(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[6]
C01B 21/04
C01B 23/00
B01D 53/02

(45) 공고일자 1997년06월14일
(11) 공고번호 97-009567

(21) 출원번호	특1989-0013786	(65) 공개번호	특1990-0004386
(22) 출원일자	1989년09월25일	(43) 공개일자	1990년04월12일
(30) 우선권주장	22073A/88 1988년09월26일 이탈리아(IT)		

사에스 게텔스 에스.피.에이. 파오로 델라 폴타
이태리, 미라노, 비아 갈라라테 215/17

(72) 발명자 말코 석시
이태리, 미라노, 비아 로 모나코, 9
바레리오 허란
이태리, 라이나태(미라노), 비아 투라티 10

(74) 대리인 김태규, 김성규

심사관 : 임창수 (책자공보 제5063호)

(54) 불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하고 수소의 대단히 낮은 수준을 보증하기 위한 장치와 방법

요약

내용없음.

대표도

도1

명세서

[발명의 명칭]

불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하고 수소의 대단히 낮은 수준의 보증하기 위한 장치와 방법

[도면의 간단한 설명]

제1도는 정제가스가 수소의 대단히 낮은 수준을 갖는 것을 보증하는 불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하기 위한 본 발명의 장치에 대한 부분 절개 단면도임.

제2도는 장치가 불활성 가스를 일정한 시간에 걸쳐 정제한 후에 제1도에 도시된 장치 전체에 분배된 불순물 일산화탄소(CO)의 농도를 나타내고 있는 그래프임.

제3도는 제2도의 곡선과 유사한 곡선을 갖이고 있는 그래프이지만, 수소 불순물의 농도를 나타낸다.

제4도는 제1도의 장치 전체에 걸친 수소의 부분 압력을 나타내고 있는 그래프임.

제5도는 선행 기술의 정제장치와 본 발명의 정제장치에 의해서 정제된 불활성 가스내의 수소부분압력을 나타내고 있는 그래프임.

* 도면의 주요부분에 대한 부호의 설명

100 : 가스 정제 장치 102 : 하우징

108 : 가스 유입구 110 : 가스출구

114 : 제1가스 흡착 물질 116 : 제2가스 흡착물질

118 : 제1지역 120 : 제2지역

[발명의 상세한 설명]

많은 제조 공정에서 회유 또는 불활성 기체, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤, 크세논 또는 질소 같은 순수 불활성 가스가 사용되게 된다. 일예를 들면 반도체 장치의 제조에 사용된다. 사용전에 불순불활성 가스는 CO, CO_2, CH_4, 02와 H_2같은 오염가스를 제거하여 정제되어야 한다. 영국특허출원 공고번호 제2,177,079A와 제2,177,080A호는 이러한 불순물 가스를 제거하기 위하여 불활성 가스를 정제하기 위한 방법을 설명한다.

그러나 이 두 영국특허출원 공고는 수소의 대단히 낮은 수준을 유지하는 문제에 관해서는 정보를 주지 않고 있다.

제조 공정에서 존재하는 수소의 부분 압력으로 인해서 반도체 장치의 제조시 발견되는 결함의 백분율에 관한 계량 측정치는 입수할 수 없지만, 수소 부분 압력이 낮으면 낮을수록 발견되는 결함의 수도 낮아지는 것으로 일반적으로 믿어진다.

그러므로 희유가스와 질소 같은 불순 불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하기 위한 개량된 장치를 제공하는 것이 본 발명의 목적이다.

정재돈 불활성 가스가 수소의 대단히 낮은 수준을 갖는 것을 보증하는 불활성 가스의 정제를 위한 장치를 제공하는 것이 본 발명의 다른 목적이다.

정제된 출구 가스내에 수소의 대단히 낮은 수준을 보증하면서 불순불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하기 위한 방법을 제공하는 것이 본 발명의 또 다른 목적이다.

본 발명의 이러한 목적들과 장점들은 하기 도면과 설명을 참조하여 기술분야에 숙달한 사람들에게 명백하게 될 것이다.

