

發明專利說明書

TP19066 200536624

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：94105719

※申請日期：94.2.25

※IPC 分類：B08B 3/08

一、發明名稱：(中文/英文)

循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置之運轉方法

CIRCULATED TYPE GAS-SOLUBLE WATER SUPPLYING DEVICE AND THE
RUNNING METHOD OF SAID DEVICE

二、申請人：(共 1 人)

姓名或名稱：(中文/英文)(簽章) ID：

栗田工業股份有限公司(栗田工業株式会社)

KURITA WATER INDUSTRIES LTD.

代表人：(中文/英文)(簽章)

藤野宏

FUJINO, HIROSHI

住居所或營業所地址：(中文/英文)

日本國東京都新宿區西新宿三丁目 4 番 7 號

4-7, Nishi-Shinjuku 3-chome, Shinjuku-ku, Tokyo Japan

國籍：(中文/英文)

日本

Japan

三、發明人：(共 3 人)

姓 名：(中文/英文) ID：

1. 床嶋裕人/TOKOSHIMA, HIROTO

2. 井田純一/IDA, JUNICHI

3. 森田博志/MORITA, HIROSHI

國 籍：(中文/英文)

1.~3. 日本

Japan

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本 2004.03.17 特願 2004-075624

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

三、發明人：(共 3 人)

姓 名：(中文/英文) ID：

1. 床嶋裕人/TOKOSHIMA, HIROTO

2. 井田純一/IDA, JUNICHI

3. 森田博志/MORITA, HIROSHI

國 籍：(中文/英文)

1.~3. 日本

Japan

四、聲明事項：

☐ 主張專利法第二十二條第二項 ☐ 第一款或 ☐ 第二款規定之事實，其事實發生日期為： 年 月 日。

☒ 申請前已向下列國家(地區)申請專利：

【格式請依：受理國家(地區)、申請日、申請案號 順序註記】

☒ 有主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

1. 日本 2004.03.17 特願 2004-075624

☐ 無主張專利法第二十七條第一項國際優先權：

☐ 主張專利法第二十九條第一項國內優先權：

【格式請依：申請日、申請案號 順序註記】

☐ 主張專利法第三十條生物材料：

☐ 須寄存生物材料者：

國內生物材料 【格式請依：寄存機構、日期、號碼 順序註記】

國外生物材料 【格式請依：寄存國家、機構、日期、號碼 順序註記】

☐ 不須寄存生物材料者：

所屬技術領域中具有通常知識者易於獲得時，不須寄存。

九、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置之運轉方法。更詳細言之，本發明係關於一種循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置之運轉方法，在將電子材料等之濕洗淨工程中使用之特定氣體溶解，而提高洗淨效果的氣體溶解水供給裝置中，使洗淨機未使用之氣體溶解水返回到水槽，將溶存於氣體溶解水之特定氣體的濃度，維持在一定值以上，且可將貯存氣體溶解水的水槽之上部空間的特定氣體之濃度保持很低。

【先前技術】

將微粒子、有機物、金屬等從半導體用矽基板、液晶用玻璃基板、光罩用石英基板等之電子材料之表面上除去，在確保製品之品質、生產良率上極為重要。濕洗淨工程之洗劑中可使用的高純度純水或超純水中，已知溶解有氫、臭氧等特定氣體的洗淨水，有發揮與溶解有數%等級之藥品的洗淨液匹敵之洗淨效果之情形。除了具有強氧化力，對除去有機物或一部分金屬污染有效的含臭氧水之外，將溶解有高濃度氫氣之含氫水，做為微粒子除去用之洗淨水已受到注目。本發明人等提案有將由溶存氫氣濃度為 0.7mg/L 以上、飽和濃度以下，pH 值為 6~12 之超純水所形成之電子材料洗淨水，當作可將被微粒子所污染的半導體用矽基板、液晶用玻璃基板等之電子材料，以使用的藥劑量少，且效率好之高污染物除去率洗淨之電子材料洗淨水。(日本專利文獻 1)

先前技術之氣體溶解水供給裝置，爲了維持溶存氣體濃度，一般爲一遍式的供給，即使在使用點不使用氣體溶解水，亦將一定量的氣體溶解水進行通水而放出，但是爲了節省氣體溶解水之消耗量，利用將氣體溶解水循環供給，而嘗試將浪費的放出消除。

例如，提案有：一種裝置，其係含氫超純水供給裝置，用於使洗淨用之含有氫的超純水，不產生剩餘而廢棄，即使使用水量變動之時，亦可將含有穩定之溶存氫氣濃度的氫超純水供給到使用點，且具有將超純水之溶存氣體除去之脫氣部、將氫氣溶解於脫氣後之超純水中之溶解部、用於保持使用點之未使用的剩餘含氫超純水與被補給之含氫超純水的混合水之密閉式水槽，而可對應於水位之變動而將氫氣補給到密閉式之水槽的氣相部中，將含氫超純水藉由送水泵經由過濾器而送到使用點，將未使用之含氫超純水循環而返回水槽(日本專利文獻 2)。但是，該裝置係於水槽之上部空間充滿氫氣之故，在確保安全方面不夠充分。

並且提案有一種氣體溶解水供給裝置，其係將使用於電子材料等之濕洗淨的氣體溶解水供給到使用點，將使用點未使用之剩餘的氣體溶解水送回貯存槽，氣體溶解水之氣體濃度不會產生變動，而可循環使用氣體溶解水者，在用於返送使用點未使用的剩餘之氣體溶解水的貯存槽中，設置有遮蔽材，接觸於氣體溶解水之液面而上下移動且切斷氣體溶解水與氣相(日本專利文獻 3)。雖然該裝置有用且安全，但是需要使用特殊的構件之故，實用上有其難點。

[專利文獻 1] 日本特開平 11-29794 號公報(第 2 頁)

〔專利文獻 2〕日本特開平 11-77021 號公報(第 2 頁、第 3 圖)

〔專利文獻 3〕日本特開 2000-271549 號公報(第 2 頁、第 1 圖、第 2 圖)

