

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号

特開2023-166319

(P2023-166319A)

(43)公開日 令和5年11月21日(2023.11.21)

(51)国際特許分類	F I	テーマコード (参考)
C 3 0 B 29/06 (2006.01)	C 3 0 B 29/06	5 0 4 C 3 L 1 0 3
B 0 1 J 7/02 (2006.01)	B 0 1 J 7/02	A 4 G 0 6 8
C 2 3 C 16/448 (2006.01)	C 2 3 C 16/448	4 G 0 7 7
F 2 8 D 7/16 (2006.01)	F 2 8 D 7/16	A 4 K 0 3 0

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全10頁)

(21)出願番号	特願2022-126554(P2022-126554)	(71)出願人	000219565 東横化学株式会社 神奈川県川崎市中原区市ノ坪370番地
(22)出願日	令和4年8月8日(2022.8.8)	(71)出願人	504084317 株式会社 テクノ・バンダリー 三重県松阪市西黒部町712-6
(62)分割の表示	特願2022-77155(P2022-77155)の 分割	(74)代理人	110000224 弁理士法人田沼米国際特許事務所
原出願日	令和4年5月9日(2022.5.9)	(72)発明者	丸谷 周平 三重県松阪市西黒部町712-6 株式 会社テクノ・バンダリー内
		(72)発明者	三浦 充剛 神奈川県川崎市中原区市ノ坪370番地 東横化学株式会社内
		F ターム (参考)	3L103 AA35 BB20 CC18 DD08 最終頁に続く

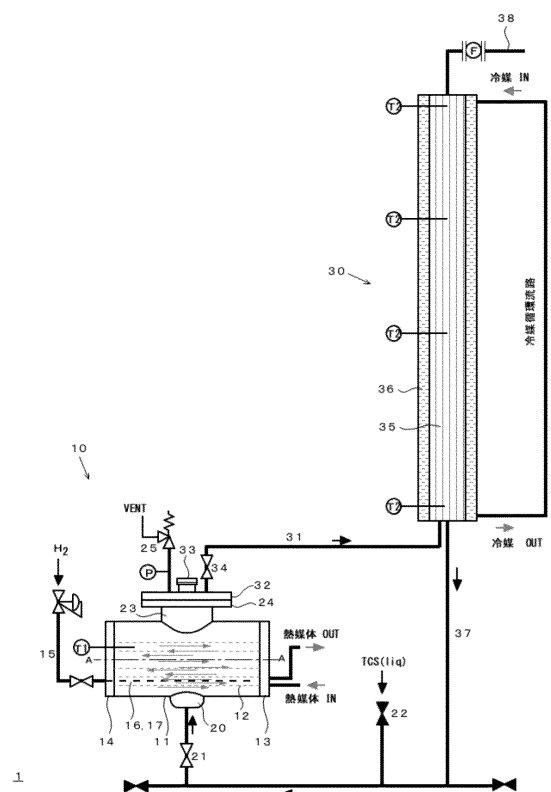
(54)【発明の名称】 ガス供給装置

## (57)【要約】

【課題】成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを、コンパクトな装置構成で効率よく供給する。

【解決手段】混合ガス供給装置1が、液体成分とキャリアガスとを加熱し、液体成分が気化した成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを生成する蒸発器10、及び蒸発器10で生成された混合ガスを冷却し、過飽和分を凝縮分離させた成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを供給する冷却器30を備える。蒸発器10は、シェルアンドチューブ型加熱機構を備え、蒸発器10の胴11内には、キャリアガスのバブリング用の孔16H、17Hが複数箇所に開いたキャリアガス用チューブ16、17が水平方向に伸び、蒸発器10の胴11の下部には液体成分供給口20が設けられ、蒸発器10の胴11の上部には、液体成分が気化した成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを送出する送出口23が設けられ、冷却器30の下部が蒸発器10の送出口23と配管31で連続する。

