(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3727146号
(P3727146)
(45)発行日　平成17年12月14日(2005.12.14)　(24)登録日　平成17年10月7日(2005.10.7)

(51)Int.Cl.[7]　F I
B01J　4/00　B01J　4/00　103

請求項の数 5　(全 8 頁)

(21)出願番号　特願平9-184484
(22)出願日　平成9年6月25日(1997.6.25)
(65)公開番号　特開平11-9986
(43)公開日　平成11年1月19日(1999.1.19)
審査請求日　平成14年1月25日(2002.1.25)

(73)特許権者　000000239
株式会社荏原製作所
東京都大田区羽田旭町１１番１号
(74)代理人　100091498
弁理士　渡邊　勇
(74)代理人　100092406
弁理士　堀田　信太郎
(74)代理人　100102967
弁理士　大畑　進
(72)発明者　堀江　邦明
東京都大田区羽田旭町１１番１号　株式会社　荏原製作所内
(72)発明者　柴崎　光直
東京都大田区羽田旭町１１番１号　株式会社　荏原製作所内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】液体原料供給装置

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

補給元容器から延び、先端近傍に開閉弁を設けた補給元配管と、

前記補給元配管に連結部を介して着脱自在に連結され、先端近傍に開閉弁を設けた補給先配管と、

前記補給元配管の前記開閉弁より先端側、または前記補給先配管の前記開閉弁より先端側の少なくとも一方に残留する液体原料を排出する排出配管を有することを特徴とする液体原料供給装置。

【請求項２】

前記補給元配管と補給先配管の間に管継手を介して着脱自在に取り付けられた連結用配管を有し、該連結用配管に前記排出配管が設けられていることを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置。

【請求項３】

前記補給元配管の前記開閉弁より先端側、または前記補給先配管の前記開閉弁より先端側の少なくとも一方に洗浄液を供給する洗浄液供給機構が設けられていることを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置。

【請求項４】

前記補給元配管と補給先配管の連結部が、外気とほぼ遮断された気密な箱の中に収容されていることを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置。

【請求項５】

前記補給先配管に接続された補給先容器に液抜出し用ポートを設けたことを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、例えば、薄膜気相成長装置の気化装置等に液体原料を供給するのに使用して最適な液体原料供給装置に関する。

【０００２】

【従来の技術】

例えば、薄膜気相成長装置において高誘電体を成膜する場合には、成膜元素を含む化合物を溶剤に溶かした液体原料を気化して用いることがある。このような液体原料は、温度、光等に敏感であることが多いが、特に、空気中の酸素や水分に触れると分解、或いは変質等の劣化を引き起こしやすい。

【０００３】

図５に示すのは、このような液体原料を成膜装置等に供給するのに用いられる従来の装置であり、液体原料タンク１０２に挿入された液引出し管１０６に開閉弁（開閉機構）１０４を介して管継手１０８ａ が設けられ、これは例えば薄膜気相成長装置の気化装置に繋がる液供給管１１０に設けた管継手１０８ｂと着脱自在に連結されている。液供給管１１０の先端付近に開閉弁１１４が、入口側に開閉弁１１６を有する流量調節器１１８が該液供給管１１０の途中にそれぞれ設けられ、この流量調節器１１８を通過した液体原料１００が下流の装置に供給される。

【０００４】

液体原料タンク１０２には、タンクの内部の圧力を適当な値に保って液体原料１００の引出しを円滑にする加圧装置１２０が設けられている。この加圧装置１２０には、ヘリウム等の加圧ガス供給源（図示せず）から延びる加圧ガス供給管１２２と、液体原料タンク１０２の内部に連通する連通管１２４が設けられ、両管１２２，１２４にはそれぞれに開閉弁１３０，１３２が設けられ、一対の管継手１２６ａ，１２６ｂを介して着脱自在に連結されている。液体原料タンク１０２が空となった時には、各管継手１０８ａ，１０８ｂ，１２６ａ，１２６ｂを切り離して、空となった液体原料タンク１０２を取り外し、新たな液体原料タンク１０２と交換するようにしている。

