

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3644790号
(P3644790)

(45) 発行日 平成17年5月11日(2005.5.11)

(24) 登録日 平成17年2月10日(2005.2.10)

(51) Int.Cl.⁷

F I

C O 1 B 5/00

C O 1 B 5/00

A

H O 1 L 21/31

H O 1 L 21/31

E

請求項の数 8 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願平9-109989	(73) 特許権者	000205041
(22) 出願日	平成9年4月28日(1997.4.28)		大見 忠弘
(65) 公開番号	特開平10-297907		宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2-1-17-301
(43) 公開日	平成10年11月10日(1998.11.10)	(73) 特許権者	390033857
審査請求日	平成13年6月22日(2001.6.22)		株式会社フジキン
			大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号
		(74) 代理人	100082474
			弁理士 杉本 丈夫
		(73) 特許権者	503121103
			株式会社ルネサステクノロジ
			東京都千代田区丸の内二丁目4番1号
		(74) 代理人	100082474
			弁理士 杉本 丈夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 水分発生用反応炉

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

二つの炉本体部材(2)、(3)を組合せて形成され、内部に空間部(1a)を有する反応炉本体(1)と；一方の炉本体部材(2)に穿設され、前記空間部(1a)へ原料ガスを導入するガス供給通路(2c)と；他方の炉本体部材(3)に穿設され、前記空間部(1a)から生成水を導出する水分ガス出口通路(3c)と；前記ガス供給通路(2c)と対向状に炉本体部材(2)の空間部側に固着され、ガス供給通路(2c)からの原料ガスを空間部(1a)内へ拡散させる入口側反射体(9)と；前記反応炉本体(1)の空間部(1a)内に配設したフィルタ(10)と；前記水分ガス出口通路(3c)と対向状に配設され、炉本体部材(3)の空間部側にその内壁面と間隙(G)を保持して固着した板状体から成る出口側反射体(12)と；反応炉本体(1)の内壁面に設けた白金コーティング皮膜(13)と；から構成した水分発生用反応炉。

【請求項2】

入口側反射体(9)を、ガス供給通路(2c)と同軸状に炉本体部材(2)の空間部側に固着した壁面に透孔(9c)を有する筒状のケース体(9a)と、ケース体(9a)の内側端面を閉鎖する反射板(9b)とから成る入口側反射体(9)とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項3】

入口側反射体(9)を、ガス供給通路(2c)と対向状に配設され、炉本体部材(2)の空間部側にその内壁面と所望の間隙を保持して固着した板状体から成る入口側反射体(

10

20

9)とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項4】

フィルタ(10)を、 $200\mu\text{m}$ 以下の透孔を有するフィルタ(10)とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項5】

出口側反射体(12)と、炉本体部材(3)との間隙(G)を $0.5\sim 2.0\text{mm}$ とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項6】

出口側反射体(12)の炉本体部材(3)と対向する側の表面積を、白金コーティング皮膜(13)の表面積の $15\sim 25\%$ にした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

10

【請求項7】

出口側反射体(12)の炉本体部材(3)の白金コーティング皮膜(13)と対向する側の外表面に、白金コーティング皮膜を設けるようにした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

【請求項8】

反応炉本体(1)を、ほぼ同形態の彎曲面状の窪部(2a)を有する炉本体部材(2)と彎曲面状の窪部(3a)を有する炉本体部材(3)とを、又はほぼ同形態の平らな底面の窪部(2a)を有する炉本体部材(2)と平らな底面の窪部(3a)を有する炉本体部材(3)とを対向状に組合せて形成すると共に、両本体部材(2)、(3)の中央部にフィルタ(10)を配設する構成とした請求項1に記載の水分発生用反応炉。

20

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、主として半導体製造設備で用いる水分発生用反応炉の改良に関するものである。

【0002】

【従来の技術】

例えば、半導体製造に於ける水分酸化法によるシリコンの酸化膜付では、標準状態への換算値で $1000\text{cc}/\text{min}$ (以下 1000scm と呼ぶ)前後の超高純度水蒸気を必要とする。そのため、本件出願人は先きに図7に示す構造の水分発生用反応炉を開発し、特願平8-242246号として公開している。

30

【0003】

上記図7の反応炉本体21は、ガス供給用継手24及び水分ガス取出用継手25を備えた耐熱性の炉本体部材22、23と、反応炉21の内部に両炉本体部材22、23のガス供給通路24a及び水分ガス出口通路25aと対向状に設けた入口側反射板29a及び出口側反射板29bと、反応炉21の内部中央に設けたフィルタ30と、炉本体部材23の内壁面に設けた白金コーティング皮膜32等とから形成されている。

また、前記白金コーティング皮膜32は、炉本体部材23の内壁面に形成したTiN等の窒化物からなるバリヤー皮膜32aの上に、蒸着工法やイオンプレーティング工法等によって白金皮膜32bを固着することにより形成されている。

40

【0004】

而して、ガス供給通路24aを通して反応炉本体21の内部へ供給された水素及び酸素は、入口側反射板29a、フィルタ30及び出口側反射板29bから成る拡散用部材によって拡散され、白金コーティング皮膜32と接触する。白金コーティング皮膜32と接触した酸素及び水素は、白金の触媒作用によって反応性が高められ、所謂ラジカル化された状態となる。ラジカル化された水素と酸素は、水素混合ガスの発火温度よりも低い温度下で瞬時に反応をし、高温燃焼をすることなしに水分を生成する。

【0005】

前記図7の反応炉本体21は、水分発生装置の大幅な小型化が図れ、しかもより高い反応性と応答性の下で 1000scm を越える量の高純度水蒸気や高純度水蒸気と酸素との