【選択図】図1



10

20

**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

液体成分とキャリアガスとを加熱し、液体成分が気化した成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを生成する蒸発器、及び  
蒸発器で生成された混合ガスを冷却し、過飽和分を凝縮分離させた成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを供給する冷却器  
を備えた混合ガス供給装置であって、  
蒸発器は、軸を水平方向に向けた筒型の胴を有し、胴内に軸方向に伸びた熱媒体用チューブを有するシェルアンドチューブ型加熱機構を備え、  
蒸発器の胴内には、キャリアガスのバブリング用の孔が複数箇所に開いたキャリアガス用チューブが水平方向に伸びており、  
蒸発器の胴の下部には液体成分供給口が設けられ、  
蒸発器の胴の上部には、液体成分が気化した成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを送出する送出口が設けられ、  
冷却器の下部が蒸発器の送出口と配管で連続すると共に、液体成分供給口と配管で連続し、冷却器で形成された凝縮液が、液体成分供給口から蒸発器の胴内に戻る混合ガス供給装置。

**【請求項 2】**

キャリアガス用チューブが、蒸発器の胴の軸方向の一方の管板から対向する管板に向かって伸びている請求項 1 記載の混合ガス供給装置。

**【請求項 3】**

キャリアガス用チューブは、キャリアガスのバブリング用孔として下向きに開口した孔を有する請求項 1 又は 2 記載の混合ガス供給装置。

**【請求項 4】**

複数本のキャリアガス用チューブが、胴内の下部で並列しており、隣り合うキャリアガス用チューブのバブリング用孔が蒸発器の胴の軸方向に互い違いに形成されている請求項 3 記載の混合ガス供給装置。

**【請求項 5】**

蒸発器の送出口の開口径が、胴の内径の 50% 以上である請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の混合ガス供給装置。

**【請求項 6】**

熱媒体用チューブを流れる熱媒体が胴内に導入されてから排出されるまでに胴の両端の管板の間を複数回往復する請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の混合ガス供給装置。

**【請求項 7】**

蒸発器の送出口と冷却器下部から伸びた配管との接続部分に、蒸発器の胴内の観察用窓が設けられている請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の混合ガス供給装置。

**【請求項 8】**

液体成分が液体トリクロロシランであり、キャリアガスが水素ガスである請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の混合ガス供給装置。

**【発明の詳細な説明】****【技術分野】****【0001】**

本発明はガス供給装置に関し、特に、半導体産業等で使用されるトリクロロシランと水素の混合ガスの供給に有用なガス供給装置に関する。

**【背景技術】****【0002】**

従来より半導体産業等においてはキャリアガスと成分ガスとの混合ガスが使用されている。例えば、半導体エピタキシャルシリコンウエハの製造工程では、トリクロロシランガスを成分ガスとし、水素ガスをキャリアガスとする混合ガスが使用される。

**【0003】**

10

20

30

40

50

トリクロロシランガスと水素ガスの混合ガスの供給装置として、過飽和のトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスを冷却器に導入し、過飽和分のトリクロロシランを凝集分離し、冷却器から飽和濃度のトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスを送出する装置が知られている（特許文献１）。また、このようなガス供給装置において、過飽和のトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスを得るために、液体トリクロロシランと水素ガスとを蒸発器に導入することが知られている（特許文献２、特許文献３）。蒸発器では、水素ガスをバブリングしながら液体トリクロロシランを気化させ、トリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスを生成する。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【０００４】

【特許文献１】特許第４５４２６４３号公報

【特許文献２】特許第４５０５０７７号公報

【特許文献３】特許第６５０３２９３号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００５】

上述したガス供給装置において、蒸発器における加熱方式としてはヒーター加熱又はジャケット式の熱媒体加熱方法が用いられている。しかしながら、装置構成をよりコンパクトにし、かつ、過飽和のトリクロロシランガスと水素との混合ガスを効率よく生成することが望まれていた。

20

【課題を解決するための手段】

【０００６】

本発明者は、蒸発器としてシェルアンドチューブ型加熱器の胴の下部から液体トリクロロシランを供給すると共に、バブリング用の孔を複数箇所にも有するチューブを胴内に伸ばして水素ガスを液体クロロシラン中でバブリングすると、過飽和のトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスを効率よく生成することができ、また蒸発器をコンパクトにできることを想到し、本発明を完成した。

