

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5155895号  
(P5155895)

(45) 発行日 平成25年3月6日(2013.3.6)

(24) 登録日 平成24年12月14日(2012.12.14)

(51) Int. Cl.	F I
<b>B 6 7 D 7/02 (2010.01)</b>	B 6 7 D 7/02 Z
<b>H O 1 L 21/205 (2006.01)</b>	H O 1 L 21/205
<b>H O 1 L 21/31 (2006.01)</b>	H O 1 L 21/31 A
<b>C 2 3 C 14/24 (2006.01)</b>	C 2 3 C 14/24 D
<b>C 2 3 C 16/448 (2006.01)</b>	C 2 3 C 16/448

請求項の数 7 (全 20 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2009-15687 (P2009-15687)	(73) 特許権者	000109428
(22) 出願日	平成21年1月27日(2009.1.27)		日本エア・リキード株式会社
(65) 公開番号	特開2010-173660 (P2010-173660A)		東京都港区芝浦三丁目4番1号 グランパークタワー
(43) 公開日	平成22年8月12日(2010.8.12)	(74) 代理人	110000729
審査請求日	平成23年8月4日(2011.8.4)		特許業務法人 ユニアス国際特許事務所
		(72) 発明者	中川 利幸
			東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内
		(72) 発明者	重本 隆充
			東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内
		(72) 発明者	植竹 義男
			東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 充填容器内の液体材料の供給装置および該液体材料の供給装置における充填容器内の液面管理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

所定量の液体材料が充填される充填容器と、充填容器内の液体材料を同伴する搬送ガスが導入される搬送ガス導入流路と、搬送ガスに同伴して液体材料が供給される液体材料供給流路と、前記充填容器の上部に配設され、一定量の内容積を有する定量供給器と、一端が該定量供給器に接続され、液体材料を補充するための液体材料補充流路と、一端が定量供給器の下部と接続され、他端が充填容器内の液体材料の液層内に浸される配管Laと、一端が定量供給器の上部と接続され、他端が充填容器内にあり前記配管Laの他端よりも上部に位置する配管Lbと、定量供給器と配管Laの間に設けられた開閉弁Vaと、定量供給器と配管Lbの間に設けられた開閉弁Vbと、これらを制動する制御部と、を備え、液体材料の供給時には、充填容器に搬送ガスを導入し、これに同伴して液体材料を供給するように制御するとともに、液体材料の補充時には、前記液体材料補充流路を開いて定量供給器に液体材料を充填し、この状態から前記開閉弁Va, Vbを同時に開状態とすることによって、定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充するように制御することを特徴とする充填容器内の液体材料の供給装置。

【請求項2】

前記定量供給器と開閉弁Vbの間の流路を分岐して設けられた分岐流路Lcと、該分岐流路Lcに接続され不活性ガスの供給可能な流路Ldと、流路Ldの一端と分岐流路Lcの間に設けられた開閉弁Vcと、を備え、液体材料の補充時に、流路Ldに不活性ガスを供給するとともに、開閉弁Vcを開状態と

して定量供給器，配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器内に補充することを特徴とする請求項 1 記載の充填容器内の液体材料の供給装置。

【請求項 3】

前記流路 L d が所定の内容積を有するとともに、流路 L d の他端に設けられた開閉弁 V d と、前記分岐流路 L c に設けられた圧力計 P c と、前記流路 L d に設けられた圧力計 P d と、を備え、

前記流路 L d を所定の加圧条件にした状態での圧力計 P d の指示値と、開閉弁 V c の開閉前後の圧力計 P c の指示値から、定量供給器内の液体材料の液量を測定することを特徴とする請求項 2 記載の充填容器内の液体材料の供給装置。

【請求項 4】

補充用液体材料を貯留するとともに、前記液体材料補充流路の一端が貯留された液体材料の液層内に浸される貯留容器と、該貯留容器の頭頂部から不活性ガスを供給する不活性ガス供給流路 L e と、を備え、

該不活性ガス供給流路 L e からの不活性ガスの供給圧によって、前記定量供給器に液体材料を補充することを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれかに記載の充填容器内の液体材料の供給装置。

【請求項 5】

所定量の液体材料が充填される充填容器に搬送ガスを導入し、これに同伴して液体材料を供給する液体材料の供給装置において、

前記充填容器の上部に配設され一定量の内容積を有する定量供給器に液体材料を充填した状態を形成した後、該定量供給器の下端部を、配管 L a を介して充填容器内の液体材料の液層内と導通させると同時に、定量供給器の上端部を、配管 L b を介して前記液層上部の空間と導通させることによって、定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充し、充填容器内の液面が一定となるように制御することを特徴とする充填容器内の液面管理方法。

【請求項 6】

( 1 ) 搬送ガスによって既知量の液体材料を供給する場合、定期的に前記定量供給器に液体材料を充填し、該定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充し、

( 2 ) 搬送ガスによって任意の液量の液体材料を供給する場合、前記充填容器内の圧力をモニタし、定量供給器に液体材料を充填して充填容器内の液体材料を補充した前後の圧力値から液面の位置を推算し、過量の場合は補充を停止し、不足がある場合は不足量を前記定量供給器に液体材料を充填し、該定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充し、前記液面が一定となるように制御することを特徴とする請求項 5 記載の充填容器内の液面管理方法。

【請求項 7】

前記充填容器への液体材料の補充時において、前記定量供給器と、その上部空間に設けられた導通可能な所定の内容積を有する流路 L d とを遮断し、該流路 L d を不活性ガスによって所定の加圧条件にした状態での圧力と、その状態から定量供給器と流路 L d を導通した状態に移行したときの流路 L d の圧力から、定量供給器内の液体材料の液量を測定し、

( 3 ) 前記液量がない場合、上記 ( 1 ) または ( 2 ) のいずれかの操作を行い、

( 4 ) 前記液量があった場合、前記流路 L d を所定の加圧条件にした状態から、定量供給器と流路 L d の導通および定量供給器と配管 L b の導通を行い、定量供給器，配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器内に補充した後、上記 ( 1 ) または ( 2 ) のいずれかの操作を行う、

ことによって、液面を一定に制御することを特徴とする請求項 6 記載の充填容器内の液面管理方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

10

20

30

40

50

本発明は、充填容器内の液体材料の供給装置および該液体材料の供給装置における充填容器内の液面管理方法に関し、特に、CVD装置等へ供給する液化材料ガスや液体材料等の安定供給ができる充填容器内の液体材料の供給装置および該液体材料の供給装置における充填容器内の液面管理方法に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体製造プロセスなどにおいては、例えば、イソプロピルアルコールやフッ酸、あるいはジエチルシランなどの各種の液体材料が用いられている。このような液体材料は、所定容量の容器内に充填され、所定の圧力を有する不活性ガスを充填容器内に供給することによって、圧送されることが多い。このとき、製造プロセスの実動状態においては、液体材料の供給量を制御するためあるいは供給を確保するために、液体材料の重量測定等と同時に充填容器側に設置されている各種センサによって直接液体材料の残量を検知する方法を取っている場合が多い。通常、液体材料の重量測定には、マスフローコントローラ(MFC)が用いられ、液体材料の残量を検知するために、液面計などの監視用のセンサが用いられている。このとき、直接液体材料の残量を検知する場合には、容器内の液体材料の状態を監視することが重要となる一方、監視用のセンサに対して、その残量検知の正確さ、精度の高さが要求されるとともに、液体材料の汚染あるいはセンサの汚染を防止するために、液体材料と完全に非接触な状態で検出可能なセンサが好ましい。

10

【0003】

従来の液面監視用の測定方法としては、容器内にフロート式のセンサを配置して液面を測定する手段や、ロードセル等からなる重量計を用いる手段、あるいは容器上部から液面に当てて反射する超音波を検出し液面までの距離を測定する超音波式等により液面を検知する手段等がある。

20

【0004】

具体的には、図8に示すように、液中に立設したガイドパイプ111と、ガイドパイプ111内の液面に浮くフロート112と、フロート112の上面に立設した光可変減衰板113と、光可変減衰板113の光通過面の左右のガイドパイプ111側に設置した発光・受光の両手段100を有する光学検出装置とからなるフロート式の液面計を挙げることができる。その長さ方向(縦方向)に連続的に光の透過率を変化させた光可変減衰板113が、フロート112の上下動とともに上下動することにより、透過光量が増加・減衰する。従って、この該透過光量の増加・減衰により、液面のレベルを検出することができる(例えば特許文献1参照)。

30

【0005】

また、図9に示すように、重量計201を用いた液面計を挙げることができる。重量計201の上に容器202が載置され、この容器202には液体203が収容されており、この液体203中に設けられた電源204に接続されたヒータ205により加熱されて沸騰するように構成されていて、沸騰により生じた気体206は容器202の上方に設けられた気体送出部207より排出され、ジャバラ管208を介して所要の消費管に供給される。この気体206の外部への供給により減少する液量に見合った液体203を補充するため、容器202の下方に設けられた液体供給部209に接続されたジャバラ管210を介して液体203が供給される。この液体203の供給においては、容器202内の液体203の液量がほぼ一定になるように供給する必要があるため、液量を監視する手段として液体が収容されている容器202の重量を測定し、その重量から液量を推定し、その推定液量から液面を求める方法が用いられている(例えば特許文献2参照)。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】実開昭62-001124号公報

