstream side of the intermediate valves V2, V3 by intermittently opening and closing the intermediate valves V2, V3 when the Ar gas is being sent.

(57) 要約: 冷却水系の Ar ガスパージに際し、Ar ガスの消費量と Ar ガス源の供給圧力の変動を抑えて効果的に残留水を排水することが可能な ICP 質量分析装置を提供する。装置本体部 1 と、高周波電源 12、高周波コイル 18、サンプル導入部 13 を含む冷却が必要な被冷却構造部に水源 20 からの冷却水を被冷却構造部に供給する冷却水系 2 と、Ar ガス供給系 3 とを備え、元弁 V0 と、パージ弁 V1 を有するパージガス流路 32 と、パージガス流路 32 の合流点 G よりも下流側に中間弁 V2、V3 が設けられ、被冷却構造部は中間弁 V2、V3 よりも下流側で水冷用配管に流路接続され、弁制御部 35 が、Ar ガスを送るときに中間弁 V2、V3 を間欠的に開閉して中間弁 V2、V3 の上流側で Ar ガスの蓄圧と放出を繰り返す間欠パージ制御を行う構成とする。

WO 2017/110118 A1

明 細 書

発明の名称： I C P 質量分析装置

技術分野

[0001] 本発明は、高周波誘導結合プラズマにより試料をイオン化させて質量分析を行う I C P 質量分析装置（I C P - M S とも称する）に関する。

背景技術

[0002] I C P 質量分析装置は、高感度で多元素分析を行うことができる分析装置として広く知られており、幅広い分野での元素分析に利用されている（例えば特許文献 1 参照）。図 6 に一般的な I C P 質量分析装置の装置構成を示す。

I C P 質量分析装置 1 0 0 は、主にプラズマトーチ 1 1 と、高周波電源 1 2 と、サンプル導入部 1 3 と、質量分析計を備えた質量分析部 1 4 と、ガス流量制御部 1 5 と、装置本体制御部 1 6 とを備えており、これらによって装置本体部 1 が構成される。そして、装置本体部 1 には、I C P 質量分析装置 1 0 0 を使用するときに必要な冷却水系 2 と A r ガス供給系 3 が接続されている。

[0003] I C P 質量分析装置 1 0 0 の装置本体部 1 について詳述する。ガス流量制御部 1 5 は、霧化器 1 9 から供給される試料ガスと、A r ガス供給系 3 からガス用配管 3 1 を介して供給されるプラズマ生成用の A r ガス等の流量制御を行う。プラズマトーチ 1 1 は、ガス流量制御部 1 5 により流量制御されたプラズマガス（A r ガス）や試料ガスが供給される多重円筒状の反応管 1 7 と、反応管 1 7 の外周に巻き付けられる高周波コイル 1 8 とを備えている。

高周波電源 1 2 は、高周波コイル 1 8 に接続されており、プラズマトーチ 1 1 にプラズマガスと試料ガスを流入させた状態で高周波コイル 1 8 に高周波電圧を印加することにより、プラズマを発生させて試料ガスをイオン化する。

サンプル導入部 1 3 は、真空ポンプ（不図示）によって減圧状態にしてあ

り、プラズマトーチ 11 でイオン化された試料イオンを、サンプリングコーン 13 a の中心軸線に沿って試料導入孔から引き込むようにしてある。質量分析部 14 はサンプル導入部 13 よりも高真空に維持されており、サンプル導入部 13 から引き込んだ試料イオンを四重極 14 a 等で質量分離するとともにイオン検出器 14 b により質量分析を行う。

[0004] 装置本体制御部 16 は、入力装置（キーボード、マウス等）、表示装置（液晶パネル等）、入出力インターフェースを備えたコンピュータ装置からなり、装置本体部 1 各部の設定、命令入力、制御、およびイオン検出器 14 b により検出されたデータの処理を行う。

[0005] このような ICP 質量分析装置 100 では、プラズマを発生させるプラズマトーチ 11 の反応管 17 を誘導加熱により高温にするが、それ以外にも、プラズマトーチ 11 に対向するサンプル導入部 13、高周波コイル 18、高周波電源 12 に内蔵される高周波電源基板 12 a も高温になる。

そのため、プラズマトーチ 11 の反応管 17 を除くサンプル導入部 13、高周波コイル 18、高周波電源 12 については冷却が必要であり、冷却水系 2 から冷却水を供給することにより、サンプル導入部 13 の銅製のサンプリングコーン 13 a および銅製の高周波コイル 18 の腐食や溶解を防ぐとともに、高周波電源 12 に内蔵されている高周波電源基板 12 a の発熱による故障を防ぐようにしている。

[0006] 図 7 は冷却水系 2 および Ar ガス供給系 3 の配管系統を示す図である。冷却水系 2 の水冷用配管は、冷却水を送り出す循環ポンプを有するチラー（水源） 20 から流路 21 を経て元弁 V0 に接続される。元弁 V0 の下流側は流路 22 に接続され、流路 22 は 2 つに分岐して第一中間弁 V2、第二中間弁 V3 に接続される。第一中間弁 V2 には高周波電源 12 と連結するための流路（バイパス流路） 23 が接続される。第二中間弁 V3 には高周波電源 12（高周波電源基板 12 a）を冷却するための流路（高周波電源冷却流路） 24 が接続される。

流路（バイパス流路） 23 と流路（高周波電源冷却流路） 24 とは、高周

波電源 1 2 が結露しないように切り替えて使用するためのものであり、高周波電源が ON 状態で冷却が必要なときは流路 2 4 側を開き、高周波電源が OFF 状態で冷却が不要なときは流路 2 3 側を開くように制御される。この流路切り替えの制御は、装置本体制御部 1 6 により高周波電源 1 2 の ON/OFF と連動して切り替わるようにしてあり、いずれか一方が開、他方が閉となるように制御されて常に冷却水が流れるようにしてある。

[0007] 流路 2 3 と流路 2 4 とは流路 2 5 で合流した後に、再び 2 つに分岐してサンプル導入部 1 3 を冷却する流路（サンプル導入部冷却流路）2 6 と高周波コイル 1 8 を冷却する流路（高周波コイル冷却流路）2 7 に接続される。流路 2 6 と流路 2 7 とは、サンプル導入部 1 3 および高周波コイル 1 8 を冷却後に、再び流路 2 8 で合流し、流路 2 8 はチラー 2 0 に還流されるようにしてある。

[0008] 装置本体部 1 において、冷却水系 2 で冷却する必要がある部分を「被冷却構造部」と称する。高周波電源 1 2、サンプル導入部 1 3、高周波コイル 1 8 の 3 つの被冷却構造部のうち、サンプル導入部 1 3 のサンプリングコーン 1 3 a は、中央の試料導入孔の孔径が経時劣化によって次第に広がり、これが分析結果に影響を及ぼすことから、消耗部品として交換できるようにしてある。

[0009] 図 8 はサンプル導入部 1 3 を示す概略断面図である。サンプリングコーン 1 3 a は、冷却ジャケット 1 3 b の表面側に一体的に取り付けられており、冷却ジャケット 1 3 b の裏面側は、サンプル導入部本体 1 3 c との境界面が液密となるようにシール（不図示）を介して着脱可能に固定してある。冷却ジャケット 1 3 b には冷却水が流れる冷却流路 1 3 d が形成してあり、サンプル導入部本体 1 3 c に設けた接続流路 1 3 e を介して冷却水が供給されるようにしてある。