【０００７】

即ち、本発明は、液体成分とキャリアガスとを加熱し、液体成分が気化した成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを生成する蒸発器、及び蒸発器で生成された混合ガスを冷却し、過飽和分を凝縮分離させた成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを供給する冷却器を備えた混合ガス供給装置であって、蒸発器は、軸を水平方向に向けた筒型の胴を有し、胴内に軸方向に伸びた熱媒体用チューブを有するシェルアンドチューブ型加熱機構を備え、蒸発器の胴内には、キャリアガスのバブリング用の孔が複数箇所を開いたキャリアガス用チューブが水平方向に伸びており、蒸発器の胴の下部には液体成分供給口が設けられ、蒸発器の胴の上部には、液体成分が気化した成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを送出する送出口が設けられ、冷却器の下部が蒸発器の送出口と配管で連続すると共に、液体成分供給口と配管で連続し、冷却器で形成された凝縮液が、液体成分供給口から蒸発器の胴内に戻る混合ガス供給装置を提供する。

30

40

【発明の効果】

【０００８】

本発明の混合ガス供給装置によれば、シェルアンドチューブ型加熱機構を備えた蒸発器を用いるので、液体成分を効率よく加熱し、気化させることができる。さらに、このシェルアンドチューブ型加熱機構を備えた蒸発器の胴内に、キャリアガスのバブリング用の孔が複数箇所を開いたキャリアガス用チューブを有するので、バブリングによるキャリアガ

50

スの気泡中に液体成分が気化した成分ガスを取り込ませることができ、過飽和状態の成分ガスとキャリアガスとの混合ガスを効率よく生成することができる。

したがって、蒸発器を小型化し、混合ガス供給装置全体をコンパクトに構成することができる。

【図面の簡単な説明】

【0009】

【図1】図1は、実施例の混合ガス供給装置の構成図である。

【図2】図2は、実施例の混合ガス供給装置の蒸発器の分解図である。

【図3】図3は、実施例の混合ガス供給装置の水素導入側管板を蒸発器内部側から見た斜視図である。

10

【図4】図4は、管板溝における熱媒体用チューブの配置図である。

【図5】図5は、観察用窓の切欠断面図である。

【図6】図6は、キャリアガス用チューブを蒸発器の下面側から見た平面図である。

【発明を実施するための形態】

【0010】

以下、図面を参照しつつ本発明を詳細に説明する。なお、各図中、同一符号は同一又は同等の構成要素を表している。

【0011】

図1は、本発明の一実施例の混合ガス供給装置1の構成図である。この混合ガス供給装置1は、飽和濃度に調整されたトリクロロシランガスと水素ガスの混合ガス（以下、濃度調整ガスともいう）の供給に好ましく用いられる。混合ガス供給装置1は、蒸発器10と冷却器30を有する。

20

【0012】

蒸発器10には、液体成分として液体トリクロロシランが供給され、キャリアガスとして水素ガスが供給される。蒸発器10は、これらを加熱することにより液体トリクロロシランを気化させてトリクロロシランガスとし、成分ガスとしてのトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスを生成する。この混合ガスではトリクロロシランが過飽和となっている。

【0013】

蒸発器10は加熱機構としてシェルアンドチューブ型加熱機構を有する。即ち、蒸発器10は軸Aを水平方向に向けた筒型の胴11を有し、胴11内にA軸方向に伸びた複数本の熱媒体用チューブ12を有する。本発明では蒸発器10における加熱効率を上げるため、複数本の熱媒体用チューブ12で形成される流路で熱媒体に胴11の両側の管板13、14の間を複数回往復させることが好ましい。この場合、複数回の往復の各回の往路又は復路がそれぞれ複数本の熱媒体用チューブで形成されるように、多数本の熱媒体用チューブを複数のグループに分け、各グループが複数本ずつの熱媒体用チューブで形成されるようにし、各グループを往路又は復路の流路とすることができる。例えば、図2に(1)～(10)の矢印の流れ方向で示すように、胴11の一方の端部の管板13から流入した熱媒体をグループ1の複数本の熱媒体用チューブ12で他方の管板14に向かわせ(矢印1)、他方の管板14からグループ2の複数本の熱媒体用チューブ12で一方の管板13に向かわせ(矢印2)、再度この管板13からグループ3の複数本の熱媒体用チューブ12で他方の管板14に向かわせる。これを繰り返し、グループ1からグループ10の熱媒体用チューブ12を用いて、一方の管板13と他方の管板14との間を熱媒体に5往復させる。この場合、一方の管板13の内面には6つの管板溝13Aを設け、他方の管板14の内面には5つの管板溝14Aを設け、管板溝で往路のグループの流路と復路のグループの流路を繋げる。図4は、管板14の管板溝14における熱媒体用チューブのグループ1(G1)～グループ10(G10)配置図である。各グループG1～G10は破線で囲まれている。