【特許文献2】特開2000-046631号公報

【発明の概要】

50

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0007】

しかしながら、液体材料の供給装置に上記のような液面計を用いた場合、次のような問題が生じることがある。

(i) フロート式の液面計では、フロート部分が液体材料に対して接触式であるため、液体材料が汚染される可能性がある。また、デリバリーを行わないリチャージタンク等の据え置き式容器に使用した場合、液面計自身が故障した場合の交換が難しいという問題がある。さらに、搬送ガスをバブリングして容器内の液体材料を搬送する方法を用いた場合（以下「バブリング容器」を用いた方法ということがある）では、バブリングによって常にフロートが動き、正確な液面の位置測定が困難である。

(ii) 重量計を用いた場合、容器に様々な配管が接続されているため、軽量の容器や容量が軽くなればなるほど精度が低くなるという問題がある。また、容器を含む大きな重量から、消費・補充される液体材料の小さな重量変化を求める必要があることから、微量の液体材料を供給する場合や密度の小さな液体材料を供給する場合には、測定精度に限界がある。

(iii) 超音波式センサは、液体材料に対して非接触式であり好ましいが、検知される液面の安定が必要であり、バブリング容器を用いた方法において、液面の変動が大きく正確な測定ができない。また、ガス雰囲気上に存在するため、センサ表面等が少なからず汚染され、正確に検知できなくなる可能性がある。

## 【0008】

本発明の目的は、消費量に対応した充填容器への液体材料の補充ができ、安定した液体材料の供給が可能な充填容器内の液体材料の供給装置を提供することにある。また、上記従来技術の有する問題点に鑑みて、充填容器内の液体材料の液量を正確に管理し、過充填を防止でき、かつ定期的な一定量の補充を行うことができる充填容器内の液体材料の供給装置および該液体材料の供給装置における充填容器内の液面管理方法を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0009】

本発明者は、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、以下に示す充填容器内の液体材料の供給装置および該液体材料の供給装置における充填容器内の液面管理方法によって上記目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

## 【0010】

本発明に係る液体材料の供給装置は、所定量の液体材料が充填される充填容器と、充填容器内の液体材料を同伴する搬送ガスが導入される搬送ガス導入流路と、搬送ガスに同伴して液体材料が供給される液体材料供給流路と、前記充填容器の上部に配設され、一定量の内容積を有する定量供給器と、一端が該定量供給器に接続され、液体材料を補充するための液体材料補充流路と、一端が定量供給器の下部と接続され、他端が充填容器内の液体材料の液層内に浸される配管Laと、一端が定量供給器の上部と接続され、他端が充填容器内にあり前記配管Laの他端よりも上部に位置する配管Lbと、定量供給器と配管Laの間に設けられた開閉弁Vaと、定量供給器と配管Lbの間に設けられた開閉弁Vbと、これらを制動する制御部と、を備え、液体材料の供給時には、充填容器に搬送ガスを導入し、これに同伴して液体材料を供給するように制御するとともに、液体材料の補充時には、前記液体材料補充流路を開いて定量供給器に液体材料を充填し、この状態から前記開閉弁Va, Vbを同時に開状態とすることによって、定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充するように制御することを特徴とする。

## 【0011】

また、本発明は、所定量の液体材料が充填される充填容器に搬送ガスを導入し、これに同伴して液体材料を供給する液体材料の供給装置における充填容器内の液面管理方法であって、前記充填容器の上部に配設され一定量の内容積を有する定量供給器に液体材料を充填した状態を形成した後、該定量供給器の下端部を、配管Laを介して充填容器内の液体

10

20

30

40

50

材料の液層内と導通させると同時に、定量供給器の上端部を、配管 L b を介して前記液層上部の空間と導通させることによって、定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充し、充填容器内の液面が一定となるように制御することを特徴とする。

【 0 0 1 2 】

充填容器内の液体材料を安定して供給する場合、充填容器内の液体材料の液面の高さを管理制御することが重要である。バブリングにより連続的に液体材料が消費されていくと容器内の残量が減少し、液面の高さが変化するため、その消費量に合わせ液体材料を補充する必要がある。この構成によれば、補充用の配管 L a に加えて、過充填を防止するための配管 L b を設けるとともに、補充用の配管 L a に接続して定量供給器を設けることによって、過充填のみならず定期的に一定量の補充が可能となる。つまり、定量供給器に液体材料を充填し、定量供給器を配管 L b と接続することによって、液体材料の消費量に応じて、一定量の液体材料を充填容器に充填される。従って、他の液面センサを使用することなく、液体材料の液面を一定に保つことができ、安定した液体材料の供給が可能な充填容器内の液体材料の供給装置および充填容器内の液面管理方法を提供することができる。

10

【 0 0 1 3 】

また、充填容器への液体材料の充填あるいは補充を、定量供給器内部に搬送ガスが存在する状態で行うことから、いわゆるウォーターハンマーを防止することができ、流路を構成する開閉弁や圧力計などの破損の大きな原因を取り除くこともできるとともに、急激な圧力変化によるストレスによって分解・変性するような液体材料を対象とする場合であっても、穏やかに定量供給器へ補充することができるため、液体材料の品質を保つことができる。

20

【 0 0 1 4 】

本発明は、上記充填容器内の液体材料の供給装置であって、前記定量供給器と開閉弁 V b の間の流路を分岐して設けられた分岐流路 L c と、該分岐流路 L c に接続され不活性ガスの供給可能な流路 L d と、流路 L d の一端と分岐流路 L c の間に設けられた開閉弁 V c と、を備え、液体材料の補充時に、流路 L d に不活性ガスを供給するとともに、開閉弁 V c を開状態として定量供給器、配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器内に補充することを特徴とする。

【 0 0 1 5 】

上記のように、液体材料が一定量充填された定量供給器を、配管 L b と接続することにより、一定量の液体材料が充填容器に充填される。このとき、通常配管 L b の他端（充填容器内の端部）は液面よりも上方にあり、液体材料の消費量に応じて液体材料が補充されることによって、この状態が維持される。しかしながら、後述するように、配管 L b 内部に液体材料が混入した場合には、定量供給器内の液体材料を自重で充填容器に押し出すことができないことがある。また、液体材料の充填量よりも消費量が減少した場合、他端が液面に接したり液層内部に位置する可能性がある。この場合にあっても、本発明においては、定量供給器を配管 L b と接続することにより、定量供給器内の液体材料の液面と配管 L b 内の液体材料の液面を同一の位置とすることができることから、最大配管 L b の内容積の範囲内において過充填を防止することができる。また、このとき定量供給器と配管 L b の接続部に設けられた分岐流路に対して所定圧の不活性ガスを導入することによって、定量供給器、配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を円滑に充填容器内に補充することができ、過充填を防止することが可能となった。

30

40

【 0 0 1 6 】

本発明は、上記充填容器内の液体材料の供給装置であって、前記流路 L d が所定の内容積を有するとともに、流路 L d の他端に設けられた開閉弁 V d と、前記分岐流路 L c に設けられた圧力計 P c と、前記流路 L d に設けられた圧力計 P d と、を備え、前記流路 L d を所定の加圧条件にした状態での圧力計 P d の指示値と、開閉弁 V c の開閉前後の圧力計 P c の指示値から、定量供給器内の液体材料の液量を測定することを特徴とする。

【 0 0 1 7 】

定量供給器を用いた充填容器への液体材料の補充においては、定量供給器の全容量に液

50

体材料が充填された場合が基準となるが、液体材料の消費量が変動する場合や少量の液体材料を補充する場合にあっては、必ずしも全容量を補充する必要はなく、定量供給器に充填された液量を正確に把握して補充すれば、精度よく充填容器内の液面管理を行うことができる。ここで、定量供給器の上部に設けられた分岐流路Lcに所定の内容積を有する流路Ldを接続し、加圧状態の配管Ldを分岐流路Lcおよび定量供給器と導通させ、導通前後の配管Ldと分岐流路Lcの圧力変化を測定することによって、定量供給器内の液体材料の液量を測定することが可能となる。本発明は、こうした充填容器に補充される液体材料の液量を正確に把握することによって、より正確な液面管理を図り、液体材料の液面を一定に保つことができ、安定した液体材料の供給が可能となった。

【0018】

本発明は、上記充填容器内の液体材料の供給装置であって、補充用液体材料を貯留するとともに、前記液体材料補充流路の一端が貯留された液体材料の液層内に浸される貯留容器と、該貯留容器の頭頂部から不活性ガスを供給する不活性ガス供給流路Leと、を備え、該不活性ガス供給流路Leからの不活性ガスの供給圧によって、前記定量供給器に液体材料を補充することを特徴とする。

