



(12) DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:
21.07.1999 Bulletin 1999/29

(51) Int Cl.⁶: H05H 1/30

(21) Numéro de dépôt: 98402992.6

(22) Date de dépôt: 30.11.1998

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Etats d'extension désignés:
AL LT LV MK RO SI

(72) Inventeurs:
• Carre, Martine
78000 Versailles (FR)
• Coffre, Eric
78190 Trappes (FR)
• Trassy, Christian
38402 Saint-Martin-d'Herès (FR)

(30) Priorité: 29.12.1997 FR 9716619
29.12.1997 FR 9716620

(74) Mandataire: Mellul, Sylvie Lisette et al
L'Air Liquide,
Service Propriété Industrielle,
75, Quai d'Orsay
75321 Paris Cedex 07 (FR)

(71) Demandeur: L'AIR LIQUIDE, SOCIETE ANONYME
POUR
L'ETUDE ET L'EXPLOITATION DES PROCÉDES
GEORGES CLAUDE
75321 Paris Cédex 07 (FR)

(54) Torche à plasma à injecteur réglable et installation d'analyse d'un gaz utilisant une telle torche

(57) Cette torche à plasma (10) pour l'excitation d'un gaz en vue de son analyse comprend un injecteur (12) tubulaire destiné à être raccordé à une source d'alimentation en gaz à analyser, et un manchon (14) cylindrique externe coaxial à l'injecteur (12) et délimitant un canal (32) annulaire cylindrique d'alimentation en un gaz plas-magène, destiné à être raccordé à une source d'alimentation correspondante en vue de la production d'un plasma (P). L'injecteur (12) est de diamètre variable.

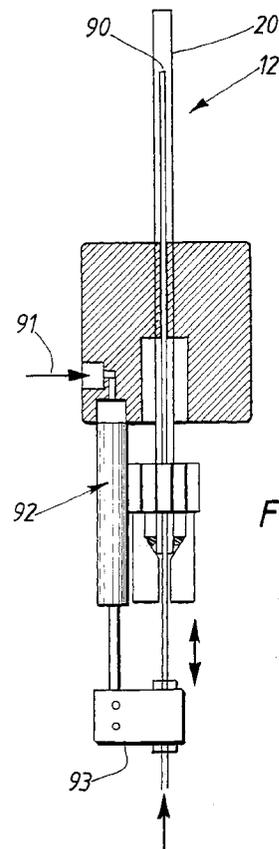


FIG. 2

Description

[0001] La présente invention est relative à une torche à plasma, destinée à l'excitation d'un gaz en vue de son analyse.

[0002] L'invention se rapporte également à une installation d'analyse d'un gaz utilisant une telle torche à plasma.

[0003] Actuellement, les techniques d'analyse des gaz sont des techniques indirectes, telles que la filtration, l'hydrolyse ou le barbotage, selon lesquelles les impuretés dont il s'agit de déterminer la concentration sont extraites du gaz avant analyse.

[0004] Ainsi, par exemple, la technique d'analyse par filtration utilise une membrane de filtration du gaz à analyser en vue de retenir les impuretés qu'il contient. Ces dernières sont ensuite dissoutes dans une solution acide, puis analysées, par exemple par spectrométrie, en vue d'en déterminer la nature et la concentration.

[0005] Ces techniques conventionnelles d'analyse présentent un certain nombre d'inconvénients.

[0006] Tout d'abord, en raison de leur nature, et en particulier de la présence d'une étape d'extraction des particules à analyser, ces techniques ne sont pas adaptées pour permettre une analyse en continu de la qualité d'un gaz.

[0007] En outre, elles fournissent des résultats relativement imprécis. En effet, ces techniques permettent seulement d'obtenir une valeur de concentration moyenne correspondant au montant total du prélèvement. Elles ne permettent donc pas la détection de variations instantanées des concentrations.

[0008] De surcroît, certaines particules d'impuretés sont susceptibles de se présenter sous la forme de composés volatiles qui ne peuvent être extraits du gaz à l'aide de telles techniques. Le résultat fourni est ainsi susceptible d'être sous-estimé.

[0009] Enfin, ces techniques engendrent un risque non négligeable de contamination du gaz et nécessitent un équipement relativement complexe.

[0010] On a tenté de palier ces inconvénients en utilisant une technique d'analyse directe des gaz.

[0011] Selon cette technique, un échantillon gazeux à analyser est introduit dans une source thermique, tel qu'un plasma, capable de dissocier en atomes libres les espèces chimiques présentes dans l'échantillon, puis d'exciter et éventuellement d'ioniser les atomes obtenus. Ces atomes excités sont ensuite détectés à partir de la mesure des différentes longueurs d'ondes qu'ils émettent, ou, s'ils sont ionisés, à partir de la mesure de leur masse.

[0012] Bien que cette technique permette l'analyse en continu d'un gaz, elle présente également un certain nombre d'inconvénients, notamment en raison des mouvements de recirculation de gaz engendrés sous l'action de forces de LORENTZ au voisinage de l'inducteur utilisé pour générer le plasma.

[0013] Ces mouvements de recirculation vont entraî-

ner le gaz vers la périphérie du plasma et provoquer le dépôt des produits de décomposition sur la torche et donc une pollution néfaste de celle-ci gênant la détection optique, ainsi qu'une modification du transfert d'énergie entre la bobine d'induction et le plasma.

[0014] Par ailleurs, le gaz passant dans cette zone périphérique subit une excitation moindre, ce qui contribue à dégrader la précision de la mesure.

[0015] Les travaux menés à bien par la Demanderesse sur ce sujet ont par ailleurs démontré que selon la nature du gaz à analyser (par exemple selon sa nature diatomique ou non), on observe un risque important de soufflage du plasma lors de l'introduction du gaz à analyser dans ce plasma.

[0016] Le but de l'invention est de palier les inconvénients précités.