50

混合ガスを得ることができ、半導体製造技術の分野に於いて画期的な注目を集めているものである。

【0006】

図8は、前記図7の反応炉本体21（外径約134mm、厚さ70mm、内容積約490cc、水分発生量1000sccm、炉温度約400）に於ける水分発生反応率の経時変化を示すものであり、原料ガスが酸素リッチ又は水素リッチなガスであっても、約98.5～99.0%の水分発生反応率の下で水を安定して生成することができる。

【0007】

しかし、反応炉本体21の温度が約400以下、水分発生量が1000sccm以上の条件下に於いては、前記水分発生反応率を約99.0%以上に上昇させることは困難であり、約1%程度の未反応の酸素や水素が生成した水分中へ混入することになる。その結果、水素や酸素を含まない純水のみ又は水素を含まない純水と酸素のみの混合物を取り出すことができないと云う問題がある。

10

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、前記図7の如き反応炉本体21での水素と酸素の反応率を、反応炉本体の温度上昇を招くことなしにより一層高めると共に、反応炉本体21のより小形化を図ることを課題とするものであり、反応炉本体21の温度を約400以下、水分発生量を1000sccm以上の条件下に於いて、99.5%以上の水分発生反応率を安定且つ長期に得ることを可能にした水分発生用反応炉を提供せんとするものである。

20

【0009】

【課題を解決するための手段】

ところで、図7の反応炉本体21に於いて、水分ガス出口通路25aへ未反応の水素や酸素が混入してくる原因としては、1 白金コーティング皮膜32と接触せず、直接に水分ガス出口通路25aへ酸素や水素が到達する場合と、2 一たんはラジカル化されたものの、水素又は酸素と反応することなしに水分ガス出口通路25aへ到達し、ここでラジカル化される前の状態に戻る場合の2通りが考えられるが、前者のケースが圧倒的に多いと想定されている。

【0010】

本願発明者等の実験結果によれば、図7の反応炉本体21で出口側反射板29bを取り除いた場合には、図9に示すように反応炉の温度が400、水分発生量が500sccm、ガス過剰度が0の条件下に於ける水分発生反応率は、約91%となる。この反応率は、水分発生量が異なるため全く同じ条件下のデータではないが、前記図8の場合の水分発生反応率（約98%）に比較して、ほぼ7%ほど低い値となっている。

30

【0011】

このことは、出口側反射板29bが無い場合には、相当量の酸素や水素がラジカル化されずに直接に水分ガス出口通路25aへ到達することを示しており、出口側反射板29bに改良を加えることにより、水分発生反応率の向上が可能なことを示すものである。

【0012】

また、前記図9からも明らかなように、出口側反射板29bが無い場合には、原料ガスが水素リッチになるほど水分発生反応率が低下する。例えば、反応炉温度が400、500sccmの水分発生量に於いて水素が100%リッチの場合には、水分発生反応率が約86%であるのに対して、酸素が100%リッチの場合には約97%となり、両者の間に約11%ほどの差が生ずる。

40

【0013】

即ち、図7のような構造の反応炉本体21の内部に於いては、酸素の方は比較的拡散され易く、直線的走行性が小さいのに対し、水素の方は比較的拡散され難く、直線的走行性が高いため、水素リッチの原料ガスの場合には、水素の直線状の流れに酸素が随伴し、ラジカル化されずに水分ガス出口通路25aへ到達する酸素が増加するものと想定される。

【0014】

50

そこで、本件発明者は図7の反応炉本体21に於いて、出口側反射板29bのガスの拡散性、特に水素に対する拡散性を高めることにより、酸素リッチの原料ガスのみならず水素リッチの原料ガスの場合でも、水分発生反応率を図8の場合の反応率約98～99%よりも高くできることを着想した。また、この着想に基づいて図10に示すような出口側反射・拡散体33を開発すると共に、これを用いて数多くの水分発生試験を実施した。

即ち、図10の出口側反射・拡散体33は壁面に透孔33eを有する筒状のケース体33aと、ケース体33aの内側端面を閉鎖する反射板33bと、ケース体33aの内部に設けた拡散フィルタ33cと、拡散フィルタ33cに設けた白金コーティング皮膜33dとから形成されている。

そのため、前記白金皮膜33dと非接触のまま透孔32eを通してケース本体32aの内方へ到達した水素や酸素ガスが、そのまま水分ガス出口通路23c内へ素通りすることは無くなり、拡散フィルタ33cの白金コーティング皮膜32dと接触することによりラジカル化され、非ラジカル化状態の水素や酸素が殆んど零になると共にラジカル化された水素と酸素は瞬時に反応をし、水が生成される。

【0015】

上記図10の出口側反射・拡散体33を設けた水分発生用反応炉は、図11の曲線Aに示すように、 H_2 リッチの領域に於いてもほぼ99.7%の水分発生反応率を得ることができ、優れた効用を示すものである。

しかし、出口側反射・拡散体33の温度が、拡散フィルタ33cのコーティング皮膜32dによりラジカル化された水素と酸素の反応熱により、図11の曲線Bに示すように H_2 リッチの領域に於いて約600 温度にまで上昇することになり、所謂水素混合ガスの発火温度に近付くこととなる。

このように、上記図10の構成の出口側反射・拡散体33を利用する水分発生反応炉には、水素の爆発燃焼を引き起す可能性が高いと云う危険性があり、水分発生反応炉の大幅な小形化を図る上で様々な問題を生ずることとなる。