サンプリングコーン 1 3 a を交換するときは冷却ジャケット 1 3 b から交換するようになっており、したがって冷却ジャケット 1 3 b をサンプル導入部本体 1 3 c から取り外すときには、接続流路 1 3 e と冷却流路 1 3 d との

境界面で冷却水の流路が開放されることになる。

[0010] 冷却水系2に冷却水を流した後に、サンプリングコーン13aを交換するために冷却ジャケット13bを取り外そうとするときは、元弁V0を閉じて水の供給を止めるとともに、元弁V0以降の各流路内に残っている残留水を排水するためにパージする必要がある。そのため、冷却水系2にはパージガスを供給するための流路が形成されている。

[0011] すなわち、図7に示されるように、Arガス供給系3のArガス流路31の途中から分岐し、冷却水系2の元弁V0の下流側にある流路22に対して合流点Gで接続されるパージガス流路32が形成してある。パージガス流路32にはパージ弁V1が設けられるとともに、冷却水の逆流を防止する逆止弁GVを介在させてある。

[0012] そして、サンプル導入部13の冷却ジャケット13bを交換するときには、まず元弁V0を閉じ、続いてパージ弁V1、第一中間弁V2、第二中間弁V3を全て同時に開放して、Arガスをパージガス流路32から流路22～流路28に流すことにより残留水を排水し、その後、冷却ジャケット13bを取り外すようしている。

[0013] なお、サンプル導入部13以外の冷却水系2のメンテナンス作業を行う場合にも同様のArガスパージが行われる。さらに、メンテナンス作業時以外でも、長期間にわたり装置を停止する場合には、残留水による腐食を防ぐためにArガスパージによる同様の排水作業が行われる。

先行技術文献

特許文献

[0014] 特許文献1：特開2014-85268号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0015] ところで、冷却水系2の水冷用配管は、管径が太く配管抵抗が比較的小さいことから、残留水を排水するためにArガスでパージし続けると、Arガ

ス消費量が極端に多くなる。

[0016] また、冷却水系2をパージするArガスは、同じICP質量分析装置100でプラズマガス(Arガス)や試料を霧化させるキャリアガス等として使用されるArガスと共用され、1本のガスボンベ(あるいは液体ボンベ)からなるArガス源からArガス供給系3を介して供給されている。

ICP質量分析装置が設置される研究施設や工場等のような現場では、Arガス源は、1つのICP質量分析装置だけでなく、複数の機器(他の分析機器、成膜装置等)と共用させていることがほとんどである。

例えば、図9に示すように、Arガス供給系3のArガス源は、Arガス流路31を介して、ICP質量分析装置(ICP-MS)100のみならず第二のICP-MS101、他分析装置102、成膜装置103等にもArガスが供給されるようしてある。

[0017] このような環境で、上述したICP質量分析装置100の冷却水系2に対して、Arガスパージを行うと、Arガス流路31からガス流量制御部15にArガスを供給しているときに比べて大流量のArガスが水冷用配管に流れ続けるようになり、Arガス源の供給圧力が次第に低下する。具体的には、レギュレータで通常480kPaに維持されているArガスの供給圧力が400kPa以下にまで低下することが確認されている。

したがって、同じArガス源からArガスが供給されている他の装置の動作に悪影響を与えることになる。図9のように2台のICP-MS100、101が共通のArガス源に接続されている環境下では、第一のICP-MS100のメンテナンス作業のために冷却水系2へArガスを供給したときに、同時に第二のICP-MS101で分析を行っている場合には、Arガス供給圧力の低下によって正しいガス流量制御ができず、プラズマが消灯してしまうといった不具合が生じるおそれがある。

[0018] そこで本発明は、ICP質量分析装置の冷却水系のArガスパージを行うときに、Arガスの消費量を抑えることができ、それでいて効果的に残留水

を排水することができる ICP 質量分析装置を提供することを目的とする。

さらに、本発明は、冷却水系の Ar ガスパージを行うときに、Ar ガス源の供給圧力の変動を抑えることができるようにした ICP 質量分析装置を提供することも目的とする。

課題を解決するための手段

[0019] 上記課題を解決するためになされた本発明の ICP 質量分析装置は、ガス流量を制御するガス流量制御部を介してプラズマ発生用の Ar ガスおよび試料ガスをプラズマトーチの反応管に供給するとともに、前記プラズマトーチの高周波コイルに高周波電源からの高周波電圧を印加することにより試料ガスをイオン化させ、発生した試料イオンをサンプル導入部から質量分析計に引き込んで質量分析を行う装置本体部と、前記高周波電源、前記高周波コイル、前記サンプル導入部を含む冷却が必要な被冷却構造部に水冷用配管が流路接続され、水源からの冷却水を前記被冷却構造部に供給する冷却水系と、前記ガス流量制御部にガス用配管が流路接続され、Ar ガス源から Ar ガスを供給する Ar ガス供給系とを備え、前記冷却水系には、前記水冷用配管の上流側に流路接続される元弁 (V0) と、前記ガス用配管から分岐し前記元弁 (V0) よりも下流側の位置でパージ弁 (V1) を介して前記水冷用配管に合流するように流路接続されるパージガス流路と、前記パージガス流路の合流点よりも下流側の水冷用配管に流路接続される中間弁 (V2、V3) とが設けられ、前記被冷却構造部は、前記中間弁 (V2、V3) よりも下流側で前記水冷用配管に流路接続され、前記元弁 (V0)、前記パージ弁 (V1)、前記中間弁 (V2、V3) の開閉制御を連携して行う弁制御部を備え、前記弁制御部は、前記元弁 (V0) を閉状態かつ前記パージ弁 (V1) を開状態にして前記パージガス流路を介して Ar ガスを送るときに、前記中間弁 (V2、V3) を間欠的に開閉して前記中間弁 (V2、V3) の上流側で Ar ガスの蓄圧と放出とを繰り返す間欠パージ制御を行うようにしてある。

発明の効果

[0020] 本発明によれば、メンテナンス作業等で冷却水系の残留水の排水を行うと

きに、弁制御部が、元弁を閉じるとともにパーズ弁を開状態にして、パーズガス流路を介してパーズガスを水冷用配管に送り込むときに、中間弁を間欠的に開閉する制御を行う。これにより、中間弁の上流側ではA rガスの蓄圧と放出とを間欠的に繰り返す間欠パーズが行われる。

したがって、中間弁の上流側の配管内に蓄圧された（パーズ弁上流側の供給圧と同程度の圧力の）A rガスで間欠的にフラッシングさせるようにパーズを行うことができるようになり、少量のA rガスで効果的に残留水を排水することができるようになる。

また、従来のようにA rガスを（間欠的ではなく）連続放出する必要がないことから、排水時に消費されるA rガスの総消費量も低減することができる。

[0021] 上記発明において、パーズ弁より下流側のパーズガス流路上に当該パーズガス流路の配管径と同径または細径の配管からなる配管抵抗を設けるようにすることが好ましい。

