



[12] 发明专利说明书

[21] ZL 专利号 00801268.7

[45] 授权公告日 2003 年 7 月 9 日

[11] 授权公告号 CN 1114059C

[22] 申请日 2000.9.11 [21] 申请号 00801268.7
 [30] 优先权
 [32] 1999.9.13 [33] JP [31] 258547/1999
 [86] 国际申请 PCT/JP00/06209 2000.9.11
 [87] 国际公布 WO01/20221 日 2001.3.22
 [85] 进入国家阶段日期 2001.2.28
 [71] 专利权人 株式会社富士金
 地址 日本大阪府
 [72] 发明人 池田信一 森本明弘 皆见幸男
 本井傅晃央 川田幸司 米华克典
 平井畅 山路道雄
 审查员 吕俊卿

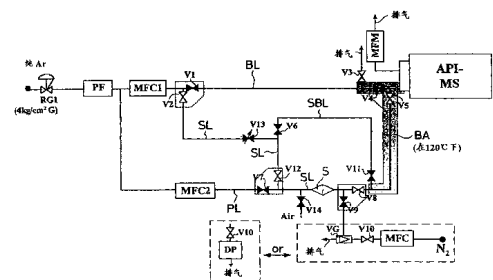
[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
 代理人 张天安

权利要求书 2 页 说明书 14 页 附图 8 页

[54] 发明名称 供气系统的水分去除法

[57] 摘要

本发明实现了不用烘烤法、而通过常温排气处理即可有效地除去吸附水分的供气系统的水分去除法。本发明为一种使除水分气体在供气系统中流动而除去残留在供气系统内的水分的方法，其特征为，将除水分气体的流压设定成大于或等于其气流成为粘性流的最小压力，并且小于或等于除水分气体流通温度的饱和水蒸气压。此外，所述除水分气体成为粘性流的条件是通过气体分子的平均自由行程小于供气系统配管的直径来判定。如果在这样的条件下对除水分气体进行常温排气，则能够有效地除去在配管内面或阀及过滤器件内的吸附水分。



1. 一种使除水分气体在供气系统中流动而除去残留在供气系统内的水分的方法，其特征在于，将除水分气体的流压设定成大于或等于其气流成为粘性流的最小压力，并且小于或等于除水分气体流通温度的饱和水蒸气压。
5
2. 如权利要求1所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，所述除水分气体成为粘性流的条件是通过气体分子的平均自由行程小于供气系统配管的直径来判定。
3. 如权利要求1所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，所述除水分气体是惰性气体。
10
4. 如权利要求1所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，供气系统是包括过滤器件和阀的供气系统。
5. 如权利要求1所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，供气系统是包括过滤器件、压力调节器、流量调节器和阀的供气系统。
6. 如权利要求1所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，供气系统是在供气系统末端和流量调节器的上游侧设有除水分气体的排气口的供气系统。
15
7. 一种通过使除水分气体在供气系统中流动而除去残留在供气系统内的水分的方法，其特征在于，在连续地对供气系统内部进行排气的同时，按照预定间隔中断和继续向供气系统内部供应的除水分气体。
20
8. 如权利要求7所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，在中断向供气系统内部供应除水分气体的期间内，通过排气而将供气系统内部的除水分气体的流压调节到气流成为粘性流的最小压力和根据除水分气体流通温度的饱和水蒸气压之间的压力值范围内。
25
9. 如权利要求7所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，供应给供气系统内部的除水分气体的供气压力为100托-4500托。
10. 如权利要求7所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，来自供应源的除水分气体不在供气系统的一次侧进行气体流量调节地供给供气系统内部。
30
11. 如权利要求7所述的供气系统的水分去除法，其特征在于，按照流通时间为0.9秒-5秒且流通中断时间为0.3秒-175秒的比

例，反复地中断和继续给供气系统内部供应除水分气体。

供气系统的水分去除法

技术领域

5 本发明涉及制造半导体、化学品、药品、精密机械部件等所用的供气系统的水分去除法。确切地说，本发明涉及不烘烤（加热）供气系统地把除水分气体流压调整到预定范围内或者通过按照预定间隔断开或继续供应除水分气体的方式有效地去除水分的供气系统的水分去除法。

10 背景技术

通常，给半导体制造设备和化学品制造设备等供气系统提供高纯度的各种原料气体。为了高度保持所制造的半导体和化学品等性能和纯度，不得不极力避免杂质混到所述高纯度气体中。

可是，当因检查和制造中断而使供气系统对外开放时，空气、水分和其它杂质一起流入了供气系统内部。

15 这些气体不仅吸附在配管内面上，也吸附在是构成部件的阀和过滤器件等上。尤其是，过滤器件具有吸附面积增大且吸附杂质分子难以除去的性质。

20 过去，为了除去被吸到供气系统内的杂质气体，在用高纯度气体长时间清洗供气系统内部的同时，用真空泵从供气系统内部中抽气并且从外面烘烤供气系统等。尤其是，由于水分子具有比其它分子更强的吸附力，所以说烘烤是最有效去除的手段。

25 另外，作为确认杂质气体去除的方法地，实行了比较烘烤前后的排气主要成分的方法。烘烤前最多的杂质气体是水汽，所以烘烤产生的水减少率要比其它类型的气体更高。就是说，尽管水分在常温除气时是很难对付的气体，但是通过烘烤，能够很容易地除去水分。

30 不过，烘烤大多对供气系统带来了坏影响。例如，发生了由高温引起的材料物理性能恶化以及由固体内的扩散系数增大引起的表面偏析、热分解等。尤其是供气系统本身也存在根据其设计而不能承受加热的情況。在这样的场合中，不能作为水分去除法地进行烘烤。

本发明要解决的问题

本发明的目的是要提供一种不进行烘烤也能有效地除去杂质气

体的方法。

就是说，本发明的第一目的是提供一种通过常温排气处理而能够有效地除去吸附水分的供气系统的水分去除法。

5 另外，本发明的第二目的是提供一种通过将除水分气体的流压保持在特定范围内而能够有效地去除吸附水分的供气系统的水分去除法。

此外，本发明的第三目的是提供一种即使在具有阀、过滤器件、压力调节器、流量调节器等的结构复杂的供气系统中也能通过常温排气处理而有效地去除吸附水分的供气系统的水分去除法。

10 此外，本发明的第四目的是提供一种不必精细地控制除水分气体的供应流量，而是按照预定间隔中断和继续所供应的除水分气体的流通，从而即使在结构复杂的供气系统中也能利用常温排气处理有效除去吸附水分的供气系统的水分去除法。

发明的公开

15 本发明是为了解决上述问题而提出的，本发明权利要求1所述的供气系统的水分去除法为一种使除水分气体在供气系统中流动而除去残留在供气系统内的水分的方法，本发明的基本结构为将除水分气体的流压设定成大于或等于其气流成为粘性流的最小压力，并且小于或等于除水分气体流通温度的饱和水蒸气压。