〔發明欲解決的課題〕

本發明之目的在提供一種循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置之運轉方法，在將電子材料等之濕洗淨工程中使用的特定之氣體溶解，而提高洗淨效果的氣體溶解水供給裝置中，使洗淨機未使用之氣體溶解水返回到水槽中，將溶存於氣體溶解水之特定氣體的濃度，維持在一定值以上，且將貯存氣體溶解水的水槽之上部空間之特定氣體的濃度保持很低。

【發明內容】

〔解決課題之手段〕

本發明人等，在反覆地進行解決上述課題之銳意研究後之結果，設置水槽以用於保持使用點未使用的氣體溶解水，與補給已使用之氣體溶解水而供給的氣體溶解水之混合水，藉由將水槽之水位保持在一定以補給需要量的氣體溶解水，且藉由將補給的氣體溶解水做成一定量以上，可使溶存之特定氣體的濃度維持在一定值以上，進而，發現即使溶存於水中之特定氣體揮發成氣相時，亦可藉由將氮氣、稀有氣體等之惰性氣體以一定流量以上進行通氣，而可將氣相中之特定氣體濃度抑制在一定值以下，基於此見解而終於完成本發明。

即，本發明係提供：

(1) 一種循環式氣體溶解水供給裝置，其係氣體溶解水供給裝置，具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存特定之氣體溶解水的水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與到洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間中之氣體配管 F 者，且其特徵為連接配管 C 之下端及循環配管 E 之下端係沒入於水槽 B 內之水面下。

● (2) 如(1)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中係通過氣體配管 F 而供給惰性氣體。

(3) 如(2)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中惰性氣體係氮氣。

(4) 如(1)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中特定之氣體係氫氣。

(5) 如(4)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中具有監視水槽 B 之上部空間的氧氣檢測器或氧氣濃度計。

● (6) 一種循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，該循環式氣體溶解水供給裝置係具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存特定之氣體溶解水之水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F，且在分歧點中將特定的氣體溶解水供給到洗淨機，並使剩餘的特定之氣體溶解水循環而返回水槽 B，連接配管 C 之下端及循環配管 E 之下端係沒入於水

槽 B 內之水面下者，且其特徵為相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份，將從溶解裝置 A 對水槽 B 補給的氣體溶解水之量，做成 5 體積份以上。

(7) 如(6)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中特定之氣體係氫氣，從溶解裝置 A 對水槽 B 補給之氣體溶解水的溶存氫氣濃度係做成 0.6mg/L 以上。

(8) 如(7)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中藉由將通過氣體配管 F 供給的氣體之流量，相對於水槽 B 之氣液接觸面積而做成 $0.15 \sim 50 \text{ L}(\text{標準狀態})/\text{min} \cdot \text{m}^2$ ，而使水槽 B 之上部空間中之氫氣濃度保持在 4.0 體積 % 以下。

(9) 如(7)或(8)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中從水槽 B 供給的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，係做成 0.6mg/L 以上。

(10) 如(6)所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中係將水槽 B 液面之高度的變動，保持於標準水位之 60% 以下。

〔發明之效果〕

藉由使用本發明之循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置之運轉方法，可將特定之氣體溶解水之溶存氣體濃度維持在一定值以上，且可將水槽之上部空間之特定的氣體濃度抑制在一定值以下，且循環供給特定之氣體溶解水。

【實施方式】

本發明之循環式氣體溶解水供給裝置，係氣體溶解水供給裝置，具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存

特定之氣體溶解水之水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F，且連接配管 C 之下端及循環配管 E 之下端，係沒入於水槽 B 內之水面下。

可適用本發明裝置或本發明方法的特定氣體，可舉出例如氫氣、臭氧氣體、氧氣、氫氣、二氧化碳氣體、氮氣。本發明在該等中，特別可適用於氫氣溶解水。

第 1 圖係本發明裝置之一個態樣之工程系統圖。本態樣之裝置係具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存特定之氣體溶解水之水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F。超純水經由閥 1 而被送到溶解裝置 A，將特定氣體溶解而形成氣體溶解水。在水槽 B 設置有液面計 2，藉由從液面計送出之信號而控制閥 3 之開度，將水槽 B 內的水位保持在一定。貯存於水槽 B 內之氣體溶解水，係由泵 D 送出，藉由熱交換器 4 加溫或冷卻成一定之溫度，藉由設置於泵之二次側的純化機構 5 而將微粒子等除去，並由氣體濃度計 6 測定氣體溶解水之特定氣體濃度。氣體溶解水在循環配管 E 之分歧點 7、8 分流，經由閥 9、10 送到洗淨機，而使用於電子材料等之洗淨。洗淨中未使用的剩餘之氣體溶解水，係經由循環配管 E 而返回水槽 B。在循環配管 E 設

置有用於將使用點之水壓保持在一定的閥 11。

在水槽 B，設置有將氣體供給到水槽 B 之上部空間的氣體配管 F，藉由從氣體配管 F 供給的氣體，將水槽 B 之上部空間之特定氣體予以稀釋，而將上部空間之特定氣體濃度保持於一定值以下。在水槽 B 之上部空間，設置有監視上部空間之特定氣體濃度之特定氣體監視器 12、監視上部空間之氧氣濃度的氧氣監視器 13、將上部空間保持於正壓用之壓力調整器 14。

在本發明之循環式氣體溶解水供給裝置中，連接配管 C 之下端 15 及循環配管 E 之下端 16，係沒入於水槽 B 內之水面下。藉由連接配管 C 的下端 15 及循環配管 E 的下端 16，係沒入於水槽 B 內的水面下之方式，從連接配管 C 補給到水槽 B 之特定氣體溶解水，和從循環配管 E 返回水槽 B 之特定氣體溶解水，不會與上部空間之氣相接觸，而可防止特定氣體從氣體溶解水揮發，而降低氣體溶解水之特定氣體濃度，並防止上部空間之特定氣體濃度上昇。

在本發明裝置中，通過氣體配管 F 供給惰性氣體較佳。溶解於水中的特定氣體，若為氫氣、臭氧氣體等具有危險性的氣體之時，藉由通過氣體配管 F 將惰性氣體供給到水槽 B 之上部空間，可降低上部空間之特定氣體濃度，而提高裝置之安全性。供給的惰性氣體並無特別限制，例如，可舉出為氮氣、稀有氣體等。在該等之中，以使用氮氣較佳。