これにより、パーズ弁を開状態としたときでも、パーズガス流路へのA rガスの急激な流入を抑制することができるので、パーズ弁よりも上流側の供給圧力の変動を極めて小さく抑えることができる。なお、同径のときは流路長を長くすることで配管抵抗を大きくすることができる。

なお、このときの配管抵抗が大きいほど、供給圧力の変動を抑える効果が大きくなる半面、配管抵抗を介して流入する流量が減少するので、配管抵抗よりも下流側では流入するガスの圧力が低下する。もしも、間欠的なパーズを行わずに従来同様の垂れ流し状態でのパーズを行う場合は、配管抵抗の大きさによっては下流側のパーズガスのガス圧が低下し、冷却水の流水抵抗が大きい場合には残留水を排水することができなくなる。

これに対し、本発明によれば、パーズ弁を開状態にしたときの中間弁までの流路に、配管抵抗の大きさに合わせてA rガスを蓄圧するための時間を十分に確保することで、中間弁の上流側に蓄圧されるA rガスの圧力を、パーズ弁より上流側の配管内の圧力と同程度に復元することができるので、配管

抵抗を大きくしても、蓄圧された圧力によって効果的に残留水のパーズ作業を行うことができる。すなわち、配管抵抗により上流側の供給圧力の変動を低減できるだけでなく、中間弁の上流側に、（パーズ弁よりも上流側の配管内の圧力と同等の圧力に）蓄圧されたA rガスでフラッシングするようにしてパーズを行うので、少量のA rガスで効果的に残留水を排水することができる。

[0022] また、上記発明において、冷却水系の水冷用配管は、パーズガス流路の合流点より下流側で、第一中間弁を有するバイパス流路と、第二中間弁および高周波電源がこの順で直列に流路接続される高周波電源冷却用流路とに分岐され、サンプル導入部と高周波コイルとは、バイパス流路および高周波電源冷却流路の下流側で流路接続され、弁制御部は、間欠パーズ制御を行うときに、第一中間弁と第二中間弁とを同時に開状態にして、バイパス流路と高周波電源冷却流路とを同時にパーズする制御を行うようにしてもよい。

また、これに代えて、弁制御部は、間欠パーズ制御を行うときに、第一中間弁と第二中間弁とを交互に1つずつ開状態にして、バイパス流路と高周波電源冷却流路とを1つずつパーズする制御を行うようにしてもよい。

本発明のI C P質量分析装置では、高周波電源の結露を防ぐために、冷却水系はバイパス流路と高周波電源冷却流路とが分岐するように流路接続しており、バイパス流路には第一中間弁を配置し、高周波電源冷却流路には第二中間弁と高周波電源とを配置している。この第一中間弁と第二中間弁とは、高周波電源がO F Fのときは第一中間弁が開、第二中間弁が閉となり、高周波電源がO Nのときは第一中間弁が閉、第二中間弁が開となるようにして、いずれか一方の流路だけが開状態となって冷却水が流れるようにすることで結露が生じないようにしている。

本発明では、結露防止という目的のために高周波電源のO N / O F Fと連動するように流路を切り替えて使用されていた第一中間弁、第二中間弁を、残留水を排水するための蓄圧用に流用する。

すなわち、高周波電源と連動させる本来の開閉制御とは独立して、弁制御

部が間欠パージ制御を行うときに、第一中間弁と第二中間弁とを同時に開状態にしてバイパス流路と高周波電源冷却用流路とを同時にパージする制御を行う。あるいは、弁制御部が、間欠パージ制御を行うときに、第一中間弁と第二中間弁とを交互に1つずつ開状態にする制御を行う。

本発明によれば、弁制御部による間欠パージ制御のフロー（間欠パージ用のシーケンス）を追加するだけで、効果的な排水が可能になる。

図面の簡単な説明

- [0023] [図1]本発明に係る I C P 質量分析装置の装置構成を示す図。
- [図2]図 1 における冷却水系と A r ガス供給系の配管系統を示す図。
- [図3]本発明の動作フローの一例を示す図。
- [図4]本発明の動作フローの一例を示す図。
- [図5]参考用の動作フローの一例を示す図。
- [図6]従来の I C P 質量分析装置の装置構成を示す図。
- [図7]図 6 における冷却水系と A r ガス供給系の配管系統を示す図。
- [図8] I C P 質量分析装置におけるサンプル導入部を示す概略断面図。
- [図9] I C P 質量分析装置における A r ガス供給系の一例を示す図。

発明を実施するための形態

- [0024] 以下、本発明の実施形態について図面を用いて説明する。

図 1 は本発明の一実施形態である I C P 質量分析装置 A の概略構成図であり、図 2 は図 1 の I C P 質量分析装置 A における冷却水系および A r ガス供給系 3 の配管系統を示す図である。なお、図 6、7 で説明した従来の I C P 質量分析装置 1 0 0 と同じ構成部分については、同符号を付すことにより説明の一部を省略する。

- [0025] 本発明に係る I C P 質量分析装置 A では、従来からの I C P 質量分析装置 1 0 0 におけるコンピュータ装置からなる装置本体制御部 1 6 に、元弁 V 0、パージ弁 V 1、第一中間弁 V 2、第二中間弁 V 3 の開閉による A r ガスパージを実現する弁制御プログラムの実行を行う弁制御部 3 5 を設けてある。

この弁制御部 3 5 は、冷却水系 2 の排水を行うときに、メンテナンスモ-

ドとして、元弁V0、パージ弁V1、第一中間弁V2、第二中間弁V3を、後述する動作フローで動作させる間欠パージ制御を行う。すなわち、元弁V0を閉状態にし、パージ弁V1を開状態にしてパージガス流路32を介してArガスを冷却水系2に送るときに、第一中間弁V2、第二中間弁V3を、蓄圧に必要な時間（蓄圧時間T）が経過するまで閉状態を維持してから開状態とし、その後再び閉状態にして蓄圧時間Tが経過するまで閉状態を維持してから開状態にする。このように間欠的に開閉する動作を繰り返して、Arガスの蓄圧と放出とを繰り返す制御を行う。

[0026] また、本実施形態では、パージ弁V1の下流側のパージガス流路32に、ガスの流入を制限する配管抵抗36を設けてある。配管抵抗36は、パージ弁V1を開いたときに、パージ弁V1よりも上流側において急激な圧力変動が生じない程度の抵抗の大きさを選択してある。

具体的には、内径4mmのガス用配管で形成されたパージガス流路32の途中に、それよりも細径となる内径0.5mmの配管を、長さ1mの（コイル状の）配管抵抗36として接続することにより、パージガス流路32の配管抵抗が大きくなるようにしてある。

[0027] なお、配管抵抗36を接続したことにより、配管抵抗36よりも下流側を流れるガス流量が小さくなるので、配管抵抗36の大きさに合わせて、上述した間欠パージ制御における蓄圧に要する時間（蓄圧時間T）、すなわち蓄圧されるArガスの圧力がパージ弁V1の上流側の圧力と同程度になるまで待機する時間を予め予備実験により設定しておく。また、中間弁V2、V3を開放する時間（開放時間F）も設定しておく。ここでは蓄圧時間Tを10秒、開放時間Fを5秒で設定しておくものとして説明する。