【０００５】

しかしながら、このような構成では、液体原料タンク１０２の交換の際、液供給管１１０の開閉弁１１４と管継手１０８ｂの間が大気に開放されてしまう。このため、開閉弁１１４及びこれと管継手１０８ｂとの間の区間ａの内面に付着した液体原料１００が空気に触れて劣化し、劣化した原料によって下流の成膜装置における成膜の品質が低下する、あるいは、劣化した原料が液体原料供給装置や下流の装置において詰まりを生じ、円滑な稼動を妨げることがある。

【０００６】

このような事態を回避するために、液体原料の溶媒を洗浄液１４０として用いる洗浄ラインが設けられている。すなわち、溶媒を収容する洗浄液タンク１４２から延びる洗浄液配管１４４を両開閉弁１１４，１１６の間の液供給管１１０に接続しており、加圧装置１５０によって液供給管１１０の区間ａに洗浄液１４０を流して、ここに残った液体原料１００を洗い流すようにしていた。なお、このような作業は、液体原料の種類を変えて操業を継続する場合にも必要となる。

【０００７】

このように洗浄液１４０で液供給管１１０を洗浄すると、液供給管１１０の内部に洗浄液１４０が残ってしまう。このため、液体原料タンク１０２を交換した後、加圧装置１２０を作動させてこの液体原料タンク１０２内の液体原料１００を洗浄液配管１４４に逆流させ、液供給管１１０の内部に残った洗浄液１４０を押出して置換し、しかる後、液体原料１００を該液体原料１００を利用した装置に供給するようにしていた。

【０００８】
【発明が解決しようとする課題】
しかしながら、上記従来例にあっては、液体原料タンクの交換毎に液供給管を洗浄する必要があって、この作業がかなり面倒である。また、タンクの交換時だけでなく洗浄作業時にも液体原料の供給ができなくなって、立上り時間も長くなり、稼動率が低下する。しかも、液体原料タンクに貯蔵された液体原料を完全に使い切ることができなかったり、大量の液体原料を洗浄液との置換に使用せざるを得ず、このため一般に高価な液体原料が大量に無駄に捨てられてしまうといった問題があった。
【０００９】
本発明は上記に鑑み、液体原料の補給や交換を容易かつ迅速に行うことができ、しかも液体原料の無駄を最小限に抑えることができるようにした液体原料供給装置を提供することを目的とする。
【００１０】
【課題を解決するための手段】
請求項１に記載の発明は、補給元容器から延び、先端近傍に開閉弁を設けた補給元配管と、前記補給元配管に連結部を介して着脱自在に連結され、先端近傍に開閉弁を設けた補給先配管と、前記補給元配管の前記開閉弁より先端側、または前記補給先配管の前記開閉弁より先端側の少なくとも一方に残留する液体原料を排出する排出配管を有することを特徴とする液体原料供給装置である。
【００１１】
これにより、開閉弁を閉じて補給元容器を交換すれば、開閉弁の先端側のみが空気等に開放され、配管内の液体原料の劣化による汚染を最小限に抑えることができる。補給元容器を交換して補給元配管を再接続した後に、この汚染部分に洗浄液や液体原料自体を供給して排出配管に排出することにより、この部分の洗浄を容易に行うことができ、しかもこの時に使用する洗浄液や液体原料の量を最小限に抑えることができる。
【００１２】
請求項２に記載の発明は、前記補給元配管と補給先配管の間に管継手を介して着脱自在に取り付けられた連結用配管を有し、該連結用配管に前記排出配管が設けられていることを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置である。これにより、比較的小さい連結用配管を取り扱うことにより補給元配管と補給先配管の着脱を容易に行うことができる。
【００１３】
前記補給先配管に接続された補給先容器を設けてもよい。これにより、補給元容器の交換時においても下流側の装置への原料供給を継続することができる。
【００１４】
請求項３に記載の発明は、前記補給元配管の前記開閉弁より先端側、または前記補給先配管の前記開閉弁より先端側の少なくとも一方に洗浄液を供給する洗浄液供給機構が設けられていることを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置である。
【００１５】
請求項４に記載の発明は、前記補給元配管と補給先配管の連結部が、外気とほぼ遮断された気密な箱の中に収容されていることを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置である。これにより、配管の開口を液体原料が劣化しない雰囲気下で行うことができる。この箱を、例えば、内部にガスを導入できるようにして気密性を高めても良く、あるいは、外部から操作可能なグローブボックスとして操作性を高めても良い。
【００１６】
前記補給元配管及び補給先配管を機械的に固定する固定機構を設けてもよい。
【００１７】
請求項５に記載の発明は、前記補給先配管に接続された補給先容器に液抜出し用ポートを設けたことを特徴とする請求項１に記載の液体原料供給装置である。これにより、補給先容器に液体原料が残っている場合でも、これを液抜出し用ポートから排出して洗浄することにより、液体原料を交換することができる。従って、液体原料を無駄にすることなくそ