本發明裝置可較適於當作以氫氣做為特定氣體之循環式氫氣溶解水供給裝置而使用。氫氣溶解水係使用於電子材

料等之洗淨，發揮將附著的微粒子除去之優異效果。但是，將氫氣溶解水貯存於水槽 B 時，水槽 B 之上部空間變成氫氣濃度高的狀態。在常溫常壓下，氫氣與空氣之混合氣體的爆炸下界限為氫氣 4.1 體積%，因此水槽 B 之上部空間變成氫氣濃度較高之狀態時，會變成極度危險。本發明裝置做為循環式氫氣溶解水供給裝置而使用，亦可將水槽 B 之上部空間之氫氣濃度保持較低，因而可保持安全地將氫氣溶解水供給到洗淨機。

● 本發明裝置中，在特定之氣體為氫氣之時，設置監視水槽 B 之上部空間的氧氣檢測器或氧氣濃度計較佳。由於意外之事故等，而使水槽 B 之上部空間之氫氣濃度超過 4 體積%，因而即使該處有著火源之時，若沒有氧氣存在的話亦不會產生爆炸。本發明裝置中，水槽 B 內藉由壓力調整器 14 而經常地被保持於正壓之故，因此不會有氧氣從外氣向水槽 B 之混入，故通常水槽 B 之上部空間之氧氣濃度為 0 體積%。但是，即使將惰性氣體供給到水槽 B 之上部空間，萬一空氣侵入之時，仍會招致危險的狀態，因此藉由設置氧氣檢測器或氧氣濃度計，而監視水槽 B 之上部空間，更可提高安全性。

● 本發明之循環式氣體溶解水供給裝置，可做成與第 1 圖所示之態樣相異的態樣。例如，將閥 1 及閥 3 之中的任何一個省略，將信號從液面計 2 送到剩下的閥而控制開度，可使水槽 B 內之水位保持於一定。並且，氣體濃度計 6 係用於測定循環配管 E 及水槽 B 之內部的氣體溶解水之溶存氣體濃度者，在循環配管 E 之任何位置均可，可用氣體濃

度計直接測定水槽 B 內之氣體溶解水的溶存氣體濃度。再者，監視上部空間的特定氣體濃度之特定氣體監視器 12，及監視上部空間之氧氣濃度的氧氣監視器 13 之排氣，亦可排出到系統外。

在本發明之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法之中，循環式氣體溶解水供給裝置係具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存特定之氣體溶解水之水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F，且在分歧點中將特定的氣體溶解水供給到洗淨機，使剩餘的特定之氣體溶解水循環而返回水槽 B，連接配管 C 之下端及循環配管 E 之下端係沒入於水槽 B 內之水面下，且相對於循環水 100 體積份，將從溶解裝置 A 對水槽 B 補給的氣體溶解水之量，做成爲 5 體積份以上。

本發明裝置中，在循環配管循環的氣體溶解水係在分歧點分流，在洗淨機中使用於洗淨後，返回水槽 B 之氣體溶解水的量減少，水槽 B 內之氣體溶解水的量開始減少。此時，由液面計 2 檢測到液面的降低，將信號送到閥 3 而將閥的開度變大，使氣體溶解水從溶解裝置 A 補給到水槽 B，而使液面之高度成爲一定。在本發明方法中，水槽 B 液面之高度的變動爲標準水位之 60% 以下較佳，在 40% 以下更佳，20% 以下進而更佳。水槽之液面高度的變動超過標準水位的 60% 之時，會使連接配管 C 之下端、循環配管 E 之下

端難以沒入於水面下，並且水槽 B 之上部空間之氣相的組成變動，因而本發明裝置恐有難以穩定地運轉之虞。通常，藉由液面計 2 而設定上限水位、下限水位，並控制來自於連接配管 C 之補給水量，以使液面高度形成在該範圍內。

在本發明方法中，相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份，在洗淨機中使用 5 體積份以上的氣體溶解時，藉由將與使用於洗淨之量相等的氣體溶解水從溶解裝置 A 補給到水槽 B 的方式，可使氣體溶解水之溶存氣體濃度保持於預定之值。但是，相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份，在洗淨機中使用的氣體溶解水之量，為未滿 5 體積份之時，相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份，將從溶解裝置 A 補給到水槽 B 的氣體溶解水之量，做成為 5 體積份以上。此時，將來自水槽 B 或循環配管 E 之氣體溶解水的一部分放出，而使水槽 B 之液面高度形成一定較佳。因此，在水槽 B 或循環配管 E 之任意位置上預先設置放出配管即可。從溶解裝置 A 補給到水槽 B 的氣體溶解水之量，相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份而為未滿 5 體積份之時，氣體溶解水之溶存氣體濃度會有降低之虞。

在本發明方法中，特定之氣體為氫氣之時，從溶解裝置 A 補給到水槽 B 的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，係做成 0.6mg/L 以上較佳，做成 1.0mg/L 以上更佳。使用氫氣溶解水將附著於電子材料等之微粒子洗淨之時，溶存氫氣濃度為 0.6mg/L 以上時，可發現良好的洗淨效果。並且，藉由將從溶解裝置 A 補給到水槽 B 的氫氣溶解水之溶存氫氣濃

度做成 1.0mg/L 以上，可以將從水槽 B 藉由泵 D 向循環配管 E 送出，且在洗淨機中使用的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，容易地保持在 0.6mg/L 以上。