【0019】

半導体製造プロセスなどにおいて用いられる液体材料には、ジエチルシランなど外気との接触を嫌うものがある。また、充填容器に補充する液体材料は、外部からの汲み入れや汲み出し用の貯留容器を別途設けることが好ましい。本発明は、充填容器と接続可能な貯留容器を設け、外部からの汲み入れや汲み出しを容易に行うことができるようにするとともに、液体材料補充流路の一端を貯留容器の液体材料の液層内に浸し、貯留容器の液面に不活性ガスの圧力を付加することによって、外気との接触なしで、貯留容器内の液体材料を円滑に充填容器に移行することができる。

【0020】

また、本発明は、上記充填容器内の液面管理方法であって、  
(1)搬送ガスによって既知量の液体材料を供給する場合、定期的に前記定量供給器に液体材料を充填し、該定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充し、  
(2)搬送ガスによって任意の液量の液体材料を供給する場合、前記充填容器内の圧力をモニタし、定量供給器に液体材料を充填して充填容器内の液体材料を補充した前後の圧力値から液面の位置を推算し、過量の場合は補充を停止し、不足がある場合は不足量を前記定量供給器に液体材料を充填し、該定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充し、前記液面が一定となるように制御することを特徴とする。

【0021】

上記の液体材料の供給装置によれば、搬送ガスによって液体材料を供給すると同時に、液体材料を充填容器内に補充することができる。従って、液体材料の消費量が一定の場合は定期的に定量供給器内の液体材料を充填容器内に補充することによって、液面を一定に制御することができ、安定した液体材料の供給が可能となる。また、消費量が変動し一定でない場合にあっては、液面あるいは液面の変動を充填容器内の圧力によってモニタし、定量供給器からの補充量を制御することによって、他の液面センサを使用することなく、液体材料の液面を一定に保つことができ、安定した液体材料の供給を行うことができる。定量供給器からの補充量は、定量供給器の一定容量分を繰り返して制御する方法と、容量を大きくし、その容量分の繰り返しと内容積の一部による微調整とを組み合わせる方法のいずれも用いることが可能である。

【0022】

本発明は、上記充填容器内の液面管理方法であって、前記充填容器への液体材料の補充時において、前記定量供給器と、その上部空間に設けられた導通可能な所定の内容積を有する流路Ldとを遮断し、該流路Ldを不活性ガスによって所定の加圧条件にした状態での圧力と、その状態から定量供給器と流路Ldを導通した状態に移行したときの流路Ldの圧力から、定量供給器内の液体材料の液量を測定し、  
(3)前記液量がない場合、上記(1)または(2)のいずれかの操作を行い、

10

20

30

40

50

(4) 前記液量があった場合、前記流路 L d を所定の加圧条件にした状態から、定量供給器と流路 L d の導通および定量供給器と配管 L b の導通を行い、定量供給器、配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器内に補充した後、上記(1)または(2)のいずれかの操作を行う、  
 ことによって、液面を一定に制御することを特徴とする。

【0023】

充填容器への液体材料の補充に際しては、定量供給器から補充される液量が充填容器の液面の制御に大きな影響を与える。つまり、上記のように、液体材料の消費量に応じて液体材料が補充されれば、配管 L b の他端が充填容器の液面より上方に位置し、定量供給器内に液体材料の残量はない。しかしながら、例えば、充填容器への液体材料の充填量よりも液体材料の供給装置の供給量(消費設備の消費量)が減少した場合、過充填防止用の配管 L b の他端が、定量供給器内の液体材料の液面と接触するあるいは一部が液体材料の液層内に浸される可能性がある。このような状態になった場合、定量供給器内の液体は、自重によって充填容器に補充されることはないため、定量供給器内に液体が残った状態で補充操作が繰り返されると、定量供給器内に液体材料が充填して気層部分がなくなり、定量供給器の上部から液体材料が流れ出し、配管 L b を介して充填容器へ液体材料が補充されて過充填となる。本発明は、こうした状態を解除すべく、定量供給器の上部に加圧可能な流路を設け、不活性ガスを用いて該流路内および充填容器内の加圧状態を作り出し、各圧力値を監視することによって、定量供給器内の液体材料の液量を測定するとともに、こうした加圧状態を利用し、定量供給器、配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器内に補充し、定量供給器内に液体材料の残量がないようにすることによって、充填容器内の液面を一定に制御することができる。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】本発明に係る液体材料の供給装置の基本的な構成を例示する概略図

【図2】本発明に係る液体材料の充填容器の概略を例示する説明図

【図3】本発明に係る充填容器への液体材料の補充操作手順を例示する概略図

【図4】本発明に係る充填容器への液体材料の補充操作手順を例示する概略図

【図5】本発明に係る充填容器への液体材料の補充操作手順を例示する概略図

【図6】本発明に係る充填容器への液体材料の補充操作手順を例示する概略図

【図7】本発明に係る充填容器への液体材料の補充操作手順を例示する概略図

【図8】従来技術に係るフロート式の液面計を例示する概略図

【図9】従来技術に係る重量計を用いた液面計を例示する概略図

【発明を実施するための形態】

【0025】

以下、本発明の実施の形態について、図面を参照しながら説明する。

本発明に係る充填容器内の液体材料の供給装置は、所定量の液体材料が充填される充填容器と、充填容器内の液体材料を同伴する搬送ガスが導入される搬送ガス導入流路と、搬送ガスに同伴して液体材料が供給される液体材料供給流路と、前記充填容器の上部に配設され、一定量の内容積を有する定量供給器と、一端が該定量供給器に接続され、液体材料を補充するための液体材料補充流路と、一端が定量供給器の下部と接続され、他端が充填容器内の液体材料の液層内に浸される配管 L a と、一端が定量供給器の上部と接続され、他端が充填容器内にあり前記配管 L a の他端よりも上部に位置する配管 L b と、定量供給器と配管 L a の間に設けられた開閉弁 V a と、定量供給器と配管 L b の間に設けられた開閉弁 V b と、これらを制動する制御部と、を備える。

【0026】

<本発明に係る液体材料の供給装置の基本的な構成>

図1は、本発明に係る液体材料の供給装置(以下「本装置」という)の基本的な構成(第1構成例)を例示した概略図である。また、充填容器1および定量供給器2を含む本装置の主要部を、図2に例示する。液体材料の供給に伴う充填容器1内の液面の低下分の補

10

20

30

40

50

充を、定量供給器 2 を用いて定量的に行い、補充時の過充填を、定量供給器 2 と接続する配管 L b によって防止することを特徴とする。充填容器 1 としてパブリング容器を用いた場合を例示している。

【 0 0 2 7 】

液体材料の供給時には、開閉弁 V 1 , V 2 を開状態とし、流路 L 1 (「搬送ガス導入流路」に相当する)を介して充填容器 1 内に搬送ガスが導入される。搬送ガスは、充填容器 1 内部に充填された液体材料の液層 1 a 内でパブリングされ、これに同伴する液体材料とともに、開閉弁 V 2 および流路 L 2 (「材料ガス供給流路」に相当する)を介して、C V D 装置等の消費設備 4 に供給される。

【 0 0 2 8 】

一方、液体材料の補充時には、開閉弁 V 3 を開状態とし、補充用の液体材料を貯留する貯留容器 3 から流路 L 3 (「液体材料補充流路」に相当する)を介して、定量供給器 2 に液体材料が充填される。この状態から、定量供給器 2 と配管 L a の間に設けられた開閉弁 V a と定量供給器 2 と配管 L b の間に設けられた開閉弁 V b を同時に開状態とすることによって、定量供給器 2 に充填された液体材料の液面上部と充填容器 1 に充填された液体材料の液面上部が同圧となり、定量供給器 2 に充填された液体材料は、充填容器 1 内に自重落下する。これによって、一定量の液体材料を充填容器 1 に補充することができる。こうした液体材料の補充操作は、充填容器 1 内の搬送ガスによる液体材料の同伴操作に殆ど影響を与えるものではないことから、搬送ガスは必ずしも停止する必要がなく、液体材料を補充しながら連続的に消費設備 4 への液体材料の供給を行うことができる。

【 0 0 2 9 】

このとき、配管 L b は、過充填の防止機能に大きな役割を果たしている。つまり、配管 L b の他端が液面に接したり液層 1 a 内部に位置した場合に、開閉弁 V a と開閉弁 V b を同時に開状態として定量供給器 2 を配管 L b と接続すると、定量供給器 2 内の液体材料の落下に伴う配管 L b 上部の減圧によって、配管 L b へ液層 1 a から液体材料が吸引され、定量供給器 2 内の液体材料の液面と配管 L b 内の液体材料の液面が同一の位置となり、定量供給器 2 , 配管 L a および配管 L b 内に液体材料が残留することがある。もし、この状態で定量供給器 2 内部の充填液が全て充填容器 1 内部に補給されると、配管 L b の他端が液層 1 a 内のさらに下方に位置することとなり、充填容器 1 には過剰に液体材料が供給され液面が上昇する場合がある。従って、定量供給器 2 , 配管 L a および配管 L b 内に液体材料が残留した状態を形成することによって、最大配管 L b の内容積の範囲内において過充填を防止することができる。