の種類を変更することができる。

【００１８】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。図１及び図２は、本発明の第１の実施の形態を示すもので、成膜装置等に定常的に接続された原料供給タンク２０と、これに液体原料１０を補給する補給タンク（補給元容器）１２とを有している。補給先容器２０には開閉弁２８及び管継手３２ａを有する液引出し管３０が設けられ、管継手３２ｂを介して成膜装置等に流量調節器３８を介して接続された液供給管３４に連結されている。

【００１９】

補給元容器１２にはその底部近傍で開口する補給元配管１４が設けられ、一方、補給先容器２０にも底部近傍で開口する補給先配管２２が設けられ、これらは互いに向かって延びて配管されている。それぞれの配管は開閉弁１６，２４を有し、その先端は上方に屈曲してその開口端に管継手１８ａ，２６ａが設けられている。補給元配管１４と補給先配管２２の互いの対向部には、互いに嵌合自在なアライメント用のブロック５８ａ，５８ｂが設けられている。

【００２０】

補給元配管１４及び補給先配管２２は、各管継手１８ａ，２６ａと連結自在な管継手１８ｂ，２６ｂを両端に有する逆Ｕ字状の連結用配管４２を介して着脱自在に接続されている。この連結用配管４２は逆Ｕ字状に屈曲し、その中央に枝管６２が設けられている。これらの補給元配管１４及び補給先配管２２の先端部及び連結用配管４２は、例えばN_2 やヘリウム等の不活性ガスが導入できるようにしたグローブボックス４０の内に配置されている。グローブボックス４０には、操作用のグローブ４０ａと洗浄液等を受けて排出するための液受けパン４０ｂが設けられている。

【００２１】

補給元容器１２には、ヘリウム等の加圧ガス供給源（図示せず）から延びる加圧ガス供給管４４に２個の開閉弁４６，４８を有する加圧装置５０が接続され、この加圧ガス供給管４４はこれらの弁４６，４８の間で分岐して、この分岐管７０は弁７１及び弁６４を介して枝管６２に接続され、また、弁６９を介して廃液タンク６６に繋がる廃液ライン６８に接続されている。補給先容器２０にも、加圧ガス供給管５２に開閉弁５４を有する加圧装置５６が設けられている。

【００２２】

以上のように構成された液体原料供給装置の作用を説明する。成膜装置等の稼動に伴い、補給元容器１２から補給元配管１４、連結用配管４２及び補給先配管２２を介して補給先容器２０へ適宜液体原料が供給される。補給元容器１２内の液体原料１０が空となると、まず、補給元配管１４及び補給先配管２２の開閉弁１６，２４を閉じる。液体原料１０は補給先容器２０から成膜装置等へ継続して供給される。

【００２３】

次に、各管継手１８ａ，１８ｂ，２６ａ，２６ｂの接続を解除して連結用配管４２を補給元配管１４及び補給先配管２２から切り離し、次に、ブロック５８ａ，５８ｂの嵌合を外して台車により補給元容器１２を新たな補給元容器１２と取り替える。この間、図２に示すように、補給元配管１４及び補給先配管２２の開口端にキャップ６０を被せて、補給元配管１４及び補給先配管２２を連結用配管４２に接続するまでの間にこれらの配管内の液体原料が空気等に触れることを防止する。

【００２４】

ここで、配管７０，６２より加圧ガスを流して連結用配管４２内の液体をパン４０ｂに向けて排出する。そして、新たな補給元容器１２の補給元配管１４と補給先配管２２をブロック５８ａ，５８ｂの嵌合により固定し、連結用配管４２を管継手１８ａ，１８ｂ，２６ａ，２６ｂ を介して連結する。これらの連結用配管４２の着脱作業は、ある程度気密性が保たれているグローブボックス４０内で行われるので、配管の開口部の汚染が軽減される。