【0016】

そのため、本願発明者等は前記図7の反応炉本体21に於いて、水分ガス出口通路23c内へ非ラジカル化状態の水素や酸素が流出するのを防止する方策として、白金コーティング皮膜32dを備えた拡散フィルタ33cの使用に代えて、平板状の出口側反射体を使用すると共に、当該出口側反射体の表面積及び発生水分の流出通路を形成する出口側反射体と反応炉本体内壁面との間隙Gを調整する方策を新規に創案した。

【0017】

本願発明は、上記新規な創案に基づいて開発されたものであり、請求項1に記載の発明は、炉本体部材2と炉本体部材3とを組合せて形成され、内部に空間部1aを有する反応炉本体1と；炉本体部材2に穿設され、前記空間部1aへ原料ガスを導入するガス供給通路2cと；炉本体部材3に穿設され、前記空間部1aから生成水を導出する水分ガス出口通路3cと；前記水分ガス出口通路2cと対向状に炉本体部材2の空間部側に固着され、ガス供給通路2cからの原料ガスを空間部1a内へ拡散させる入口側反射板9と；前記反応炉本体1の空間部1a内に配設したフィルタ10と；前記水分ガス出口通路3cと対向状に配設され、炉本体部材3の空間部側にその内壁面と間隙Gを保持して固着した板状体から成る出口側反射体12と；反応炉本体1の内壁面に設けた白金コーティング皮膜13とを、発明の構成要件とするものである。

【0018】

請求項2に記載の発明は、請求項1の発明に於ける入口側反射体9を、ガス供給通路2cと同軸状に炉本体部材2の空間部側に固着した壁面に透孔9cを有する筒状のケース体9aと、ケース体9aの内側端面を閉鎖する反射板9bとから形成する構成としたものである。

【0019】

請求項3に記載の発明は、請求項1の発明に於ける入口側反射体9を、ガス供給通路2cと対向状に配設されて炉本体部材2の空間部側にその内壁面と所定の間隙を保持した状態

10

20

30

40

50

で固定した板状体としたものである。

【 0 0 2 0 】

請求項 4 に記載の発明は、請求項 1 の発明に於けるフィルタ 1 0 を、 $200\text{ }\mu\text{m}$ 以下の透孔を有するフィルタ 1 0 としたものである。

【 0 0 2 1 】

請求項 5 に記載の発明は、請求項 1 の発明に於ける出口側反射体 1 2 と炉本体部材 3 の内壁面との間隙 G を、 $0.5\sim 2.0\text{ mm}$ としたものである。

【 0 0 2 2 】

請求項 6 に記載の発明は、請求項 1 の発明に於いて出口側反射体 1 2 の炉本体部材 3 と対向する側の表面積を、白金コーティング皮膜 1 3 の表面積の 15 ~ 25 % としたものである。

10

また、請求項 7 に記載の発明は、請求項 1 の発明に於いて出口側反射体 1 2 の炉本体部材 3 の白金コーティング皮膜 1 3 と対向する側の外表面に、白金コーティング皮膜を形成するようにしたものである。

【 0 0 2 3 】

請求項 8 に記載の発明は、請求項 1 の発明に於ける反応炉本体 1 を、ほぼ同形態の彎曲面状の窪部 2 a を有する炉本体部材 2 と彎曲面状の窪部 3 a を有する炉本体部材 3 とを、又はほぼ同形態の平らな底面の窪部 2 a を有する炉本体部材 2 と平らな底面の窪部 3 a を有する炉本体部材 3 とを対向状に組合せて形成すると共に、両本体部材 2、3 の中央部にフィルタ 1 0 を配設する構成としたものである。

20

【 0 0 2 4 】

【発明の実施の形態】

以下、図面に基づいて本発明の実施態様を説明する。

図 1 は本発明の第 1 実施形態に係る水分発生用反応炉本体の縦断面図である。また、図 2 は異なる出口側反射体を用いた反応炉本体の部分縦断面図である。

図 1 に於いて、1 は反応炉本体、2、3 は炉本体部材、4 はガス供給用継手、5 は水分ガス取出用継手、6 はフィルタフランジ、7 は反応炉取付け用ボルト、8 はガス拡散用部材、9 は入口側反射体、1 0 はフィルタ、1 1 はフィルタフランジのフィルタ受け片、1 2 は出口側反射体、1 3 は白金コーティング皮膜であり、反応炉 1 は二個のほぼ同形態に形成されたステンレス鋼製炉本体部材 2、3 を気密状に溶接することにより、短円筒形に形成されている。

30

【 0 0 2 5 】

前記一方の炉本体部材 2 は、その内部に底面が彎曲面状の窪部 2 a が設けられており、更に中央部には、ガス供給通路 2 c が穿設されている。また、外側面にはガス供給用継手 4 が設けられており、この外側面に設けたガス供給用継手 4 のガス供給通路 4 a が窪部 2 a 内へ連通されている。

同様に、他方の炉本体部材 3 は、その内部に底面が彎曲面状の窪部 3 a が設けられており、更に、中央部には、ガス供給通路 3 c が穿設されている。また、外側面には水分ガス取出用継手 5 が設けられており、この外側面に設けた水分ガス取出用継手 5 の水分ガス出口通路 5 a が窪部 3 a 内へ連通されている。

40

【 0 0 2 6 】

前記両炉本体部材 2、3 の内側面には、フランジ体 2 b、3 b が夫々形成されており、フィルタフランジ 6 を介して両フランジ体 2 b、3 b を気密状に溶接固定することにより、内部に空間部 1 a を有する反応炉本体 1 が構成されている。尚、図 1 では両フランジ体 2 b、3 b を溶接により固着する構成としているが、両フランジ体 2 b、3 b をガスケット（図示省略）を介してクランプ（図示省略）等により解離自在に組付け固着する構成としてもよい。