また、パージを行う回数n（後述する動作フロー中の引数nとして使用）も予め設定しておく。以下の実施例では5回パージ（n=5）を行うように設定しておくものとする。

次に、上記した条件下におけるガスパージの動作フローについて説明する。

[0028] (動作フロー 1)

図3は、ICP質量分析装置Aの弁制御部35によるガスパージの動作フローの一例を説明するフローチャートである。

冷却水系2の排水を行うため、装置本体制御部16の入力装置によりメンテナンスモードを起動する入力操作を行うと、パージ回数を数える引数nに初期値0が設定され、元弁V0が閉じ、ほぼ同時に第一中間弁V2と第二中間弁V3が閉じられる。なお、パージ弁V1は当初から閉じられている(ST101)。

[0029] 次いで、パージ弁V1が開かれ、予め設定された蓄圧時間T(10秒)が経過するまで開状態が維持される。これにより、パージガス流路32のArガスが、パージ弁V1より上流側の圧力と同程度になるまで蓄圧されるようにする(ST102)。なお、初回は、逆止弁GVの下流側に冷却水が残っているので、例外的に逆止弁GVまでの配管にArガスが蓄圧されるだけであるが、後述する2回目の以降の蓄圧では、逆止弁GVより下流側にも蓄圧されることになる。

[0030] 次いで、第一中間弁V2と第二中間弁V3とが、予め設定された開放時間F(5秒)だけ開放されてパージが行われる。このとき、パージ弁V1は開状態が維持され、パージガス流路32に蓄圧されていたArガスが解放されて下流側に流れて、残留水を下流側に排水する。なお、このときのパージ回数の引数nに1を加算しておく(ST103)。

[0031] 次いで、現在のパージ回数を引数nで確認する(ST104)。パージ回数の引数nが5未満であるときはST102~ST104の処理を繰り返す。

引数nが5になるとST105に進む。

[0032] ST104で設定した回数(n=5)のパージを行ったことを確認して、元弁V0とパージ弁V1を閉じる(ST105)。これによりパージが終了する。

続いて第一中間弁V2と第二中間弁V3も閉じる(ST106)。これに

より装置の運転を完了する。

以上の手順により、Arガスの消費を抑えつつ、ガスパーズによって有効に排水することができる。

[0033] (動作フロー2)

図4は、ICP質量分析装置Aの弁制御部35によるガスパーズの動作フローの他の一例を説明するフローチャートである。上述した「動作フロー1」との相違点は、流路(バイパス流路)23と流路(高周波電源冷却流路)24とを1つずつ丁寧にパーズするために、第一中間弁V2と第二中間弁V3とを交互に開閉するようにしている点である。この場合の動作は以下のようになる。

[0034] 装置本体制御部16の入力装置によりメンテナンスモードを起動する入力操作を行うと、パーズ回数を数える引数nに初期値0が設定され、元弁V0が閉じ、ほぼ同時に第一中間弁V2と第二中間弁V3が閉じられる。なお、パーズ弁V1は当初から閉じられている(ST201)。

[0035] 次いで、パーズ弁V1が開かれ、予め設定された蓄圧時間T(10秒)が経過するまで開状態が維持される。これにより、パーズガス流路32のArガスが、パーズ弁V1より上流側の圧力と同程度になるまで蓄圧されるようにする(ST202)。なお、初回は、逆止弁GVの下流側に冷却水が残っているので、例外的に逆止弁GVまでの配管にArガスが蓄圧されるだけであるが、後述する2回目の以降の蓄圧では、逆止弁GVより下流側にも蓄圧されることになる。

[0036] 次いで、第一中間弁V2が、予め設定された開放時間F(5秒)だけ開放されてパーズが行われる。このとき、パーズ弁V1は開状態が維持され、元弁V0および第二中間弁V3は閉状態が維持される。これにより、パーズガス流路32に蓄圧されていたArガスが解放されて下流側に流れ、残留水を下流側に排水する。なお、このときのパーズ回数の引数nに1を加算しておく(ST203)。

[0037] 次いで、パーズ弁V1が開かれたまま第一中間弁V2が閉じられ、予め設

定された蓄圧時間 T （10秒）が経過するまで開状態が維持される。これにより、パージガス流路32のArガスが、パージ弁V1より上流側の圧力と同程度になるまで蓄圧されるようにする（ST204）。

[0038] 次いで、第二中間弁V3が、予め設定された開放時間 F （5秒）開かれてパージが行われる。このとき、パージ弁V1は開状態が維持され、元弁V0および第一中間弁V2は閉状態が維持される。これにより、パージガス流路32に蓄圧されていたArガスが解放されて下流側に流れ、残留水を下流側に排水する。なお、このときのパージ回数の引数 n はそのままにする（ST205）。

[0039] 次いで、現在のパージ回数を引数 n で確認する（ST206）。パージ回数の引数 n が5未満であるときはST202～ST205の処理を繰り返す。

引数 n が5になるとST207に進む。

[0040] ST206で設定した回数（ $n=5$ ）のパージを行ったことを確認して、元弁V0とパージ弁V1を閉じる（ST207）。これによりパージが終了する。

続いて第一中間弁V2と第二中間弁V3も閉じる（ST208）。これにより装置の運転を完了する。

以上の手順により、Arガスの消費を抑えつつ、ガスパージによって有効に排水することができる。

[0041]（参考動作フロー）

以上、本発明の実施形態である2つの動作フローについて説明した。上述した2つの動作フロー1、2では、本発明の2つの目的であるArガスの消費の低減と、Arガス供給系3の供給圧力変動の低減とを実現することができる。

これに対し、後者の供給圧力変動の低減だけを目的とするときは、水冷用配管を流れる冷却水の流水抵抗が小さく、配管抵抗36を通過したパージガスの圧力で排水が可能な場合には、装置構成をより簡単に行うことができる。

。

すなわち、間欠パージ制御を行わずに、パージガス流路 32 の配管抵抗 36 を使用するだけで供給圧力変動を低減することができる。このときの参考動作フローを図 5 に示す。

[0042] 装置本体制御部 16 の入力装置によりメンテナンスモードを起動する入力操作を行うと、元弁 V0 が閉じ、ほぼ同時に第一中間弁 V2 と第二中間弁 V3 が閉じられる。なお、パージ弁 V1 は当初から閉じられている (ST301)。

[0043] 次に、パージ弁 V1、第一中間弁 V2、第二中間弁 V3 が同時に開かれ、予め設定された開放時間 F (例えば 30 秒) が経過するまで開状態が維持される (ST302)。なお、元弁 V0 は閉状態が維持される。このとき、Ar ガスは連続的に流入することになるが、配管抵抗 36 の存在によってガスの流入が制限されるので供給圧力が大きく低下することはない、パージ弁 V1 よりも上流側での圧力変動による悪影響を防ぐことができる。

[0044] 次に、開放時間が経過した後は、元弁 V0、パージ弁 V1、第一中間弁 V2、第二中間弁 V3 が全て閉じることにより装置の運転が完了する (ST303)。

[0045] 以上、本発明の実施形態について説明したが、これら実施形態に限定されるものではなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲で種々の態様が含まれることはいうまでもない。