30

40

【0014】

なお、熱媒体としては、公知の不活性物質を使用することができ、例えば、フロリナー

50

ト（登録商標）、ガルデン（登録商標）等を挙げることができる。

【0015】

熱媒体に上述の複数本の熱媒体用チューブ12を用いて対向する管板間13、14を複数回往復させる流路をとらせることにより蒸発器10で液体成分を加熱する熱効率が向上するので、本発明では蒸発器10を小型化することができる。よって、例えば、冷却器30から18～32%のトリクロロシランガスを16g/分の流量で3チャンネルに供給する場合に、蒸発器10の胴11のサイズを外径130～220mm、軸A方向の長さ350～500mmとコンパクトにすることができる。個々の熱媒体用チューブとしては、例えば内径20mm程度のステンレス管を使用することができる。この場合、熱媒体により胴11内の温度を、例えば25～40の所定温度に維持する。

10

【0016】

本実施例の混合ガス供給装置1において、蒸発器10のシェルアンドチューブ型加熱機構の管板13、14は固定管板であるが、本発明では、シェルアンドチューブ型加熱機構の管板をU字型、遊動頭型等としてもよい。

【0017】

蒸発器10の胴11内には、キャリアガス用チューブ16、17が水平方向に伸びている。より具体的には、キャリアガスとする水素ガスの供給用配管15が管板14に繋がり、配管15に2本の直管状のキャリアガス用チューブ16、17が繋がっている。この管板14には、胴11内の温度を計測する温度計T1が設けられている（図1）。

【0018】

キャリアガス用チューブ16、17は、複数本の熱媒体用チューブ12のうち下側にあるものと並列するようにして、胴11の底近傍を一つの管板14から対向する管板13に向かって軸A方向に伸び、該管板13の近傍に達している。なお、本実施例ではキャリアガス用チューブ16、17が一つの管板14から該管板14に対向する管板13に向かって直線的に伸びているが、本発明はこれに限られない。例えば、キャリアガス用チューブは3本以上としてもよく、屈曲させてもよい。また、前述の熱媒体の流路が、熱媒体用チューブ12と管板溝13A、14Aにより、対向する管板13、14の間を往復するものとなっているのに対し、キャリアガス用チューブ16、17は一つの管板14から伸びているがもう一つの管板13に達しておらず、個々のキャリアガス用チューブ16、17の先端は閉じている。このようにキャリアガス用チューブ16、17を先端の閉じた直管状とすることにより蒸発器10の構成をよりシンプルにすることができる。

20

30

【0019】

図6に示すように、キャリアガス用チューブ16、17には、キャリアガスのバブリング用孔として下向きの孔16H、17Hを有する。本発明において、複数本のキャリアガス用チューブが蒸発器の胴11の下部で並列している場合に、隣り合うキャリアガスのバブリング用孔は、蒸発器10の胴11の軸A方向に互い違いに形成されていることが好ましい。また、孔16H、17Hを下向きの孔とすることにより、孔16H、17Hから放出されたキャリアガスの気泡が胴11内に溜めた液体成分中により長く接触し、この気泡中に液体成分が気化した成分ガスが取り込まれやすくなる。

【0020】

一方、蒸発器10の胴11の下部で軸A方向の中央部には液体成分供給口20が形成されており、蒸発器下端バルブ21を通して液体成分供給口20から液体成分として液体トリクロロシランが胴11内に供給される。即ち、液体成分補給弁22から圧送補給された液体トリクロロシランが蒸発器下端バルブ21を通して液体成分供給口20に供給される。また、冷却器30で凝縮した液体トリクロロシランも配管37から蒸発器下端バルブ21と液体成分供給口20を通して胴11内に供給される。