[0017] Elle a donc notamment pour objet une torche à plasma pour l'excitation d'un gaz en vue de son analyse, comprenant un injecteur configuré sous la forme d'un tube principal destiné à être raccordé à une source d'alimentation en gaz à analyser, et un manchon cylindrique externe à double paroi, coaxial à l'injecteur, et délimitant entre ses parois consécutives interne et externe un canal annulaire cylindrique d'alimentation en un gaz plasmagène destiné à être raccordé à une source d'alimentation correspondante en vue de la production d'un plasma en sortie dudit manchon, se caractérisant en ce que ledit injecteur est de diamètre variable.

[0018] La torche à plasma suivant l'invention peut en outre comporter une ou plusieurs des caractéristiques suivantes :

- le diamètre de l'injecteur peut varier selon au moins deux valeurs par l'adoption de la configuration suivante : l'injecteur est formé d'au moins deux tubes coaxiaux, l'un interne et l'autre externe, le tube interne étant apte à coulisser verticalement à l'intérieur du tube externe ;
- selon un des modes de réalisation de l'invention, le diamètre du tube d'injection est situé dans la gamme allant de 0,8 à 3 mm ;
- selon un des modes de réalisation de l'invention, le diamètre du tube d'injection est situé dans la gamme allant de 1,3 à 2 mm ;
- ledit injecteur comporte un tube additionnel extérieur, coaxial au tube principal et délimitant deux canaux coaxiaux interne et externe destinés respectivement l'un à l'alimentation de la torche en gaz à analyser et l'autre à l'alimentation de la torche en un gaz de guidage dudit gaz à analyser dans le plasma ;
- ledit gaz plasmagène et/ou le ledit gaz de guidage comportent de l'argon ou de l'hélium ou tout autre gaz susceptible de créer un plasma, ou un mélange de tels gaz ;
- la paroi externe du manchon constitue la paroi externe de la torche ;
- la torche comporte un bobinage disposé au voisi-

nage de la tranche d'extrémité de la paroi externe de la torche et raccordée à une source de courant à haute fréquence en vue de la création, sur le trajet du gaz plasmagène, d'un champ électromagnétique et de créer dans celui-ci ledit plasma ;

- la torche comporte en outre un tube cylindrique intermédiaire, coaxial audit manchon et situé à l'intérieur du manchon, entre sa paroi interne et sa paroi externe, le tube cylindrique intermédiaire et la paroi externe du manchon délimitant un canal d'alimentation en un gaz de protection de la surface interne de la paroi externe de la torche contre des dépôts solides ;
- ledit canal d'alimentation en gaz de protection constitue un canal d'alimentation en un gaz contenant un composé chimique adapté pour réagir avec les dépôts solides susceptibles de se former sur la paroi externe de la torche pour former un composé volatil.

[0019] L'invention a également pour objet une installation d'analyse d'un gaz, caractérisée en ce qu'elle comporte une torche à plasma telle que définie ci-dessus, reliée à une source d'alimentation en gaz à analyser, à une source d'alimentation en gaz plasmagène et avantageusement également à une source de gaz de guidage du gaz à analyser dans le plasma engendré en sortie de la torche dans le gaz plasmagène, et des moyens de détection optique aptes à mesurer l'intensité lumineuse émise par les impuretés présentes dans le plasma, reliés à une unité de traitement comportant des moyens de calcul de la concentration en impuretés à partir de la valeur de l'intensité lumineuse mesurée et d'au moins une valeur de référence prédéterminée, stockée dans une mémoire associée à ladite unité de traitement, et obtenue par étalonnage préalable.

[0020] Selon une caractéristique particulière, l'installation comporte une unité d'élaboration d'échantillons étalons, qui comprend :

- une source de solutions de sels dissous de un ou plusieurs éléments ;
- une unité de nébulisation ;
- une unité de désolvatation ;

une sortie de l'unité d'élaboration étant reliée au canal d'alimentation en gaz à analyser de la torche.

[0021] D'autres caractéristiques et avantages ressortiront de la description suivante, donnée à titre d'exemple, et faite en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- la figure 1 représente une vue schématique en coupe axiale d'une torche à plasma suivant l'état de la technique;
- la figure 2 représente une vue en coupe axiale partielle d'un injecteur à diamètre variable selon l'invention par adoption de deux tubes concentriques

dont le tube interne est apte à coulisser verticalement dans le tube externe;

- la figure 3 représente une vue en coupe axiale d'une torche à plasma suivant l'invention dont l'injecteur permet l'utilisation d'un gaz de guidage du gaz à analyser dans le plasma.
- la figure 4 est une vue schématique d'une installation d'analyse d'un gaz suivant l'invention;
- la figure 5 représente des courbes montrant la variation de l'intensité lumineuse des particules en fonction de leur concentration ;
- la figure 6 représente une vue schématique en coupe axiale d'une torche à plasma conforme à l'invention, qui incorpore au niveau du manchon un tube intermédiaire, permettant la mise en oeuvre d'un gaz de protection.

[0022] Sur la figure 1, on a représenté une torche à plasma destinée à dissocier les espèces chimiques d'un gaz comprenant des impuretés, pour générer des atomes libres et exciter les atomes ainsi obtenus en vue de la détermination de la concentration en impuretés.

[0023] Par exemple, le gaz à analyser est constitué par un gaz utilisé dans le domaine de la fabrication des semiconducteurs, tel qu'un halogène ou un gaz fluoré, et les impuretés sont constituées par des éléments métalliques tels que le nickel, le fer, le manganèse...

[0024] On voit sur la figure 1 que la torche à plasma, désignée par la référence générale numérique 10, comprend : un injecteur central 12 configuré sous la forme d'un tube, un manchon cylindrique externe 14 à double paroi (28/30) et un bobinage 16 raccordé à une source de courant à haute fréquence 18.

[0025] La paroi 20 de l'injecteur délimite intérieurement un canal 26 destiné à être raccordé à une source d'alimentation de la torche 10 en un gaz à analyser (non représentée sur cette figure).

[0026] On voit donc sur la figure 1 que le manchon 14 comporte une paroi interne 28 et une paroi externe 30 qui se prolonge au-delà de l'extrémité libre de la paroi interne 28. Ces parois sont réalisées en un matériau approprié pour l'utilisation envisagée, c'est à dire capable de résister à des hautes températures, par exemple en verre de silice.

