

(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
2020年3月12日(12.03.2020)

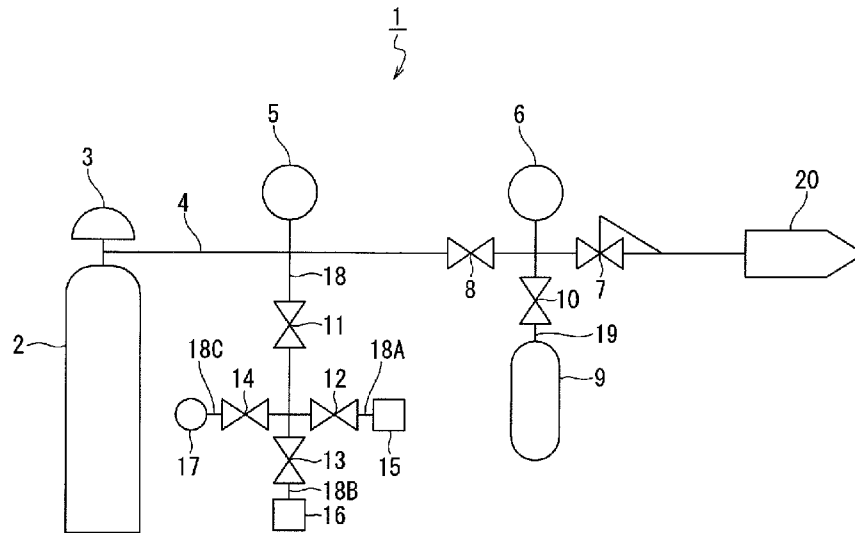


(10) 国際公開番号
WO 2020/049900 A1

- (51) 国際特許分類:
F17C 7/00 (2006.01) *F17C 13/00* (2006.01)
F16K 7/16 (2006.01)
- (72) 発明者: 西尾 勇弥 (NISHIO Yuya); 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 昭和電工株式会社内 Tokyo (JP).
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/029860
- (74) 代理人: 田中 秀 ▲ てつ ▼, 外 (TANAKA Hidetetsu et al.); 〒1056032 東京都港区虎ノ門四丁目3番1号 城山トラストタワー3 2階 特許業務法人日栄国際特許事務所 Tokyo (JP).
- (22) 国際出願日: 2019年7月30日(30.07.2019)
- (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 2018-164701 2018年9月3日(03.09.2018) 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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
- (71) 出願人: 昭和電工株式会社 (SHOWA DENKO K.K.) [JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 Tokyo (JP).

(54) Title: METHOD AND EQUIPMENT FOR SUPPLYING FLUORINE-GAS-CONTAINING GAS

(54) 発明の名称: フッ素ガス含有ガスの供給方法及び供給設備



(57) Abstract: Provided is a method for supplying a fluorine-gas-containing gas without complicating the device configuration of equipment for supplying the fluorine-gas-containing gas, and without reducing the fluorine gas concentration of the fluorine-gas-containing gas. A sealing step is carried out in which a second fluorine-gas-containing gas having a fluorine gas concentration in a range of $\pm 10\%$ of the fluorine gas concentration of a first fluorine-gas-containing gas is introduced into a portion of a pipe (4) between a container valve (3) and a pressure regulator (7) such that a pressure less than the gas pressure in a charging container (2) is achieved. After the sealing step a buffer tank (9) is opened and the first fluorine-gas-containing gas is introduced into the portion of the pipe (4) between the container valve (3) and



WO 2020/049900 A1

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, ST, 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：

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

the pressure regulator (7) from the charging container (2), after which the pressure regulator (7) is opened and the first fluorine-gas-containing gas is supplied to consumption equipment (20) while the pressure is regulated by the pressure regulator (7).

(57) 要約：フッ素ガス含有ガスの供給設備の装置構成が複雑となることなく、且つ、フッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度を低下させることのないフッ素ガス含有ガスの供給方法を提供する。配管（４）のうち容器弁（３）と圧力調整器（７）の間の部分に、第１のフッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度に対して±１０％の範囲内のフッ素ガス濃度を有する第２のフッ素ガス含有ガスを、充填容器（２）内のガス圧力よりも低い圧力になるように導入する封入工程を行なう。封入工程の後に、バッファタンク（９）を開状態として、配管（４）のうち容器弁（３）と圧力調整器（７）の間の部分へ、充填容器（２）から第１のフッ素ガス含有ガスを導入し、その後に、圧力調整器（７）を開状態として、圧力調整器（７）によって圧力を調整しつつ第１のフッ素ガス含有ガスを消費設備（２０）へ供給する。

明 細 書

発明の名称： フッ素ガス含有ガスの供給方法及び供給設備

技術分野

[0001] 本発明はフッ素ガス含有ガスの供給方法及び供給設備に関する。

背景技術

[0002] フッ素ガス含有ガスは、半導体製造装置のクリーニングガスとして使用される。クリーニングガスの供給設備においては、各機器や配管の連結部分からクリーニングガスが漏洩することを防止するために、形状追従性の良好な樹脂材料で形成されたシール材によって上記連結部分がシールされている。しかしながら、ガスが高圧充填された容器から配管を介して消費設備へ高圧ガスを供給する場合には、容器から配管内に高圧ガスが導入される際の断熱圧縮による発熱や衝撃波によって、シール材が熱変形、溶損、又は焼損するおそれがあった。