40

【0021】

液体成分供給口20と、冷却器30の下端との間には液面計測器を設けて胴11内の液量を検出し、胴11内の液量を適正に管理することが好ましい。

【0022】

50

蒸発器 10 の胴 11 の上部で軸 A 方向の中央部には、胴 11 内での液体成分の気化により生じた成分ガスと、キャリアガス用チューブの孔 16 H、17 H からバブリングされたキャリアガスとの混合ガスを送出する送出口 23 が形成されている。混合ガスの送出口 23 の開口径 L1 は、この開口径の面積に圧力計 P、安全弁、配管 31、観察用窓 33 を収める点及び蒸発器 10 をコンパクトに構成する点から、胴の内径 L2 の 50% 以上 100% 以下が好ましく、60~80% がより好ましい。

#### 【0023】

混合ガスの送出口 23 は、冷却器 30 の下部に繋がる配管 31 との接続部分にフランジ 24 を有する。冷却器 30 の下部に繋がる配管 31 にもフランジ 32 が形成され、このフランジ 32 と前述のフランジ 24 とが接合される。フランジ 32 で囲まれた部分に、蒸発器 10 の胴 11 内の観察用窓 33 が設けられている。観察用窓 33 は、光学研磨された透明強化ガラス 33 G を、フランジ 33 F1 及び押さえフランジ 33 F2 で挟むことにより形成されている（図 5）。胴 11 内を外気から遮断するため、二つのフランジ 33 F1、33 F2 の間には適切なシール部材を挟持させることが好ましい。観察用窓 33 の大きさは直径 20~40 mm とすることが好ましい。これにより、胴 11 内のキャリアガスのバブリング状態を容易に目視観察することができる。

10

#### 【0024】

フランジ 32 で囲まれた部分には、蒸発器 10 の胴 11 内の圧力を計測する圧力計 P、圧力調節計、コントロールバルブが設けられ、これにより胴 11 内の圧力を、例えば、0.09~0.17 MPa (G) に制御する。また、何らかの原因による圧力上昇に備えて、胴 11 内のガスを逃がす圧力放出弁 25 が設けられる。

20

また、前述の配管 31 には仕切弁 34 が設けられている。仕切弁 34 により、混合ガス供給装置 1 は法規で規定される「圧力容器」に該当しなくなり、取り扱いが簡便になる。

#### 【0025】

蒸発器 10 の送出口 23 から送出された混合ガスは、配管 31 により冷却器 30 の下部に供給される。

#### 【0026】

本発明において冷却器 30 は、特許文献 2、3 に記載の冷却器と同様とすることができ、例えば多管式熱交換器を使用することができる。即ち、冷却器 30 は、蒸発器 10 からの混合ガスが通る複数のチューブ 35 と、複数のチューブ 35 の周りを流れる冷媒の流路 36 を有し、混合ガスが通るチューブ 35 の複数箇所には温度計 T2 が設けられ、温度がモニターされる。冷媒は冷却器 30 の上段から下段へ流れ、冷却器 30 内の温度を、例えば 10~20℃ に制御する。特に、濃度調整ガス供給口 38 における成分ガスの濃度は、系の圧力と凝縮温度により決まるため、冷却器 30 の上段に供給される冷媒の温度はチーラーで所定の範囲（好ましくは ±0.1℃）に制御することが好ましい。

30

#### 【0027】

蒸発器 10 から送出された混合ガスはチューブ 35 を通る間に流路 36 を流れる冷媒により冷却され、過飽和分のトリクロロシランが凝集分離され、凝縮分離された液体トリクロロシランが冷却器 30 の下端部から配管 37 を通って蒸発器 10 の液体成分供給口 20 に送られる。一方、冷却器 30 の上端部の濃度調整ガス供給口 38 からは、濃度調整ガスとして飽和濃度のトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスが供給される。濃度調整ガス供給口 38 には流量計 F や濃度計が設けられ、濃度調整ガスの供給量に応じて蒸発器 10 から冷却器 30 への混合ガスの送出量などが制御される。

40

#### 【0028】

こうして、この実施例の混合ガス供給装置 1 によれば、所定の飽和濃度に調整されたトリクロロシランガスと水素ガスの混合ガスを、高い濃度安定性で供給でき、しかもコンパクトな装置構成をすることができる。