20 所述除水分气体成为粘性流的条件是通过气体分子的平均自由行程小于供气系统配管的直径来判定。此外，能够采用惰性气体作为除水分气体。

所述的用于除水分的供气系统可以是包括过滤器件和阀的结构比较简单的供气系统，或者也可以是包括过滤器件、压力调节器、流量调节器和阀的结构比较复杂的供气系统。

25 另外，所述供气系统也能够是在供气系统末端和流量调节器的上游侧设有除水分气体的排气口的供气系统。

另一方面，本发明权利要求7所述的供气系统的水分去除法为一种使除水分气体在供气系统内流动而除去残留在供气系统内的水分的方法，本发明的基本结构为在连续地对供气系统内部进行排气的同时，按照预定间隔中断和继续向供气系统内部供应的除水分气体。

30 在如权利要求7所述的供气系统的水分去除法中，在中断向供气

系统内部供应除水分气体的期间内，通过排气而将供气系统内部的除水分气体的流压调节到气流成为粘性流的最小压力和根据除水分气体流通温度的饱和水蒸气压之间的压力值范围内，从而可以更有效地除去水分。

- 5 在如权利要求7所述的供气系统的水分去除法中，供应给供气系统内部的除水分气体的供气压力为100托-4500托，从而在中断除水分气体的期间内，供气系统内的除水分气体的气流可靠地成为了粘性流，同时供气系统内的气压也小于或等于饱和水蒸气压，从而可以更有效地除去所吸附的水分子。而且，除去的水分子通过继续供应除水分气体而被迫流到外面，从而进行了更有效的水分去除。

10 在如权利要求7所述的供气系统的水分去除法中，来自供应源的除水分气体不在供气系统的一次侧进行气体流量调节地供给供气系统内部。由此一来，水分去除处理可以变得简单。

- 15 另外，在如权利要求7所述的供气系统的水分去除法中，最好按照流通时间为0.9秒-5秒且流通中断时间为0.3秒-175秒的比例，反复地中断和继续给供气系统内部供应除水分气体。由此一来，进一步提高了水分去除效率。

图面简介

- 20 图1是本发明第一实施例的供气系统的结构图。
图2是使诸物理条件具体化的实验例的细节图。
图3是各种清洗后的残留水分浓度的比较图。
图4是本发明第二实施例的供气系统的结构图。
图5是用图4所示供气系统按照10分钟、30分钟、60分钟间隔进行从两个地方排气的粘性流清洗时的残留水分浓度的比较图。
- 25 图6是在实质上与图4相同的供气系统中进行在排气过程中中断和继续除水分气体的供应的清洗方法时和进行其它清洗方法时的残留水分浓度的比较图。
- 图7是在中断和继续除水分气体的供应的清洗方法中改变中断，继续的周期时的残留水分浓度的比较图。
- 30 图8是在中断和继续除水分气体的供应的清洗方法中调整从一次侧供应的除水分气体的供应流量时和不进行调整时的残留水分浓度的比较图。

符号说明

RG1-压力调节器; PF-气体精制器; MFC1、MFC2、MFC3、MFC-质量流量控制器; MFM-质量流量计; V1-V19-阀; API-MS-大气压离子化气体质量分析仪; DP-干燥泵; VG-真空发生器; BL-旁通管路; SL-抽样管路; SBL-抽样旁通管路; PL-清洗管路; BA-烘烤区;

本发明的实施例

本发明人等刻意研究了用加热以外的方式除去供气系统水分的水分去除法, 结果获得了通过调整除水分气体的流压能够有效地除去水分的设想。

10 在一边在供气系统中流通除水分气体一边排气的场合中, 气体分子一边冲撞接管内面和复杂的过滤器件内面一边流动。在水分分子吸附在内面的情况下, 当气体分子冲撞水分子而进行了能量交换时, 尽管水分子利用所获得的能量流动而进行排气, 但也必须流通排除气体分子。

15 就是说, 如果因冲撞而减速的气体分子能够再次冲撞其它气体分子, 则因这样的冲撞使气体分子加速, 从而可以进行流通排气。换句话说, 为了使气体分子与水分子一起被排出去, 气体分子冲撞吸附在内面上的水分子, 因而气体分子之间也频繁地发生冲撞。

为实现这样的现象, 本发明人等感到必须利用流体力学的克努森数 K (Knudsen 数)。克努森数 K 用 $K=L/D$ (L : 平均自由行程; D : 物体代表长度)。在本发明中, 代表长度 D 可以被认为是配管直径。

20 克努森数 K 小于 1 时, 即平均自由行程 L 比配管直径小时, 除水分气体分子之间容易相互冲撞。尤其是, 当 $0.01 < K < 1.00$ 时, 被称为滑流的气流沿配管内面滑动。因此, $L \leq D$ 是实现本发明目的的一个条件。在本发明中, $L \leq D$ 成立的流体被称为粘性流。

相反地, 当 $K > 1$ 即 $L > D$ 时, 气体分子之间很少冲突。在这个条件下, 气体分子冲撞水分子, 尽管对水分子进行了排气, 但由于气体分子再冲撞的几率小, 所以气体分子会吸附在内面上。在本发明中, 符合这个条件的流体被称为分子流。

30 因此, 在本发明中, 粘性流是成立条件。一般, 平均自由行程 L 用 $L=1/52\pi d^2 n$ (d 是分子直径, n 是分子数密度) 表示。由于分子数密度 n 为 $n \propto P$ (P 是气体流压), 所以用 $L=k/P$ (k 是比例系数) 表

示。

比例系数 k 值根据气体种类而不同，但不会相差过大。在这里，如果考虑在 20°C 空气中，则 $L=4.98 \times 10^{-3}/P$ 。在这里， L 以厘米为单位， P 以托为单位。

- 5 $P=10^{-3}$ 托时， $L=5$ 厘米， $P=10^{-2}$ 托时， $L=0.5$ 厘米， $P=10^{-1}$ 托时， $L=0.05$ 厘米。

现在，当配管直径 $D=0.5$ 厘米时，为了成为粘性流而必须满足 $L \leq D$ 的条件，成立 $P \geq 10^{-2}$ 托的压力条件。因此，成为粘性流的条件相当于给气体流压设定下限。

- 10 接着，必须给气体流压设定上限制。这个上限条件显然等同于吸附在内面上的水分在配管内蒸发的条件。配管内的气体流压如果小于水饱和蒸汽压 P_w ，则水分具有蒸发能力。因此，如果 $P \leq P_w$ ，则可以实现吸附水分的蒸发。在 $0^{\circ}\text{C}-150^{\circ}\text{C}$ 范围内，饱和水蒸汽压 P_w 的值列于表 1 中。

水(液)蒸汽压(0-150°C,压力单位托)