例えば、上記の実施形態では、流路 (バイパス流路) 23 の第一中間弁 V2 と流路 (高周波電源冷却流路) 24 の第二中間弁 V3 を切り替える構造としたが、バイパス流路を設けず、1つの流路に1つの中間弁が配設された簡単な構造の冷却水系であっても適用することができる。

[0046] また、上記実施形態ではパージガス流路 32 に配管抵抗 36 を設けて上流側の圧力変動を抑えるようにしたが、これに代えて、配管抵抗 36 を設けずに、弁制御部 35 による間欠パージ制御だけを行った場合は、上流側の供給圧力の間欠的な圧力変動が生じることになるが、それでも従来の垂れ流し状

態でのパーズに比べると供給圧力の変動幅を抑えることができるので有効である。

産業上の利用可能性

[0047] 本発明は I C P 質量分析装置に利用することができる。

符号の説明

- [0048] A I C P 質量分析装置
- 1 装置本体部
 - 2 冷却水系
 - 3 A r ガス供給系
 - 1 1 プラズマトーチ
 - 1 2 高周波電源
 - 1 3 サンプル導入部
 - 1 4 質量分析部（質量分析計）
 - 1 5 ガス流量制御部
 - 1 6 装置本体制御部
 - 1 8 高周波コイル
 - 1 9 霧化器
 - 2 0 チラー（水源）
 - 2 3 バイパス流路
 - 2 4 高周波電源冷却流路
 - 2 6 サンプル導入部冷却流路
 - 2 7 高周波コイル冷却流路
 - 3 2 パージガス流路

請求の範囲

[請求項1]

ガス流量を制御するガス流量制御部を介してプラズマ発生用のArガスおよび試料ガスをプラズマトーチの反応管に供給するとともに、前記プラズマトーチの高周波コイルに高周波電源からの高周波電圧を印加することにより試料ガスをイオン化させ、発生した試料イオンをサンプル導入部から質量分析計に引き込んで質量分析を行う装置本体部と、

前記高周波電源、前記高周波コイル、前記サンプル導入部を含む冷却が必要な被冷却構造部に水冷用配管が流路接続され、水源からの冷却水を前記被冷却構造部に供給する冷却水系と、

前記ガス流量制御部にガス用配管が流路接続され、Arガス源からArガスを供給するArガス供給系とを備え、

前記冷却水系には、前記水冷用配管の上流側に流路接続される元弁と、前記ガス用配管から分岐し前記元弁よりも下流側の位置でパージ弁を介して前記水冷用配管に合流するように流路接続されるパージガス流路と、前記パージガス流路の合流点よりも下流側の水冷用配管に流路接続される中間弁とが設けられ、

前記被冷却構造部は、前記中間弁よりも下流側で前記水冷用配管に流路接続され、

前記元弁、前記パージ弁、前記中間弁の開閉制御を連携して行う弁制御部を備え、

前記弁制御部は、前記元弁を閉状態かつ前記パージ弁を開状態にしてパージガス流路を介してArガスを送るときに、前記中間弁を間欠的に開閉して前記中間弁の上流側でArガスの蓄圧と放出とを繰り返す間欠パージ制御を行うことを特徴とするICP質量分析装置。

[請求項2]

前記パージ弁より下流側のパージガス流路上に当該パージガス流路の配管径と同径または細径の配管からなる配管抵抗を設けたことを特徴とする請求項1に記載のICP質量分析装置。

[請求項3] 前記冷却水系の水冷用配管は、前記パージガス流路の合流点より下流側で、第一中間弁を有するバイパス流路と、第二中間弁および前記高周波電源がこの順で直列に流路接続される高周波電源冷却流路とに分岐され、

前記サンプル導入部と前記高周波コイルとは、前記バイパス流路および前記高周波電源冷却流路の下流側で流路接続され、

前記弁制御部は、前記間欠パージ制御を行うときに、前記第一中間弁と前記第二中間弁とを同時に開状態にして、前記バイパス流路と前記高周波電源冷却流路とを同時にパージする制御を行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載のICP質量分析装置。

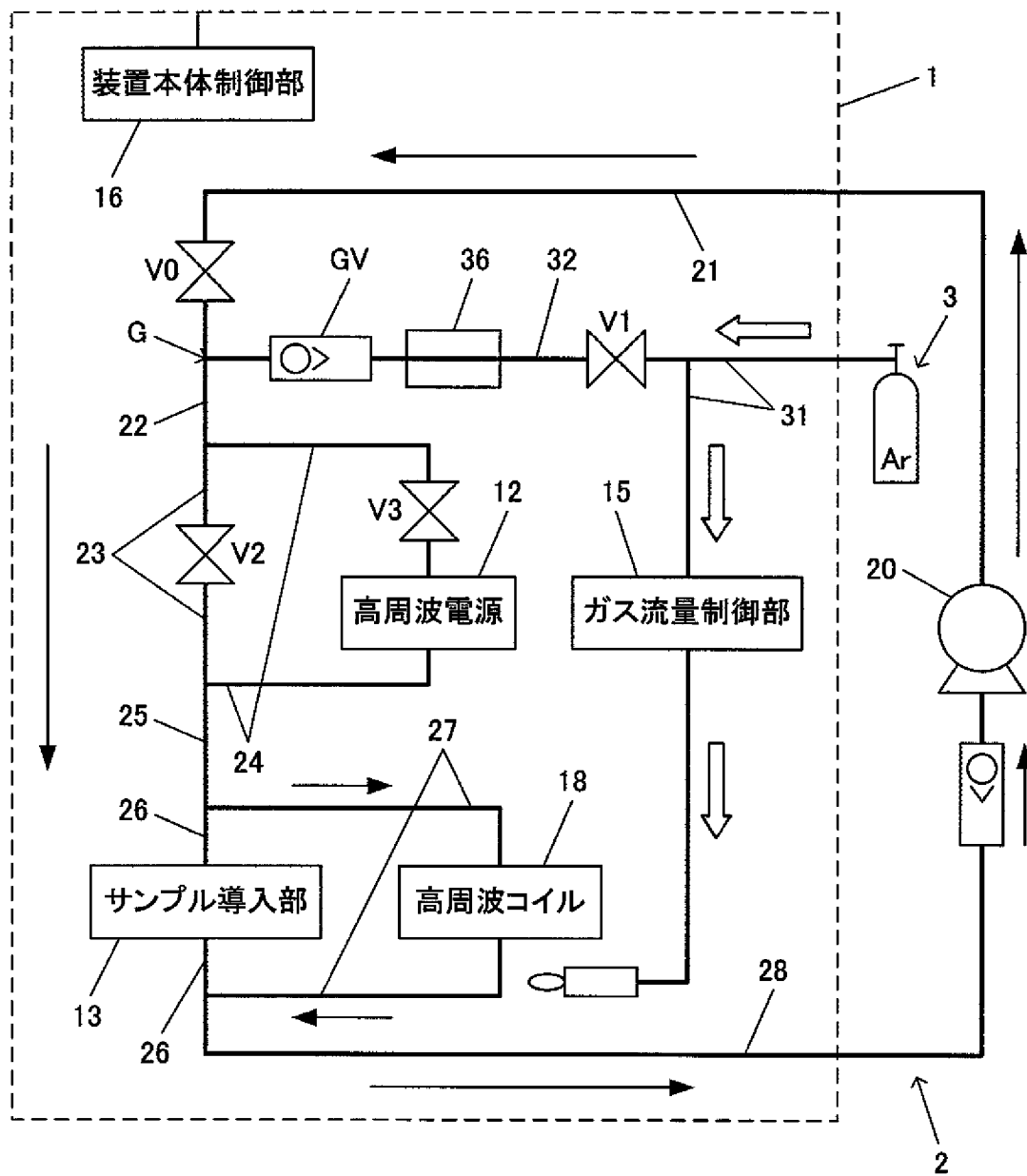
[請求項4] 前記冷却水系の水冷用配管は、前記パージガス流路の合流点より下流側で、第一中間弁を有するバイパス流路と、第二中間弁および前記高周波電源がこの順で直列に流路接続される高周波電源冷却流路とに分岐され、