#### 【0029】

なお、本発明の混合ガス供給装置は、トリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガスの供給に限られず、例えば、テトラクロロシランガスと水素ガスとの混合ガス、トリクロロ

50

シランとアルゴンとの混合ガス、メチルトリクロロシランガスと水素ガスとの混合ガス等の供給にも好ましく使用することができる。

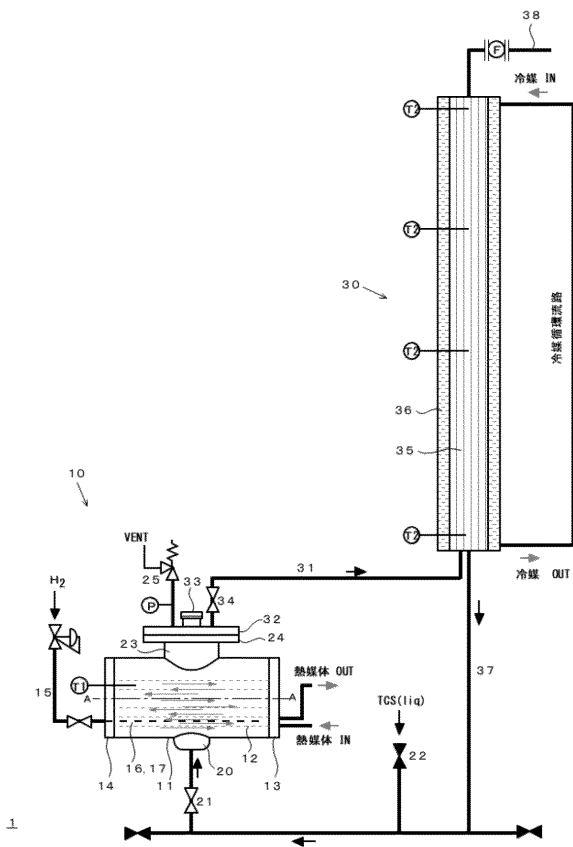
【符号の説明】

【 0 0 3 0 】

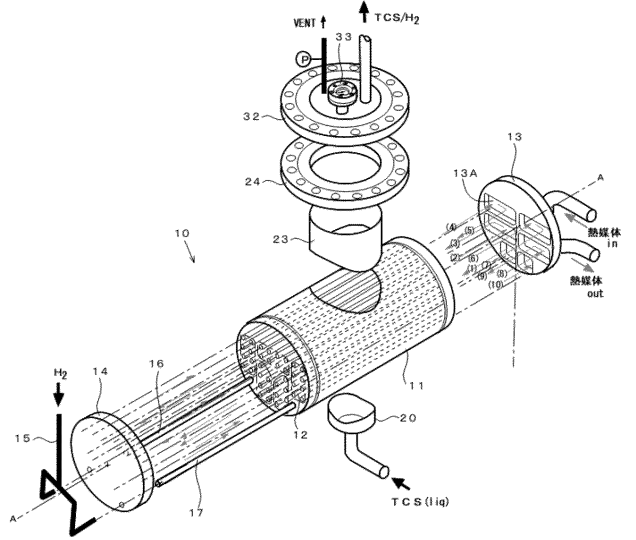
1	混合ガス供給装置	
1 0	蒸発器	
1 1	胴	
1 2	熱媒体用チューブ	
1 3	管板	
1 3 A	管板溝	10
1 4	管板	
1 4 A	管板溝	
1 5	配管	
1 6	キャリアガス用チューブ	
1 6 H	キャリアガスのバブリング用孔	
1 7	キャリアガス用チューブ	
1 7 H	キャリアガスのバブリング用孔	
2 0	液体成分供給口	
2 1	蒸発器下端バルブ	
2 2	液体成分補給弁	20
2 3	送出口	
2 4	フランジ	
2 5	圧力放出弁	
3 0	冷却器	
3 1	配管	
3 2	フランジ	
3 3	蒸発器の胴内の観察用窓	
3 4	仕切弁	
3 5	チューブ	
3 6	冷媒の流路	30
3 7	配管	
3 8	濃度調整ガス供給口	
A	軸	
F	流量計	
P	圧力計	
T 1、T 2	温度計	