【 0 0 3 0 】

ただ、定量供給器 2 に充填された液体材料を自重落下ではなく、強制的に充填容器 1 内に補充する機能を有する構成を設けることが好ましい場合がある。具体的には、配管 L b 内部に液体材料が混入した場合には、定量供給器 2 内の液体材料を自重で充填容器 1 に押し出すことができないことがある。また、充填容器 1 から供給された液体材料の消費設備 4 において、一時的に消費量が低下した場合があっても、所定の時間(期間)では略一定の液体材料が消費されることが一般的であり、安定した液体材料の供給が要求されることが多い。一時的に配管 L b の他端が液面に接したり液層 1 a 内部に位置し、定量供給器 2 , 配管 L a および配管 L b 内に液体材料が残留した状態が形成されることがあっても、液体材料の補充量を一定にすることによって、安定した液体材料の供給が可能となる。具体的には、定量供給器 2 と開閉弁 V b の間の流路を分岐して設けられた分岐流路 L c と、分岐流路 L c に接続され不活性ガスの供給可能な流路 L d と、流路 L d の一端と分岐流路 L c の間に設けられた開閉弁 V c と、を備え、液体材料の補充時に、流路 L d に不活性ガスを供給するとともに、開閉弁 V c を開状態として定量供給器 2 , 配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器内に補充することができる機能を有することが好ましい。定量供給器 2 と配管 L b の接続部に設けられた分岐流路 L c に対して所定圧の不活性ガスを導入することによって、定量供給器 2 , 配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を円滑に充填容器 1 内に補充することができる。



## 【 0 0 3 1 】

このとき、図2のように、流路L dが所定の内容積を有するとともに、流路L dを所定の加圧条件にした状態での圧力値と、開閉弁V cの開閉前後の圧力値から、定量供給器2内の液体材料の液量を測定することが好ましい。つまり、定量供給器2の充填量の確認および上記のような残留量を確認することによって、より正確に液体材料の補充量を把握することができる。定量供給器2を、単にその全容量の液体材料を補充する計量管として用いるだけでなく、液体材料の消費量が変動する場合や少量の液体材料を補充する場合の補充量の監視することによって、精度よく充填容器内の液面管理を行うことができる。具体的には、流路L dの他端に設けられた開閉弁V dと、分岐流路L cに設けられた圧力計P cと、流路L dに設けられた圧力計P dと、を備え、定量供給器の上部に設けられた分岐流路L cに所定の内容積を有する流路L dを接続し、加圧状態の配管L dを分岐流路L cおよび定量供給器2と導通させ、導通前後の配管L dと分岐流路L cの圧力変化を測定することによって、定量供給器2内の液体材料の液量を測定することができる。こうした圧力値や温度あるいは流量等をパラメータとして、開閉弁の作動や後述する充填容器1の温度制御など本装置における種々の制御機能は、制御部(図示せず)によって統括的に制御される。

10

## 【 0 0 3 2 】

〔液体材料について〕

ここでいう液体材料とは、半導体製造プロセスなどにおいて用いられている、例えば、エチルアルコールやイソプロピルアルコール、フッ酸やリン酸などの処理用液体材料や、モノシラン、ジエチルシラン、ジエチル亜鉛や四塩化チタン等に代表される半導体デバイス用液体材料など各種の液体材料を挙げることができる。

20

## 【 0 0 3 3 】

〔搬送ガスについて〕

また、搬送ガスとしては、液体材料に対する反応性や溶解性がなく、入手が容易で操作し易いガスが好ましい。具体的には、例えば、窒素やアルゴンなどの不活性ガスを挙げることができる。また、流路L dを所定の加圧条件とするために開閉弁V dから供給されるガス(加圧用ガス)も、液体材料と直接接触することから、汎用ガスと同じガスを用いることが好ましい。

## 【 0 0 3 4 】

〔充填容器について〕

充填容器1は、消費設備4に供給するに十分な液体材料を充填できる内容量を有し、上記液体材料の成分によって耐蝕性や堅牢性などを有する材質等が設定される。充填容器1には、搬送ガスが導入される流路L 1が設けられ、本装置においては、液体材料の液層1 a内まで配設され、その端部から供給された搬送ガスによってパブリングされる。端部は、充填容器1の底面に近い位置に設けることによって残留量を低減することができ、より効率的に液体材料を同伴することができる。消費設備4と接続される流路L 2は、液や飛沫の混入を防止するために、充填容器1の上面あるいは上側面に設けられる。充填容器1に設けられた配管L aおよびL bは、円滑に液体材料が流通できるように滑性ある内面を有することが好ましい。配管L aの他端(充填容器内の端部)は、所望の充填液量での液面よりも下方で底面から所定の高さの位置に設定される。また、配管L bの他端(充填容器内の端部)は、設定された液面に対し、定量供給器2の内容積を充填容器断面積で除した値を超える高さに設けられることが好ましい。補充操作後においても、配管L bの他端が液面に接したり液層1 a内部に位置しないようにすることによって、定量供給器2の計量管としての役割を確保することができる。充填容器1には、図2に示すように、内部の液層1 aの液体材料の温度を一定に保持するために、液層1 a内にヒータH 1が配設される。また、充填容器1の周囲を保温材1 bによって包むとともに、ヒータH 2(温度制御機能付が好ましい)によって保温材1 bの温度を一定に保持することによって、液層1 aの液体材料の温度の安定性を確保することができる。

30

40

## 【 0 0 3 5 】

50

## 〔定量供給器について〕

定量供給器 2 は、本装置において、上記のように、計量管としての役割とともに、液体材料の補充量監視機能を有する。従って、充填容器に補充するに十分な液体材料を充填できる内容量を有し、充填された液体材料が円滑に排出できるように円筒体を垂直あるいは僅かな傾斜角を有して配設されることが好ましい。また、上記液体材料の成分によって耐蝕性や堅牢性を有する材質等が設定される。定量供給器 2 は、その下部において配管 L a と開閉弁 V a を介して充填容器 1 内の液層 1 a に接続し、上部において配管 L b と開閉弁 V b を介して充填容器 1 内の液面上部空間に接続することによって、その内部に充填された液体材料を充填容器 1 に補充することができる。また、上部において分岐流路 L c を介して流路 L d と接続することによって、不活性ガスによる充填された液体材料の強制的排出を可能とし、定量供給器 2 内の液体材料の充填量あるいは残留量を確認することができる。このように、充填容器 1 に補充する液体材料を定量供給器 2 および配管 L b を利用して行うことによって、定量補充の確保と過剰補充の排除を可能としている。

10

## 【 0 0 3 6 】

## 〔貯留容器について〕

貯留容器 3 は、外部からの汲み入れや汲み出しを行い、補充用液体材料を貯留するとともに、定量供給器 2 に液体材料を供給するための流路 L 3 と接続される。本装置は、液体材料の本装置への導入段階から消費設備 4 への供給段階の全ての操作において、外気の混入は液体材料の汚染および流路の汚染を生じることから排除する必要がある。例えば、半導体製造プロセスなどにおいて用いられるモノシランやジエチルシランなど外気との接触を嫌うものを挙げるができる。従って、流路 L 3 の一端が貯留容器 3 に貯留された液体材料の液層 3 a 内に浸され、貯留容器 3 の頭頂部から不活性ガスを供給し、その供給圧によって、定量供給器 2 に液体材料を補充することが好ましい。貯留容器 3 の液面に不活性ガスの圧力を付加することによって、外気との接触なしで、貯留容器 3 内の液体材料を円滑に充填容器 1 に移行することができる。

20

## 【 0 0 3 7 】

## 〔その他の構成部品について〕

また、本装置においては、開閉弁・圧力計などの部品（特に圧力計）を、直接液体材料に接触しない構成とした。こうした部品は、構造上の観点からも一度液体材料がセンサ部に触れてしまうとなかなか取り除くことができない。また、この部分が劣化・変性してしまうと部品の品質低下を招き、センサ部のダイヤフラムなどの腐食へも繋がり、好ましくない。そこで、こうした構成により、部品の品質を保ち、部品の延命効果も期待できる。また、ガス状の液体材料が部品に接触してしまうことは避けられないが、後述する液体材料の充填操作等を行う都度、不活性ガスによって清浄されるため部品の劣化を防止することができる。