温度 — °C	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	4.581	4.925	5.292	5.683	6.099	6.542	7.012	7.513	8.405	8.609
10	9.208	9.844	10.518	11.232	11.988	12.788	13.635	14.531	15.478	16.479
20	17.536	18.651	19.828	21.070	22.379	23.758	25.211	26.741	28.351	30.045
30	31.827	33.699	35.667	37.733	39.903	42.180	44.569	47.074	49.700	52.452
40	55.33	58.35	61.51	64.82	68.28	71.89	75.67	79.62	83.74	88.05
50	92.55	97.24	102.13	107.23	112.55	118.09	123.87	129.88	136.15	142.66
60	149.44	156.50	163.83	171.46	179.38	187.62	196.17	205.05	214.27	223.84
70	233.77	244.07	254.74	265.81	277.29	289.17	301.49	314.24	327.45	341.11
80	355.26	369.89	385.03	400.68	416.86	433.58	450.87	468.72	487.17	506.21
90	525.87	546.17	567.11	588.72	611.01	634.00	657.70	682.14	707.32	733.27
100	760.00	787.54	815.89	845.09	875.14	906.07	937.90	970.64	1004.32	1038.96
110	1074.6	1111.2	1148.8	1187.5	1227.2	1268.0	1309.9	1353.0	1397.2	1442.6
120	1489.1	1536.9	1586.0	1636.3	1687.9	1740.8	1795.0	1850.7	1907.7	1966.1
130	2026.0	2087.4	2150.3	2214.6	2280.6	2348.1	2417.2	2488.0	2560.4	2634.5
140	2710.4	2788.0	2867.4	2948.5	3031.6	3116.5	3203.3	3292.0	3382.7	3475.3
150	3570.1									

生产药剂师协会研究计划“流体性能及选择值”表2-1

Texas A & M Univ. College Station (1964) 公开

在 20°C 下, $P_w=17.5$ 托。在此基础上, 在除水分气体是空气的情况下, 能够除去水分的气体流压 P 的范围是 10^{-2} 托 $\leq P \leq 17.5$ 托。即

使把其它种类的气体用作除水分气体，这个压力范围也不超出这个范围。

由于气体成为分子流是在 $P < 10^{-2}$ 托的范围内，所以在去除水分时不必采用这样的高真空，通常的真空泵就足够了。

5 因此，为了实现粘性流，能够利用采用干燥泵 DP 和文丘里管的真空发生器 VG 等。但是，尽管粘性流的实现是很容易的，但必须注意饱和水蒸气压 P_w 的以下条件。

可利用氦、氖、氩、氮气等多种气体作为除水分气体。尤其是，惰性气体的反应性极低，并且它具有很难再吸附在供气系统中的性能，所以最适用作除水分气体。

本发明的第一实施形式

第一实施例

以下，根据附图来详细说明本发明供气系统的水分去除法的第一实施例。

15 图 1 是本发明第一实施例的供气系统的结构图。纯氦气被用作除水分气体。是本发明要点的可以去除水分的流压条件为，在 20°C 下， 10^{-2} 托 $\leq P \leq 17.5$ 托。由于在 $P < 10^{-2}$ 托的情况下成为分子流或者在 $P > 17.5$ 托的情况下超过饱和水蒸气，所以不能除去水分。

20 压力调节器 RG1 将压力 $4\text{kg}/\text{cm}^2\text{G}$ 的氦气降低到所需压力而提供。气体精制器 PF 除去气体杂质。质量流量控制器 MFC1、MFC2、MFC 能够把气体流量控制在任意的压力范围和流量范围内，而质量流量计 MFM 能够测量在预定范围内的气体流量。

阀 V1-V14 是启闭气流的操作部件，虽然任何部件都能被用作样本 S，但是在本发明采用了滤气件。

25 API-MS 是大气压离子化气体质量分析仪，它能够确定气体所含成分全体的种类及其重量比。

30 在阀 V9 上有选择地装有两种真空泵。第一个是干燥泵 DP，它能够把气体流压调整到 10^{-3} 托，并且能够根据来自上游的流量把气体流压可变地调整到数百托。第二个是文丘里型真空发生器 VG，为了使最终压力达到 60 托，它能够一直排气到达 60 托地调整压力调节范围，并根据来自上游的流量可变地调整到数百托。因此，干燥泵 DP 适用于覆盖分子流领域、本发明领域以及超过饱和水蒸气领域，真空

发生器 VG 只试用于超过饱和水蒸汽压的领域。

真空发生器 VG 的结构通过一边用质量流量控制器 MFC 来控制气体流量一边使其流通的方式来抽真空，并且如上所述地，最终压力达到 60 托。

5 供气系统的配管由旁通管 BL、抽样管路 SL、抽样旁通管 SBL、清洗管路 PL、烘烤区 BA 构成。为了不提高分析仪的背景情况而通常通入高纯度气体以及为了能够确认抽样管路背景情况而通入高纯度气体，而在实际清洗时不使用。所以，阀 V1、V3、V4、V6 及 V11 处于长闭状态。

10 在气流通过时，烘烤区 BA 通常被加热到 120℃，因而，不留下吸附水分地消除了来自这个区域的水分发生。此外，在测量残留气体时，水分也很难吸附住。

在大多数实验中，为了使水分吸附的初期状态相同，首先，关闭阀 V7、V8、V12、V9，打开 V10、V14，在配管开放的情况下，打开
15 V9，在吸入大气后，进行三分钟排气，然后关闭 V10，返回大气压。通过保持一定时间而使配管内吸附同样多的水分。

此外，在这种操作中，打开阀 V2、V13、V6、V11、V5，关闭阀 V1、V4、V12，氦气以 1.2 升/分的流量流入抽样旁通管，确认其背景情况。

20 接着，关闭阀 V14，打开阀 V7、V9、V10，通过在预定压力下流通氦气而按照预定时间在真空泵中除去样本 S 内所吸附的水分。在氦气清洗后，关闭阀 V7、V9、V10，打开 V2、V5、V8、V12、V13，关闭 V6、V11，氦气以大约 1.2 升/分的流量通过抽样管路 SL。此时，烘烤区 BA 在 120℃ 下进行加热。

25 就是说，利用第一阶段通过清洗管路 PL 的氦气清洗，在预定压力下除去样本 S 内所吸附的水分。随后，利用在第二阶段通过抽样管路 SL 的氦气流动，一边用大气压离子化气体质量分析仪 API-MS 测量水分含有率，一边排除氦气。由此一来，测量出氦气清洗的除水分效率。

30 图 2 是实验例的细节图。实验例是①、④、⑤、A-H 的 11 例。①是连续清洗测量，其它的例④-H 是通过组合上述第一阶段的氦气清洗与第二阶段的氦气抽样管路流通而进行测量。

在连续清洗测量中，除水分清洗和水分含有率测定同时进行，即在加入大气后，关闭阀 V7、V9、V10、V14、V6、V11、V1、V3、V4，打开 V2、V13、V12、V8、V5，同时以大约 1.2 升/分的流量的氦气通过抽样管路 SL，通过大气压离子化气体质量分析仪 API-MS 来测定水分含有率。

在连续清洗测量①中，室温（约 20℃）下的氦气以 1.2SLM 的流量通过。

实验例④、⑤、的分批清洗是一边转换气体压力一边进行第一阶段的水分去除清洗的清洗。例如，在④中，通过真空发生器 VG，分别连续地切换成 5 秒钟压力为 2kgf. cm² 的氦气的清洗和 5 秒钟压力为 60 托的氦气清洗（总共在 10 分钟内，进行 60 次转换）。

实验例④-H 的（ ）内时间表示除水分清洗时间。在这些清洗后，测量水分含有率。实验例①、④是超过 17.5 托饱和水蒸气压的例子。在实验例⑤中，在超过饱和水蒸气压领域与分子流领域之间进行切换。实验例 A-G 是在粘性流领域且不到饱和水蒸气压范围的例子。最后，虽然实验例 H 是粘性流领域，但它也表示超过饱和水蒸气压的领域。因此，本发明的实验例为 A-G7 例，其它四个例子是比较例。