이제 제1도를 보면, 불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하기 위한 가스정제장치(100)가 도시되어 있다. 불활성 가스라는 것은 희유 또는 불활성 기체, 헬륨, 네온, 아르곤, 크립톤, 크세논 또는 질소를 뜻하는 것이다. 가스 정제장치(100)는, 스테인레스강 같은 금속으로 만들어지는 것이 양호한, 원통형 씌우개(104)형태로 된 하우징(102)을 포함한다.

원통형 씌우개(104)는 가스가 새지 않도록 밀폐되게 부착되어 있는 단부 캡(106)(106')들도 스테인레스강으로 만들어지는 것이 양호하다.

단부 캡(106)에는 스테인레스강으로 만들어지는 것이 양호한, 중공의 실린더 형태로 된 불활성 가스 유입구(108)가 부착되어 있다.

단부 캡(106')에는 정제된 불활성 가스출구(110)가 제공된다. 가스출구(110)도 실린더 형태이며 스테인레스강으로 만들어지는 것이 양호하다. 원통형의 씌우개(104)와 단부캡(106)(106')들은 제1가스 흡착물질(114)과 제2가스흡착물질(116)을 함유하는 중공의 공간(112)을 형성한다. 제1가스 흡착물질(114)은,

가) 지르코늄-바나듐-철의 합금과;

나) 지르코늄-철의 합금;

으로부터 선정된 비-증발성 게터 합금인 것이 양호하다.

상기 제1가스 흡착물질(114)은, 분말을 압착하거나 열 소결하여 형성된 다중도의 펠릿들 형태로 된 약 125㎛ 이하의 평균 입자크기를 갖고 있는 분말로 구성된다.

제1가스 흡착물질(114)의 펠릿들은 불활성 가스유입구(104)에 인접한 제1지역(118)내에 놓여 있다. 정제된 가스가 아르곤 같은 희유 또는 활성 기체이면, 제1가스 흡착물질(114)은 지르코늄-바나듐-철의 합금이어야 한다. 이 경우에, 제1가스 흡착물질은 지르코늄-바나듐-철의 비-증발성 게터 합금인데, 그 조성은 3성분의 중량비를 3성분 조성 도표에 도시한 경우에, 다음에기재하는 각 점을 묶는 다각형으로 표시되는 범위내에 있다;

가) 75% 지르코늄-20% 바나듐-5%철;

나) 45% 지르코늄-20% 바나듐-35%철;

다) 45% 지르코늄-50% 바나듐-5%철;

만일 정제될 불활성 가스가 질소이면, 제1가스 흡착물질(114)은 지르코늄-철의 비-증발성 게터 합금이며, 중량비로 철 15 내지 30%, 나머지는 지르코늄으로 구성하는 것이 양호하다.

제2가스흡착물질(116)은 중량비로 5-30%의 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금이다.

제2가스흡착물질(116)은 압축된 분말의 펠릿들 형태이며, 분말은 1252㎛이하의 평균 입자 크기를 가지며, 펠릿들은 정제된 불활성 가스 출구(110)에 인접한 제2지역(120)에 하우징내에 놓여 있다.

불순물불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하고 정제된 출구가스내에 수소의 대단히 낮은 수준을 보증하기 위한 본 발명의 방법은 불순 불활성 가스를 유입구로부터 하우징에 통과시키고,

가) 지르코늄-바나듐-철의 비-증발성 게터 합금과,

나) 지르코늄-철의 비-증발성 게터 합금,

으로 구성되는 그 루우프로부터 선정된 제1가스 흡착물질로 불순불활성 가스에 접촉시켜서 정제된 불활성 가스를 산출하는 단계들로 구성된다. 정제된 불활성 가스는 그 다음에 제2가스 흡착물질을 통해서 통과되고 접촉되어 수소의 대단히 낮은 수준을 갖는 정제된 불활성 가스를 산출하게 된다. 제2가스 흡착물질(116)은 중량비로 5 내지 30%의 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금이다.

그리고 나서 수소의 대단히 낮은 수준을 갖는 정제된 불활성 가스는 정제된 불활성 가스출구(110)를 통해서 유출된다.