前記サンプル導入部と前記高周波コイルとは、前記バイパス流路および前記高周波電源冷却流路の下流側で流路接続され、

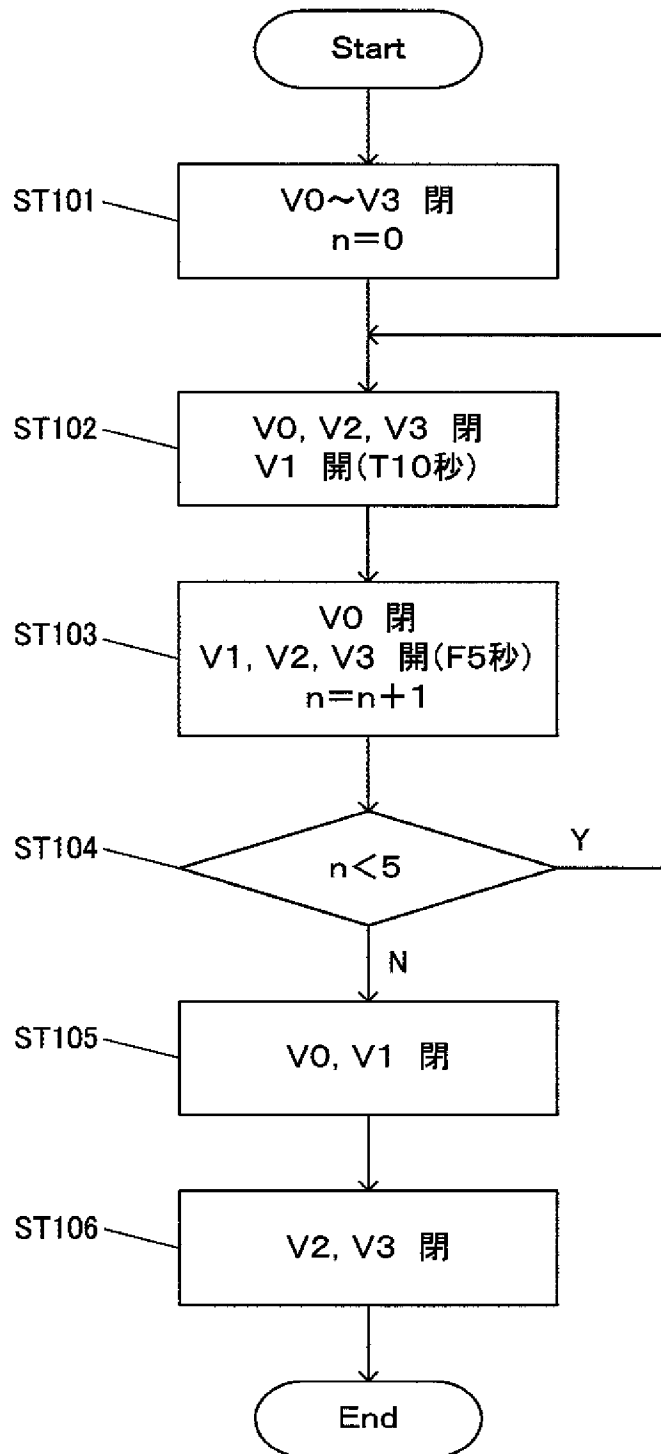
前記弁制御部は、前記間欠パージ制御を行うときに、前記第一中間弁と前記第二中間弁とを交互に1つずつ開状態にして、前記バイパス流路と前記高周波電源冷却流路とを1つずつパージする制御を行うことを特徴とする請求項1または請求項2に記載のICP質量分析装置

。

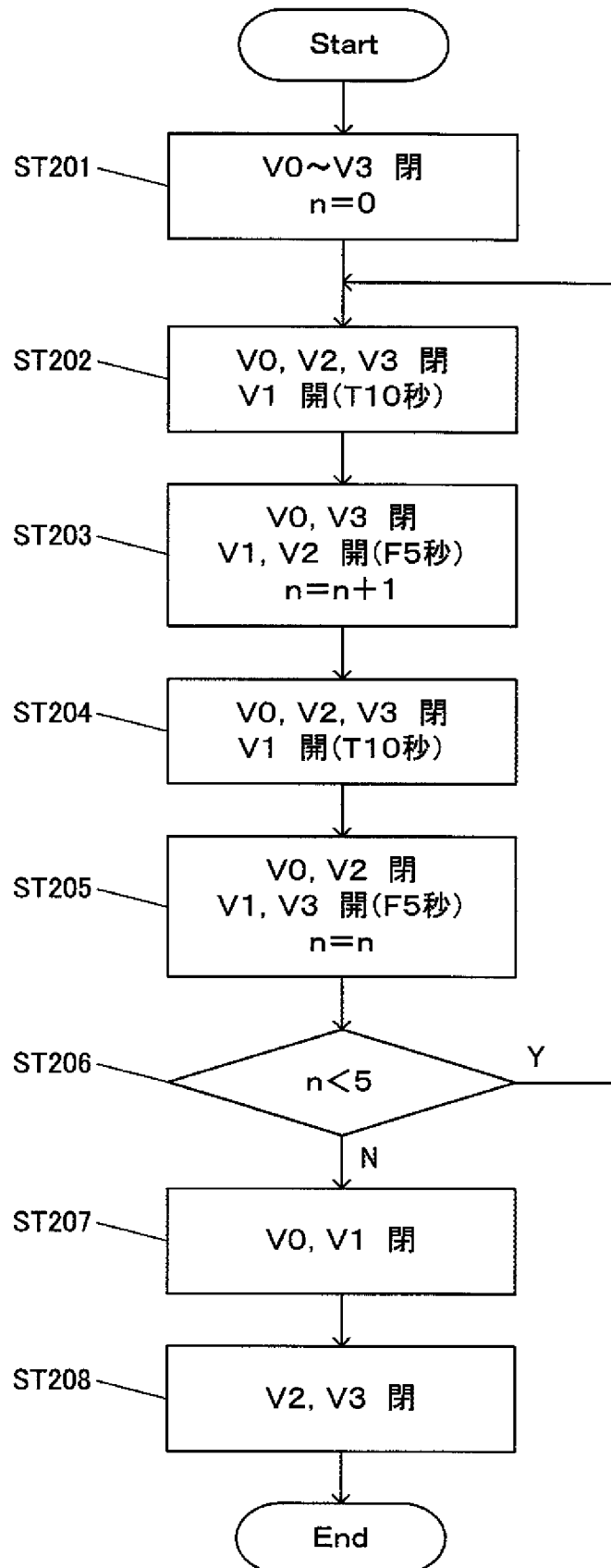
[図2]