图 3 是各种清洗后的残留水分浓度的比较图。在实验①、④、⑤及 H 中，测量开始后的上升顶点高，显示出连续清洗和第一阶段清洗的去水分不充分。

实验例⑤的顶点略微低于①、④的顶点，但比实验例 A-G 的顶点高。尤其是，本发明实验例 A-G 的顶点比其它比较例要低，由此证明了第一阶段的水分去除清洗的有效性。

从实验例①和从 C 的顶点的落差 Δ 可知，水分浓度降低到 1/10。这样一来，如果除水分气体的清洗压力被设定在粘性流领域且不超过饱和水蒸气压，则证明了进行了有效的水分去除。

本发明的第二实施形式

图 4 是本发明第二实施例的供气系统的结构图，与图 1 所示的第一实施例的供气系统结构图的不同点在于：①作为进行除水分的样本 S，为包含了过滤件 FIL、压力调节器 RG2、质量流量控制器 MFC3、阀等更接近现实的供气系统（图 3 的点划线所围部分）；②从质量流量控制器 MFC3 的上游侧和供气系统末端两个部位进行排气。

此外，在图4中，小流量用质量流量控制器MFC3由于内流路阻力大而从两个位置上进行排气。不过，在质量流量控制器MFC3的内阻力小的场合及不包括质量流量控制器MFC3的场合、或者干燥泵DP的排气能力强的场合中，不用说，也可以从通过阀V9a的一个位置上
5 进行抽真空。

第二实施例

在图4的供气系统中，通过压力调节器RG1把氦气压力调整到0.2MpaG，与第一实施例的情况一样，首先，关闭阀V7、V8、V12、V9a、V9b，打开阀V14、V15-16、V10，配管内部对大气开关，随后，
10 打开阀V9a、V9b，吸入大气后进行三分钟排气，接着，关闭阀V10，使配管内返回大气压，通过保持这个状态一定时间而使抽样管路SL内吸附同样多的水分。

此外，在这种操作中，打开阀V2、V13、V6、V11、V5，关闭阀V1、V4、V12，氦气以1.2升/分的流量流入抽样旁通管路SBL，确认
15 其背景情况。

接着，为了进行第一阶段的氦气清洗，关闭阀V14，打开阀V7、V9a、V9b、V10、V15-V19，通过使氦气以预定压力流通而通过真空泵在预定时间内清除掉抽样管路SL内的吸附水分。

在上述第一阶段的氦气清洗结束时，接着，为了进行第二阶段的水分含有率的测量，关闭阀V7、V9a、V9b、V10，打开阀V2、V5、V8、V12、V13、V15-19，关闭阀V6、V11，氦气以大约1.2升/分的流量通过抽样管路SL。此时，烘烤区以120℃进行加热。随后，通过
20 阀V5，一边用大气压离子化质量分析仪API-MS测量水分含有率，一边排出氦气。由此一来，测量出了氦气清洗的水分去除效率。

图5表示图4所示供气系统的氦气清洗后的残留水分浓度，氦气清洗是在这样的条件下进行的，即氦气流量为19.7sccm，干燥泵DP的内压为14.8托。
25

此外，在这种情况下，由于配管内径为4.4毫米且氦气压力为14.8托，所以上述氦气清洗是处于粘性流的条件下的清洗。

在图5中，曲线b、c、d是所述第一阶段的氦气清洗在10分钟、30分钟和60分钟清洗后的残留水分浓度的测定值。
30

曲线a是表示在与实施例1相同的条件下连续清洗时的残留水分

浓度，是为了对比而被记录的。

根据曲线 a 与曲线 b、c、d 之间的比较结果可知，后者的残留水分浓度约减少到前者的 1/2。

第三实施例

5 接着，说明本发明的第三实施例。第三实施例尽管没有画出适用于第三实施例的供气系统的结构图，但它与图 4 的情况基本相同。

就是说，两者的不同点在于：① 阀 V7 是具有可以在预定短期内连续打开关闭的结构阀；② 省略了质量流量控制器 MFC2。

10 此外，如后所述地，省略质量流量控制器 MFC2 是因为在第一阶段的氩气清洗（进行氩气供应时断时续的清洗）中，没有必要特别地对所供应的氩气流量进行调节的缘故。

在第三实施例中，与第一实施例或第二实施例的情况一样，首先，在同一条件下，使同样多的水分吸附到配管中。

15 此外，氩气以 1.2 升/分的流量在抽样旁通管路 SBL 中流动并且确认其背景情况。

接着，为了进行第一阶段的氩气清洗，启动干燥泵 DP，打开阀 V7、V9a、V9b、V10、V15、V19，关闭阀 V8、V14、V12。

20 随后，在第三实施例中，按照预定周期关闭、打开阀 V7，通过中断和继续向供气系统供应氩气而始终使抽样管路 SL 中的氩气压力在数十托（如 60 托）到数托（如 1 托）的范围内变化。

通过阀 V7 启闭动作，例如，在阀 V7 被关闭的时候，将抽样管路 SL 内部一直排气到数托的压力。结果，在氩气流进入粘性流领域的同时，氩气压力被一直降低到低于饱和水蒸气压的压力值，在与第一实施例的情况相同的条件下，高效地除去了水分。

25 而相反地，在打开阀 V7 的时候，抽样管路 SL 内部压力变为数十托（如 60 托）的氩气压，从而超出了粘性流范围。但是，因开放阀 V7 时流入的大量氩气流而在抽样管路 SL 内部脱离的水分子被更有效地排挤到外面。

30 此外，不用说可以根据供气系统结构、排气装置（干燥泵）的能力以及配管内径 D 等把供给所述供气系统的氩气压力及流量等选定为适当的值，所述氩气压力及流量等通常被选定为 100 托-4500 托。

图 6 表示通过第三实施例而进行具有与图 4 相同结构的抽样管路

SL 的水分去除时的残留水分浓度，曲线 d、e、 f_1 、 f_2 是在第三实施例场合中的测量值。

就是说，曲线 d 是在这样的场合中的残留水分浓度测量值，即通过干燥泵 DP 进行真空排气，在流入氩气 5 秒钟后之后中断 175 秒，
5 在 60 分钟内反复进行这样的操作地进行第一阶段的清洗。

曲线 e 表示在这样的情况下的测量值，即在流入氩气 5 秒钟后中断 55 秒，在 60 分钟内反复进行这样的操作。此外，曲线 f_1 表示在这样的情况下的测量值，即在流入氩气 5 秒钟之后中断 25 秒，在 60 分钟内反复进行这样的操作。

10 同样地，曲线 f_2 表示在这样的场合中的测量值，即在流入氩气 5 秒钟内后中断 25 秒，在 360 分钟内反复进行这样的操作。

另一方面，图 6 的曲线 a、b、 C_1 - C_4 是分别用于比较的曲线，曲线 a 是进行氩气连续清洗时的测量值，其内容与第一实施例的图 3 的曲线 1 及第二实施例的图 5 的曲线 a 相同。