また、図 1 では両本体部材 2、3 をほぼ同一形状のものに形成しているが、一方を有底の筒状体の形態に、他方を筒状体の開口部を閉鎖するフランジ状の形態に形成してもよいことはもちろんである。

50

【 0 0 2 7 】

前記ガス拡散用部材 8 は入口側反射板 9 とフィルタ 1 0 と出口側反射体 1 2 等から形成されており、図 1 に示す如く反応炉本体 1 の内部に配設されている。

即ち、入口側反射板 9 は短筒状のケース体 9 a と、ケース体 9 a の内側端面を閉鎖する反射板 9 b とから形成されており、ケース体 9 a の外周壁には透孔 9 c が形成されている。尚、当該入口側反射板 9 は炉本体部材 2 の底面のガス供給通路 2 c と対向する位置にこれと同軸状に配置され、これに溶接固着されている。

【 0 0 2 8 】

また、前記フィルタ 1 0 は、約 2 0 0 μ m 以下の透孔を有するステンレス鋼製フィルタであり、本実施例では平均 2 μ m のメッシュ状の透孔を有するフィルタが使用されている。尚、フィルタ 1 0 の外周縁にはステンレス鋼製のフィルタフランジ 6 が溶接されており、このフィルタフランジ 6 を介してフィルタ 1 0 は炉本体部材 2、3 へ溶接固定されている。

10

【 0 0 2 9 】

前記出口側体 1 2 は、図 1 に示す如く、厚さ約 2 mm のステンレス鋼 (S U S 3 1 6 L) を用いて円形の部分球殻状 (即ち円形の浅皿形) に形成されており、本体部材 3 の窪部 3 a の彎曲面と同じ曲率半径の彎曲面に仕上げられている。

また、当該出口側反射体 1 2 は、炉本体部材 3 の底面の水分ガス出口通路 3 c を中心としてこれに対向状に配置され、約 1 mm の間隙 G を保持した状態でその外周縁の 4 ケ所に形成した支持片 1 2 a を介して、炉本体部材 3 の内側面へ溶接固着されている。

20

【 0 0 3 0 】

尚、前記図 1 においては、出口側反射体 1 2 を円形の部分球殻状の形態に形成しているが、図 2 に示す如く、厚手の平板状ステンレス鋼板の一侧外周面部 1 2 b を彎曲面状に形成し、炉本体部材 3 の内側面との間に所定の長さの間隙 G を形成するようにしてもよい。

また、図 1 に於いては、入口側反射体 9 の長さ寸法を窪部 2 a の深さ寸法の約 1 / 6 としているが、当該長さ寸法を大きくして、フィルタ 1 0 の中心部を透過するガス量を押えるようにすることも可能である。同様に、出口側反射体 1 2 の外形寸法や炉本体部材 3 との間隙 G は、水分発生量や反応炉本体 1 の外形寸法等に応じて適宜に設定され、これによって H₂ リッチな原料ガスの場合に於いても 9 9 . 5 % を越える水分発生率の達成が可能となる。

30

【 0 0 3 1 】

より具体的には、出口側反射体 1 2 の外形寸法は、その一側面の表面積が白金コーティング皮膜 1 3 の表面積の約 1 5 ~ 2 5 % の範囲に選定される。出口側反射体 1 2 の外形寸法がこの範囲より小さい場合には原料ガスの拡散が不十分となり、また逆にこの範囲より大きい場合には、原料ガスと白金コーティング皮膜 1 3 との接触性等の点に悪影響が出ることになる。

また、前記間隙 G の大きさは 0 . 5 ~ 2 . 0 mm 位いが最適であり、間隙 G が 0 . 5 mm より小さくなると、発生水分を円滑に導出し難くなると共に反応炉内部空間の内圧が上昇し過ぎる等の問題が生じ、また、逆に間隙 G が 2 . 0 mm を越えると、水分発生反応率の向上が困難となり、常時 9 9 . 5 % 以上の水分発生反応率を安定して達成し難くなる。

40

【 0 0 3 2 】

尚、図 1 及び図 2 に於いては、出口側反射体 1 2 には白金コーティング皮膜を一切設けていないが、当該出口側反射体 1 2 の炉本体部材 3 と対向する側の外表面に、炉本体部材 3 側の白金コーティング皮膜 1 3 と同様の白金コーティング皮膜を形成するようにしても良い。

また、図 1 に於いては、フィルタ 1 0 としてディスク型で且つその全面をガス透過部としたフィルタを使用しているが、これに替えて、ディスク型であって且つその外周面部のみをフィルタ部 (ガス透過部) とした構成のフィルタを用いるようにしてもよい。

【 0 0 3 3 】

前記白金コーティング皮膜 1 3 は、S U S 3 1 6 L 製の炉本体部材 3 の内表面の全域に形

50

成されており、先ず炉本体部材 3 の内表面に T i N 製のバリヤー皮膜 1 3 a を形成したあと、その上に白金皮膜 1 3 b が形成されている。

また、バリヤー皮膜 1 3 a の厚さは 0 . 1 μ m ~ 5 μ m 程度が最適であり、図 1 に於いては、約 2 μ m の厚さの T i N 製のバリヤー皮膜 1 3 a がイオンプレーティング工法により形成されている。

更に、前記白金皮膜 1 3 b の厚さは 0 . 1 μ m ~ 3 μ m 位いが適当であり、図 1 に於いては約 1 μ m の厚さの白金皮膜 1 3 b が真空蒸着法により形成されている。