실시예1

이 실시예는 본 발명을 나타내는 것은 아니지만, 본 발명의 이해를 돕기 위한 것이다.

불활성 가스 유입구와 불활성 가스 출구가 있는, 7㎝길이와 1㎝ 직경의 스테인레스강 하우징을 포함하는 불활성 가스 정제 장치에 125㎛이하의 입자 크기를 갖고 있는 Zr_2Fe의 압축된 분말의 펠릿이 충전되었다. 펠릿은 그 형상이 원통형이며, 4㎜의 직경과 3㎜의 높이를 갖는다.

사용된 펠릿의 전체 중량은 14g이었다.

장치가 330℃로 가열되고 불순 질소가스는 장치를 통해서 유출될 수 있었다.

질소 가스의 불순물 수준은 하기와 같았다 :

불순물 수준 PPm

	O_2	CH_4	H_2	CO	CO_2
A	10	10	9		9
B	9	8.5	7.5	9.5	
C	9	9	8.5	8.5	

A, B 및 C는 본 실시예에서 사용된 불순 질소가스의 연속적인 실린더를 위한 임의의 식별 문자들이다. 장치를 통해서 불순 질소 가스를 약 350시간 동안 유출한 후, Zr_2Fe의 시료들이 장치의 길이에 따르는 여러 위치에서 취해지고 탄소, 산소, 질소 및 수소의 함량이 분석되었다.

제2도는 불활성 가스 유입구(108)로부터 시료의 ㎝로된 위치 1의 함수로서 y축상에 $㎤mbar \cdot mg^{-1}$로 탄소함량을 도시하는 탄소 함량 측정의 결과들을 도시한다.

제3도는 수소에 대한 유사한 곡선이다.

제4도는 장치 내에서의 수소 부분 압력의 예상된 윤곽이다. 이 실시예는 불순물의 흡착은 장치 전체에 걸쳐 점진적으로 일어나는 것을 나타낸다.

실시예 2

이 실시예는 본 발명을 나타내는 것은 아니지만 본 발명의 이해를 돕기 위한 것이다.

제1도의 장치에 유사한 장치에 125㎛ 이하의 입자 크기를 갖이고 있는 70% 지르코늄-24.6% 바나듐-5.4% 철의 압축된 분말의 펠릿 720g이 충전되었다. 펠릿은 6㎜의 직경과 4㎜ 높이를 갖이고 있는 원통형이었다.

99.999% 순도의 아르곤 가스가, 1.3바아의 유입구 압력과 1바아(1기압)의 출구 압력으로, 고정온도로 유지된 장치를 통과하였다. 아르곤 가스 흐름은 $1리이터분^{-1}$이었다. 약 1시간 후에 수소 부분압력이 측정되고 제5도의 그래프에 도시되었다.

온도를 변경하여 시험이 되풀이 되었다.

온도 300℃, 350℃, 400℃, 와 450℃에 대한 점들이 도시되어 제5도상에 선 A를 만들었다.

실시예 3

이 실시예는 본 발명을 나타낸다.

실시예 2가, 가스 유입구에 인접한 하우징의 일부에 실시예 2에서 사용된 것과 같은 지르코늄-바나듐-철 펠릿들 650g이 충전되었다는 것을 제외하고는 되풀이 되었다.

가스출구에 인접한 나머지 공간에는, 5% 중량비의 알루미늄 분말과 친밀히 혼합되고 압축된 125㎛이하의 입자크기의 84% 지르코늄-16% 알루미늄 합금의 95%중량비의 동일한 크기의 펠릿들 70g이 충전되었다. 시험이 실시예 2에서와 같이 400℃와 450℃에서 되풀이 되었다.

각각의 시험을 하는 동안 지르코늄-바나듐-철 합금과 지르코늄-알루미늄 합금은 같은 온도에 유지되었다. 결과들은 제5도상에 선 B로서 도시되어 있다.