15 此外，图 6 的曲线 b 表示在这样的情况下（分批操作）的测量值，即进行了 30 分钟 10 秒的氩气 $2\text{kgf}/\text{cm}^2$ 加压和 30 秒真空发生器 VG 的排气（约 70 托）的反复操作的测量值。

此外，图 6 的曲线 C_1 - C_4 表示在这样的场合中的残留水分浓度测量值，即与第二实施例的图 5 的场合一样地，在氩气流量为 19.7 秒、
20 压力为 14.8 托的条件下（即粘性流清洗），进行了 30 分钟、60 分钟、180 分钟和 360 分钟的第一阶段清洗。

如图 6 的曲线 f_2 所示，在第三实施例的场合中，能够获得比在第二实施例的场合中的粘性流清洗（曲线 C_4 ）更好的水分去除性能。

25 图 7 表示在第三实施例中改变阀 V7 的启闭转换周期数时的除水分性能的变化情况。

图 7 的曲线②-⑥表示第三实施例的氩气内残留水分浓度测量值，而曲线①对比地表示连续清洗时的氩气内残留水分浓度的测量值。

30 例如，图 7 的曲线②是这样的测量值，即排气时，在流入氩气 0.9 秒钟后中断氩气 0.3 秒这样的氩气清洗 3000 次（即在 60 分钟内），随后，在 30 分钟内连续测量氩气内的残留水分浓度。

如图 7 所示，当阀 V7 的启闭频率高时，能够获得更高的除水分

性能。

图 8 比较了这两种情况下的除水分性能，第一种情况是使从一次侧送入的清洗氩气成为粘性流地调整氩气流量，第二种情况是不调整送入抽样管路 SL 中的清洗氩气的流量而以首先在氩气供应源一侧调节出的流量（即没有设置图 4 的 MFC2 的状态）供应氩气。

从图 8 的曲线②与曲线③的比较结果可知，即使不在清洗中精密调节从一次侧流向抽样管路 SL 的清洗氩气流量，以使氩气流变为粘性流，通过氩气压力约为 0.2MpaG（约 2300 托）地进行供应并且启闭转换阀 V7，也获得了大致相同的水分去除性能。此外，实际的氩气供应压力被选定为 100 托-4500 托（5kg/cm²G）。

尽管在图 1、4 所示的第一实施形式和第二实施形式的供气系统中设有旁通管路 BL、抽样旁通管路 SBL，但在现实的供气系统去除水分操作中，不用说，也可以省去旁通管路 BL 和抽样旁通管路 SBL。

此外，本发明不局限于上述各实施例，在不超出本发明技术构思的范围内的各种变形例、设计改动等都包含在本发明的技术范围内。

发明效果

根据权利要求 1 的发明，由于除水分气体的流压被设定为大于或等于成为粘性流的最低压力并且被调整到小于或等于饱和水蒸气压，所以能够通过气体分子的冲撞而有效地除去吸附在供气系统内面上的水分，由此确立了以不能烘烤部分为中心的烘烤法以外的有效的水分去除法。

根据权利要求 2 的发明，由于通过使气体分子的平均自由行程小于供气系统配管的直径来设定成为粘性流的条件，所以能够简单地推导出满足粘性流条件的最低压力。

根据权利要求 3 的发明，由于所述除水分气体是氩气等惰性气体，所以在撞出水分子后，气体本身很难吸附在供气系统内面上。

根据如权利要求 4 和 5 的发明，无论抽样管路为过滤器件的单独装置，还是包括过滤器件、压力调节器、质量流量控制器和控制阀的结构复杂的配管系统，都能够有效地除去内部水分。

在权利要求 6 的发明中，即使供气系统包括了流路阻力大的装置类型，也能够容易地将供气系统内的流压保持在大于气流成为粘性流的压力且小于饱和水蒸气压的范围内，从而可以进行更复杂的供气系

统的水分去除。

根据权利要求 7-10 的发明，即使不高精度地调节从一次侧送入的除水分气体的流量，也能够有效地进行更复杂的供气系统的水分去除，并可在短时间内简单、简易地进行水分去除。

- 5 根据权利要求 11 的发明，通过增大除水分气体的供应和供应中断的周期数，可在更短的时间内有效地去除水分。

本发明具有上述出色的实用效果。

—●—	①: 连续清洗 Ar1. 2SLM 室温	—
—⊙—	④: 分批清洗 VG: 2kx5s ⇌ 60Torr x 5s n=60 回 (10min)	—
—⊙—	⑤: 分批清洗 DP: 2kx5s ⇌ 10-3Torr x 5s n=60 回 (10min)	—
—⊙—	A: 粘性流清洗 DP: 10Torr-Ar28. 8sccm (10min)	有效
—⊙—	B: 粘性流清洗 DP: 10Torr-Ar28. 8sccm (20min)	有效
—⊙—	G: 粘性流清洗 DP: 10Torr-Ar28. 8sccm (60min)	有效
—X—	H: 粘性流清洗 VG: 140Torr-Ar28. 8sccm (60min)	—
—◇—	C: 粘性流清洗 DP: 6Torr-Ar14. 4sccm (5min)	有效
—◇—	D: 粘性流清洗 DP: 6Torr-Ar14. 4sccm (10min)	有效
—◇—	E: 粘性流清洗 DP: 6Torr-Ar14. 4sccm (20min)	有效
—◇—	F: 粘性流清洗 DP: 6Torr-Ar14. 4sccm (60min)	有效