【 図 面 】

【 図 1 】



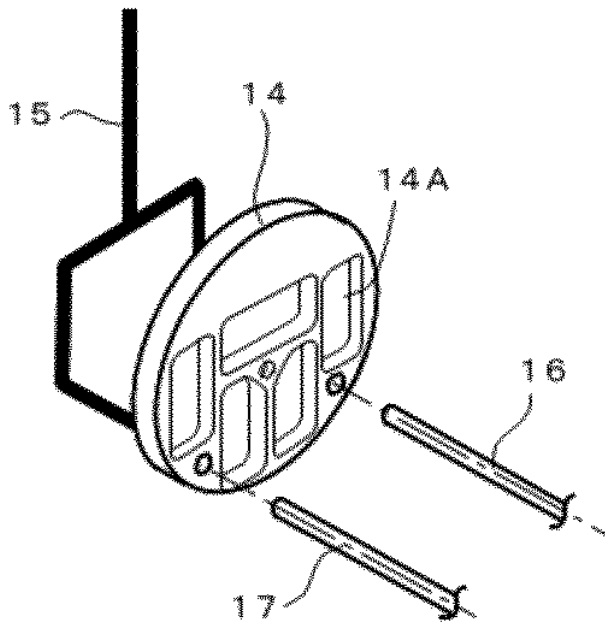
【 図 2 】



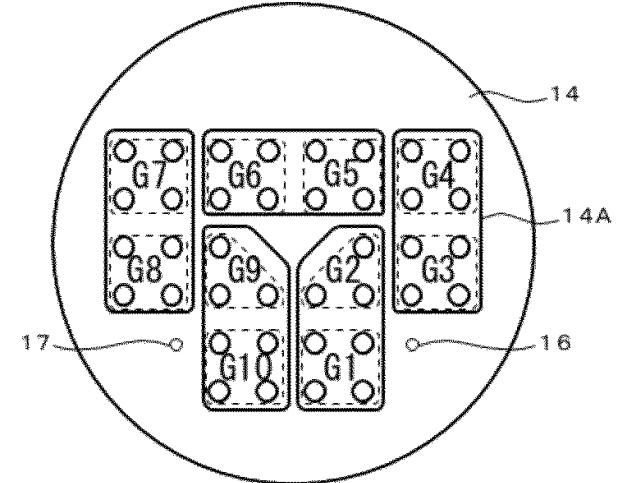
10

20

【 図 3 】



【 図 4 】



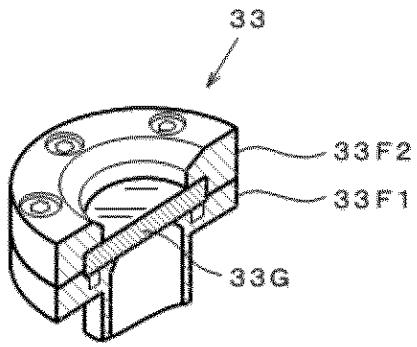
30

40

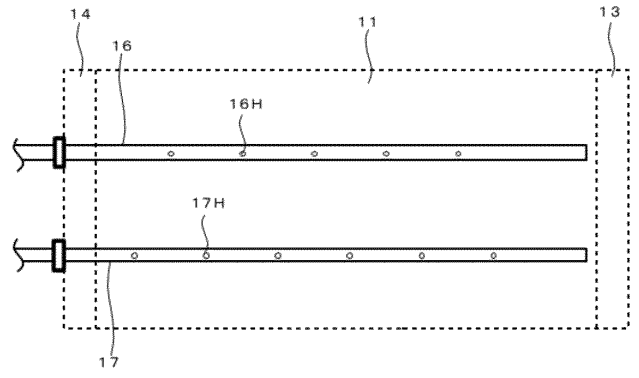
50



【 図 5 】



【 図 6 】



10

20

30

40

50

---

フロントページの続き

F ターム ( 参考 )                    DD44  
4G068    AA01 AB02 AC05 AD20 AF12 DA04 DB03 DB04 DC05 DD02  
          DD11  
4G077    AA03 BA04 DB05 FK14 FK15 HA12  
4K030    AA03 AA17 BA29 EA01 JA05 JA10 LA15