30

## 【 0 0 3 8 】

## ＜本装置における充填容器内の液面管理方法＞

本装置は、液体材料の消費量に対応した安定的な供給を目的とするものであり、搬送ガスによる液体材料の安定した同伴を確保するためには、充填容器 1 内の液体材料の温度の安定化とともに、液量（液面）の安定化は非常に重要である。つまり、搬送ガスに同伴され供給された液体材料分が、常時あるいは定期的に補充される必要がある。以下、本装置における液面管理方法として、液体材料を補充する方法を、液体材料の供給量および液面の位置（液量）という条件に対応して説明する。

40

## 【 0 0 3 9 】

本装置における充填容器 1 内の液面管理方法は、定量供給器 2 に液体材料を充填した状態を形成した後、定量供給器 2 の下端部を、配管 L a を介して充填容器 1 内の液体材料の液層 1 a 内と導通させると同時に、定量供給器 2 の上端部を、配管 L b を介して液層 1 a 上部の空間と導通されることによって、定量供給器 2 内の液体材料を充填容器 1 内に補充し充填容器 1 内の液面が一定となるように制御することを特徴とする。また、搬送ガスによって液体材料を供給すると同時に、液体材料を充填容器内に補充することができることを

50

特徴とする。つまり、本装置は、定量供給器 2 を計量管として使用するとともに、配管 L b との組み合わせによって過充填を防止することができる。充填容器 1 からの供給量（消費設備の消費量）が略一定の場合に、定期的に補充することによって、所定の液面を維持し安定した搬送ガスによる同伴（液体材料の安定供給）を確保することができる。こうした操作は、搬送ガスによって液体材料を供給する操作と同時並行して行うことができる。

#### 【 0 0 4 0 】

〔充填容器からの液体材料の供給とその補充操作について〕

次に、充填容器 1 からの液体材料の供給とその補充操作について、具体的な条件設定を行った場合を例示した上で説明する。

#### 【 0 0 4 1 】

〔 1 〕搬送ガスによる液体材料の供給

搬送ガスによる液体材料の液層 1 a 内のバブリングによって、安定した液体材料の同伴を確保する。つまり、液層 1 a の表面を滑るように搬送ガスを流す方法や蒸散した液体材料を吸引する方法によっては、一定量の液体材料の供給は難しく、気液接触の大きなバブリングにより液体材料の安定した供給を行うことができる。具体的には、開閉弁 V 1 , V 2 が開かれ、流路 L 1 を介して充填容器 1 内に導入された搬送ガスは、液層 1 a 内でバブリングされ、これに同伴する液体材料とともに、開閉弁 V 2 および流路 L 2 を介して、消費設備 4 に供給される。

#### 【 0 0 4 2 】

〔 2 〕充填容器内への一定量の液体材料の補充（液体材料の自重を利用）

充填容器 1 内への一定量の液体材料の補充方法は、図 3 に例示するように、以下の操作手順によって行われる。例えば、液体材料をジエチル亜鉛（D E Z n）とし、搬送ガスをアルゴン（A r）とし、各部の圧力や容量等を所定の数値にて例示する。むろんこれに限定されるものではない。

#### 【 0 0 4 3 】

〔 2 - 1 〕補充待機状態

図 3（A）に示すように、初期状態として開閉弁 V 1 , V 2 , V a , V b は開状態（黒状態、以下同様とする）とし、充填容器 1 と定量供給器 2 は開放状態とする。このとき、例えば、定量供給器 2 の容量を 3 0 m L とし、定量供給器 2 内の圧力が 5 0 K p a であったとすると、定量供給器 2 内には A r が約 1 5 m L 封入された状態となる。

#### 【 0 0 4 4 】

〔 2 - 2 〕定量供給器への液体材料の充填

図 3（B）に示すように、開閉弁 V a , V b を閉状態（白状態）にした後、開閉弁 V 3 を開状態にして、貯留容器（図示せず）からの液体材料を定量供給器 2 内へ充填する。充填後、開閉弁 V 3 を閉状態にする。例えば、貯留容器より 3 0 0 K p a にて液体を補充した場合、定量供給器 2 内の A r は 3 0 0 K p a に圧縮され 5 m L となり、定量供給器 2 には 2 5 m L の D E Z n が充填される（このときの定量供給器 2 内へ充填される液体材料の量は、定量供給器 2 の内容積および充填前の定量供給器 2 内の圧力と定量供給器 2 へ補充する液体材料の供給圧力との関係によって決まる。具体的な計算値および実証結果は、後述する〔実施例〕における〔表 1〕を参照のこと）。また、開閉弁 V d を開閉させ、配管 L d 内に加圧用ガスを充填させておく。

#### 【 0 0 4 5 】

〔 2 - 3 〕充填容器への定量補充

図 3（C）に示すように、開閉弁 V b を開状態にし、定量供給器 2 内と充填容器 1 内を同じ圧力にする。開閉弁 V a を開状態にし、定量供給器 2 内に充填された液体材料を自重によって充填容器 1 に補充する。例えば、定量供給器 2 内の 3 0 0 K p a に圧縮された A r が充填容器 1 の圧力まで膨張し、2 5 m L の D E Z n が充填容器 1 に補充される。

#### 【 0 0 4 6 】

〔 2 - 4 〕充填容器への補充と消費設備への供給

充填容器 1 内の液体材料の消費量が分かっている場合は、想定消費量に対して補充量が

10

20

30

40

50

同量になるように補充間隔を制御し、上記 [ 2 - 2 ] [ 2 - 3 ] の操作を繰り返せば、バッチ方式により、液面はある一定の変化範囲に制御することができる。DEZnの比重を1.2とすると、25mLのDEZnは30gとなり、充填容器1からDEZnを10g/minの供給する場合には、3分に1回この補充動作を行うことによって、安定したDEZnの供給を行うことができる。

【0047】

上記 [ 2 - 2 ] ~ [ 2 - 4 ] の操作は、配管Lbの他端が液面に接触することがない場合において行うことができ、液体材料を消費設備4に供給しながら、充填容器1に補充することが可能である。充填容器1への液体材料の充填あるいは補充を、定量供給器2内部に搬送ガスが存在する状態で行うことから、いわゆるウォーターハンマーを防止することができる。従って、流路を構成する開閉弁や圧力計などを破損することなく、急激な圧力変化によって分解・変性するような液体材料を対象とする場合であっても、穏やかに定量供給器へ補充することができるため、液体材料の品質を保つことができる。

10

【実施例】

【0048】

上記操作 [ 2 ] における定量供給器2内へ充填される液体材料の量 ( a ) は、定量供給器2の内容積 ( 例えば30mL ) および充填前の定量供給器2内の圧力 ( b ) と定量供給器へ補充する液体材料の供給圧力 ( c ) との関係によって決まる。下表1は、定量供給器2内の圧力 ( b ) と液体材料の供給圧力 ( c ) をパラメータとして、計算上の充填量 ( a ) を算出するとともに、実際に、上記操作 [ 2 ] に例示した条件値によって本装置を操作したときの充填容器1内の液面の高さおよび補充量を求めたものである。所定範囲内の実測値と計算値の一致を確認することができる。

20

【0049】

【表1】

(b) 定量供給器内の圧力(kPa)	50		50		50	
(c) 液体材料の供給圧力(kPa)	200		175		150	
(a) 液体材料の充填量(mL)	26.27		25.02		23.35	
	液面の高さ (cm)	補充量 (mL)	液面の高さ (cm)	補充量 (mL)	液面の高さ (cm)	補充量 (mL)
1回目	35.0	29.44	32.5	27.39	30.2	25.50
2回目	34.7	29.19	32.4	27.31	30.2	25.50
3回目	34.9	29.36	32.3	27.23	30.1	25.42
4回目	34.9	29.36	32.3	27.23	30.0	25.34
5回目	34.9	29.36	32.3	27.23	30.1	25.42
(b) 定量供給器内の圧力(kPa)	70		70		70	
(c) 液体材料の供給圧力(kPa)	200		175		150	
(a) 液体材料の充填量(mL)	22.77		21.01		18.68	
	液面の高さ (cm)	補充量 (mL)	液面の高さ (cm)	補充量 (mL)	液面の高さ (cm)	補充量 (mL)
1回目	28.8	22.72	23.1	19.68	20.0	17.14
2回目	28.7	28.63	23.2	19.76	20.1	17.22
3回目	28.7	28.63	23.2	19.76	20.2	17.31
4回目	28.7	28.63	23.2	19.76	20.0	17.14
5回目	28.7	28.63	23.2	19.76	20.0	17.14

30

40

【0050】

[ 3 ] 充填容器内への一定量の液体材料の補充 ( 加圧用ガスを利用 )

本装置における充填容器1内への一定量の液体材料の補充方法には、図4に例示するように、液体材料の自重ではなく加圧用ガスを利用した方法があり、以下の操作手順によって行われる。上記操作 [ 2 ] において、配管Lb内に液体材料が導入されていると、定量供給器2内の液体材料の自重による落下が生じないことがあるため、これを排除するため