图 2

各种清洗后的残留水分浓度比较

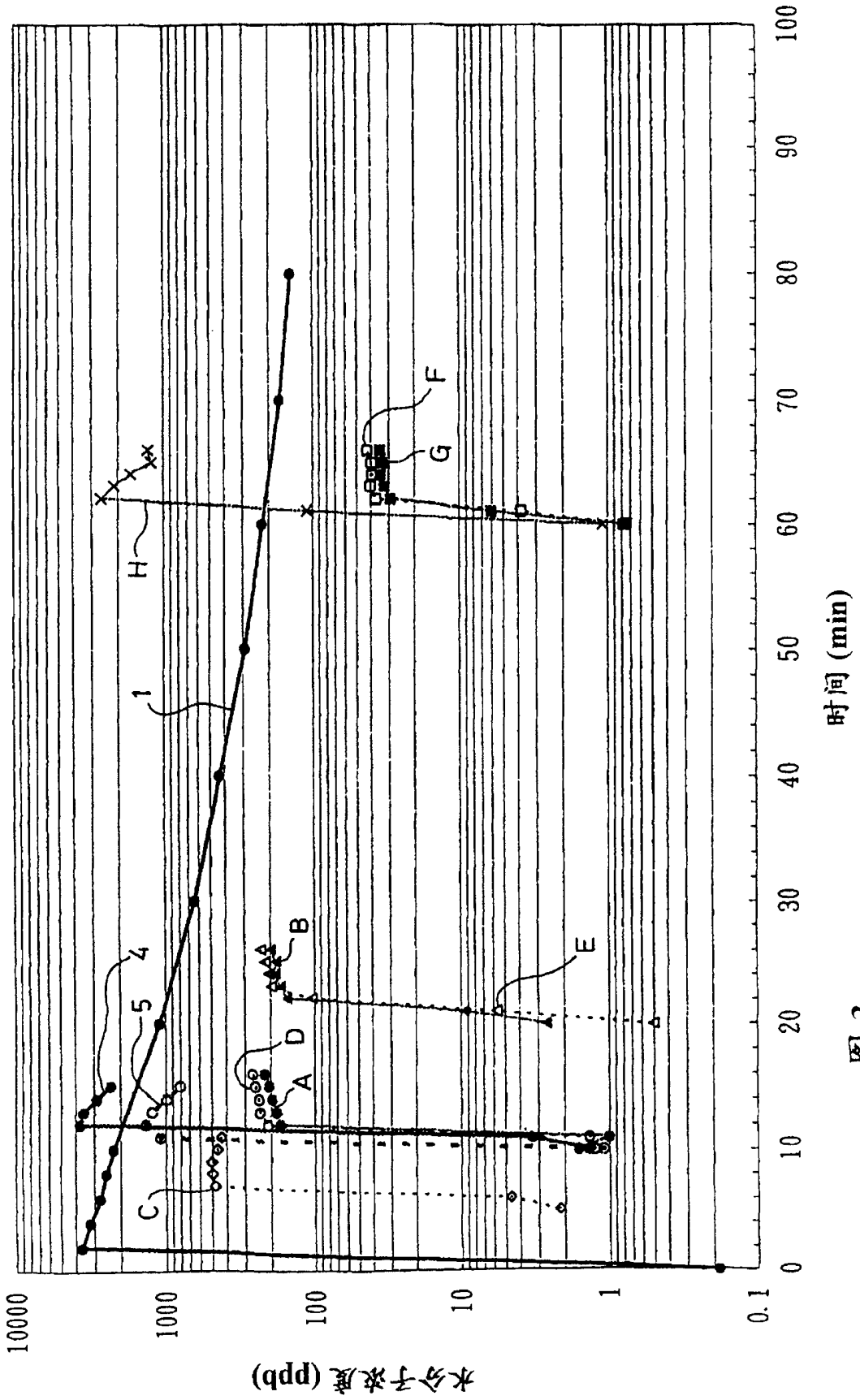


图 3

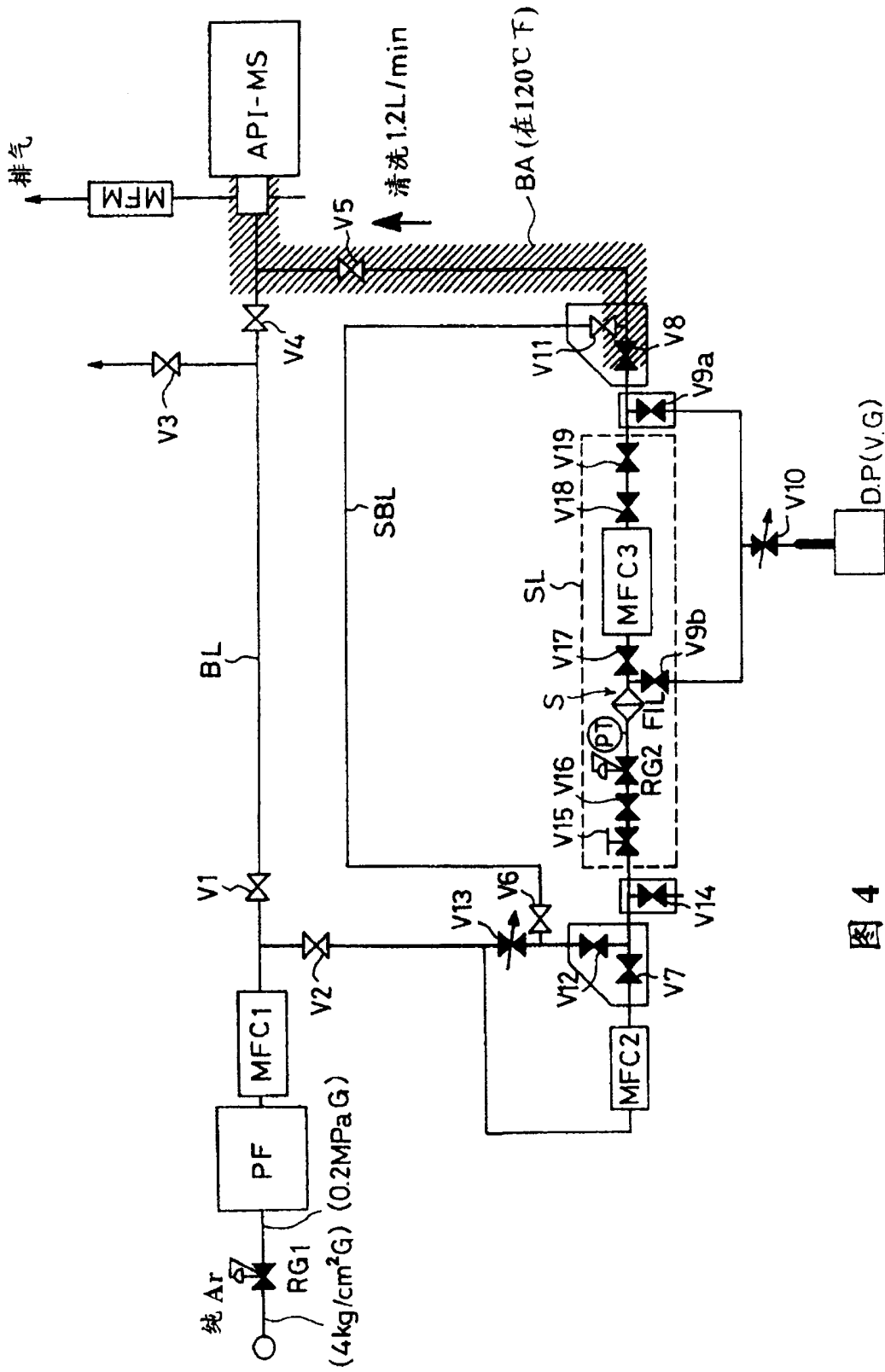


图 4

在从2个部位排气的情况下的效果