【 0 0 3 4 】

尚、バリヤー皮膜 1 3 a の形成方法としては、前記イオンプレーティング工法以外に、イオンスパッタリング法や真空蒸着法等の P V D 法や化学蒸着法 (C V D 法)、ホットプレス法、溶射法等を用いることも可能である。

また、白金皮膜 1 3 b の形成方法は、前記真空蒸着法以外に、イオンプレーティング工法やイオンスパッタリング法、化学蒸着法、ホットプレス法等が使用可能であり、更に、バリヤー皮膜 1 3 a が T i N 等の導電性のある物質の時にはメッキ法も使用可能である。

【 0 0 3 5 】

図 3 は、本発明の第 2 実施態様に係る水分発生用反応炉の縦断面図を示すものであり、両炉本体部材 2、3 の窪部 2 a、3 a の底面を平面状に形成すると共に、入口側反射体 9 と出口側反射体 1 2 として後述するようなステンレス鋼 (S U S 3 1 6 L) 製の円形の平板を使用し、反応炉本体 1 の厚み寸法をより小さくするようにしたものである。

尚、図 3 の水分発生用反応炉に於けるフィルタ 1 0 及び白金コーティング皮膜 1 3 等の構成は、前記図 1 の水分発生用反応炉の場合と同様であるため、ここではその説明を省略する。

【 0 0 3 6 】

図 4 は、第 2 実施態様に係る水分発生用反応炉で使用する入口側及び出口側反射体 9、1 2 の平面図であり、図 5 はその側面図である。

当該入口側及び出口側反射体 9、1 2 は厚さ約 3 m m、外形約 5 0 m m のステンレス鋼板 (S U S 3 1 6 L) を用いて形成されており、その外周縁には高さ約 1 m m の支持片 9 d、1 2 a が、9 0 ° の角度ピッチで 4 個夫々形成されている。

また、前記入口側反射体 9 及び出口側反射体 1 2 は、夫々炉本体部材 2、3 の空間部側中央にその内壁面と対向状に配設され、各支持片 9 d、1 2 a の先端部を炉本体部材 2、3 の内壁面へスポット溶接することにより、内壁面との間に約 1 m m の間隙 G を保持した状態で固定されている。

【 0 0 3 7 】

次に、本発明に係る水分発生用反応炉の作動について説明する。図 1 を参照して、ガス供給用継手 4 のガス供給通路 4 a を通して入口側反射体 9 のケース体 9 a 内へ噴射されたガスは反射板 9 b へ衝突したあと、外周壁に設けた透孔 9 c を通して噴射され、窪部 2 a 内で拡散されることによりフィルタ 1 0 のほぼ全面を均等に通過し、炉本体部材 3 の窪部 3 a 内へ入る。

前記窪部 3 a 内へ噴射された水素と酸素の混合ガスは、白金コーティング皮膜 1 3 の全面に亘って均等に衝突接触し、これにより所謂触媒活性化されると共に、活性化された水素と酸素は主として窪部 3 a 内で瞬時に反応し、水を生成する。そして、主として窪部 3 a で形成された水分ガスは、出口側反射体 1 2 と炉本体部材 3 の内壁面との間隙 G を通して水分ガス出口通路 3 c へ導出されて行く。

【 0 0 3 8 】

ところで、フィルタ 1 0 を透過して窪部 3 a 内へ入った水素及び酸素ガスの大部分は、白金皮膜 1 3 b と衝突・接触することによりラジカル化され、ラジカル化された水素と酸素は、そのほぼ全量が瞬時に反応して水に変換される。

また、窪部 3 a 内へ入った水素及び酸素ガスの一部はそのまま直進するかも知れないが、これ等の直進した水素及び酸素ガスは反射体 1 2 へ衝突して再拡散され、これにより、白金皮膜 1 3 b と非接触のままで間隙 G 内へ到達する水素及び酸素は大幅に減少する。

【0039】

更に、前記間隙Gを形成する炉本体部材3の内壁面には白金皮膜13bが形成されているため、白金皮膜13bと非接触の水素又は酸素が間隙G内へ到達したとしても、これ等の水素又は酸素は間隙G内で活性化されることになり、水分ガス出口通路3c内へラジカル化されていない水素又は酸素が放出される確率は、大幅に減少する。

また、前記間隙Gの幅寸法（約0.5～1.5mm）及び間隙Gの通路長さ（即ち、出口側反射体12の外形寸法）が適宜に選定されているため、ラジカル化された状態の水素と酸素が未反応のまま水分ガス出口通路3c内へ素通りする確率がより小さくなり、ラジカル化された状態の水素と酸素のほぼ全部が水分生成反応に寄与することになる。

【0040】

加えて、入口側反射体9、フィルタ10及び出口側反射体12から成るガス拡散用部材8を反応炉本体内に設けることにより、白金コーティング皮膜13が反応熱によって局部的に加熱されることが皆無となり、白金コーティング皮膜13のほぼ全域を約500℃以下の温度に保持した状態で水分発生を行なうことができ、約99.5%を越える高い水分発生反応率と高応答性の下に、安全にしかも継続して1000sccm以上の量の水発生を行えることが実証されている。

【0041】

【実施例】

図1の反応炉本体1に於いて、炉本体部材2、3の外形寸法を直径134mm、厚さ33.4mmのSUS316L製とし、且つ窪部2a、3aの最大径を108mm及びその彎曲面を曲率半径R=108mmの彎曲面とした（炉本体部材3の内容積 $V=196.9\text{ cm}^3$ 、触媒面の表面積 $S=139.0\text{ cm}^2$ ）。また、フィルタ10として、ステンレス製メッシュを複数枚積層した平均2.0μmの透孔を有するフィルタ（厚さ約1.7mm）を使用した。