[0003] そこで、シール材が熱変形、溶損、又は焼損することを防ぐために、ガスが高圧充填された容器から消費設備へ衝撃波減衰機構を介して高圧ガスを供給するガス供給方法が提案されている（例えば特許文献1、2を参照）。

特許文献1、2に開示のガス供給方法によれば、シール材の熱変形等を防ぐことはできるものの、衝撃波減衰機構が必要であるため、クリーニングガスの供給設備における装置構成が複雑となるだけでなく、十分な流量のクリーニングガスを消費設備へ供給できないおそれがあった。

[0004] 特許文献3には、容器に高圧充填されているフッ素ガス含有ガスを減圧装置で減圧した後に消費設備へ供給するガス供給方法が提案されている。特許文献3に開示のガス供給方法においては、消費設備への供給圧力よりも高い圧力、且つ、容器の充填圧力よりも低い圧力の不活性ガスを、容器の容器弁と減圧装置とを連通する配管内に充填する充填封入工程を行い、該充填封入工程後に容器から上記配管を介して消費設備へフッ素ガス含有ガスを供給する。

特許文献3に開示のガス供給方法によれば、クリーニングガスの供給設備の装置構成が複雑となることがないことに加えて、十分な流量のクリーニングガスを消費設備へ供給することが可能である。

先行技術文献

特許文献

- [0005] 特許文献1：日本国特許公開公報 2012年第154429号
特許文献2：日本国特許公開公報 2012年第167813号
特許文献3：日本国特許公開公報 2015年第212558号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、特許文献3に開示のガス供給方法では、フッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度が不活性ガスによって低下するという問題があった。また、容器から消費設備にフッ素ガス含有ガスが供給されるまでに多くの弁やフィルターを介しており、断熱圧縮による発熱や衝撃波の発生頻度が高くなるため、シール材の熱変形、溶損、又は焼損を十分に抑制することができないおそれがあった。

[0007] 本発明は、フッ素ガス含有ガスの供給設備の装置構成が複雑となることなく、且つ、フッ素ガス含有ガスの供給設備において用いられる樹脂材料製の部材の熱変形、溶損、又は焼損を抑制することができることに加えて、フッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度を低下させることなく、十分な流量のフッ素ガス含有ガスを供給することができるフッ素ガス含有ガスの供給方法及び供給設備を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0008] 前記課題を解決するため、本発明の一態様は以下の[1]～[8]の通りである。

[1] フッ素ガス含有ガスの供給設備から、前記フッ素ガス含有ガスを消費する消費設備へ、前記フッ素ガス含有ガスを供給する方法であって、

前記供給設備は、第1のフッ素ガス含有ガスが充填されている充填容器と、前記充填容器の容器弁と前記消費設備とを連通する配管と、前記配管に設けられガス圧力を調整しつつ上流側から下流側へガスを通す圧力調整器と、前記配管のうち前記圧力調整器よりも上流側の部分に接続されたバッファタンクと、を備え、

前記圧力調整器を閉状態とした上で、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分に、前記第1のフッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度に対して±10%の範囲内のフッ素ガス濃度を有する第2のフッ素ガス含有ガスを、前記充填容器内のガス圧力よりも低い圧力になるように導入する封入工程を行ない、

該封入工程の後に、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分に前記第2のフッ素ガス含有ガスが封入されたままの状態、且つ、前記バッファタンクを開状態として、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分へ、前記充填容器から前記第1のフッ素ガス含有ガスを導入し、その後に、前記圧力調整器を開状態として、前記圧力調整器によって圧力を調整しつつ前記第1のフッ素ガス含有ガスを前記消費設備へ供給するフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[0009] [2] 前記第2のフッ素ガス含有ガスの圧力が、前記充填容器内のガス圧力の45%以上54%以下である[1]に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[3] 前記第2のフッ素ガス含有ガスとして、圧力及びフッ素ガス濃度が前記第1のフッ素ガス含有ガスと同一のフッ素ガス含有ガスを用いる[1]に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[4] 前記供給設備において使用されている仕切弁がダイヤフラム弁である[1]～[3]のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[0010] [5] 前記封入工程の前に、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分を不活性ガスで置換するパージ処理工程を行なう[1]～[4]のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[6] 前記圧力調整器の構成部品であるシートの材質が三フッ化塩化エチレン樹脂である [1] ~ [5] のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[7] 前記消費設備が半導体製造装置である [1] ~ [6] のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[0011] [8] フッ素ガス含有ガスを消費する消費設備へ前記フッ素ガス含有ガスを供給する供給設備であって、

第1のフッ素ガス含有ガスが充填されている充填容器と、前記充填容器の容器弁と前記消費設備とを連通する配管と、前記配管に設けられガス圧力を調整しつつ上流側から下流側へガスを通す圧力調整器と、前記配管のうち前記圧力調整器よりも上流側の部分に接続されたバッファタンクと、を備え、

該バッファタンクの容積が、前記充填容器の容積に対して0.1%以上10%以下であるフッ素ガス含有ガスの供給設備。

発明の効果

[0012] 本発明によれば、フッ素ガス含有ガスの供給設備の装置構成が複雑となることなく、且つ、フッ素ガス含有ガスの供給設備において用いられる樹脂材料製の部材の熱変形、溶損、又は焼損を抑制することができることに加えて、フッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度を低下させることなく、十分な流量のフッ素ガス含有ガスを供給することができる。