在本發明方法中，特定之氣體為氫氣之時，係藉由將通過氣體配管 F 供給的氣體之流量，相對於水槽 B 之氣液接觸面積而做成 $0.15\sim 50\text{L(標準狀態)}/\text{min}\cdot\text{m}^2$ ，而將水槽 B 之上部空間之氫氣濃度保持在 4.0 體積 % 以下較佳。通過氣體配管 F 供給的氣體之流量，相對於水槽 B 之氣液接觸面積為未滿 $0.15\text{L(標準狀態)}/\text{min}\cdot\text{m}^2$ 時，會有水槽 B 之上部空間之氫氣濃度超過 4.0 體積 % 之虞。在常溫常壓下，氫氣與空氣之混合氣體的爆炸下界限為氫氣 4.1 體積 %，因此藉由將水槽 B 之上部空間的氫氣濃度做成 4.0 體積 % 以下，不僅可防止水槽 B 內部之爆炸事故，即使水槽 B 之上部空間的氣體洩露到大氣中之時，亦可消除爆炸事故之可能性。若通過氣體配管 F 供給的氣體之流量，相對於水槽 B 之氣液接觸面積為超過 $50\text{L(標準狀態)}/\text{min}\cdot\text{m}^2$ 之時，氫氣從氫氣溶解水向水槽 B 之上部空間的氣相之揮發量變多，因而有氫氣溶解水之溶存氫氣濃度降低之虞。通過氣體配管 F 供給到水槽 B 之上部空間的氣體，可經由壓力調整器 14 而排出。

〔實施例〕

以下，雖然將舉實施例而更詳細地說明本發明，但是本發明並不由該等實施例而做任何的限定。

在實施例及比較例中，使用第 2 圖所示的氣體溶解水供給裝置，而進行氫氣溶解水之循環試驗。該裝置係具備有：

具備聚丙烯製之氣體透過膜之氫氣溶解裝置 a、氣液接觸面積 0.25 m^2 而容積為 200L 之水槽 b、連接溶解裝置 a 及水槽 b 的連接配管 c、將水槽 b 之水位變動調整成 6.4cm 以下之閥 3、將氫氣溶解水從水槽 b 送出到循環配管 e 的泵 d、將氫氣溶解水的溫度保持於 25°C 用之熱交換器 4、過濾器 5、溶存氫氣濃度計 6、放出水排出閥 9、將循環配管 e 內的壓力保持於 0.2MPa 之閥 11、將氮氣供給到水槽 b 之上部空間之氣體配管 f、在供給氣體之出口側將水槽 b 之上部空間保持於正壓用之壓力調整器 14、測定水槽 b 之上部空間的氫氣濃度之感測器 12。連接配管 c 之下端 15 及循環配管 e 之下端 16，係位於從水槽之底部離開 10cm 上方的位置。

實施例 1

在溶解裝置 a 調製溶存氫氣濃度 1.0 mg/L 之氫氣溶解水，將氫氣溶解水 160L 倒入水槽 b 內，將氫氣溶解水充滿循環配管 e。

將溶存氫氣濃度 1.0 mg/L 之氫氣溶解水 1.0 L/min ，從溶解裝置 a 供給到水槽 b，將氫氣溶解水 20 L/min 藉由泵 d 從水槽 b 向循環配管 e 送出，並從放出水排出閥 9 將放出水 1.0 L/min 排出，使氫氣溶解水循環。並且，從氣體配管 f 將氮氣 0.5 L(標準狀態)/min 供給到水槽 b 之上部空間。

使用溶存氫氣濃度計 6 測定的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，在運轉開始時為 1.0 mg/L 、1 小時後為 0.88 mg/L 、2 小時後為 0.75 mg/L 、3 小時後為 0.68 mg/L 、4 小時後為 0.66 mg/L 、5 小時後為 0.65 mg/L 、6 小時後為 0.65 mg/L 。水槽 b 之上部空間的氫氣濃度，做成從運轉開始時到 18 小時後

一直為 0.0 體積 %。

比較例 1

除了將溶存氫氣濃度 1.0mg/L 之氫氣溶解水 0.5L/min 從溶解裝置 a 供給到水槽 b，並從放出水排出閥 9 將放出水 0.5L/min 排出之外，與實施例 1 相同地，將氫氣溶解水 20L/min 藉由泵 d 從水槽 b 向循環配管 e 送出，使氫氣溶解水循環。

使用溶存氫氣濃度計 6 測定的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，在運轉開始時為 1.0mg/L、1 小時後為 0.85mg/L、2 小時後為 0.73 mg/L、3 小時後為 0.65 mg/L、4 小時後為 0.57mg/L、5 小時後為 0.53 mg/L、6 小時後為 0.49 mg/L。

比較例 2

除了不進行從溶解裝置 a 到水槽 b 之氫氣溶解水的供給，及從放出水排出閥 9 將放出水排出之外，與實施例 1 相同地，將氫氣溶解水 20L/min 藉由泵 d 從水槽 b 向循環配管 e 送出，而使氫氣溶解水循環。

使用溶存氫氣濃度計 6 測定的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，在運轉開始時為 1.0mg/L、1 小時後為 0.83mg/L、2 小時後為 0.69 mg/L、3 小時後為 0.49 mg/L、4 小時後為 0.35mg/L、5 小時後為 0.25 mg/L、6 小時後為 0.21 mg/L。

實施例 2

除了將從氣體配管 f 供給到水槽 b 之上部空間的氮氣之量做成 0.0375L(標準狀態)/min 以外，與實施例 1 相同地，將溶存氫氣濃度 1.0mg/L 之氫氣溶解水 1.0L/min 從溶解裝置 a 供給到水槽 b，將氫氣溶解水 20 L/min 藉由泵 d 從水

槽 b 向循環配管 e 送出，並從放出水排出閥 9 將放出水 1.0L/min 排出，而使氫氣溶解水循環。

使用溶存氫氣濃度感測器 6 測定的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，在運轉開始時為 1.0mg/L、1 小時後為 0.88mg/L、2 小時後為 0.75 mg/L、3 小時後為 0.68 mg/L、4 小時後為 0.66 mg/L、5 小時後為 0.65 mg/L、6 小時後為 0.65 mg/L。以氫氣濃度感測器 12 測定的水槽 b 之上部空間的氫氣濃度，在運轉開始時為 0.53 體積%、2 小時後為 1.48 體積%、4 小時後為 2.52 體積%、6 小時後為 3.13 體積%、8 小時後為 3.39 體積%、10 小時後為 3.56 體積%、12 小時後為 3.59 體積%、14 小時後、16 小時後、18 小時後均為 3.64 體積%。