更に、入口側反射体9として、ケース体9aの外径が22mm、高さが5mmのものを、また、出口側反射体12として、外形55mmのステンレス鋼板（反射板表面積/触媒表面積=17.4%）を用い、間隙Gを1.0mmに設定した。

一方、白金コーティング皮膜13としては、炉本体部材3の内壁面にTiN製のバリアー皮膜（厚さ約2μm、イオンプレーティング法）13aを形成し、その上に厚さ約1μmの白金皮膜（真空蒸着法）13bを形成したものを使用した。

【0042】

上記水分発生用反応炉を用いて、ガス供給通路4aから 1 H_2 1000sccm + O_2 500sccm、 2 H_2 1000sccm + O_2 750sccm、 3 H_2 1000sccm + O_2 1000sccm、 4 H_2 1500sccm + O_2 500sccm、 5 H_2 2000sccm + O_2 500sccmの原料ガスを供給し、水分ガス出口通路3cから流出する水分を実測することにより、水分発生反応率を求めた。

その結果、前記 1乃至5の何れのケースにあっても、約10時間に亘る連続水分発生試験に於いて、99.5%以上の水分発生反応率が得られ且つ出口側反射体12の温度は500℃以下に保持されていた。

尚、水分発生反応率の試験結果は、図6の曲線Aで示されている。

【0043】

【実施例2】

図3の反応炉本体1に於いて、炉本体部材2、3の外形寸法を直径114mm、厚さ15.5mmのSUS316L製とし、且つ窪部2a、3aの深さ4mmとした（炉本体部材3の内容積 $V=42.8\text{ cm}^3$ 、触媒面の表面積 $S=98.3\text{ cm}^2$ ）。

また、入口側反射体9及び出口側反射体12として、外径50mm、厚さ2mm、支持片高さ1mmのステンレス鋼板（SUS316L）（反射板表面積/触媒表面積=20%）を用い、炉本体部材2、3の内壁面との間隙Gを1.0mmとした。

尚、フィルタ10及び白金コーティング皮膜13（表面積 $S=98.3\text{ cm}^2$ ）の構成は、実施例1の場合と同一である。

10

20

30

40

50

【0044】

上記水分発生用反応炉を用いて、ガス供給通路4aから 1 H_2 750 sccm + O_2 375 sccm、 2 H_2 750 sccm + O_2 562.5 sccm、 3 H_2 750 sccm + O_2 750 sccm、 4 H_2 1125 sccm + O_2 375 sccm、 5 H_2 1500 sccm + O_2 375 sccmの原料ガスを供給し、水分ガス出口通路5aから流出する水分を実測することにより水分発生反応率を求めた。

試験結果は、実施例1の場合とほぼ同一であり、99.5%以上の水分発生反応率が得られ、且つ各部材の温度は何れも500以下に保持されていた。

尚、水分発生反応率の試験結果は、図6の曲線Bで示されている。

【0045】

10

【発明の効果】

本発明は上述の通り、反応炉本体の内部に入口側反射体とフィルタと出口側反射体を設けると共に、出口側反射体を、炉本体部材との間に間隙Gを保持した状態で炉本体部材へ固定する構成としている。

その結果、水分ガス出口通路内へ流出する未反応ガスがほとんど零となり、酸素リッチの原料ガスの場合は勿論のこと水素リッチの原料ガスの場合でも、99.5%以上の高い水分発生反応率が得られる。

また、反応炉本体内の白金コーティング皮膜や出口側反射体が反応熱によって局部的に加熱されることも皆無となり、ほぼ500程度の温度下で1000 sccm以上の水分ガスを安定して発生することができる。

20

【0046】

また、請求項7の発明に於いては、ほぼ同一形状の炉本体部材を対向状に組み合わせて反応炉本体を形成する構成としている。その結果、反応炉本体の構造が簡素化され、製造コストの大幅な引下げが可能となる。

本発明は上述の通り優れた実用的効用を奏するものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の第1実施態様に係る水分発生用反応炉の縦断面図である。

【図2】出口側反射体の他の例を示す部分縦断面図である。

【図3】本発明の第2実施態様に係る水分発生用反応炉の縦断面図である。

【図4】第2実施態様で使用する入口側及び出口側反射体の平面図である。

30

【図5】図4の反射体の側面図である。

【図6】本発明の水分発生用反応炉の水分発生反応率の測定図である。

【図7】先願に係る水分発生用反応炉の縦断面図である。

【図8】図7の水分発生用反応炉の反応時間と水分発生反応率の関係を示す曲線である。

【図9】図7の水分発生用反応炉に於いて、出口側反射体を取り除いた場合の水分発生反応率を示す曲線である。

【図10】先願に係る水分発生用反応炉の出口側反射・拡散体の縦断面図である。

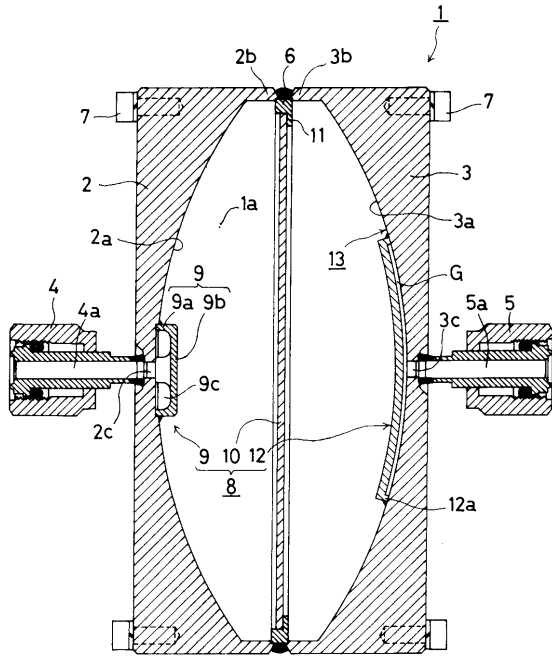
【図11】先願に係る水分発生用反応炉の水分発生反応率と出口側反射・拡散体の温度を示す曲線である。