図面の簡単な説明

[0013] [図1]本発明に係るフッ素ガス含有ガスの供給方法の一実施形態を説明するフッ素ガス含有ガスの供給設備の概略図である。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明の一実施形態について以下に説明する。なお、本実施形態は本発明の一例を示したものであって、本発明は本実施形態に限定されるものではない。また、本実施形態には種々の変更又は改良を加えることが可能であり、その様な変更又は改良を加えた形態も本発明に含まれ得る。

[0015] 本実施形態のフッ素ガス含有ガスの供給方法は、フッ素ガス含有ガスの供

給設備 1 から、フッ素ガス含有ガスを消費する消費設備 20 へ、フッ素ガス含有ガスを供給する方法である。以下に、フッ素ガス含有ガスの供給設備 1 の構成の一例を、図 1 を参照しながら説明する。

[0016] 図 1 に示すフッ素ガス含有ガスの供給設備 1 は、第 1 のフッ素ガス含有ガスが充填されている充填容器 2 と、充填容器 2 の容器弁 3 と消費設備 20 とを連通する配管 4 と、配管 4 に設けられガス圧力を調整しつつ上流側から下流側へガスを通す圧力調整器 7 と、配管 4 のうち圧力調整器 7 よりも上流側の部分に接続されたバッファタンク 9 と、を備えている。

[0017] 供給設備 1 の構成について、さらに詳述する。配管 4 には、上流側から順に、第 1 圧力計 5、第 1 仕切弁 8、第 2 圧力計 6、及び圧力調整器 7 が設けられている。第 1 圧力計 5、第 2 圧力計 6 によって、配管 4 内の圧力が測定できるようになっている。また、配管 4 のうち圧力調整器 7 と第 1 仕切弁 8 との間の部分からは、第 2 分岐管 19 が分岐しており、第 2 分岐管 19 の下流側端部にバッファタンク 9 が接続されている。そして、第 2 分岐管 19 には第 2 仕切弁 10 が設けられており、第 2 仕切弁 10 の開閉により、バッファタンク 9 を開状態又は閉状態に制御できるようになっている。

[0018] さらに、配管 4 のうち容器弁 3 と第 1 仕切弁 8 との間の部分からは、第 1 分岐管 18 が分岐しており、第 1 分岐管 18 の下流側端部から三つの枝管 18 A、18 B、18 C がさらに分岐している。枝管 18 A の下流側端部には不活性ガス供給源 15、枝管 18 B の下流側端部には第 2 のフッ素ガス含有ガス供給源 16、枝管 18 C の下流側端部には真空ポンプ 17 がそれぞれ接続されている。そして、第 1 分岐管 18 及び三つの枝管 18 A、18 B、18 C には、それぞれ第 3 仕切弁 11、第 4 仕切弁 12、第 5 仕切弁 13、第 6 仕切弁 14 が設けられている。

[0019] 第 1 のフッ素ガス含有ガス、第 2 のフッ素ガス含有ガスとして、フッ素ガスを用いることもできるが、フッ素ガスを不活性ガスで希釈した混合ガスを用いることもできる。不活性ガスとしては、窒素ガス、ヘリウム、アルゴン等が挙げられ、窒素ガスが好ましい。フッ素ガスを希釈するために用いるガ

スは1種でもよいし、2種以上でもよい。第1のフッ素ガス含有ガス、第2のフッ素ガス含有ガス中のフッ素ガスの含有量は、10体積%以上30体積%以下が好ましく、20体積%以上22%体積%以下がより好ましい。

[0020] 次に、図1の供給設備1を用いて消費設備20へフッ素ガス含有ガスを供給する方法を説明する。供給設備1を用いて消費設備20へフッ素ガス含有ガスを供給する際の各ステップにおける各弁3、8、10、11、12、13、14及び圧力調整器7の開閉状態を、表1にまとめて示す。なお、各弁3、8、10、11、12、13、14及び圧力調整器7は、スタート時にはすべて閉状態である。

[0021] まず、フッ素ガス含有ガスを消費設備20へ供給する前に、パージ処理工程を行うことが、不純物の排除の観点から好ましい。充填容器2の容器弁3、第4仕切弁12、第5仕切弁13、第6仕切弁14及び圧力調整器7を閉状態、第1仕切弁8、第2仕切弁10、及び第3仕切弁11を開状態として、配管4のうち容器弁3と圧力調整器7との間の部分（以下「配管4の上流側部分」と記すこともある）、バッファタンク9、不活性ガス供給源15、第2のフッ素ガス含有ガス供給源16、及び真空ポンプ17が、いずれも連通可能な状態とする。

[0022]

[表1]

	容器弁3	第3仕切弁11	第4仕切弁12	第5仕切弁13	第6仕切弁14	第1仕切弁8	第2仕切弁10	圧力調整器7
ステップ1	閉	開	開	閉	閉	開	開	閉
ステップ2	閉	開	閉	閉	開	開	開	閉
ステップ3	閉	開	閉	開	閉	開	開	閉
ステップ4	閉	開	閉	閉	閉	開	開	閉
ステップ5	閉	開	閉	開	閉	開	開	閉
ステップ6	閉	開	閉	閉	閉	開	開	閉
ステップ7	閉	閉	閉	閉	閉	閉	閉	閉
ステップ8	開	閉	閉	閉	閉	閉	閉	閉
ステップ9	開	閉	閉	閉	閉	開	開	閉
ステップ10	開	閉	閉	閉	閉	開	閉	開