【００２５】
次に、弁１６，２４，６４，６９を開とし、加圧装置５０，５６を作動させて、補給元容器１２及び補給先容器２０内の液体原料を、補給元配管１４及び補給先配管２２から連結用配管４２、枝管６２、及び廃液ライン６８を介して廃液タンク６６に流通させる。これにより、補給元配管１４及び補給先配管２２の開閉弁１６，２４より端部側の部分及び連結用配管４２内に残留する劣化した液体原料が除去される。この場合、洗浄のための液体原料は、弁１６，２４，６４で区画された配管内の容積と同じ少量でよい。
【００２６】
このような洗浄工程の後に、枝管６２の開閉弁６４を閉じ、補給元容器１２側の加圧装置５０の圧力を補給先容器２０の加圧装置５６の圧力より高くすれば、補給先容器２０内への液体原料の補給が行われる。
【００２７】
なお、図３に示すように、補給元配管１４及び補給先配管２２のさらに先端側の立上り部に開閉弁１６，２４を設けて劣化する液体原料の量を減らすようにしてもよい。また、上記の実施の形態では、補給先容器２０と連結用配管４２を互いに分離するようにしているが、補給元配管１４のみを連結用配管４２から分離して補給元容器１２を交換するようにしても良い。
【００２８】
さらに、この実施の形態においては、加圧装置５０，５６による液面の加圧によって、劣化した液体原料を枝管６２から外部に排出するようにしているが、枝管の下流側に真空ポンプを取付け、この真空ポンプの吸引によって、劣化した液体原料を枝管６２から外部に排出するようにしても良い。
【００２９】
図４は、本発明の他の実施の形態を示すもので、補給元配管１４と補給先配管２２の端部近傍に分岐管７２，７４を設け、これらの各分岐管７２，７４の開口端を洗浄液やガス体注入用の注入ポート７６，７８としている。分岐管７２，７４には、注入ポート７６，７８側に開閉弁８０，８２を、タンク１２，２０側に開閉弁８４，８６をそれぞれ取り付けている。補給先容器２０の底壁には、開閉弁８８を有する液抜出し用ポート９０が設けられている。
【００３０】
この実施の形態において、液体原料の種類を変えて成膜装置等の処理を行なう場合を説明する。先ず、加圧装置５６により液体原料１０の液面を加圧して、補給先容器２０内の液体原料１０を補給元容器１２に戻す。そして、この補給先容器２０内に残った微量の残液を液抜出し用ポート９０から抜出して、廃液タンク等に回収する。
【００３１】
次に、補給元配管１４の分岐管７２の上流側に位置する開閉弁８４を閉じた状態で、注入ポート７６，７８から洗浄液を注入する。洗浄液は補給先容器２０内に溜まり、次にこれを加圧装置５６により加圧して注入ポート７６，７８または液抜き出し用ポート９０から排出する。これを適当な回数繰り返すことにより、補給元配管１４の分岐管７２の下流側を洗浄する。
【００３２】
そして、注入ポート７６，７８からヘリウム等のガスを注入して、補給元配管１４の分岐管７２の下流側に残る洗浄液を液抜き出し用ポート９０から抜き出す。次に、所定の弁を閉じてから、管継手１８ａ，１８ｂを外して補給元容器１２の交換を行う。これにより、補給先容器２０内に残った高価な液体原料を殆ど捨てることなく回収して、液体原料の種類の変更を行うことができる。
【００３３】
【発明の効果】
以上説明したように、本発明によれば、液体原料タンクの交換を始めとする液体原料の補給を、容易且つ迅速に行うことができ、しかも無駄に捨てる液体原料の量を最小限に抑え

ることができる。また、補給先に別の容器を設けることにより、液体原料の供給を停止させることなく、補給の継続やさらには液体原料の種類の変更を原料を無駄にすることなく行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図１】本発明の第１の実施の形態を示す概要図である。