[0027] Les parois interne et externe du manchon 14 délimitent entre elles un canal annulaire cylindrique 32 raccordé, en fonctionnement, à une source d'alimentation en un gaz plasmagène, par exemple de l'Argon, en vue de la production d'un plasma en sortie du manchon.

[0028] La paroi externe 30 consécutive du manchon forme la paroi externe de la torche 10 et est équipée, au voisinage de sa tranche d'extrémité, du bobinage 16. Comme mentionné précédemment, ce dernier est raccordé à la source de courant à haute fréquence, de type classique, capable de délivrer au bobinage un courant à une fréquence comprise entre 5 MHz et 100 MHz.

[0029] Sous l'action de la source de courant 18, le bobinage génère, comme cela est classique, un champ

électromagnétique radialement décroissant en direction de l'axe X-X' de la torche 10.

[0030] Le gaz plasmagène, alimenté par l'intermédiaire du canal annulaire 32, selon un débit par exemple de 20 litres/minute, est délivré dans une zone dans laquelle la valeur du champ électromagnétique est sensiblement maximale. Ce dernier crée un plasma dans le gaz plasmagène par accélération de ses particules chargées.

[0031] Comme mentionné précédemment, et comme représenté sur la flèche F1 de la figure 1, la plasma présente des mouvements de recirculation sous l'effet des forces de Lorentz s'appliquant aux particules chargées. Sous l'effet de ces forces, la vitesse du gaz est négative dans la zone axiale, c'est à dire que les particules sont animées d'un mouvement dirigé vers l'amont de la torche, en considérant le sens d'écoulement des gaz, qui s'oppose à l'introduction du gaz à analyser.

[0032] Par ailleurs, dans une zone radialement décalée par rapport à l'axe X-X', ces forces tendent à diriger le gaz à analyser vers la zone périphérique.

[0033] Comme on le voit sur la figure 1, le gaz à analyser est introduit dans le canal interne d'alimentation 26 selon la direction représentée par la flèche F2 dans la zone axiale, à un débit couramment de l'ordre de quelques ml/minute à quelques centaines de ml/minute.

[0034] On voit enfin sur la figure 1 qu'un détecteur photoélectrique 34 est relié à une unité de traitement 36 effectuant le calcul de la concentration en impuretés dans le gaz à partir de la valeur de la longueur d'onde du rayonnement émis par les particules d'impuretés excitées, comme cela sera décrit en détail par la suite.

[0035] On a représenté sur la figure 2 un mode de réalisation de l'injecteur à diamètre variable selon l'invention.

[0036] L'injecteur 12 est ici formé de deux tubes coaxiaux externe (20) et interne (90), le tube interne 90 étant apte à coulisser verticalement à l'intérieur du tube externe.

[0037] Cet effet coulissant est, pour le mode de réalisation représenté ici, obtenu à l'aide d'une commande pneumatique 91, agissant sur un micro-vérin 92.

[0038] On note aussi sur cette figure la présence d'une pièce de fixation 93, solidaire de la tige du micro-vérin et du tube interne 90.

[0039] Ce tube interne, mû par le micro-vérin selon le mécanisme qui vient d'être décrit, peut donc coulisser verticalement à l'intérieur du tube externe 20.

[0040] On conçoit alors que l'injecteur peut selon ce mode de réalisation adopter deux configurations :

- une position haute du tube interne 90 dont l'extrémité supérieure est alors ramenée au niveau de l'extrémité supérieure du tube externe. Le gaz à analyser est injecté et pénètre alors dans le plasma par le « petit » diamètre du tube interne de l'injecteur ;
- une position basse du tube interne 90 (un exemple

de telle position basse est représentée figure 2) dont l'extrémité supérieure est alors positionnée au dessous de l'extrémité supérieure du tube externe. Le gaz à analyser est injecté et pénètre alors dans le plasma par le « grand » diamètre du tube externe de l'injecteur.

[0041] L'abaissement de l'extrémité supérieure du tube interne par rapport à l'extrémité supérieure du tube externe pourra typiquement être d'un ordre de grandeur de 1 à 2 cm.

[0042] Comme il apparaîtra clairement à l'homme du métier, on a représenté ici un injecteur à deux tubes coaxiaux 20 et 90, permettant de faire varier le diamètre de l'injection selon deux valeurs, mais on conçoit que l'on peut adopter, sans sortir à aucun moment du cadre de la présente invention, une structure à plusieurs tubes coaxiaux (plus de 2), permettant selon le jeu de coulissement des tubes à l'intérieur du tube le plus externe, de faire varier le diamètre de l'injection selon plusieurs valeurs possibles.

[0043] On a représenté sur la figure 3 un autre mode de réalisation de la torche à plasma selon l'invention.

[0044] On note que pour le mode de réalisation représenté en figure 3, la torche comporte ici un injecteur central 12 un peu particulier qui comporte, conformément à un des modes avantageux de mise en oeuvre de l'invention précédemment évoqués, un tube additionnel extérieur 22, coaxial au tube principal 20, et délimitant ainsi deux canaux coaxiaux interne et externe destinés respectivement l'un à l'alimentation de la torche en gaz à analyser et l'autre à l'alimentation de la torche en un gaz de guidage dudit gaz à analyser dans le plasma.

[0045] Les travaux menés à bien par la Demanderesse ont en effet démontré qu'une telle configuration est avantageuse afin de délivrer le gaz à analyser à l'intérieur du tube interne à la paroi 20, tandis qu'un gaz de « guidage » est délivré dans l'espace annulaire intermédiaire entre la paroi additionnelle 22 et le tube principal 20 de l'injecteur.

[0046] Le gaz de guidage est délivré selon un débit par exemple de l'ordre de quelques centaines de ml/minute, et assure donc le guidage du gaz à analyser dans le plasma P. Ce guidage s'oppose ainsi à l'action des forces de Lorentz sur le gaz à analyser en contribuant à éviter que le gaz à analyser ne soit dévié (i.e faire en sorte que la totalité de l'échantillon atteigne le plasma).