[0023] 次に、第4仕切弁12を開状態として、不活性ガス供給源15から不活性ガスを配管4の上流側部分及びバッファタンク9に導入する（ステップ1）。不活性ガスの種類は特に限定されるものではないが、例えば、窒素ガス、ヘリウム、アルゴンが好ましく、窒素ガスがより好ましい。窒素ガスは、安価で大量に入手可能であるため、経済面で有利である。不活性ガスを導入し

たら第4仕切弁12を閉状態とするとともに、第6仕切弁14を開状態として、導入した不活性ガスを真空ポンプ17により排気する（ステップ2）。このような不活性ガスの導入及び排気の操作を複数回繰り返すことにより、配管4の上流側部分及びバッファタンク9に存在する空気を不活性ガスで置換する。不活性ガスによる置換が終了したら、第4仕切弁12及び第6仕切弁14を閉状態とする。

[0024] 続いて、第5仕切弁13を開状態として、第2のフッ素ガス含有ガス供給源16から第2のフッ素ガス含有ガスを配管4の上流側部分及びバッファタンク9に導入する（ステップ3）。第2のフッ素ガス含有ガスは、充填容器2内のガス圧力よりも低い圧力、及び、第1のフッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度に対して±10%の範囲内のフッ素ガス濃度を有するフッ素ガス含有ガスである。第2のフッ素ガス含有ガス中のフッ素ガス以外のガスは不活性ガスである。

[0025] 第2のフッ素ガス含有ガスを導入したら第5仕切弁13を閉状態とするとともに、第6仕切弁14を開状態として、導入した第2のフッ素ガス含有ガスを真空ポンプ17により排気する（ステップ4）。このような第2のフッ素ガス含有ガスの導入及び排気の操作を複数回繰り返すことにより、配管4の上流側部分及びバッファタンク9に存在する不活性ガスを第2のフッ素ガス含有ガスで置換する。第2のフッ素ガス含有ガスによる置換が終了したら、第5仕切弁13及び第6仕切弁14を閉状態とする。これにてページ処理工程を終了する。

[0026] ページ処理工程が終了したら、配管4の上流側部分に第2のフッ素ガス含有ガスを導入して封入する封入工程を行なう。すなわち、第5仕切弁13を開状態として、第2のフッ素ガス含有ガス供給源16から第2のフッ素ガス含有ガスを配管4の上流側部分及びバッファタンク9に導入する（ステップ5）。第1圧力計5、第2圧力計6による測定値が所定の圧力になったら、第5仕切弁13を閉状態とする。これにより、配管4の上流側部分及びバッファタンク9への第2のフッ素ガス含有ガスの封入が完了する（ステップ6

)。

- [0027] 封入工程に用いる第2のフッ素ガス含有ガスの圧力は、充填容器2内の第1のフッ素ガス含有ガスのガス圧力よりも低い圧力とするが、充填容器2内の第1のフッ素ガス含有ガスのガス圧力の20%以上80%以下とすることが好ましく、30%以上70%以下とすることがより好ましく、45%以上54%以下とすることがさらに好ましい。このような範囲内であれば、断熱圧縮及び衝撃波の緩和の観点で有利である。
- [0028] 封入工程においては、第2のフッ素ガス含有ガス供給源16の圧力を予め充填容器2の容器内圧力よりも低く設定してもよいが、逆に第2のフッ素ガス含有ガス供給源16の圧力の方が高い場合であっても、第2圧力計6の測定値が充填容器2の容器内圧力よりも低く設定された圧力に到達した時点で封入工程を終了することにより、第2のフッ素ガス含有ガスの封入を行うことができる。
- [0029] なお、第2のフッ素ガス含有ガスとして、圧力及びフッ素ガス濃度が第1のフッ素ガス含有ガスと同一のフッ素ガス含有ガスを用いることもできる。例えば、封入工程において、充填容器2を第2のフッ素ガス含有ガス供給源16として用いれば、第1のフッ素ガス含有ガスを第2のフッ素ガス含有ガスとして用いることができる。また、第1のフッ素ガス含有ガスと同一のフッ素ガス含有ガスを第2のフッ素ガス含有ガスとして備える第2のフッ素ガス含有ガス供給源16を用いてもよい。
- [0030] 封入工程が終了した後の配管4の上流側部分内のガス圧力は、特に限定されるものではないが、消費設備20への供給圧力に対して120%以上200%以下とすることが好ましく、130%以上170%以下とすることがより好ましく、140%以上160%以下とすることがさらに好ましい。
- [0031] 第2のフッ素ガス含有ガスの封入が完了したら、第1仕切弁8、第2仕切弁10、及び第3仕切弁11を閉状態とする（ステップ7）。なお、封入工程においては、第2仕切弁10を閉状態として第2のフッ素ガス含有ガスの導入を行って、バッファタンク9へ第2のフッ素ガス含有ガスが導入されな

いようにしてもよい。

[0032] 封入工程が終了したら、容器弁3を開状態として（第2仕切弁10は閉状態）、充填容器2に高圧充填されていた第1のフッ素ガス含有ガスを、配管4のうち容器弁3と第1仕切弁8との間の部分に導入する（ステップ8）。第1のフッ素ガス含有ガスを導入する際には、配管4のうち容器弁3と第1仕切弁8との間の部分は、第2のフッ素ガス含有ガスが封入されたままの状態とし、第2のフッ素ガス含有ガスが封入されている配管4へ第1のフッ素ガス含有ガスを導入する。