볼수 있는 바와 같이, 출구 가스의 수소 불순물 수준은 두 자리수의 크기, 즉 100의 농도 계수 만큼 감소되는 결과가 되었다.

실시예 4

실시예 2와 3이, 지르코늄-바나듐-철 펠릿들이 Zr_2Fe의 펠릿들로 대치되고 정제될 가스가 질소인 것을 제외하고는 되풀이 되었다. 수소의 출구부분압력은 지르코늄-알루미늄 펠릿들이 정제된 가스출구 가까이에 존재할 때 상당히 감소되었다.

본 발명이, 기술분야에 숙달한 사람들에게 어떻게 하면 본 발명을 가장 잘 실시할 수 있는가를 가르키기 위하여 어떤 양호한 실시태양들을 참조하면서 상세하게 설명되었지만, 첨부된 청구범위의 정신과 범위로부터 이탈되지 않는 한 다른 변형도 사용될 수 있는 것을 이해하여야 한다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

제1가스 흡착물질(114)과 제2가스 흡착물질(116)을 함유하는 하우징(102)과 유체 소통되어 있는 불순물 불활성 가스 유입구(10)를 포함하고, 그 하우징은 정제된 가스출구(110)와 유체 소통되어 있으며,

가) 제1가스 흡착물질(114)은 (a) 지르코늄-바나듐-철의 비-증발성 게터합금, (b) 지르코늄-철, 로 구성되는 그루우프로부터 선정되고;

나) 제2가스 흡착물질(116)은 5-30% 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금,

인 것을 특징으로 하는, 불순물활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하기 위한 장치.

청구항 2

제1항에 있어서, 불활성 불순 가스가 아르곤이며,

가) 제1가스 흡착물질(114)이, 그 중량조성이 3성분의 중량비를 3성분 조성도표에 도시한 경우에, 다음에 기재하는 각 점을 묶는 다각형으로 표시되는 범위내에 있고;

(a) 75% 지르코늄-20% 바나듐-5%철,

(b) 45% 지르코늄-20% 바나듐-35%철,

(a) 45% 지르코늄-50% 바나듐-5%철,

나) 제2가스흡착물질(116)은 16% 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금, 인 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 3

제1항에 있어서, 불활성 불순 가스가 질소이며,

가) 제1가스 흡착물질(114)이 중량비 15 내지 30%의 철과 나머지는 지르코늄으로 구성되는 비-증발성 게터합금이며,

나) 제2가스 흡착물질(116)이 16% 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금, 인 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 4

제1항에 있어서, 가) 제1가스 흡착물질(114)이 압축된 분말의 다중도 펠릿들 형태로 되고, 분말은 125㎛ 이하의 평균 입자 크기를 갖이며, 펠릿들은 불활성 가스 유입구(108)가까이에 있는 지역(118)에서 하우징(102)내에 놓여 있고,

나) 제2가스 흡착물질(116)은 압축된 분말의 펠릿들 형태로 되고, 부날은 125㎛ 이하의 평균입자 크기를 갖이며, 펠릿들은 정제된 불활성 가스출구(110)에 가까운 지역(120)에서 하우징(102)내에 놓여 있는 것을 특징으로 하는 장치.

청구항 5

가) 불순 불활성 가스를 유입구를 통해서 하우징에 통과시키고,

나) 정제된 불활성 가스를 산출하기 위하여,

a) 지르코늄-바나듐-철의 비-증발성 게터합금,

b) 지르코늄-철,

로 구성되는 그루우프로부터 선정된 제1가스 흡착물질도 불순불활성 가스를 접촉하며,

다) 수소의 대단히 낮은 수준을 갖는 정제된 불활성 가스를 산출하기 위하여, 정제된 불활성 가스를 5-30% 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금으로된 제2가스흡착물질을 통해서 통과시키고,

라) 수소의 대단히 낮은 수준을 갖는 정제된 불활성 가스를 정제된 가스출구를 통해서 유출시키는, 단계들로 구성되는 것을 특징으로 하는, 불순불활성 가스로부터 불순물 가스를 제거하고 정제된 출구가스내에 수소의 대단히 낮은 수준을 보증하기 위한 방법.