[0047] En outre, et comme représenté par les flèches F3, le gaz de guidage, dont la composition est parfaitement maîtrisée, étant entraîné vers la périphérie de la torche au lieu du gaz à analyser, on évite ainsi des dépôts, sur la paroi externe 30, des particules entrant dans la constitution du gaz à analyser, en choisissant le gaz de guidage de façon appropriée. Avantagusement, le gaz de guidage comporte de l'hélium ou de l'argon ou un mélange de tels gaz.

[0048] On conçoit que pour l'invention, l'injection d'un gaz de guidage à l'intérieur de l'injecteur est optionnelle.

[0049] Avantageusement, il est possible d'injecter dans l'intervalle compris entre le manchon 28/30 et l'injecteur de la torche, un flux d'argon afin de décaler l'extrémité proximale du plasma P de la tranche d'extrémité du manchon.

[0050] Comme il apparaîtra clairement à l'homme du métier, on a représenté sur cette figure un injecteur tubulaire à double paroi permettant l'injection du gaz à analyser et d'un gaz de guidage du gaz à analyser dans le plasma.

[0051] Mais pour des raisons de lisibilité de la figure, qui on le voit est relativement chargée, on n'a pas représenté ici de moyens de faire varier le diamètre d'injection du gaz à analyser selon l'invention.

[0052] On a ainsi représenté un tube 20 simple d'injection du gaz à analyser, sans par exemple représenter la présence d'un tube interne 90 coaxial au tube externe 20, et pouvant coulisser à l'intérieur de ce tube externe 20 (mode de réalisation de la figure 2). On conçoit en effet qu'une telle représentation aurait alourdi à l'excès cette figure 3.

[0053] La description d'une installation d'analyse d'un gaz va maintenant être faite en référence à la figure 4.

[0054] On voit sur cette figure, que l'installation, schématiquement représentée, comporte une torche à plasma 54 conforme à l'invention, par exemple similaire à la torche décrite dans le cadre des figures 1 et 2, associée à un générateur de courant à haute fréquence 56, et à un photodétecteur 58 lui-même relié à une unité de traitement 60.

[0055] On voit sur cette figure que le manchon cylindrique externe de la torche 54 est alimenté en Argon (Ar) pour créer un plasma de préférence à pression atmosphérique ou en légère dépression.

[0056] Par ailleurs, l'injecteur 62, devant permettre l'introduction dans le plasma du gaz à analyser, est raccordé à un premier mélangeur 64 comprenant une première entrée 66 alimentée en un gaz inerte, tel que de l'Argon, permettant d'augmenter la vitesse d'entraînement du gaz à analyser, et une deuxième entrée 68 raccordée à la sortie d'un deuxième mélangeur 70.

[0057] Ce dernier comporte une première entrée 72 alimentée en gaz G à analyser et une deuxième entrée 74 raccordée à la sortie d'une unité 75 d'élaboration d'échantillons étalons, unité qui comporte :

- une source 80 de solutions de sels dissous de un ou plusieurs éléments ;
- une unité 78 de nébulisation ;
- une unité 76 de désolvatation ;

une sortie de l'unité 75 étant reliée au canal d'alimentation en gaz à analyser de la torche.

[0058] L'unité 76 comporte une entrée permettant l'admission d'aérosols en provenance de l'unité 78.

[0059] L'unité 78 comporte par ailleurs une entrée 86 de gaz permettant l'admission d'un gaz inerte tel que de l'argon.

[0060] Pour étalonner l'installation, on introduit les éléments à doser, à une concentration connue et sous une forme donnée (liquide, solide ou gazeuse) la plus proche de celle des éléments à déterminer dans les échantillons de gaz G. Ainsi, dans un gaz, les éléments polluants peuvent être sous forme solide ou gazeuse, et plus rarement liquide. On sait par contre que les particules solides, souvent présentes dans les gaz chimiques ont une dimension inférieure à un micron. Pour une telle dimension, ces petites particules sont rapidement volatilisées et engendrent dans un plasma d'Argon une intensité lumineuse identique à celle engendrée par des composés gazeux.

[0061] Ainsi à titre illustratif, pour effectuer l'étalonnage de l'installation en un élément métallique donné, on génère, à l'aide de l'unité de nébulisation 78, à partir d'une solution 80 d'un sel de l'impureté métallique considérée, un aérosol comportant typiquement de la vapeur d'eau, des solvants, ainsi que les particules en question.

[0062] L'arrivée de gaz 86 (par exemple d'argon) transporte cet aérosol vers l'unité de désolvatation.

[0063] Suit alors une opération de désolvatation dans l'unité 76, consistant à chauffer le gaz aérosol pour permettre la l'évaporation et la condensation de l'eau et du ou des solvants éventuels (éliminés par une sortie 82 de l'unité 76), permettant ainsi de récupérer un gaz transportant les particules initialement introduites, maintenant sèches ou substantiellement sèches, à une teneur maîtrisée, fonction notamment de la concentration des particules dans l'échantillon 80.

[0064] On se reportera, pour plus de détails concernant l'élaboration d'étalons de particules métalliques par nébulisation/désolvatation aux documents suivants : C. Hérou, « Analyse de traces d'éléments dans les gaz par spectroscopie d'émission utilisant un plasma HF », Thèse de troisième cycle, Université Claude Bernard, Lyon/France, 1981, ou encore à la publication aux noms de C. Trassy et al faite dans la revue High Temperature Chemical Processes, 1993, vol. 2, 439-447.

[0065] Les échantillons étalons ainsi créés sont entraînés dans le plasma P par un gaz similaire au gaz G, mais dépourvu d'impureté, ou encore par de l'Argon.

[0066] L'intensité lumineuse émise par les impuretés est détectée par le photodétecteur 58 (monochromateur et/ou polychromateur) puis stockée dans une mémoire 84 de l'unité d'analyse 60.

[0067] Après avoir étalonné l'installation, le gaz G est présenté en entrée du mélangeur 70 et est injecté dans le plasma P.

[0068] L'intensité lumineuse émise par les impuretés du gaz G est ensuite présentée en entrée de l'unité d'analyse 60.