【符号の簡単な説明】

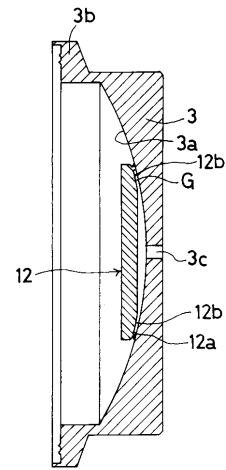
40

1は反応炉本体、1aは空間部、2は炉本体部材、2aは窪部、2bはフランジ体、2cはガス供給通路、3は炉本体部材、3aは窪部、3bはフランジ体、3cは水分ガス出口通路、4はガス供給用継手、4aはガス供給通路、5は水分ガス導出用継手、5aは水分ガス出口通路、6はフィルタフランジ、7は反応炉取付用ボルト、8はガス拡散部材、9は入口側反射体、9aはケース体、9bは反射板、9cは透孔、10はフィルタ、11a・11bはフィルタ押え、12は出口側反射体、13は白金コーティング皮膜、13aはバリアー皮膜、13bは白金皮膜。

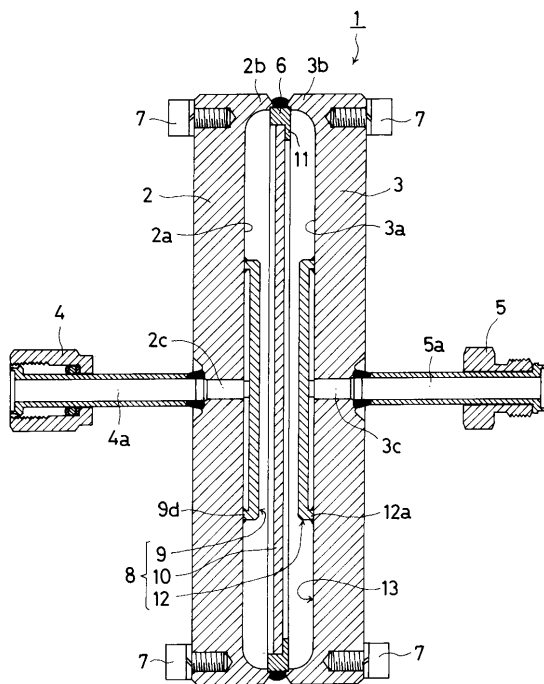
【図 1】



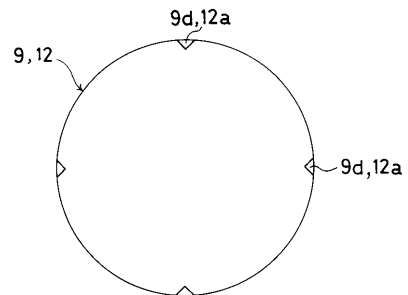
【図 2】



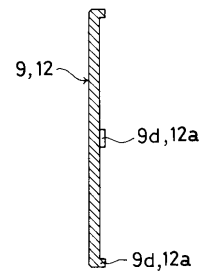
【図 3】



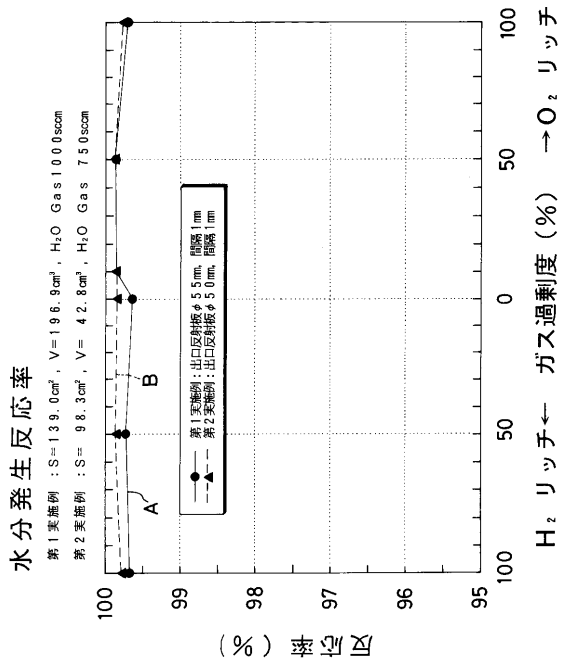
【図 4】



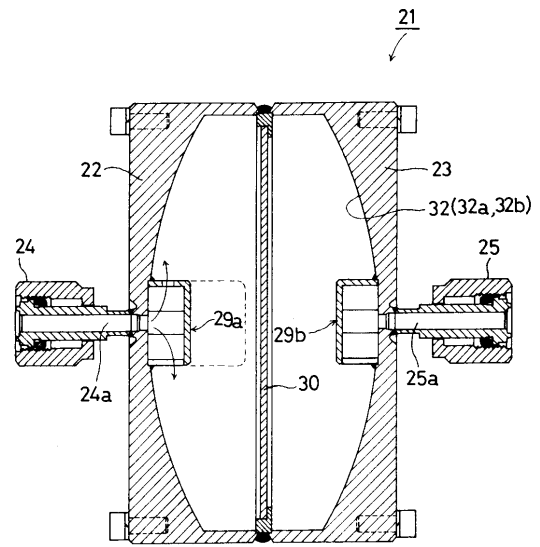
【図 5】



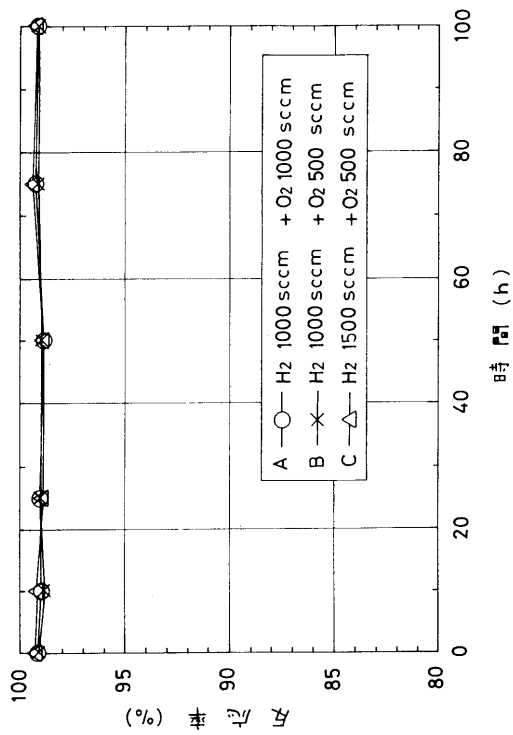
【図6】



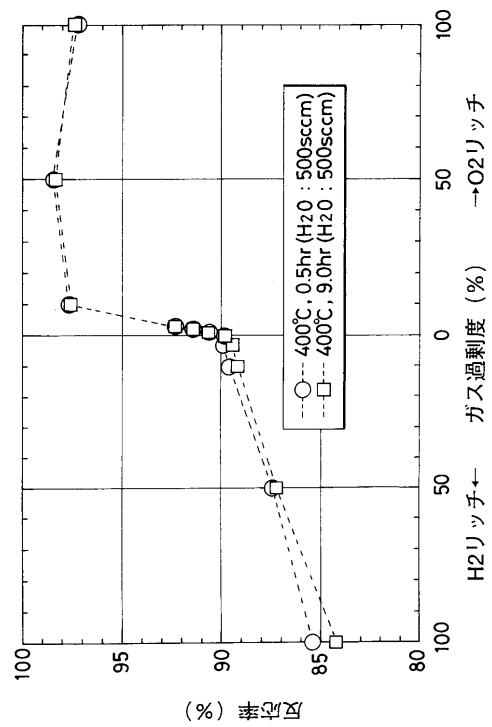