粘性流清洗条件: Ar19.7sccs +D.P 实验品内压14.8Torr

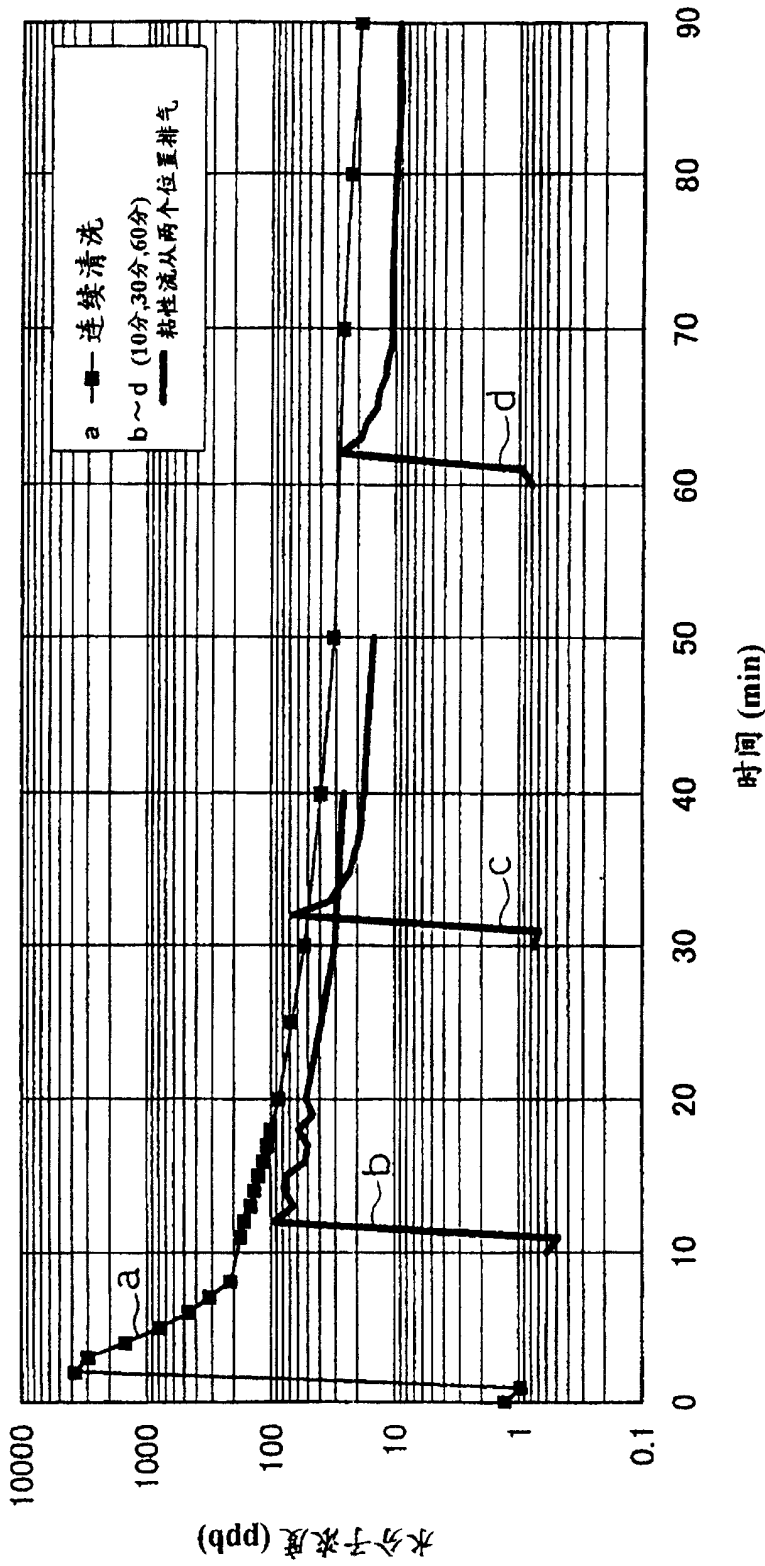
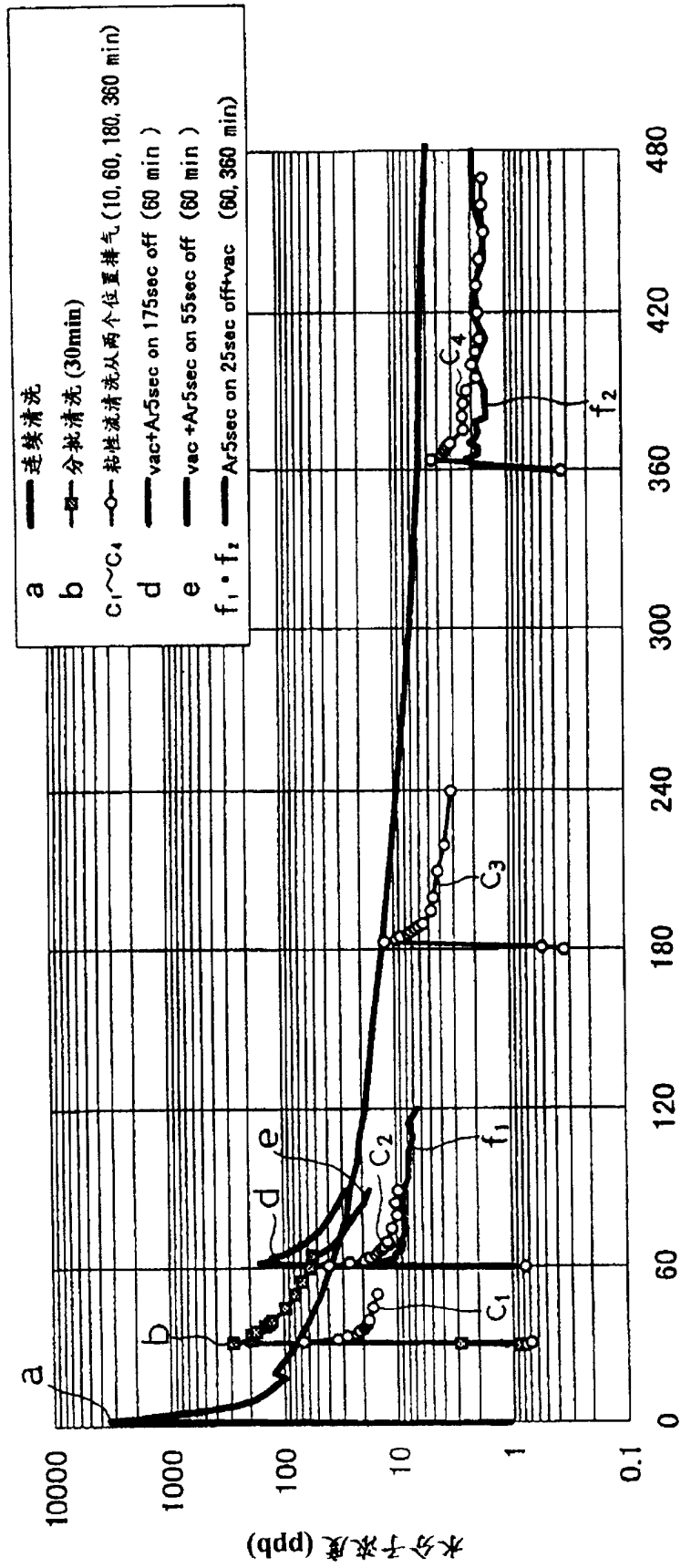


图 5

Vac+Ar on-off (断续清洗) 清洗方法比较



时间 (min)