[0069] Cette dernière comporte des moyens de calcul de type classique, assurant la comparaison entre l'intensité lumineuse détectée des impuretés à doser et les valeurs de référence préalablement obtenues et stoc-

kées dans la mémoire 84.

[0070] La concentration exacte en particules contenues dans le gaz G est ainsi par exemple obtenue par identification de l'échantillon dont le signal correspondant présente une longueur d'onde et une intensité identiques aux valeurs mesurées à partir du gaz G.

[0071] Comme bien connu de l'homme du métier (méthode dite « des ajouts dosés ») il est également possible, en variante, de déterminer la concentration C des particules dans le gaz G à partir du calcul de la fonction liant l'intensité lumineuse I des particules dans le plasma et la concentration en particules C dans celui-ci (figure 5).

[0072] On sait en effet que pour un gaz dépourvu d'un type donné de particules, c'est à dire dont la concentration est nulle, l'intensité lumineuse à la longueur d'onde correspondante est nulle. Il est ainsi possible de déterminer la pente de la courbe A liant l'intensité I et la concentration C à partir d'une seule mesure de l'intensité lumineuse I1 émise par un gaz pur mélangé à un échantillon de concentration C1.

[0073] On sait par ailleurs que pour des conditions de plasma identiques, en particulier pour une température de plasma identique, la pente de la courbe B, obtenue à partir d'un gaz, liant l'intensité I et la concentration C en impuretés est identique à celle de la courbe A obtenue à partir du même gaz à l'état pur.

[0074] Ainsi, pour effectuer le dosage du gaz G à analyser, ayant une concentration inconnue C_p en particules, il suffit d'ajouter à ce gaz des particules à une concentration C2 connue, prélevées à partir d'un échantillon 80 et de mesurer l'intensité I2 correspondante. On obtient ainsi la valeur de la concentration C_p par extrapolation de la courbe B à l'aide des moyens de calcul de l'unité d'analyse 60.

[0075] Les travaux menés à bien par la Demanderesse à l'aide d'une installation d'analyse telle que celle décrite dans le cadre de la figure 4, tant dans des cas d'analyse d'impuretés métalliques dans des gaz à analyser qui étaient des gaz neutres tels l'argon, ou encore l'hélium ou l'azote, que dans des cas d'analyse d'impuretés métalliques dans des gaz triatomiques et plus, on permis de démontrer qu'il est avantageux d'utiliser, pour des gaz à analyser mono ou diatomiques, un diamètre de tube d'injection situé dans une gamme allant de 0,8 à 2 mm, et préférentiellement de 1,3 à 1,7 mm, tandis que pour des gaz à analyser triatomiques et plus (tels le silane ou encore l'ammoniac), un diamètre de tube d'injection situé dans une gamme allant de 1 à 3 mm, mais préférentiellement de 1,8 à 2,3 mm.

[0076] On conçoit que ces gammes de diamètre sont données à titre indicatif, comme tenant compte de la géométrie globale du système et des fréquences de fonctionnement utilisées pour les expérimentations, elles devraient être adaptées si ces paramètres venaient à être modifiés.

[0077] Enfin, et de façon moins détaillée, la figure 6 représente une vue schématique en coupe axiale d'une

torche à plasma conforme à l'invention, incorporant au niveau du manchon un tube intermédiaire.

[0078] La torche représentée figure 6 comporte en effet un tube intermédiaire 40, coaxial au manchon 42, situé entre les parois externe et interne du manchon (42A et 42B), le tube intermédiaire 40 et la paroi externe 42A du manchon délimitant un canal 45 d'alimentation en un gaz de protection de la paroi externe (42A) de la torche contre des dépôts solides.

[0079] En outre, la torche représentée sur la figure 6 est munie d'un bobinage 46 alimenté par une source de courant à haute fréquence 48 et disposé au voisinage de la tranche d'extrémité de la torche, et d'un photodétecteur 50 relié à une unité de traitement 52.

[0080] Pour des raisons de lisibilité, on a volontairement grossi les espacements successifs 42A/40/42B, le tube 40 étant en pratique très proche de la paroi externe 42A de la torche (ordre de grandeur du mm voire du 1/10^e de mm).

[0081] Le canal d'alimentation 45 est donc raccordé à une source d'alimentation en gaz de protection (non représentée) capable de réagir avec les espèces susceptibles de se déposer sur la surface interne de la paroi externe 42A de la torche pour former un composé volatile.

[0082] Ainsi à titre d'exemple, si le gaz à analyser comporte du silane (SiH_4), gaz utilisé dans le domaine de la fabrication des semi-conducteurs, le gaz de protection comporte du chlore, éventuellement mélangé à de l'argon, réagissant avec le silicium pour former du SiCl_4 . Ce dernier composé étant une espèce volatile, on évite ainsi tout dépôt à base de silicium.

[0083] On note que pour le mode de réalisation représenté en figure 6, la torche comporte ici un injecteur central 38 un à double paroi (38A, 38B) pour l'injection d'une part du gaz à analyser et d'autre part d'un gaz de « guidage ».

[0084] On ne commentera pas à nouveau ici la structure permettant l'injection d'un gaz de guidage au niveau de l'injecteur.

[0085] Ici encore, avantageusement, il est possible d'injecter dans l'intervalle compris entre le manchon et l'injecteur de la torche représentée sur la figure 6, un flux d'argon afin de décaler l'extrémité proximale du plasma P de la tranche d'extrémité du manchon.

Revendications

1. Torche à plasma pour l'excitation d'un gaz en vue de son analyse, comprenant un injecteur (12) configuré sous la forme d'un tube principal destiné à être raccordé à une source d'alimentation en gaz à analyser, et un manchon (14, 42) cylindrique externe à double paroi (28/30, 42A/42B), coaxial à l'injecteur (12) et délimitant entre ses parois consécutives interne et externe un canal (32) annulaire cylindrique d'alimentation en un gaz plasmagène desti-

né à être raccordé à une source d'alimentation correspondante en vue de la production d'un plasma (P) en sortie dudit manchon (14,42), caractérisée en ce que ledit injecteur est de diamètre variable.