【図7】



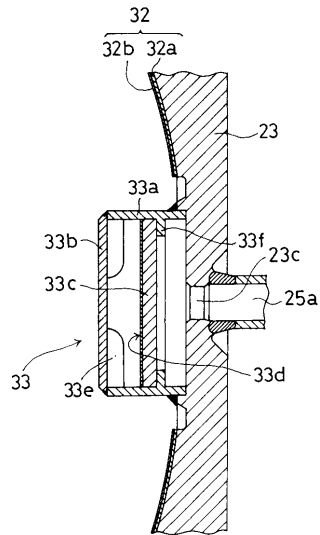
【図8】



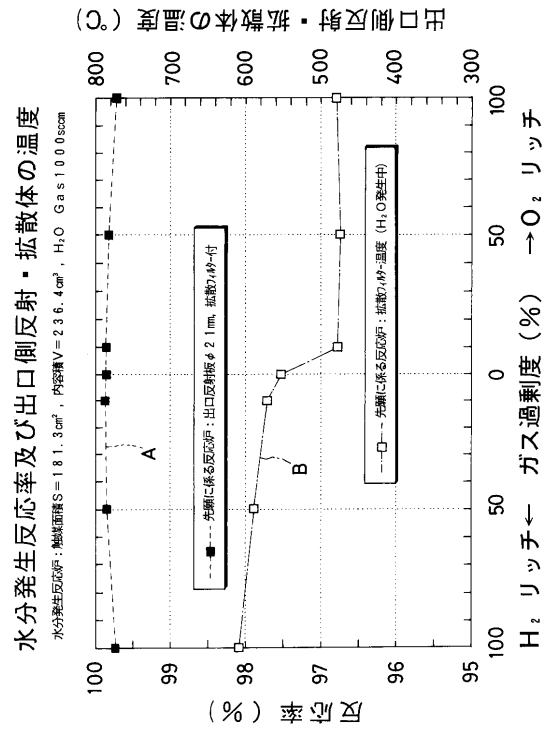
【図9】



【図 10】



【図 11】



フロントページの続き

- (72)発明者 大見 忠弘
宮城県仙台市青葉区米ヶ袋2丁目1番17-301号
- (72)発明者 川田 幸司
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジキン内
- (72)発明者 田辺 義和
埼玉県入間市下谷貫905-8
- (72)発明者 池田 信一
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジキン内
- (72)発明者 森本 明弘
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジキン内
- (72)発明者 皆見 幸男
大阪府大阪市西区立売堀2丁目3番2号 株式会社フジキン内

審査官 後藤 政博

- (56)参考文献 特許第3393031(JP, B2)
特許第3110465(JP, B2)
特開平10-007403(JP, A)
特開平06-115903(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl.⁷, DB名)
C01B 5/00
H01L 21/31