50

である。加圧用ガスとして搬送ガスと同様にアルゴン（Ar）を用いた場合を例に詳述する。なお、上記〔2〕と同様の操作条件は、省略することがある。

【0051】

〔3-1〕補充待機状態

図4（A）に示すように、初期状態として開閉弁V1，V2，Va，Vbは開状態とし、充填容器1と定量供給器2は開放状態とする。

〔3-2〕定量供給器への液体材料の充填

図4（B）に示すように、開閉弁Va，Vbを閉状態にした後、開閉弁V3を開状態にして、貯留容器（図示せず）からの液体材料を定量供給器2内へ充填する。充填後、開閉弁V3を閉状態にする。

10

〔3-3〕配管Ldへの加圧用ガスの充填

図4（C）に示すように、開閉弁Vcを閉状態したまま開閉弁Vdを開状態にして、加圧ガス供給装置（図示せず）からの加圧用ガスを配管Ld内へ充填する。所定の圧力条件で安定した状態で、開閉弁Vdを閉状態にする。このときの圧力条件は、配管Lb内の液体材料を押し出すだけの加圧用ガスを配管Ldに確保できるように設定される。また、本操作は、上記操作〔3-2〕と同時に行うこともできる。

〔3-4〕定量供給器上部の開放（配管Lb経由）

図4（D）に示すように、開閉弁Vbを開状態にして、定量供給器2内と充填容器1内を同じ圧力にする。このとき、定量供給器2内の上部に圧縮された搬送ガスの圧力によって配管Lb内に導入された液体材料の一部が押し出されるが、一部残留する可能性がある。

20

〔3-5〕配管Lbへの加圧用ガスの導入

図4（E）に示すように、開閉弁Vcを開状態にして、定量供給器2および開閉弁Vbを介して加圧用ガスを配管Lb内に導入し、配管Lb内に残留する液体材料があれば充填容器1内に戻す。

〔3-6〕充填容器への定量補充

図4（F）に示すように、開閉弁Vcを閉状態、開閉弁Vaを開状態にし、定量供給器2内に充填された液体材料を自重によって充填容器1に補充する。

【0052】

上記〔3-2〕～〔3-6〕の操作は、配管Lb内部に液体材料が混入するおそれがある場合に効果的であり、定量供給器2内の液体材料を自重で充填容器1に押し出すことができる。このときも、加圧用ガスとして搬送ガスと同じガスを用い、配管Lbの残留液を除去できる量の加圧用ガスであれば、消費設備4に供給される液体材料の供給量に与える影響もほとんどなく、液体材料を消費設備4に供給しながら、充填容器1に補充することが可能である。

30

【0053】

〔配管Lbが液面と接触あるいは液層内に浸る可能性がある場合の液体材料の補充〕

配管Lbが液面と接触あるいは液層内に浸る可能性は、（i）突発的あるいは一時的に生じた場合、（ii）充填容器1の容量に比較して液体材料の供給量が多く、定量供給器2からの補充量が充填容器1の容量の相当量を占める場合、あるいは（iii）消費量の変動に伴い供給量が消費量を上回った場合などいくつかあるが、いずれにしても、配管Lb内に液体材料が導入されていると、定量供給器2内の液体材料の自重による落下が生じないことがあるため、これを排除するために上記〔2〕および〔3〕と異なる方法を採用が必要がある。

40

【0054】

つまり、充填容器1内の液体材料の減少量が補充量を下回った場合、上記〔2〕および〔3〕の操作を継続すると、充填容器1内の配管Lbの他端に液面が接するまで、定量供給器2から充填容器1まで材料が補充される。厳密には、開閉弁Vaが開状態となり、定量供給器2から自重により液体材料が落下すると、定量供給器2上部が減圧状態となり配管Lb内に液体材料が導入され（あるいは導入された液体材料が上昇し）、その液面が定量供給器2内の液面の高さと同しくなる。この動作により、充填容器1内の液面の高さは

50

配管 L b の他端の位置よりも高く補充されることはなく、配管 L b 内に液体材料が詰まっている状態かつ充填容器 1 内の液面が配管 L b の他端を下回った場合、開閉弁 V a , V b が開状態の状態でも定量供給器 2 内の材料が充填容器 1 内に補充されることはない。従って、以下の操作によって充填容器 1 へ液体が補充されるとともに、過充填を防止することができる。

【 0 0 5 5 】

[ 4 ] 配管 L b が液面と接触あるいは液層内に浸った状態となった場合

本装置における充填容器 1 内への一定量の液体材料の補充操作において、ある時間における液体材料の補充後に、配管 L b が液層 1 a 内に浸った状態となり、次の操作を行う場合を例に挙げ、図 5 を基に説明する。

10

【 0 0 5 6 】

[ 4 - 1 ] 補充待機状態

図 5 ( A ) に示すように、初期状態として開閉弁 V 1 , V 2 , V a , V b は開状態とし、充填容器 1 と定量供給器 2 は開放状態とする。ここで、拡大図に示すように、液層 1 a 内に浸った配管 L b 内の液面は、その他端より上方に位置し、配管 L a 内の液面は、配管 L b 内の液面と略一致する高さ位置する。

[ 4 - 2 ] 定量供給器への液体材料の充填

図 5 ( B ) に示すように、開閉弁 V a , V b を閉状態にした後、開閉弁 V 3 を開状態にして、貯留容器 ( 図示せず ) からの液体材料を定量供給器 2 内へ充填する。充填後、開閉弁 V 3 を閉状態にする。

20

[ 4 - 3 ] 配管 L d への加圧用ガスの充填

図 5 ( C ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態のまま開閉弁 V d を開状態にして、加圧用ガスを配管 L d 内へ充填する。所定の圧力条件で安定した状態で、開閉弁 V d を閉状態にする。このときの圧力条件は、配管 L b 内の液体材料を押し出すだけの加圧用ガスを配管 L d に確保できるように設定される。また、本操作は、上記操作 [ 4 - 2 ] と同時に行うこともできる。

[ 4 - 4 ] 定量供給器上部の開放 ( 配管 L b 経由 )

図 5 ( D ) に示すように、開閉弁 V b を開状態にして、定量供給器 2 内と充填容器 1 内を略同じ圧力にする。このとき、定量供給器 2 内の上部に圧縮された搬送ガスの圧力によって配管 L b 内に導入された液体材料の一部あるいは全部が押出される。

30

[ 4 - 5 ] 配管 L b への加圧用ガスの導入

図 5 ( E ) に示すように、開閉弁 V c を開状態にして、定量供給器 2 内を介して加圧用ガスを配管 L b 内に導入し、残留する液体材料があれば配管 L b 内の液面に戻される。充填容器 1 内の液面は、配管 L b の液面よりも高いため、加圧用ガスの一部は、配管 L b の他端から液層 1 a 内をバブリングする。バブリング後の配管 L b 内の液面は、拡大図のように、配管 L b の他端に位置する。

[ 4 - 6 ] 充填容器への定量補充

図 5 ( F ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態、開閉弁 V a を開状態にし、定量供給器 2 内に充填された液体材料を自重によって充填容器 1 に補充する。同時に、定量供給器 2 内の液面低下に伴う上部の減圧により、配管 L b の他端から液面が上昇し、拡大図のように、定量供給器 2 あるいは配管 L a 内の液面と配管 L b 内の液面が一致する高さで安定する。従って、定量供給器 2 内に充填された液体材料の全量が充填容器 1 に補充されるのではなく、一部が定量供給器 2 あるいは配管 L a 内に残留する。

40

【 0 0 5 7 】

上記 [ 4 - 2 ] ~ [ 4 - 6 ] の操作は、配管 L b が液面と接触あるいは液層内に浸る可能性がある場合に効果的であり、定量供給器 2 内の液体材料の一部を自重で充填容器 1 に補充するとともに、配管 L b 内の液面上昇によって過充填を防止することができる。

【 0 0 5 8 】

[ 5 ] 定量供給器内に液体材料が残留した状態の場合

本装置における充填容器 1 内への一定量の液体材料の補充操作において、上記 [ 4 ] の

50

操作の後、配管 L b が液層 1 a 内に浸り、定量供給器 2 内に液体材料が残留した状態で、次の操作を行う場合を例に挙げ、図 6 を基に説明する。

【 0 0 5 9 】

[ 5 - 1 ] 補充待機状態

図 6 ( A ) に示すように、初期状態として開閉弁 V 1 , V 2 , V a , V b は開状態とし、充填容器 1 と定量供給器 2 は開放状態とする。ここで、拡大図に示すように、液層 1 a 内に浸った配管 L b 内の液面は、その他端より上方に位置し、定量供給器 2 内の液面は、配管 L b 内の液面と略一致する高さに位置する。

[ 5 - 2 ] 定量供給器への液体材料の充填

図 6 ( B ) に示すように、開閉弁 V a , V b を閉状態にした後、開閉弁 V 3 を開状態にして、貯留容器 ( 図示せず ) からの液体材料を定量供給器 2 内へ充填する。充填後、開閉弁 V 3 を閉状態にする。このとき、定量供給器 2 内には液体材料が残留しており、新たな充填量は、上記操作 [ 2 - 2 ] ~ [ 4 - 2 ] に比較して少量となる。