2. Torche à plasma selon la revendication 1, caractérisée en ce que le diamètre dudit injecteur peut varier selon au moins deux valeurs, par l'adoption de la configuration suivante : ledit injecteur est formé d'au moins deux tubes coaxiaux, l'un externe (20) et au moins un autre tube interne (90), le dit au moins un tube interne étant apte à coulisser (91/92/93) verticalement à l'intérieur du tube externe .
3. Torche à plasma selon la revendication 2, caractérisée en ce qu'elle comporte une commande pneumatique (91), apte à agir sur un micro-vérin (92), dont la tige est reliée à une pièce de fixation (93) elle même solidaire dudit tube interne (90), permettant ainsi de réaliser ledit coulisement dudit au moins tube interne à l'intérieur du dit tube externe .
4. Torche à plasma selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que le diamètre dudit injecteur est situé dans la gamme allant de 1 à 3 mm, et préférentiellement dans la gamme allant de 1,8 à 2,3 mm .
5. Torche à plasma selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que le diamètre du dit injecteur est situé dans la gamme allant de 0,8 à 2 mm, et préférentiellement dans la gamme allant de 1,3 à 1,7 mm .
6. Torche à plasma selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que ledit injecteur comporte un tube additionnel extérieur (22), coaxial au tube principal et délimitant deux canaux coaxiaux interne et externe destinés respectivement l'un à l'alimentation de la torche en gaz à analyser et l'autre à l'alimentation de la torche en un gaz de guidage dudit gaz à analyser dans le plasma.
7. Torche à plasma selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que la paroi externe (30) du manchon (14) constitue la paroi externe de la torche (10).
8. Torche à plasma selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce que lesdits gaz plasmagènes et/ou de guidage comportent de l'Argon et/ou de l'hélium.
9. Torche à plasma selon l'une des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre un tube intermédiaire (40) coaxial audit man-

chon (42), situé entre les parois externe (42A) et interne (42B) du manchon, le tube intermédiaire (40) et la paroi externe (42A) du manchon délimitant un canal (45) d'alimentation en un gaz de protection de la surface interne de la paroi externe (42A) du manchon contre des dépôts solides.

10. Torche à plasma selon la revendication 9, caractérisée en ce que ledit canal (45) d'alimentation en un gaz contenant un composé chimique adapté pour réagir avec les particules solides susceptibles de se déposer sur la paroi externe (42A) du manchon pour former un composé volatil.
11. Installation d'analyse d'un gaz, caractérisée en qu'elle comporte une torche à plasma (54) selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, reliée à une source d'alimentation en gaz (G) à analyser, à une source d'alimentation en gaz plasmagène et le cas échéant à une source de gaz de guidage du gaz (G) à analyser dans le plasma (P) engendré en sortie de la torche (54) dans le gaz plasmagène, et des moyens de détection optique (58) aptes à mesurer l'intensité lumineuse (I) émise par les impuretés présentes dans le plasma (P), reliés à une unité de traitement (60) comportant des moyens de calcul de la concentration en impuretés à partir de la valeur de l'intensité lumineuse (I) mesurée et d'au moins une valeur de référence prédéterminée, stockée dans une mémoire (84) associée à ladite unité de traitement (60), et obtenue par étalonnage préalable.
12. Installation selon la revendication 11, caractérisée en ce qu'elle comporte en outre une unité (75) d'élaboration d'échantillons étalons comportant :
 - une source (80) de solutions de sels dissous de un ou plusieurs éléments ;
 - une unité (78) de nébulisation ;
 - une unité (76) de désolvatation ;
 une sortie de l'unité d'élaboration (75) étant reliée au canal d'alimentation en gaz à analyser de la torche.