[0033] 続いて、第2仕切弁10を開状態とした後に、第1仕切弁8を開状態とすることにより、配管4のうち容器弁3と第1仕切弁8との間の部分に封入されていたフッ素ガス含有ガスが、配管4のうち第1仕切弁8と圧力調整器7との間の部分、及び、バッファタンク9に導入される（ステップ9）。第2のフッ素ガス含有ガスは主にバッファタンク9へ送られるので、配管4の上流側部分内のフッ素ガス含有ガスは第1のフッ素ガス含有ガスとなる。

[0034] 第1圧力計5、第2圧力計6による測定値が同じ値になるのを確認したら、第2仕切弁10を閉状態とするとともに、圧力調整器7を開状態に操作する（ステップ10）。これにより、充填容器2に高圧充填されていた第1のフッ素ガス含有ガスを、圧力調整器7によって圧力を調整（減圧）しつつ、半導体製造装置等の消費設備20に供給することができる。なお、このとき第2仕切弁10は開状態としていてもよい。消費設備20へのフッ素ガス含有ガスの供給圧力は、充填容器2内のガス圧力に対して1%以上50%以下とすることが好ましく、5%以上40%以下とすることがより好ましく、10%以上25%以下とすることがさらに好ましい。

[0035] 上記のような本実施形態のフッ素ガス含有ガスの供給方法によれば、フッ素ガス含有ガスの供給設備において用いられる樹脂材料製の部材の熱変形、溶損、又は焼損を抑制することができる。例えば、機器や配管の連結部分を封止するシール材や、圧力調整器、弁の構成部品であるシートが樹脂材料製であっても、熱変形、溶損、焼損が生じにくい。樹脂材料の種類は特に限定

されるものではないが、例えば、三フッ化塩化エチレン樹脂（ポリクロロトリフルオロエチレン）等のフッ素樹脂が挙げられる。

[0036] なお、圧力調整器や弁の構成部品であるシートは、ステムと組み合わされることにより、ガスの流れを制御するための部材である。すなわち、圧力調整器や弁において、ステムがシートに押し付けられ、ステムとシートとの間の隙間がなくなると、ガスの流れが抑止され、ステムがシートから離れると、ステムとシートとの間の隙間を通してガスが流れるようになっている。

[0037] また、本実施形態では、シール材やシートが熱変形、溶損、焼損することを防ぐために衝撃波減衰機構を設ける必要がないので、フッ素ガス含有ガスの供給設備の装置構成が複雑となることがない。本実施形態のフッ素ガス含有ガスの供給方法によれば、消費設備 20 への供給圧力よりも高い圧力且つ充填容器 2 内のガス圧力よりも低い圧力を有し、さらに第 1 のフッ素ガス含有ガスと同程度のフッ素ガス濃度を有する第 2 のフッ素ガス含有ガスを、配管 4 の上流側部分内に封入することによって、ガス供給時におけるガス流路内での断熱圧縮及び衝撃波を緩和することができるので、樹脂材料製の部材の熱変形、溶損、又は焼損を抑制することができる。

[0038] さらに、本実施形態のフッ素ガス含有ガスの供給方法によれば、封入工程において配管 4 内に不活性ガスを封入せず、第 2 のフッ素ガス含有ガスを封入するので、フッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度を低下させることなく、十分な流量のフッ素ガス含有ガスを消費設備 20 へ供給することができる。

[0039] さらに、上記したように、封入工程の前にパージ処理工程を行なうことにより、系内への不純物の混入を抑制することができる。また、封入工程に用いる第 2 のフッ素ガス含有ガスの圧力を、充填容器 2 内の第 1 のフッ素ガス含有ガスのガス圧力の例えば 45%以上 54%以下とすることにより、パージ処理工程において余剰な不活性ガスを使用する必要がない。そのため、フッ素ガス濃度を低下させることなくフッ素ガス含有ガスの供給を行うことができる。

[0040] 本実施形態においては、圧力調整器 7 の上流側にバッファタンク 9 が設置

される。バッファタンク 9 の容積は、充填容器 2 の容積に対して 0.1%以上 10%以下とすることが好ましく、0.5%以上 5%以下とすることがより好ましく、1%以上 3%以下とすることがさらに好ましい。このような範囲内であれば、充填容器 2 から配管 4 内に第 1 のフッ素ガス含有ガスを導入する際に圧力調整が行いやすく、且つ、充填容器 2 の圧力損失が生じにくい。

[0041] 供給設備 1 においては、第 1 仕切弁 8 等の仕切弁としてダイヤフラム弁を使用することができる。ダイヤフラム式の仕切弁はガスが外漏れしにくい構造を有しているため、腐食性ガスの場合によく使用されるが、弁の開放時の細かな調整が困難であるため、断熱圧縮及び衝撃波の原因となりやすい。そこで、圧力調整器 7 の上流側にバッファタンク 9 を設けることにより、第 1 仕切弁 8 の圧力上昇を微調整できるため、断熱圧縮及び衝撃波を大幅に緩和することができる。その結果、第 1 仕切弁 8 等の仕切弁としてダイヤフラム弁を使用することが容易となる。

[0042] 以下に実施例及び比較例を示して、本発明をより詳細に説明する。

[実施例 1]