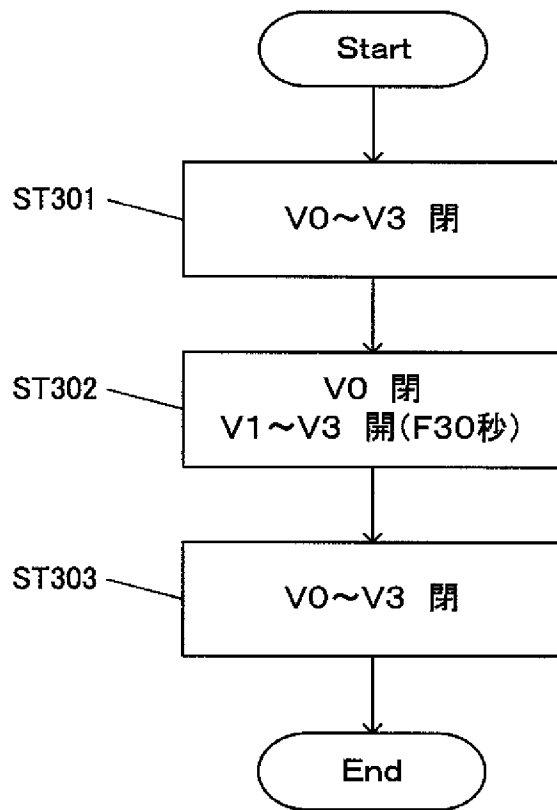
[図3]



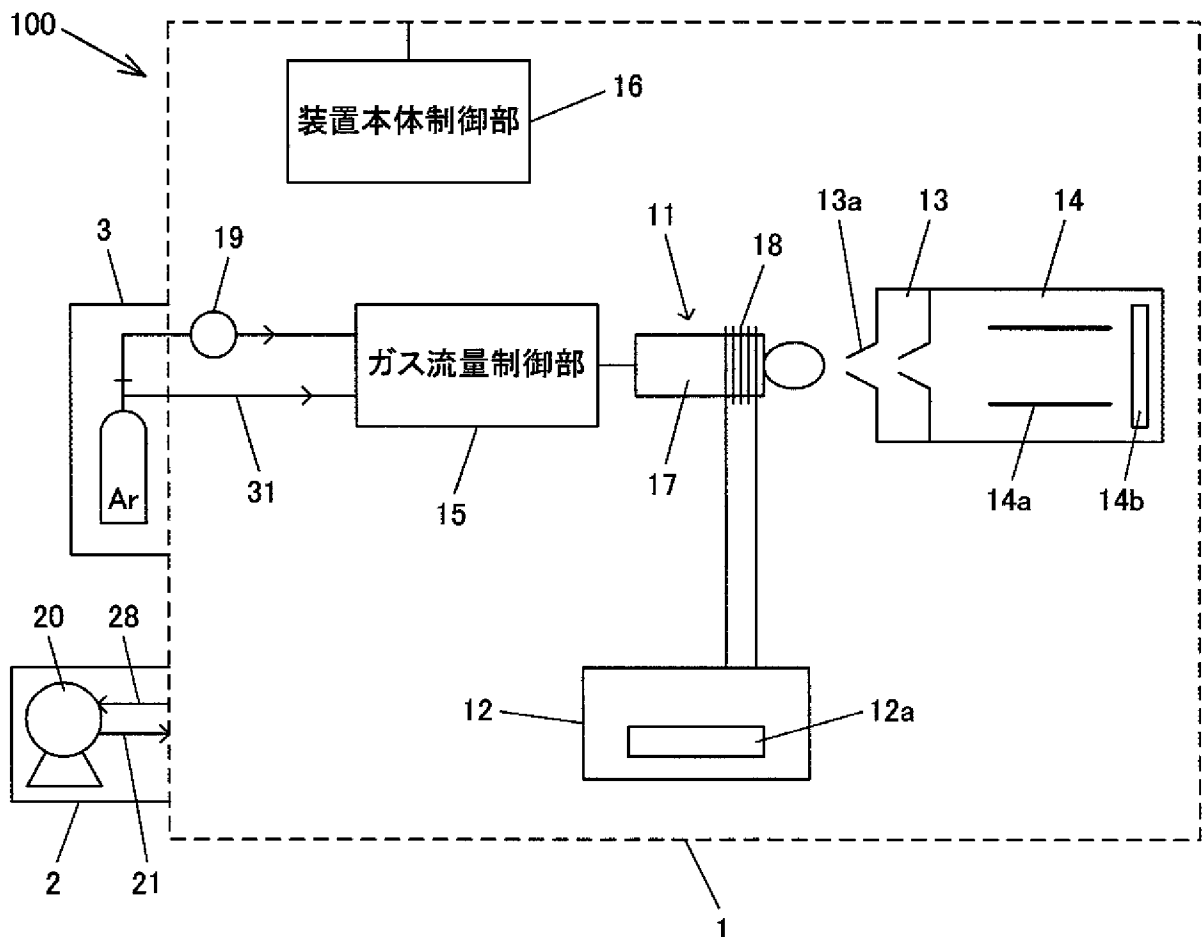
[図4]