比較例 3

除了未從氣體配管 f 將氮氣供給到水槽 b 之上部空間以外，與實施例 1 相同地，將溶存氫氣濃度 1.0 mg/L 之氫氣溶解水 1.0L/min 從溶解裝置 a 供給到水槽 b，將氫氣溶解水 20L/min 藉由泵 d 從水槽 b 向循環配管 e 送出，並從放出水排出閥 9 將放出水 1.0L/min 排出，使氫氣溶解水循環。

以氫氣濃度感測器 12 測定的水槽 b 之上部空間的氫氣濃度，在運轉開始時為 0.53 體積%、2 小時後為 1.77 體積%、4 小時後為 2.79 體積%、6 小時後為 3.49 體積%、8 小時後為 3.73 體積%、10 小時後為 3.88 體積%、12 小時後為 3.98 體積%、14 小時後為 4.02 體積%、16 小時後為 4.07 體積%、18 小時後為 4.10 體積%。

將實施例 1~2 及比較例 1~3 之運轉條件顯示於第 1 表中，將氫氣溶解水之溶存氫氣濃度的隨時間變化顯示於第 3 圖

中，將水槽 b 之上部空間的氫氣濃度的隨時間變化顯示於第 4 圖中。

【 第 1 表 】

	氫氣溶解水補 給量(L/min)	相對於送出水 100 體積 份之補給水(體積份)	氮氣流量 (L/min · m ³)
實施例 1	1.0	5	2.0
比較例 1	0.5	2.5	2.0
比較例 2	0	0	2.0
實施例 2	1.0	5	0.15
比較例 3	1.0	5	0

如第 3 圖中可看出，相對於從水槽 b 藉由泵 d 送出到循環配管 e 之氫氣溶解水 100 體積份，在從溶解裝置 a 補給氫氣溶解水 5 體積份之實施例 1 中，從水槽 b 送出的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，爲了做爲微粒子除去之用的洗淨水，而必需保持 0.6mg/L 以上。相對於此，相對於從水槽 b 藉由泵 d 送出到循環配管 e 之氫氣溶解水 100 體積份，在從溶解裝置 a 補給氫氣溶解水 2.5 體積份之比較例 1 中，從水槽 b 送出的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，係降低到 0.6mg/L 以下。在沒有從溶解裝置 a 對水槽 b 補給氫氣溶解水的比較例 2 中，從水槽 b 送出的氫氣溶解水之溶存氫氣濃度會急速地降低。

由此結果可了解，將從氫氣溶解裝置 a 補給到水槽 b 之氫氣溶解水之溶存氫氣濃度做成 1.0mg/L，將氫氣溶解水之補給量，相對於從水槽 b 藉由泵 d 送出到循環配管 e 之水量 100 體積份，而做成 5 體積份以上時，可使送出到循環

配管 e 之氫氣溶解水之溶存氫氣濃度，保持在做為洗淨水發揮充分的性能之 0.6mg/L 以上。

如第 4 圖可看出，相對於水槽 b 之上部空間的水槽 b 之氣液接觸面積，在通過氣體配管 f 供給 $2.0\text{L(標準狀態)}/\text{min} \cdot \text{m}^2$ 之氮氣之實施例 1 之中，水槽 b 之上部空間的氫氣濃度為 0 體積%，而在通過氣體配管 f 供給 $0.15\text{L(標準狀態)}/\text{min} \cdot \text{m}^2$ 之氮氣的實施例 2 之中，水槽 b 之上部空間的氮氣濃度為 3.64 體積%而穩定。相對於此，在未供給氮氣到水槽 b 之上部空間之比較例 3 之中，在 18 小時後水槽 b 之上部空間的氫氣濃度，達到氫氣與空氣的混合氣體之爆炸下界限的 4.1 體積%，並有稍微上昇之傾向。

從此結果可了解，藉由相對於水槽 b 之氣液接觸面積，而通過氣體配管 f 將 $0.15\text{L(標準狀態)}/\text{min} \cdot \text{m}^2$ 以上之氮氣供給到水槽 b 之上部空間，可使水槽 b 之上部空間的氫氣濃度保持於 4.0 體積%以下。

〔產業上利用之可行性〕

依照本發明之循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置的運轉方法，使用溶解有電子材料等之濕洗淨工程中使用的特定之氣體之氣體溶解洗淨水，可使在洗淨機未使用之氣體溶解洗淨水返回到水槽，而且將溶存在氣體溶解洗淨水之特定氣體濃度，維持在一定值以上，並且，可將貯存氣體溶解洗淨水的水槽之上部空間之特定氣體的濃度保持較低。本發明裝置及方法係適用於氫氣溶解水，使溶存氫氣濃度維持較高而發揮充分的洗淨效果，且將貯存氫氣溶解水的水槽之上部空間之氫氣濃度保持較低，因此可安全地利用氫氣溶解水而進行電子材料等之洗淨。

【圖式簡單說明】

第 1 圖係本發明裝置之一個形態之工程系統圖。

第 2 圖係在實施例中使用的裝置之說明圖。

第 3 圖係顯示氫氣溶解水之溶存氫氣濃度之隨時間變化的曲線圖。

第 4 圖係顯示水槽之上部空間的氫氣濃度之隨時間變化的曲線圖。

【主要元件符號說明】

A、a…溶解裝置

B、b…水槽

C、c…連接配管

D、d…泵

E、e…循環配管

F、f…氣體配管

1、3、9、10、11…閥

2…液面計

4…熱交換器

5…純化機構

6…氣體濃度計

7、8…分歧點

12…特定氣體監視器

13…氧氣監視器

14…壓力調整器

15…連接配管之下端

16…循環配管之下端

五、中文發明摘要：

本發明係提供一種循環式氣體溶解水供給裝置及該裝置之運轉方法，該循環式氣體溶解水供給裝置係使洗淨機未使用之氣體溶解水返回到水槽，並將溶存於氣體溶解水之特定氣體的濃度，維持在一定值以上，並且，可將貯存氣體溶解水的水槽之上部空間之特定氣體的濃度保持較低。

且，本發明係一種循環式氣體溶解水供給裝置，及該裝置之運轉方法，該循環式氣體溶解水供給裝置係具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存氣體溶解水之水槽 B、連繫溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F 之裝置，且連接配管 C 及循環配管 E 之下端沒入於水槽 B 內之水面下，及該運轉方法係在該裝置中，相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份，將從溶解裝置 A 對水槽 B 補給的氣體溶解水之量，做成 5 體積份以上。

六、英文發明摘要：

This invention provides a circulated type gas-soluble water supplying device and the running method of said device, wherein the unused gas-soluble water in the washer is returned to the water tank, and the concentration of a specified gas solved in the gas-soluble water can be maintained above a finite value, and the concentration of the specified gas in the upper space of the water tank for storing the gas-soluble water can be keep at low level.