図 1 の供給設備 1 と同様の設備を用いて、上記と同様にしてフッ素ガス含有ガスを消費設備に供給した。図 1 を参照しながら詳細に説明する。

フッ素ガス含有ガス（第 1 のフッ素ガス含有ガス）をガス圧力 14 MPa で充填した容積 5 L の充填容器 2 を用意した。この第 1 のフッ素ガス含有ガスは、フッ素ガス濃度が 20 体積%となるようにフッ素ガスを窒素ガスで希釈したものである。また、第 1 のフッ素ガス含有ガスと同一組成のフッ素ガス含有ガスを第 2 のフッ素ガス含有ガスとして備える第 2 のフッ素ガス含有ガス供給源 16 を用意した。

[0043] 第 1 仕切弁 8 及び圧力調整器 7 には、その構成部品であるシートの材質が三フッ化塩化エチレン樹脂（ポリクロロトリフルオロエチレン）であるものを用いた。

ページ処理工程後の封入工程における第 2 のフッ素ガス含有ガスの配管 4

への充填圧力を、充填容器 2 内のガス圧力の 50% の 7 MP a とした。バッファタンク 9 の容積を、充填容器 2 の容積の 1% の 50 mL とした。

[0044] 全ての弁が閉状態である初期状態から、第 1 仕切弁 8、第 2 仕切弁 10、第 3 仕切弁 11、及び第 4 仕切弁 12 を開状態として、不活性ガス供給源 15 から配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 に窒素ガスを導入した。窒素ガスの導入が終了したら、第 4 仕切弁 12 を閉状態とするとともに第 6 仕切弁 14 を開状態として、真空ポンプ 17 により配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 を吸引し、窒素ガスを排気した。窒素ガスの排気が終了したら、第 6 仕切弁 14 を閉状態とした。このような窒素ガスの導入と排気の操作を 5 回繰り返して、配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 を窒素ガスで置換した。

[0045] 続いて、第 5 仕切弁 13 を開状態として、第 2 のフッ素ガス含有ガス供給源 16 から配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 に第 2 のフッ素ガス含有ガスを導入した。第 2 のフッ素ガス含有ガスの導入が終了したら第 5 仕切弁 13 を閉状態とするとともに第 6 仕切弁 14 を開状態として、真空ポンプ 17 により配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 を吸引し、第 2 のフッ素ガス含有ガスを排気した。第 2 のフッ素ガス含有ガスの排気が終了したら、第 6 仕切弁 14 を閉状態とした。このような第 2 のフッ素ガス含有ガスの導入と排気の操作を 5 回繰り返して、配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 を第 2 のフッ素ガス含有ガスで置換した。

[0046] このようなパージ処理工程が終了した後に、第 5 仕切弁 13 を開状態として、第 2 のフッ素ガス含有ガス供給源 16 から第 2 のフッ素ガス含有ガスを配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 に導入した。第 1 圧力計 5 の測定値が 7 MP a になったら第 5 仕切弁 13 を閉状態とし、配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 に第 2 のフッ素ガス含有ガスを封入した（封入工程）。

[0047] 次に、第 1 仕切弁 8、第 2 仕切弁 10、及び第 3 仕切弁 11 を閉状態、容器弁 3 を開状態として、配管 4 のうち容器弁 3 と第 1 仕切弁 8 との間の部分

に充填容器 2 から第 1 のフッ素ガス含有ガスを導入した。第 1 圧力計 5 の測定値が 1.4 MPa になったら、第 2 仕切弁 10 を開状態とし、続いて第 1 仕切弁 8 を開状態として、第 1 のフッ素ガス含有ガスを配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 に緩やかに導入した。

[0048] 第 2 圧力計 6 の測定値が第 1 圧力計 5 と同様に 1.4 MPa になったら、第 2 仕切弁 10 を閉状態とした。そして、圧力調整器 7 を開状態として、消費設備 20 への供給圧力を充填容器 2 内のガス圧力の 10% (1.4 MPa) に調整しつつ、第 1 のフッ素ガス含有ガスを消費設備 20 へ供給した。消費設備 20 において、消費設備 20 へ供給された第 1 のフッ素ガス含有ガスのガス量を測定した。

[0049] 第 1 のフッ素ガス含有ガスが消費設備 20 へ 10 L 供給される毎に、圧力 1.4 MPa のヘリウムガスを用いて (第 2 圧力計 6 の測定値が 1.4 MPa となるようにして)、第 1 仕切弁 8 及び圧力調整器 7 のシートリーク検査を実施した。シートリークとは、構成部品であるシートの熱変形、溶損、焼損等に起因してガスが漏洩することである。その結果、第 1 のフッ素ガス含有ガスが消費設備 20 へ 200 L 供給された後であっても、シートリークは見られなかった。

[0050] [実施例 2]

ページ処理工程までは実施例 1 と同様の操作を行った。その後、第 3 仕切弁 11 を閉状態、第 1 仕切弁 8、第 2 仕切弁 10、及び容器弁 3 を開状態として、充填容器 2 内の第 1 のフッ素ガス含有ガスを配管 4 の上流側部分及びバッファタンク 9 に導入した。その際には、第 2 圧力計 6 の測定値が 7 MPa になるまで 10 秒かけて第 1 のフッ素ガス含有ガスを導入し、続けて、第 2 圧力計 6 の測定値が 1.4 MPa になるまで 10 秒かけて第 1 のフッ素ガス含有ガスをさらに導入した。これにより、封入工程と、その後の充填容器 2 からの配管 4 の上流側部分への第 1 のフッ素ガス含有ガスの導入とを、連続的に行った。