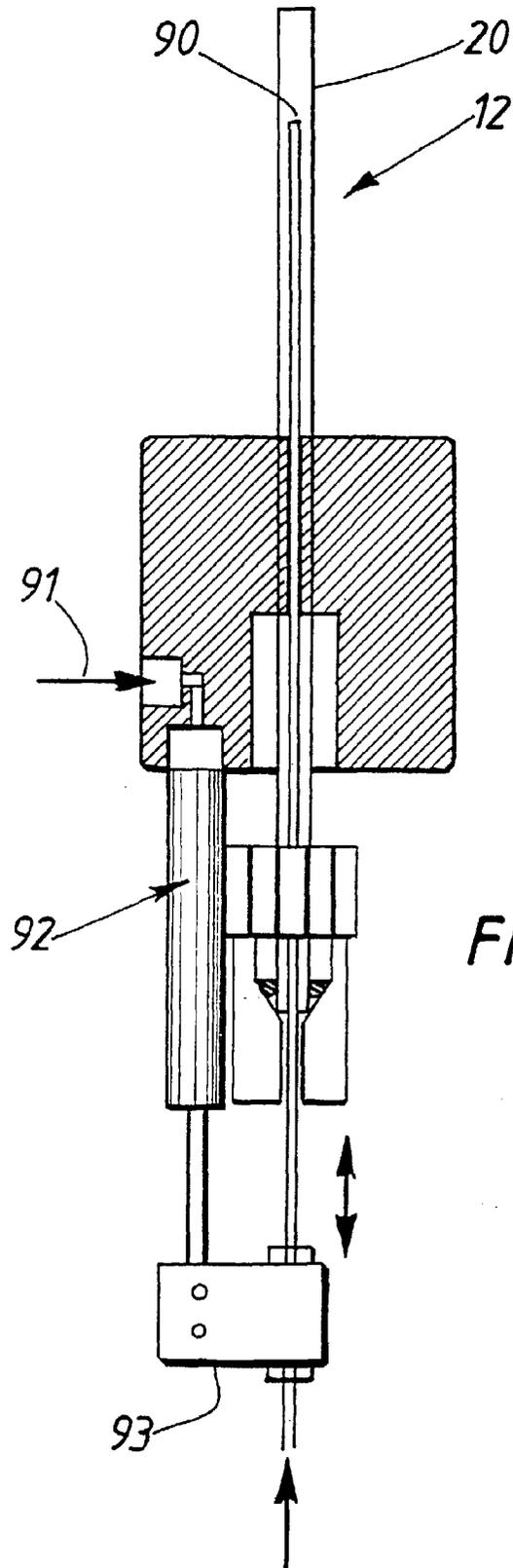


FIG. 2

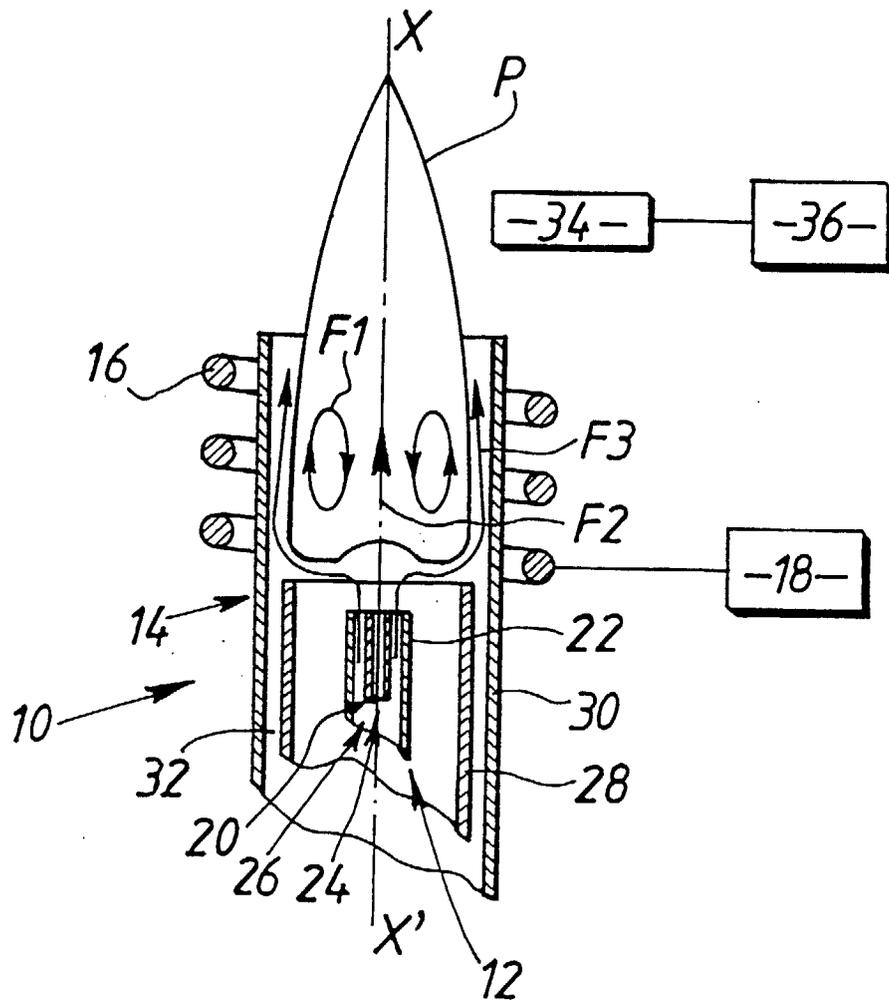


FIG. 3

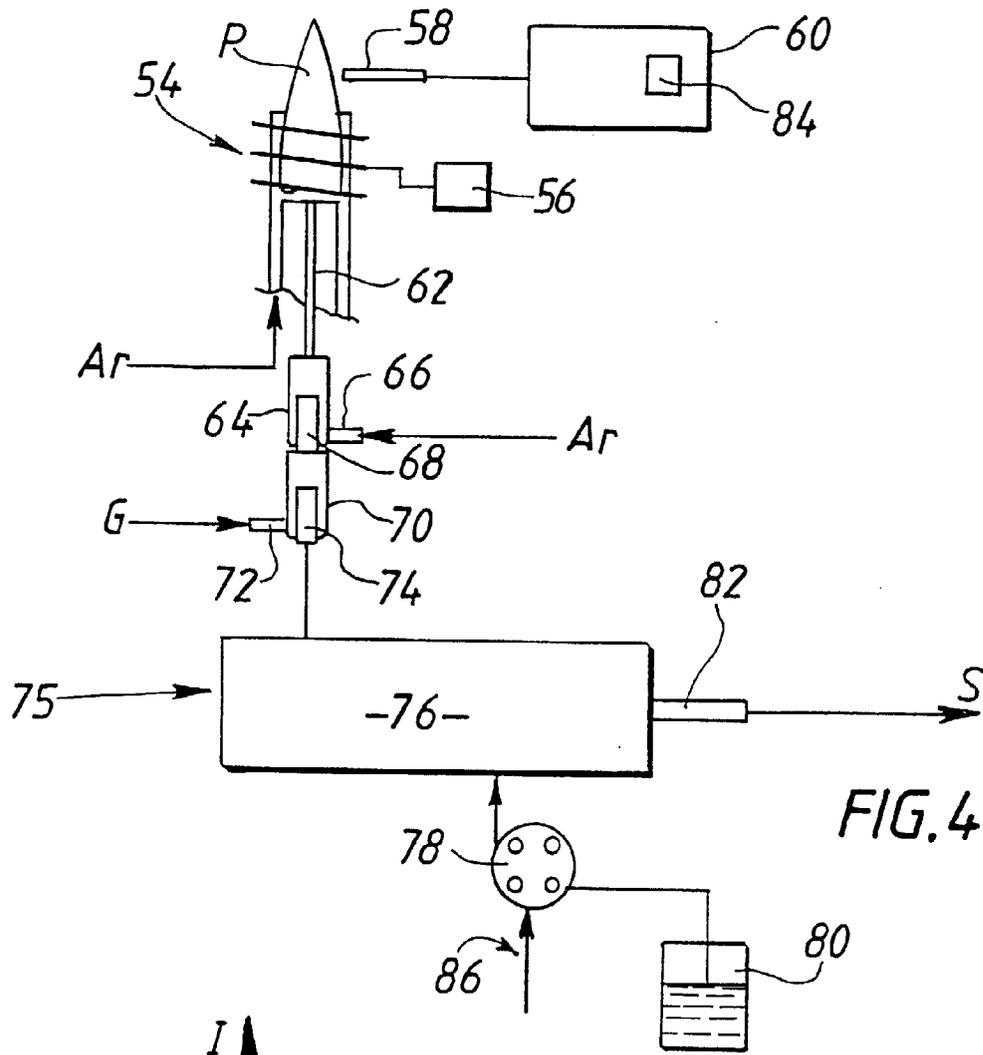


FIG. 4

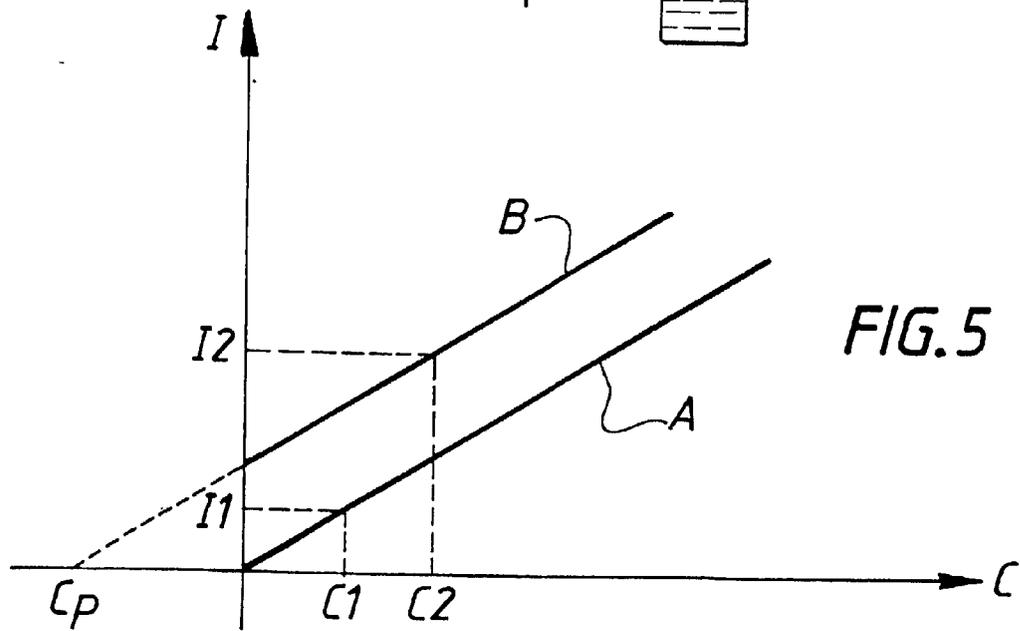


FIG. 5

Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 2992

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.CI.6)
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 013, no. 001 (P-808), 6 janvier 1989 & JP 63 210754 A (SHIMADZU CORP), 1 septembre 1988 * abrégé *	1,2	H05H1/30
A	US 4 766 287 A (MORRISROE PETER J ET AL) 23 août 1988 * colonne 2, ligne 50 - colonne 3, ligne 9 * * colonne 3, ligne 54 - colonne 4, ligne 66; figure 1 *	1-3,8,11	
A	EP 0 296 921 A (AIR LIQUIDE) 28 décembre 1988 * colonne 5, ligne 6; figure 1 *	4,5	
A	EP 0 397 468 A (VARIAN ASSOCIATES) 14 novembre 1990 * colonne 2, ligne 25 - ligne 52 * * colonne 7, ligne 15 - ligne 29 *	9,10	
A	JP 60 201239 A (SHIMAZU SEISAKUSHO KK) 11 octobre 1985	9	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CI.6)
A	JP 05 180772 A (NKK CORP) 23 juillet 1993	9	H05H
D,A	TRASSY ET AL.: "Dosage d'éléments métalliques dans le gaz. Etude d'une méthode directe." JOURNAL OF HIGH TEMPERATURE CHEMICAL PROCESSES., no. 2, décembre 1993, pages 439-447, XP002076765 * page 441, alinéa 5 - page 442, alinéa 2; figure 1 *	12	
--- -/--			
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 7 avril 1999	Examinateur Capostagno, E
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1503 03.92 (P04C02)



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numéro de la demande
EP 98 40 2992

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