The circulated type gas-soluble water supplying device comprises a solving device A for manufacturing specified gas-soluble water, a water tank B for storing gas-soluble water, a connecting piping C for connecting the solving device A and the water tank B, a pump D for delivering out the stored water of the water tank B, a circulated piping E running from the water tank B through the divided point toward the pump D and the washer and back to the water tank B, and a gas piping F for supplying gas to the upper space of the water tank B, wherein the lower ends of the connecting piping C and the circulated piping E are submerged beneath the water level within the water tank B. Whereas, the running method of the device is the step in which the quantity of the gas-soluble water supplemented from the solving device A to the water tank B is set above 5 vol.% relative to 100 vol.% of the gas-soluble water delivered out by the pump D.

十、申請專利範圍：

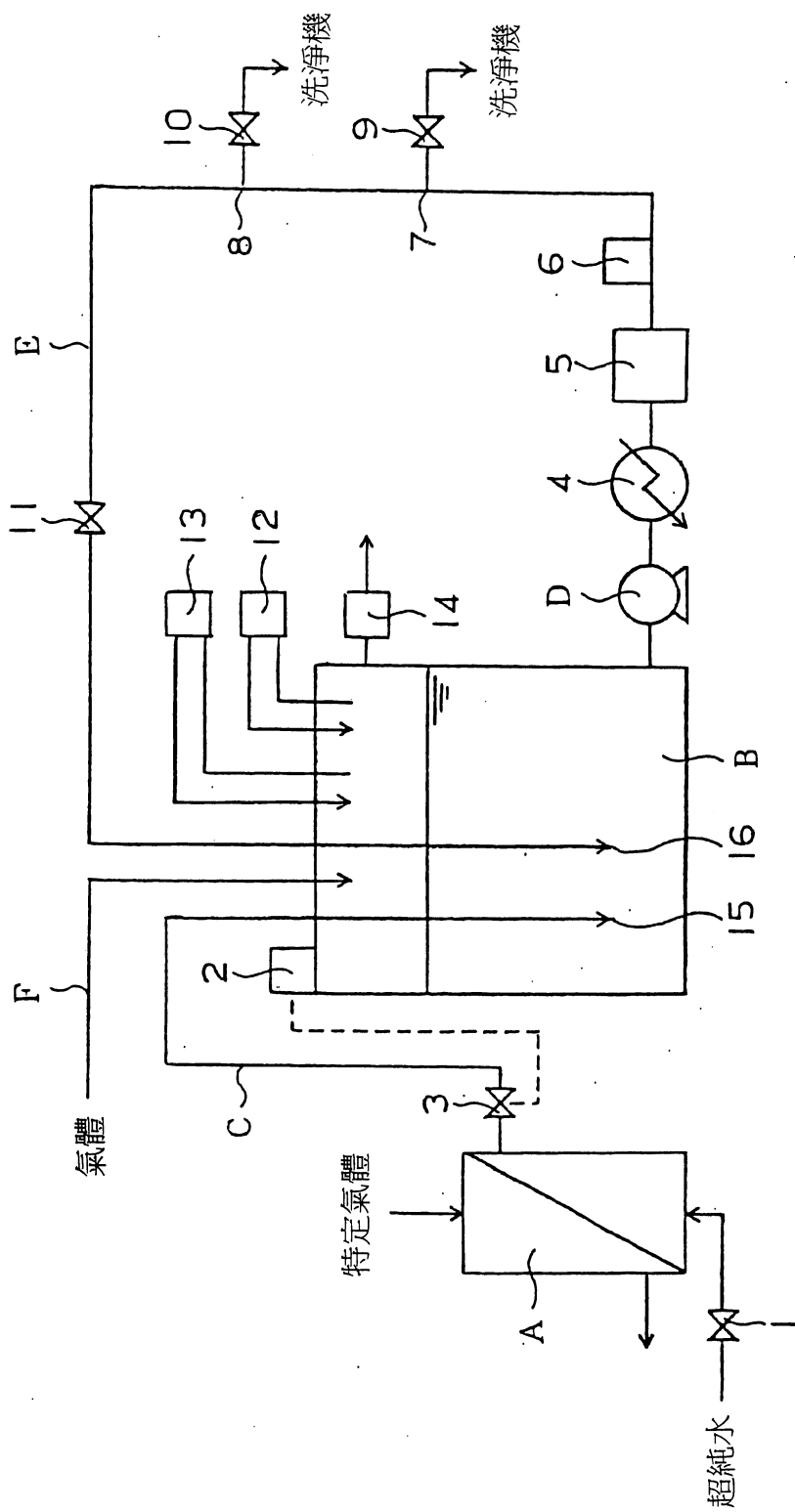
- 1.一種循環式氣體溶解水供給裝置，其係氣體溶解水供給裝置，具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存特定之氣體溶解水之水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F，其特徵為連接配管 C 之下端及循環配管 E 之下端係沒入於水槽 B 內之水面下。
- 2.如申請專利範圍第 1 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中係通過氣體配管 F 而供給惰性氣體。
- 3.如申請專利範圍第 2 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中惰性氣體係氮氣。
- 4.如申請專利範圍第 1 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中特定之氣體係氫氣。
- 5.如申請專利範圍第 4 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置，其中具有監視水槽 B 之上部空間的氧氣檢測器或氧氣濃度計。
- 6.一種循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，該循環式氣體溶解水供給裝置係具有製造特定之氣體溶解水的溶解裝置 A、貯存特定之氣體溶解水之水槽 B、連接溶解裝置 A 與水槽 B 之連接配管 C、將水槽 B 之貯存水送出到洗淨機之泵 D、從水槽 B 經過泵 D 與通向洗淨機之分歧點而返回水槽 B 之循環配管 E、將氣體供給到水槽 B 之上部空間之氣體配管 F，在分歧點中將特定