[0051] 次に、第 2 仕切弁 10 を閉状態、圧力調整器 7 を開状態として、消費設備

20への供給圧力を充填容器2内のガス圧力の10%（1.4MPa）に調整しつつ、第1のフッ素ガス含有ガスを消費設備20へ供給した。

以上の操作を繰り返し100回実施した後に、圧力1.4MPaのヘリウムガスを用いて（第2圧力計6の測定値が1.4MPaとなるようにして）、第1仕切弁8及び圧力調整器7のシートリーク検査を実施した。その結果、第1仕切弁8及び圧力調整器7のシートリークは認められなかった。

[0052] 〔比較例1〕

バッファタンク9を取り外し、第2仕切弁10を常時閉状態とした点以外は、実施例1と同様の操作を行って、消費設備20への供給圧力を充填容器2内のガス圧力の10%（1.4MPa）に調整しつつ、第1のフッ素ガス含有ガスを消費設備20へ供給した。実施例1と同様にして第1仕切弁8及び圧力調整器7のシートリーク検査を実施したところ、圧力調整器7のシートリークが認められた。

バッファタンク9が無かったため、充填容器2内のガス圧力がほとんど緩衝されることなく圧力調整器7に加えられたことで、圧力調整器7にダメージが発生したものと考えられる。

符号の説明

- [0053]
- 1 . . . 供給設備
 - 2 . . . 充填容器
 - 3 . . . 容器弁
 - 4 . . . 配管
 - 5 . . . 第1圧力計
 - 6 . . . 第2圧力計
 - 7 . . . 圧力調整器
 - 8 . . . 第1仕切弁
 - 9 . . . バッファタンク
 - 10 . . . 第2仕切弁
 - 11 . . . 第3仕切弁

- 1 2 . . . 第 4 仕切弁
- 1 3 . . . 第 5 仕切弁
- 1 4 . . . 第 6 仕切弁
- 1 5 . . . 不活性ガス供給源
- 1 6 . . . 第 2 のフッ素ガス含有ガス供給源
- 1 7 . . . 真空ポンプ
- 1 8 . . . 第 1 分岐管
- 1 8 A、1 8 B、1 8 C . . . 枝管
- 1 9 . . . 第 2 分岐管
- 2 0 . . . 消費設備

請求の範囲

- [請求項1] フッ素ガス含有ガスの供給設備から、前記フッ素ガス含有ガスを消費する消費設備へ、前記フッ素ガス含有ガスを供給する方法であって、
- 、
- 前記供給設備は、第1のフッ素ガス含有ガスが充填されている充填容器と、前記充填容器の容器弁と前記消費設備とを連通する配管と、前記配管に設けられガス圧力を調整しつつ上流側から下流側へガスを通す圧力調整器と、前記配管のうち前記圧力調整器よりも上流側の部分に接続されたバッファタンクと、を備え、
- 前記圧力調整器を閉状態とした上で、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分に、前記第1のフッ素ガス含有ガスのフッ素ガス濃度に対して±10%の範囲内のフッ素ガス濃度を有する第2のフッ素ガス含有ガスを、前記充填容器内のガス圧力よりも低い圧力になるように導入する封入工程を行ない、
- 該封入工程の後に、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分に前記第2のフッ素ガス含有ガスが封入されたままの状態であって、且つ、前記バッファタンクを開状態として、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分へ、前記充填容器から前記第1のフッ素ガス含有ガスを導入し、その後に、前記圧力調整器を開状態として、前記圧力調整器によって圧力を調整しつつ前記第1のフッ素ガス含有ガスを前記消費設備へ供給するフッ素ガス含有ガスの供給方法。
- [請求項2] 前記第2のフッ素ガス含有ガスの圧力が、前記充填容器内のガス圧力の45%以上54%以下である請求項1に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。
- [請求項3] 前記第2のフッ素ガス含有ガスとして、圧力及びフッ素ガス濃度が前記第1のフッ素ガス含有ガスと同一のフッ素ガス含有ガスを用いる請求項1に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。
- [請求項4] 前記供給設備において使用されている仕切弁がダイヤフラム弁であ

る請求項 1 ～ 3 のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[請求項5] 前記封入工程の前に、前記配管のうち前記容器弁と前記圧力調整器の間の部分を不活性ガスで置換するパージ処理工程を行なう請求項 1 ～ 4 のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[請求項6] 前記圧力調整器の構成部品であるシートの材質が三フッ化塩化エチレン樹脂である請求項 1 ～ 5 のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