图 6

Vac+Ar on-off 清洗周期数的效果

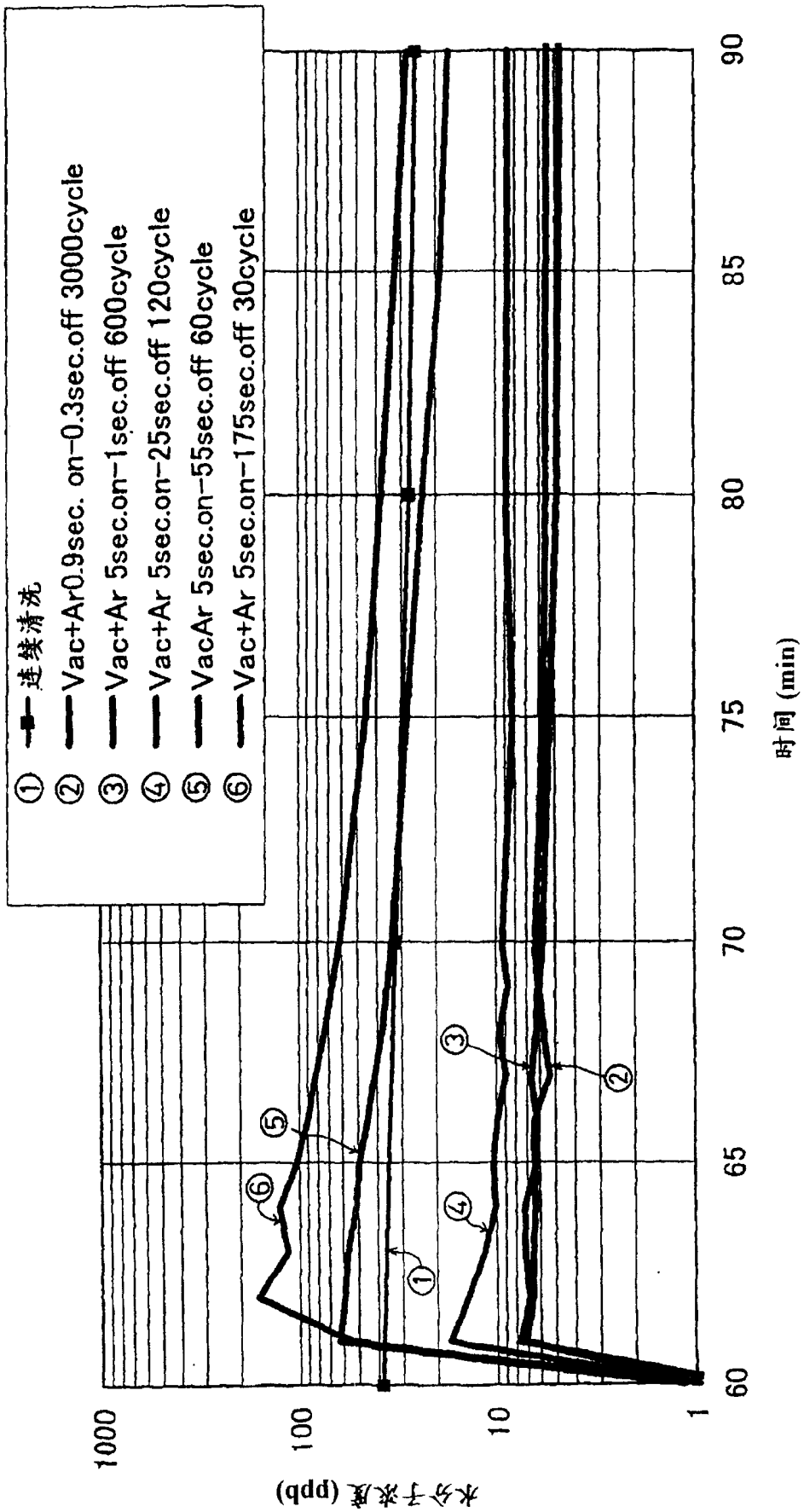


图 7

Ar on-off+vac 清洗法的效果 确定是否进行一次侧流量调整

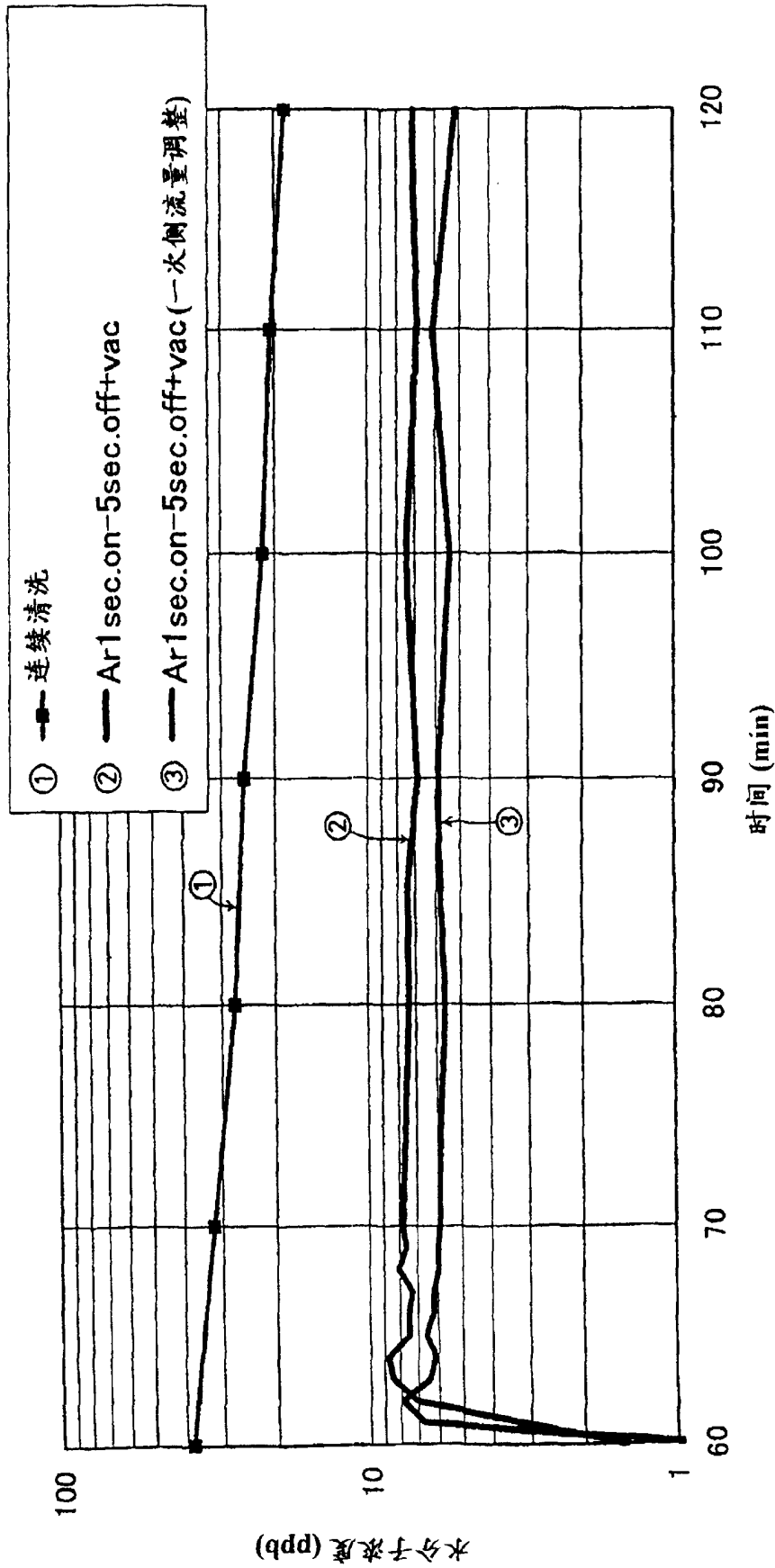


图 8