10

[ 5 - 3 ] 配管 L d への加圧用ガスの充填

図 6 ( C ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態したまま開閉弁 V d を開状態にして、加圧用ガスを配管 L d 内へ充填する。所定の圧力条件で安定した状態で、開閉弁 V d を閉状態にする。このときの圧力条件は、配管 L b 内の液体材料を押し出すだけの加圧用ガスを配管 L d に確保できるように設定される。また、本操作は、上記操作 [ 5 - 2 ] と同時に行うこともできる。

[ 5 - 4 ] 定量供給器上部の開放 ( 配管 L b 経由 )

20

図 6 ( D ) に示すように、開閉弁 V b を開状態にして、定量供給器 2 内と充填容器 1 内を同じ圧力にする。このとき、定量供給器 2 内の上部には、圧縮された搬送ガスが少量であり、その圧力によって押し出される配管 L b 内に残留していた液体材料は、上記操作 [ 3 - 3 ] や [ 4 - 3 ] に比較して少量となる。

[ 5 - 5 ] 配管 L b への加圧用ガスの導入

図 6 ( E ) に示すように、開閉弁 V c を開状態にして、定量供給器 2 内を介して加圧用ガスを配管 L b 内に導入し、残留する液体材料があれば配管 L b 内の液面に戻される。充填容器 1 内の液面は、配管 L b の液面よりも高いため、加圧用ガスの一部は、配管 L b の他端から液層 1 a 内をバブリングする。バブリング後の配管 L b 内の液面は、拡大図のように、配管 L b の他端に位置する。

30

[ 5 - 6 ] 充填容器への定量補充

図 6 ( F ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態、開閉弁 V a を開状態にし、定量供給器 2 内に充填された液体材料を自重によって充填容器 1 に補充する。同時に、定量供給器 2 内の液面低下に伴う上部の減圧により、配管 L b の他端から液面が上昇し、拡大図のように、定量供給器 2 あるいは配管 L a 内の液面と配管 L b 内の液面が一致する高さで安定する。このとき、充填容器 1 内の液面は、配管 L b の液面よりも高いため、補充量は、上記操作 [ 2 - 3 ] 、 [ 3 - 6 ] および [ 4 - 6 ] に比較して少量となる。液体材料の一部が定量供給器 2 に残留する。

【 0 0 6 0 】

上記 [ 5 - 2 ] ~ [ 5 - 6 ] の操作は、配管 L b が液層内に浸った場合に効果的であり、定量供給器 2 内の液面と充填容器 1 内の液面の差に相当する範囲内において液体材料を自重で充填容器 1 に補充するとともに、配管 L b 内の液面上昇によって過充填を防止することができる。なお消費量の増大が予定されている場合等、定量供給器 2 内の液体材料の全量を補充したい場合には、開閉弁 V b を閉状態、開閉弁 V c および V b を開状態として、流路 L d からの加圧用ガスを定量供給器 2 内に導入することによって、自重ではなく圧送によって液体材料の全量を充填容器 1 に補充することができる。

40

【 0 0 6 1 】

[ 6 ] 定量供給器内の液体材料の液量を基に補充量を設定する場合

上記のように、配管 L b に液面が接触している場合、定量供給器 2 内の液体は、自重によって充填容器 1 に補充されることはないため、定量供給器 2 内に液体が残った状態で補

50

充操作が繰り返されると、定量供給器 2 内に液体材料が充満して気層部分がなくなり、定量供給器 2 の上部から液体材料が流れ出し、開閉弁 V b および配管 L b を介して充填容器 1 へ液体材料が補充されてしまう。そこで、定量供給器 2 内に所定量（例えば 30 mL の内容積を有する定量供給器 2 の内の 15 mL）の液体材料が残っている場合は、定量供給器 2 への液体材料の補充操作をしないようにすれば、気層部分が常に一定量以上保たれる。次の操作を行う場合を例に挙げ、図 7 を基に説明する。

#### 【 0 0 6 2 】

##### [ 6 - 1 ] 補充待機状態

図 7 ( A ) に示すように、初期状態として開閉弁 V 1 , V 2 , V a , V b は開状態とし、充填容器 1 と定量供給器 2 は開放状態とする。このとき、拡大図のように定量供給器 2 の内部に液体材料が残っている。例えば、定量供給器 2 の内容量を 30 mL とし、流路 L d の内容量を 15 mL、充填容器 1 および定量供給器 2 内の圧力が 10 K p a であったとする。このときの圧力計 P c の圧力値をメモリする ( P c = P a = 10 k P a )。

10

##### [ 6 - 2 ] 配管 L d への加圧用ガスの充填

図 7 ( B ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態したまま開閉弁 V d を開状態にして、加圧ガス供給装置（図示せず）からの加圧用ガスを配管 L d 内へ充填する。所定の圧力条件で安定した状態で、開閉弁 V d を閉状態にする。圧力計 P d の圧力値をメモリする。

##### [ 6 - 3 ] 定量供給器への加圧用ガスの充填

図 7 ( C ) に示すように、開閉弁 V c を開状態にして、配管 L d からの加圧用ガスを定量供給器 2 内へ導入する。このときの圧力計 P c の圧力変化量 P により定量供給器 2 内の気層部体積を求める。例えば、この時気層部の体積が 15 mL とすると残りの部分の体積 15 mL が液体体積となる。

20

#### 【 0 0 6 3 】

##### [ 6 - 4 ] 定量供給器内に液体材料が一定量以下の場合

上記操作 [ 6 - 3 ] において、定量供給器内に液体材料が一定量以下の場合（例えば 15 mL 未満）、図 7 ( D ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態、開閉弁 V b を開状態として定量供給器 2 内の圧力を充填容器 1 の圧力と同じにする。

##### [ 6 - 5 ] 定量供給器への液体材料の充填

図 7 ( E ) に示すように、開閉弁 V a , V b を閉状態にした後、開閉弁 V 3 を開状態にして、定量供給器 2 内の充填量が 15 mL となるように、貯留容器（図示せず）からの液体材料を定量供給器 2 内へ充填する。充填後、開閉弁 V 3 を閉状態にする。同時に、上記操作 [ 6 - 2 ] 開閉弁 V d を開状態として、流路 L d に加圧用ガスを充填しておく。

30

##### [ 6 - 6 ] 定量供給器上部の開放（配管 L b 経由）

図 7 ( F ) に示すように、開閉弁 V 3 , V d を閉状態、開閉弁 V b を開状態にして、定量供給器 2 内と充填容器 1 内を略同じ圧力にする。このとき、定量供給器 2 内の上部に圧縮された搬送ガスの圧力によって配管 L b 内に導入された液体材料の一部が押出されるが、一部残留する可能性がある。

##### [ 6 - 7 ] 配管 L b への加圧用ガスの導入

図 7 ( G ) に示すように、開閉弁 V b , V c を開状態にして、定量供給器 2 および開閉弁 V b を介して加圧用ガスを配管 L b 内に導入し、残留する液体材料があれば充填容器 1 内に戻す。

40

##### [ 6 - 8 ] 充填容器への定量補充

図 7 ( H ) に示すように、開閉弁 V c を閉状態、開閉弁 V a , V b を開状態にし、定量供給器 2 内に充填された液体材料の一部を自重によって充填容器 1 に補充する。

##### [ 6 - 9 ] 充填容器への補充と消費設備への供給

一定時間が経つと、配管 L b の他端が液面に接触することがない状態となり、上記操作 [ 2 ] を行うことができる。充填容器 1 内の液体材料の消費量が分かっている場合は、想定消費量に対して補充量が同量になるように補充間隔を制御し、上記 [ 2 - 2 ] [ 2 - 3 ] の操作を繰り返せば、パッチ方式により、液面はある一定の変化範囲に制御することができる。定量供給器内に補充される液体材料量が 15 mL、液体材料の消費速度が 5 m

50



L / m i n の場合、3分に1回この補充動作を行うことによって、安定した D E Z n の供給を行うことができる。

【 0 0 6 4 】

[ 6 - 1 0 ] 定量供給器内に液体材料が一定量存在する場合

上記操作 [ 6 - 3 ] において、定量供給器 2 内に液体材料が一定量存在する場合（例えば 1 5 m L 以上）、開閉弁 V b を開状態の状態にし、次のタイミングの液体材料補充まで待つ。一定時間が経つと、配管 L b の他端が液面に接触することがない状態となり、上記操作 [ 2 ] を行うことができる。この設定時間は液体材料の消費速度と定量供給器 2 の容量によって決める。例えば、定量供給器 2 内に充填される液体材料量が 1 5 m L、液体材料の消費速度が 5 m L / m i n の場合、3分に1度程度の繰返しを行う。