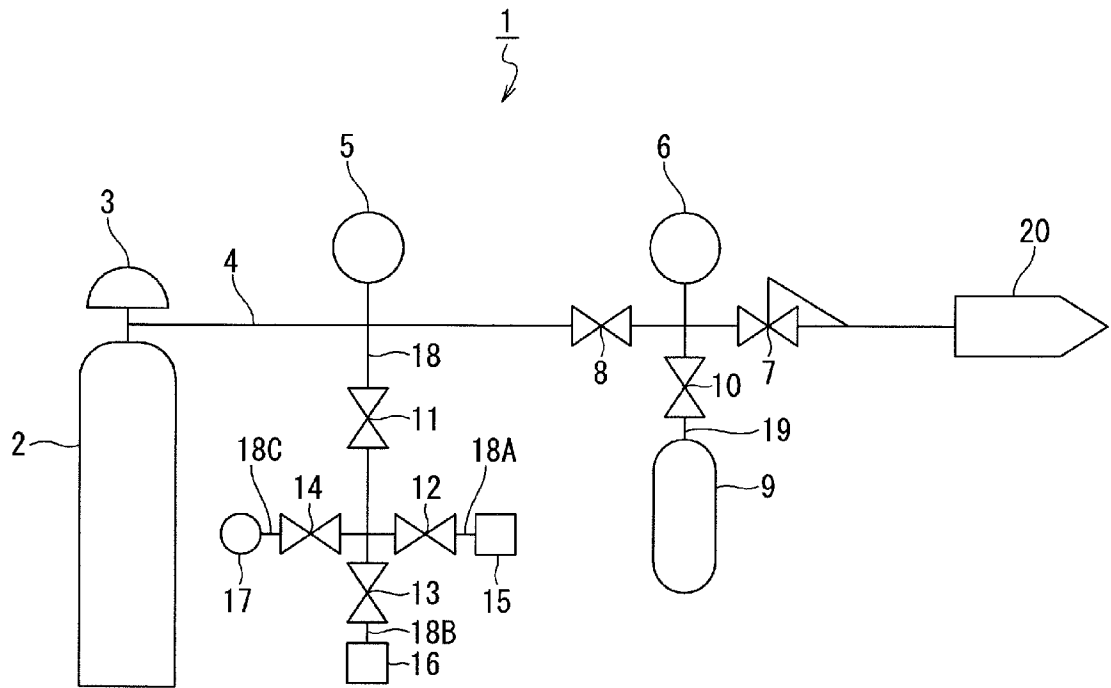
[請求項7] 前記消費設備が半導体製造装置である請求項 1 ～ 6 のいずれか一項に記載のフッ素ガス含有ガスの供給方法。

[請求項8] フッ素ガス含有ガスを消費する消費設備へ前記フッ素ガス含有ガスを供給する供給設備であって、

第 1 のフッ素ガス含有ガスが充填されている充填容器と、前記充填容器の容器弁と前記消費設備とを連通する配管と、前記配管に設けられガス圧力を調整しつつ上流側から下流側へガスを通す圧力調整器と、前記配管のうち前記圧力調整器よりも上流側の部分に接続されたバッファタンクと、を備え、

該バッファタンクの容積が、前記充填容器の容積に対して 0.1% 以上 10% 以下であるフッ素ガス含有ガスの供給設備。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/029860

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int. Cl. F17C7/00(2006.01)i, F16K7/16(2006.01)i, F17C13/00(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) Int. Cl. F17C7/00, F16K7/16, F17C13/00		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2019 Registered utility model specifications of Japan 1996-2019 Published registered utility model applications of Japan 1994-2019		
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.
Y	JP 2015-212558 A (TAIYO NIPPON SANSO CORP.) 26 November 2015, paragraphs [0007]-[0028], fig. 1 (Family: none)	1-8
Y	JP 2011-140680 A (CENTRAL GLASS COMPANY, LIMITED) 21 July 2011, paragraphs [0029]-[0031], fig. 1 & US 2013/000088781 A1, paragraphs [0030]-[0032], fig. 1 & WO 2011/083639 A1 & EP 2522761 A1 & CN 102713009 A & KR 10-2012-0093341 A	1-8
Y	JP 2007-107904 A (TAIYO NIPPON SANSO CORP.) 26 April 2007, paragraphs [0006], [0013], [0026] (Family: none)	1-7
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input type="checkbox"/> 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 02.09.2019	Date of mailing of the international search report 10.09.2019	
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 REPORTInternational application No.
PCT/JP2019/029860

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2006-144950 A (NERIKI KK) 08 June 2006, paragraph [0001] (Family: none)	4-7
A	JP 2007-255666 A (TAIYO NIPPON SANSO CORP.) 04 October 2007, paragraphs [0027]-[0057], fig. 2 (Family: none)	1-8
A	US 2013/0012027 A1 (SOLVAY SA) 10 January 2013, entire text, all drawings & JP 2013-524000 A & WO 2011/117234 A2 & CN 102822088 A & KR 10-2013- 0079363 A	1-8

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. F17C7/00(2006.01)i, F16K7/16(2006.01)i, F17C13/00(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. F17C7/00, F16K7/16, F17C13/00

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 1971-2019年
 日本国実用新案登録公報 1996-2019年
 日本国登録実用新案公報 1994-2019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
Y	JP 2015-212558 A (太陽日酸株式会社) 2015. 11. 26, 段落[0007] - [0028], 第1図 (ファミリーなし)	1-8
Y	JP 2011-140680 A (セントラル硝子株式会社) 2011. 07. 21, 段落[0029] - [0031], 第1図 & US 2013/0008781 A1 段落[0030] - [0032], 第1図 & WO 2011/083639 A1 & EP 2522761 A1 & CN 102713009 A & KR 10-2012-0093341 A	1-8

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	の日の後に公表された文献
「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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 02.09.2019	国際調査報告の発送日 10.09.2019
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) 加藤 信秀 電話番号 03-3581-1101 内線 3361
	3N 3745

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
Y	JP 2007-107904 A (太陽日酸株式会社) 2007. 04. 26, 段落[0006], [0013], [0026] (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 2006-144950 A (株式会社ネリキ) 2006. 06. 08, 段落[0001] (ファミリーなし)	4-7
A	JP 2007-255666 A (太陽日酸株式会社) 2007. 10. 04, 段落[0027] - [0057], 第2図 (ファミリーなし)	1-8
A	US 2013/0012027 A1 (SOLVAY SA) 2013. 01. 10, 全文, 全図 & JP 2013-524000 A & WO 2011/117234 A2 & CN 102822088 A & KR 10-2013-0079363 A	1-8