A	EP 0 358 212 A (BANDGAP TECH CORP ;VG INSTR GROUP (GB)) 14 mars 1990 * colonne 6, ligne 5 - ligne 34 * * figure 2 *	12	
A	EP 0 263 031 A (COMMISSARIAT ENERGIE ATOMIQUE) 6 avril 1988		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6)
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
LA HAYE		7 avril 1999	Capostagno, E
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

EPO FORM 1505 03 82 (F04C02)

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET EUROPEEN NO.**

EP 98 40 2992

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche européenne visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

07-04-1999

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 4766287 A	23-08-1988	DE 3886962 D	24-02-1994
		DE 3886962 T	28-04-1994
		EP 0281158 A	07-09-1988
		JP 2758165 B	28-05-1998
		JP 64000699 A	05-01-1989
EP 0296921 A	28-12-1988	FR 2616614 A	16-12-1988
		CA 1311277 A	08-12-1992
		DE 3873193 A	03-09-1992
		DK 310088 A	11-12-1988
		JP 63312907 A	21-12-1988
		US 4924061 A	08-05-1990
EP 0397468 A	14-11-1990	US 5083004 A	21-01-1992
		CA 2016273 A	09-11-1990
		DE 69026136 D	02-05-1996
		DE 69026136 T	28-11-1996
		JP 2309599 A	25-12-1990
JP 60201239 A	11-10-1985	AUCUN	
JP 05180772 A	23-07-1993	AUCUN	
EP 0358212 A	14-03-1990	US 4926021 A	15-05-1990
		DE 68922256 D	01-06-1995
		DE 68922256 T	26-10-1995
		JP 3062443 A	18-03-1991
EP 0263031 A	06-04-1988	FR 2604787 A	08-04-1988
		DE 3750835 D	19-01-1995
		US 4844612 A	04-07-1989

EPO FORM P0460

Pour tout renseignement concernant cette annexe : voir Journal Officiel de l'Office européen des brevets, No.12/82