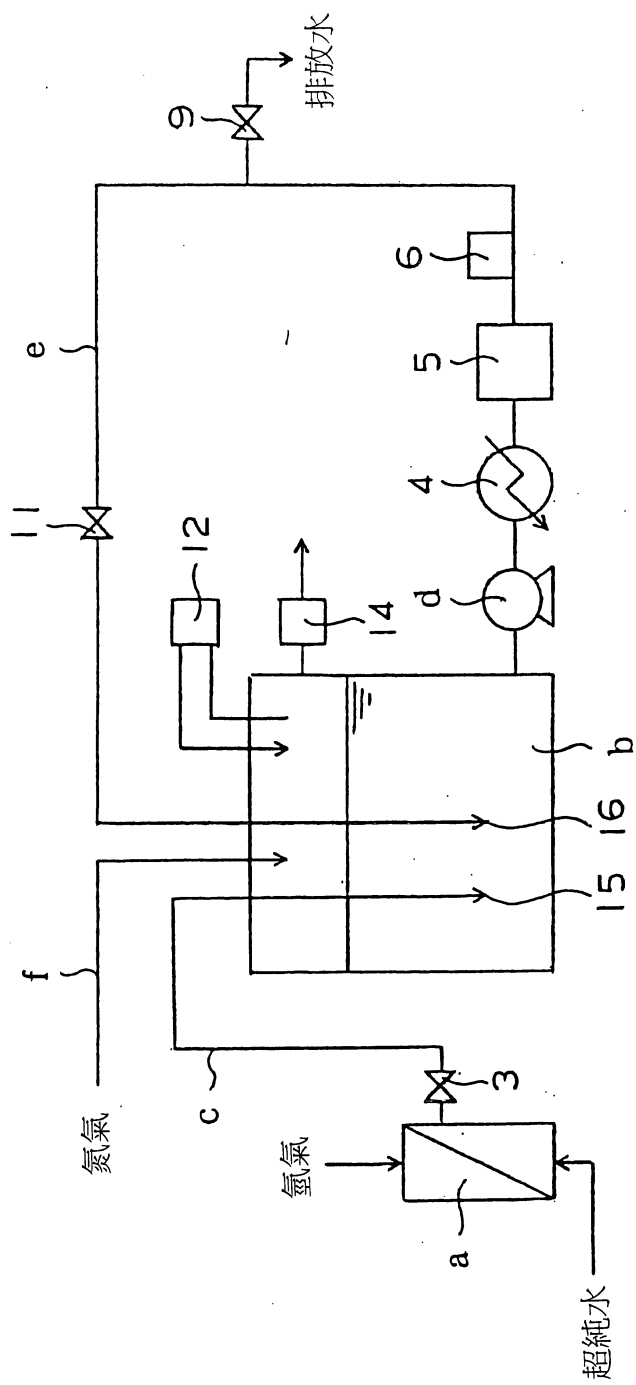
之氣體溶解水供給到洗淨機，並使剩餘的特定之氣體溶解水循環而返回到水槽 B，連接配管 C 之下端及循環配管 E 之下端係沒入於水槽 B 內之水面下者，且其特徵為相對於藉由泵 D 送出之氣體溶解水 100 體積份，將從溶解裝置 A 對水槽 B 補給的氣體溶解水之量，做成 5 體積份以上。

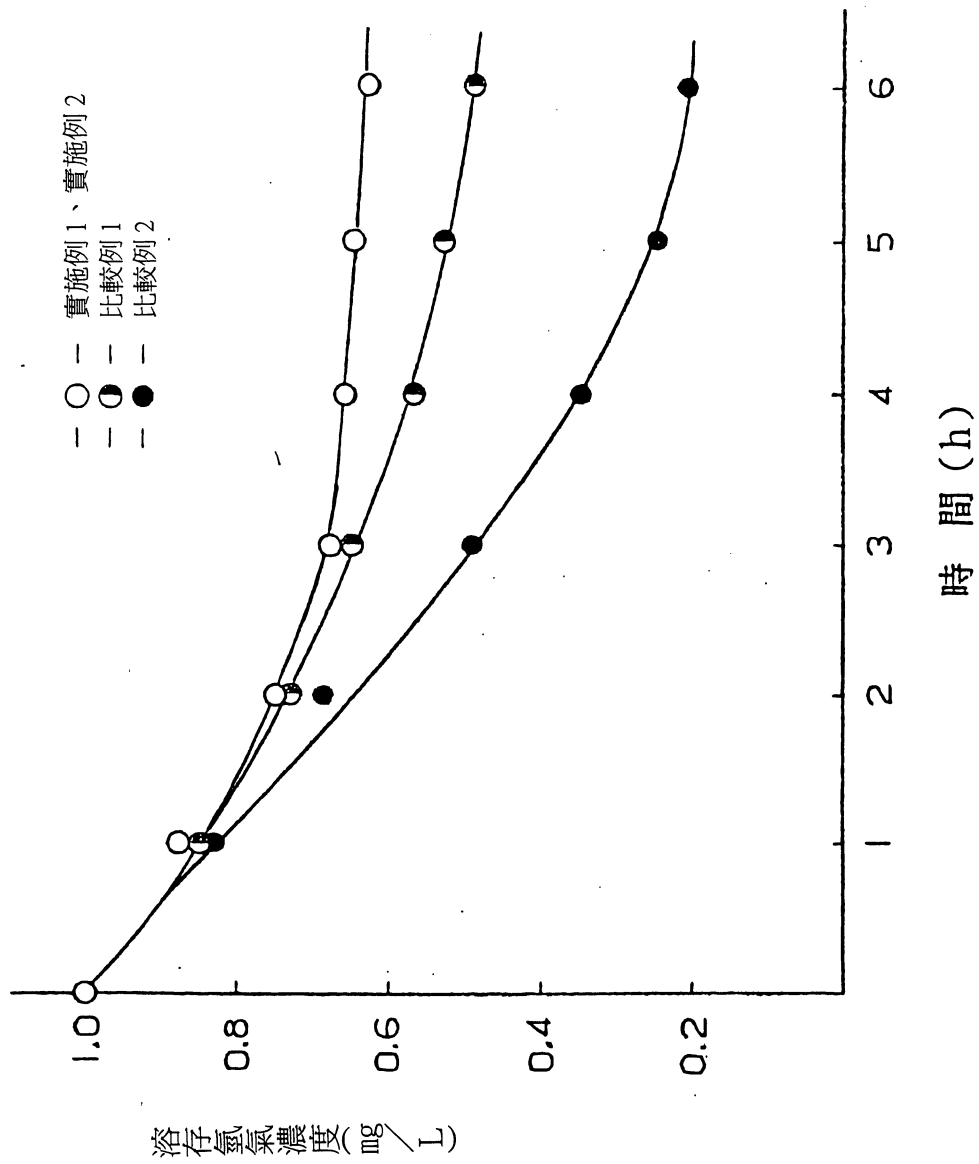
- 7.如申請專利範圍第 6 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中特定之氣體係氫氣，從溶解裝置 A 對水槽 B 補給之氣體溶解水的溶存氫氣濃度係做成 0.6mg/L 以上。
- 8.如申請專利範圍第 7 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中藉由將通過氣體配管 F 而供給的氣體之流量，相對於水槽 B 之氣液接觸面積而做成 0.15~50L(標準狀態)/min·m²，而使水槽 B 之上部空間中之氫氣濃度保持在 4.0 體積%以下。
- 9.如申請專利範圍第 7 或 8 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中從水槽 B 供給的氫氣溶解水的溶存氫氣濃度，係做成 0.6mg/L 以上。
- 10.如申請專利範圍第 6 項所記載之循環式氣體溶解水供給裝置之運轉方法，其中係將水槽 B 液面之高度的變動，保持於標準水位之 60%以下。