【図２】補給元配管及び補給先配管の開口部に閉止機構を取付けた状態を示す部分図である。

【図３】図１の変形例の要部を拡大して示す図である。

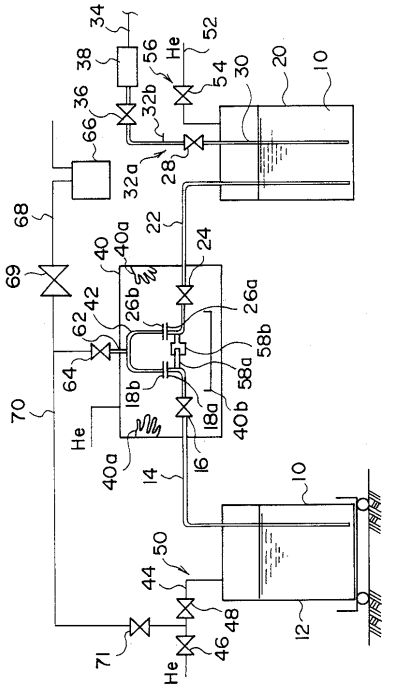
【図４】本発明の他の実施の形態を示す概要図である。

【図５】従来例の概要を示す図である。

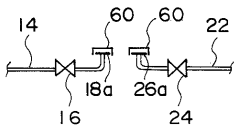
【符号の説明】

１０　液体原料
１２　補給元容器
１４　補給元配管
２０　補給元容器
２２　補給元配管
４０　グローブボックス
４２　連結用配管
５０，５６　加圧装置
６０　キャップ（閉止機構）
６２　枝管
６６　廃液タンク
６８　廃液ライン
７２，７４　分岐管
７６，７８　注入ポート
９０　液抜き用ポート

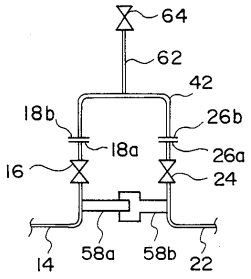
【図１】


34
38
56
He
52
36
32b
54
30
20
10
66
32a
28
68
22
40
40a
24
69
42
26b
26a
62
58b
64
58a
18b
18a
40b
70
He
40a
16
14
10
50
44
48
12
71
46
He

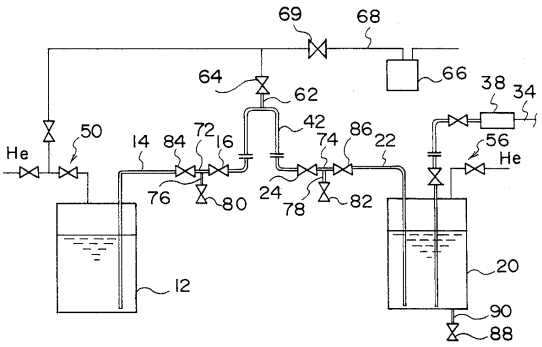
【図２】


14
60
60
22
18a
26a
16
24

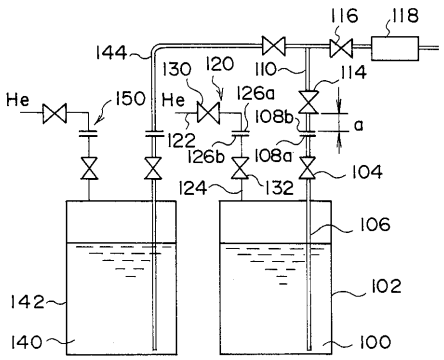
【図３】


64
62
42
18b
26b
18a
26a
16
24
14
58a
58b
22

【図４】


69
68
64
62
66
38
34
42
He
50
14
84
72
16
74
86
22
56
He
76
80
24
78
82
12
20
90
88

【図５】


116
118
144
130
120
110
114
He
150
He
126a
108b
a
122
126b
108a
104
124
132
106
102
142
140
100

フロントページの続き

(72)発明者　荒木　裕二
東京都大田区羽田旭町１１番１号　株式会社　荏原製作所内
(72)発明者　鈴木　秀直
東京都大田区羽田旭町１１番１号　株式会社　荏原製作所内

審査官　中澤　登

(56)参考文献　特開平０７－２６８６３９（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－０００３３４（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
B01J　4/00-4/02