10

【 0 0 6 5 】

上記操作により定量供給器 2 内に液体材料が存在している場合は、充填容器 1 内の液面と配管 L b が接触していると判断できる。つまり、他の液面センサを用いることなく、液体材料を補充しなくてはならない状態か、あるいは補充が必要な状態なのか判断することができる。また、定量供給器 1 内に搬送ガスが存在する状態にて液体材料を補充できるので、ウォーターハンマーを防止することができ、開閉弁や圧力計を破損させる大きな原因を取り除くこともできる。そして急激な圧力変化によるストレスによって分解・変性するような材料にとっては穏やかに定量供給器 2 へ補充することができるため、材料の品質を保つためにも有効な手段である。

【 0 0 6 6 】

なお、上記操作 [ 4 ] ~ [ 6 ] においては、定量供給器 2 内の液体材料の補充を制限して過充填の防止を図ったが、消費量の増大が予定されている場合等、定量供給器 2 内の液体材料の全量を補充したい場合には、開閉弁 V b を閉状態、開閉弁 V c および V b を開状態として、流路 L d からの加圧用ガスを定量供給器 2 内に導入することによって、自重ではなく圧送によって液体材料の全量を充填容器 1 に補充することができる。つまり、流路 L d を所定の加圧条件にした状態から、定量供給器 2 と流路 L d の導通および定量供給器 2 と配管 L b の導通を行い、定量供給器、配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器 1 内に補充した後、上記 [ 2 ] ~ [ 6 ] のいずれかの操作を行うことによって、液面を一定に制御することができる。具体的には、定量供給器 2 の上部に加圧可能な流路 L d を設け、加圧用ガスを用いて流路 L d 内および充填容器 1 内の加圧状態を作り出し、各圧力値を監視することによって、定量供給器 2 内の液体材料の液量を測定するとともに、こうした加圧状態を利用し、定量供給器 2、配管 L a および配管 L b 内に残留する液体材料を充填容器 1 内に補充し、定量供給器 2 内に液体材料の残量がないようにすることによって、充填容器内の液面を一定に制御することができる。

20

30

【 0 0 6 7 】

〔その他の補充操作について〕

本装置は、こうした消費量の変動する場合にあっても、液面を充填容器 1 内の圧力によってモニタし、定量供給器 2 からの補充量を制御することによって、液体材料の液面を一定に保つことができ、安定した液体材料の供給を行うことができる。つまり、消費設備 4 の仕様や種類によっては、消費量が安定しない場合あるいは常時変動する場合がある。このとき、充填容器 1 内の圧力をモニタし、定量供給器 2 に充填された液体材料を充填容器 1 内に補充した前後の圧力値から液面の位置を推算し、過量の場合は補充を停止し、不足がある場合は不足量を定量供給器 2 に液体材料を充填し、定量供給器 2 内の液体材料を充填容器 1 内に補充し、液面が一定となるように制御することができる。特に、充填容器 1 内に補充する時に搬送ガスを停止し、充填容器 1 内を液面および空間を安定化することによって、精度よく制御することができる。なお、定量供給器 2 からの補充量は、定量供給器 2 の一定容量分を繰返して制御する方法と、容量を大きくし、その容量分の繰返しと内容積の一部による微調整とを組み合わせる方法のいずれも用いることが可能である。

40

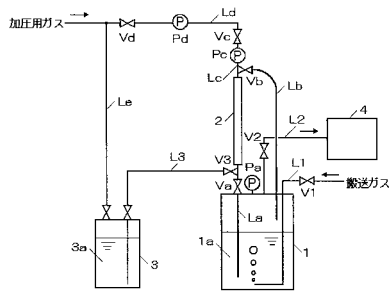
【 符号の説明 】

50

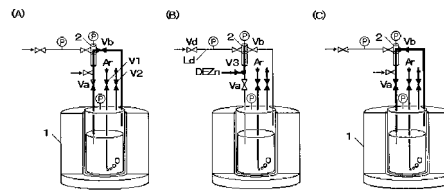
【 0 0 6 8 】

- 1 充填容器
- 1 a , 3 a 液層
- 2 定量供給器
- 3 貯留容器
- 4 消費設備
- L 1 , L 2 , L 3 , L c , L d , L e 流路
- L a , L b 配管
- P a , P c , P d 圧力計
- V 1 , V 2 , V 3 , V a , V b , V c , V d 開閉弁

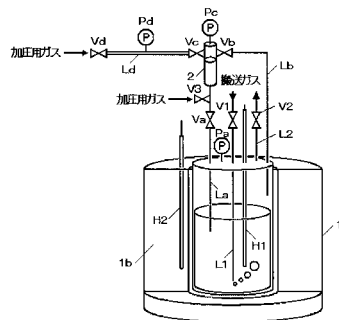
【 図 1 】



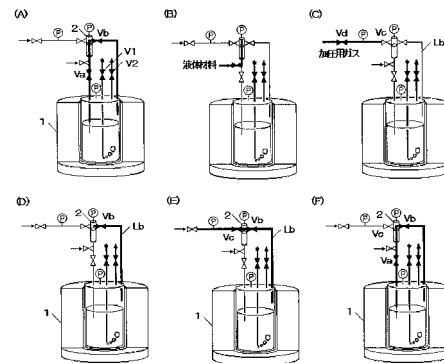
【 図 3 】



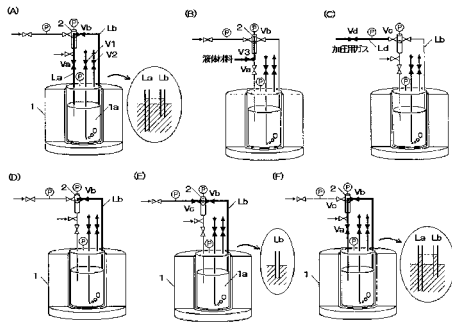
【 図 2 】



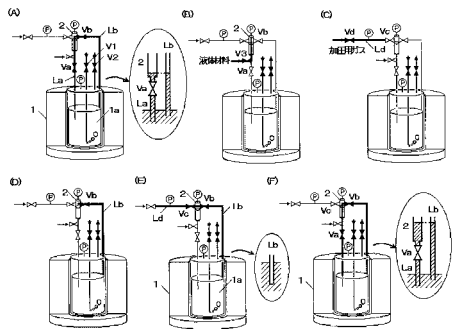
【 図 4 】



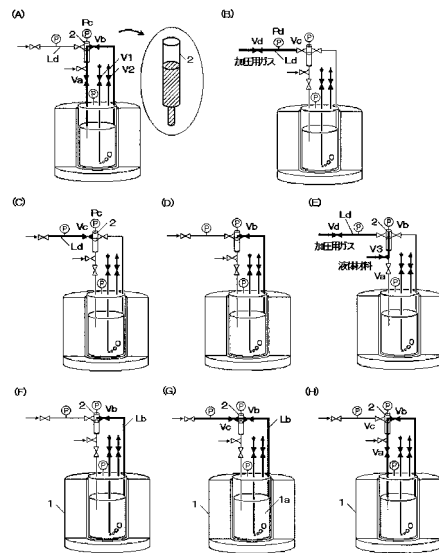
【 図 5 】



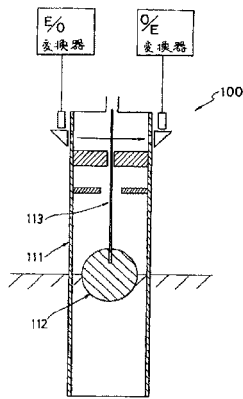
【 図 6 】



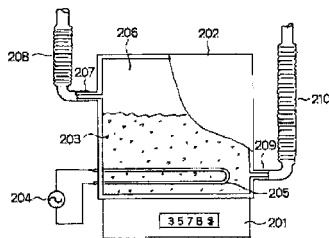
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
**B 6 7 D 7/72 (2010.01) B 6 7 D 7/72**

- (72)発明者 木本 雅裕  
 東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内
- (72)発明者 滋野 哲郎  
 東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内
- (72)発明者 室 正晃  
 東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内
- (72)発明者 中本 直之  
 東京都江東区東雲1丁目9番1号 日本エア・リキード株式会社内

審査官 北村 一

- (56)参考文献 特開平08-203832(JP,A)  
 特開平06-196419(JP,A)  
 特開2002-143751(JP,A)  
 特開2007-155447(JP,A)  
 特開2000-177797(JP,A)  
 特開平08-337296(JP,A)  
 実開昭49-048692(JP,U)  
 特開昭49-064011(JP,A)  
 実開昭63-019570(JP,U)  
 特開昭55-064727(JP,A)  
 特開2004-277009(JP,A)  
 特開昭63-044500(JP,A)  
 実開平07-009433(JP,U)  
 特開2000-046631(JP,A)  
 実開昭62-001124(JP,U)

## (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B 6 7 D 7/00 - 7/86 ; 3/00 - 5/00  
 H 0 1 L 21/205  
 C 2 3 C 14/24  
 G 0 1 F 23/14 - 23/18 ; 22/02