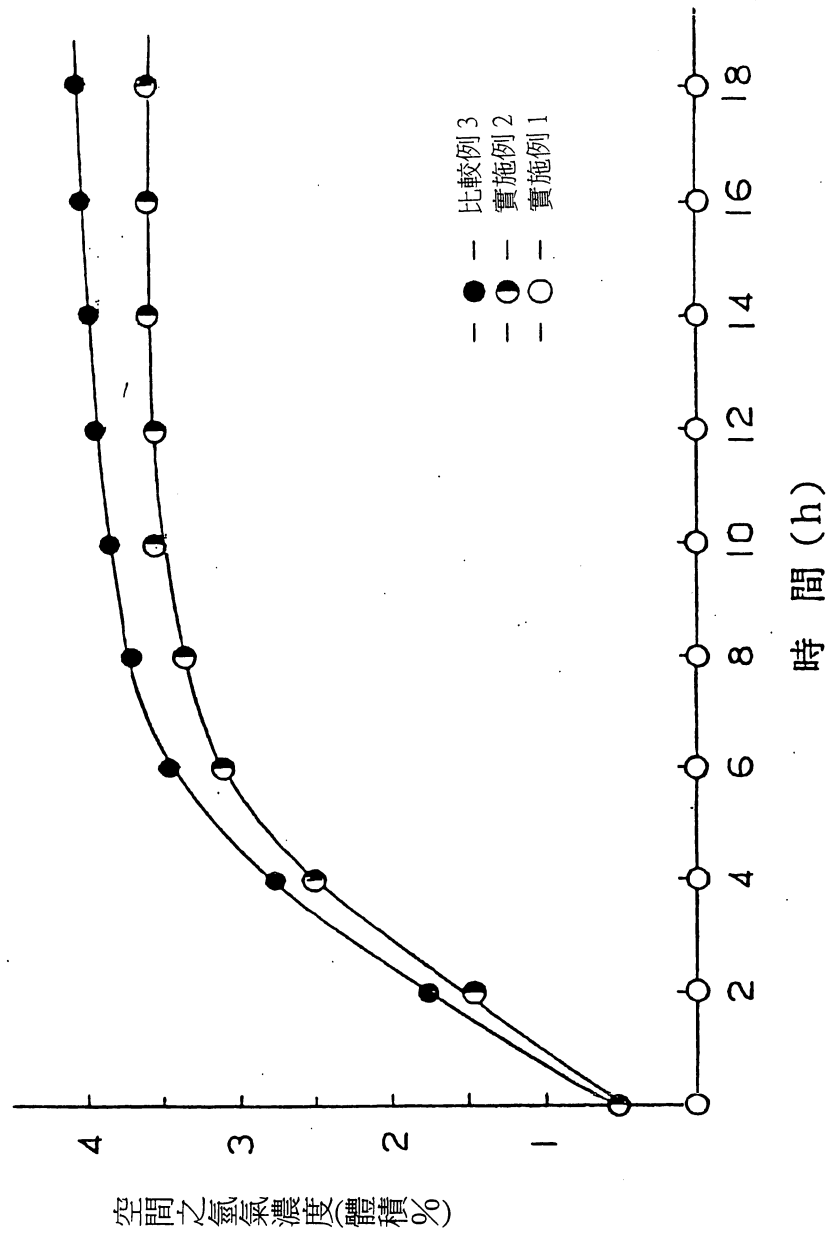
十一、圖式：

第 1 圖









七、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第 (1) 圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

- A… 溶解裝置
- B… 水槽
- C… 連接配管
- D… 泵
- E… 循環配管
- F… 氣體配管
- 1… 閥
- 2… 液面計
- 3… 閥
- 4… 熱交換器
- 5… 純化機構
- 6… 氣體濃度計
- 7… 分歧點
- 8… 分歧點
- 9… 閥
- 10… 閥
- 11… 閥
- 12… 特定氣體監視器
- 13… 氧氣監視器
- 14… 壓力調整器
- 15… 連接配管之下端
- 16… 循環配管之下端

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：