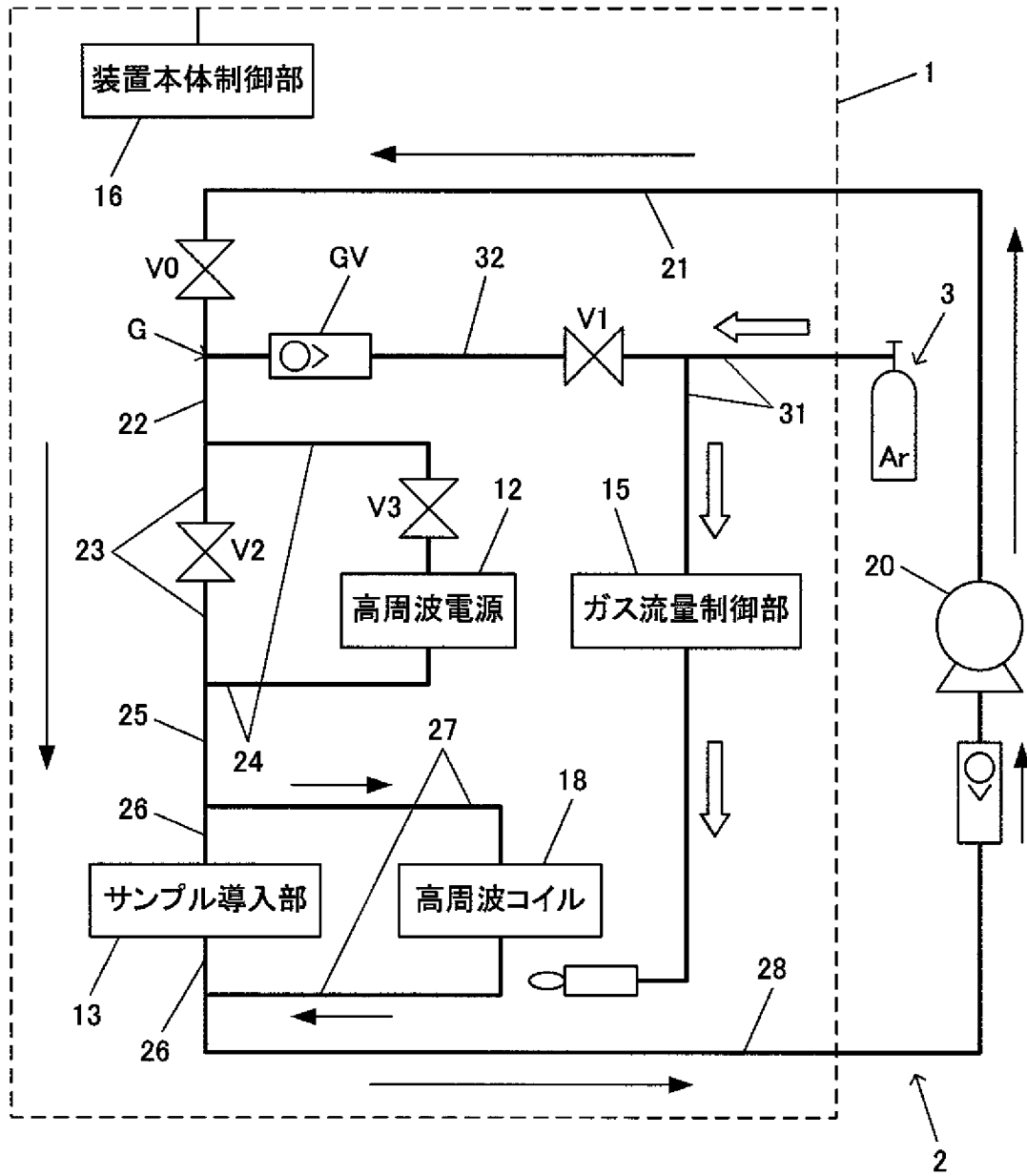
[図5]



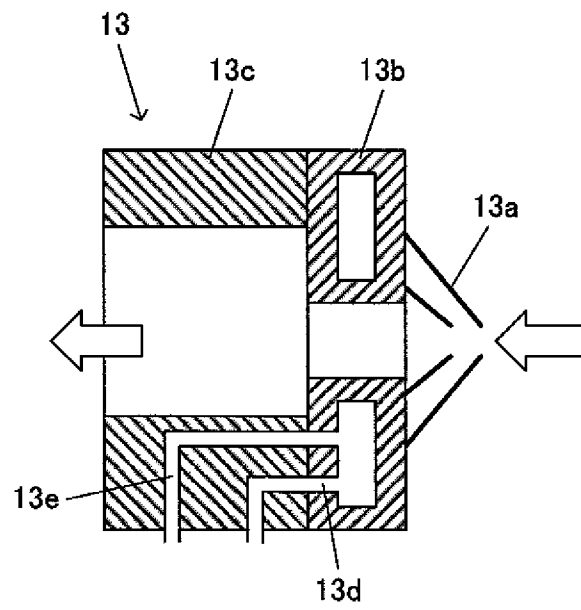
[図6]



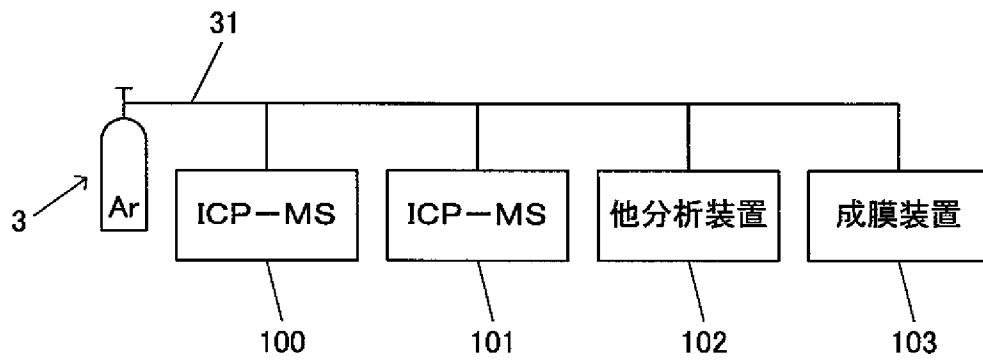
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/068762

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
G01N27/62(2006.01) i, H01J49/10(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
G01N27/62, H01J49/10, G01N21/62-21/73

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2014-85268 A (Shimadzu Corp.), 12 May 2014 (12.05.2014), & US 2014/0118735 A1 & CN 103781272 A	1-4
A	JP 2003-215042 A (Shimadzu Corp.), 30 July 2003 (30.07.2003), (Family: none)	1-4
A	US 5383019 A (Farrell et al.), 17 January 1995 (17.01.1995), & EP 602764 A1	1-4
A	US 5841531 A (Gliddon), 24 November 1998 (24.11.1998), & WO 1996/019716 A1 & EP 799408 A1	1-4

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 03 August 2016 (03.08.16)	Date of mailing of the international search report 16 August 2016 (16.08.16)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/068762

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 6222186 B1 (Li et al.), 24 April 2001 (24.04.2001), & US 6242735 B1	1-4
A	JP 6-187942 A (JEOL Ltd.), 08 July 1994 (08.07.1994), & US 5367163 A	1-4
A	JP 2015-528579 A (Nicholson, Stewart), 28 September 2015 (28.09.2015), & US 2014/0076027 A1 & WO 2014/043026 A1 & EP 2900380 A1 & CA 2884625 A1	1-4
A	WO 2015/093119 A1 (Mitsubishi Hitachi Power Systems, Ltd.), 25 June 2015 (25.06.2015), & JP 2015-120806 A	1-4

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01N27/62(2006.01)i, H01J49/10(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01N27/62, H01J49/10, G01N21/62-21/73

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2014-85268 A (株式会社島津製作所) 2014.05.12, & US 2014/0118735 A1 & CN 103781272 A	1-4
A	JP 2003-215042 A (株式会社島津製作所) 2003.07.30, (ファミリーなし)	1-4
A	US 5383019 A (Farrell et al) 1995.01.17, & EP 602764 A1	1-4
A	US 5841531 A (Gliddon) 1998.11.24,	1-4

☑ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
- 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
- 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
- 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
- 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

03.08.2016

国際調査報告の発送日

16.08.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

伊藤 裕美

2W

9515

電話番号 03-3581-1101 内線 3258

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
	& WO 1996/019716 A1 & EP 799408 A1	
A	US 6222186 B1 (Li et al) 2001.04.24, & US 6242735 B1	1-4
A	JP 6-187942 A (日本電子株式会社) 1994.07.08, & US 5367163 A	1-4
A	JP 2015-528579 A (ニコルソン, スチュワート) 2015.09.28, & US 2014/0076027 A1 & WO 2014/043026 A1 & EP 2900380 A1 & CA 2884625 A1	1-4
A	WO 2015/093119 A1 (三菱日立パワーシステムズ株式会社) 2015.06.25, & JP 2015-120806 A	1-4