청구항 6

제5항에 정제될 가스가 아르곤이며, 제1가스 흡착물질은 지르코늄-바나듐-철의 비-증발성 게터이고, 그 중량 조성은 3성분의 중량비를 3성분 조성 도표에 도시한 경우에, 다음에 기재하는 각 점을 묶는 다각형으로 표시되는 범위내에 있도록 하는 것을 특징으로 하는 방법 :

(a) 75% 지르코늄- 바나듐-5%철,

(b) 45% 지르코늄- 바나듐-35%철,

(c) 45% 지르코늄- 바나듐-5% 철.

청구항 7

제5항에 있어서, 정제될 가스가 질소이며, 제1가스 흡착물질은 중량비 15내지 30%의 철과 나머지는 지르코늄으로 구성되는 비-증발성 게터합금인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 8

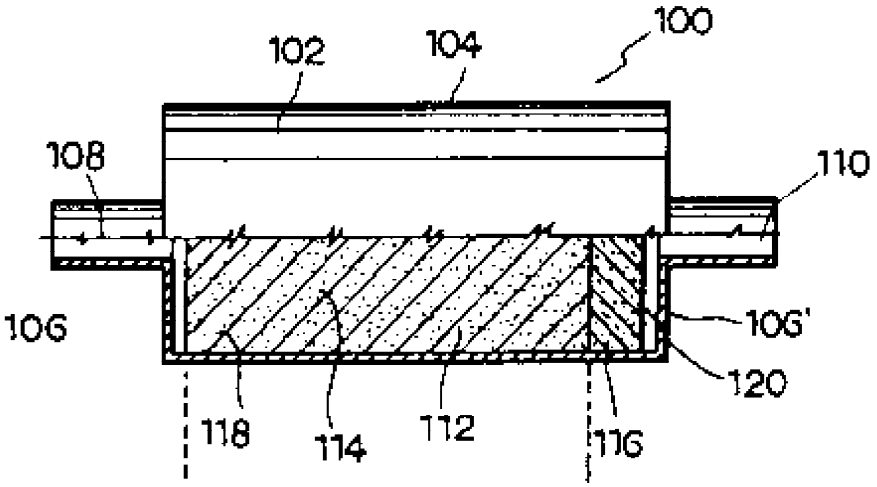
제5항에 있어서, 제2가스흡착물질이 16% 알루미늄과 나머지는 지르코늄의 조성을 갖는 비-증발성 게터 합금인 것을 특징으로 하는 방법.

청구항 9

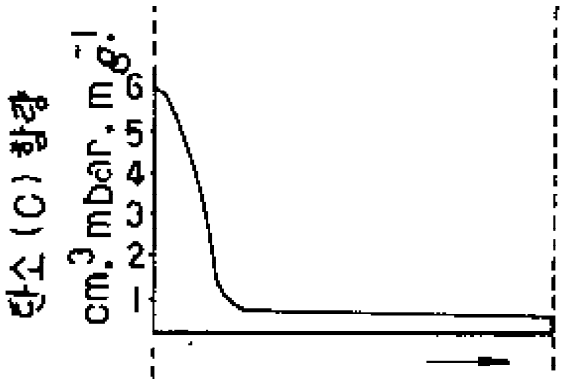
제6항에 있어서, 제1가스 흡착물질이 압축된 분말의 다중도 펠렛들 형태로 되고, 분말은 125㎛이하의 평균입자 크기를 갖이며, 펠릿들은 불활성 가스유입구에 가까운 지역에서 하우징내에 놓여있고 350℃ 내지 450℃의 온도에 유지되어 있으며 : 제2가스 흡착물질은 압축된 분말의 다중도 펠릿들 형태로 되고, 분말은 125㎛이하의 평균 입자 크기를 갖이며, 펠릿들은 정제된 불활성 가스 출구에 가까운 지역에서 하우징내에 놓여 있고, 제1가스 흡착물질의 온도와 대체로 같은 온도에 유지되어 있는 것을 특징으로 하는 방법.

도면

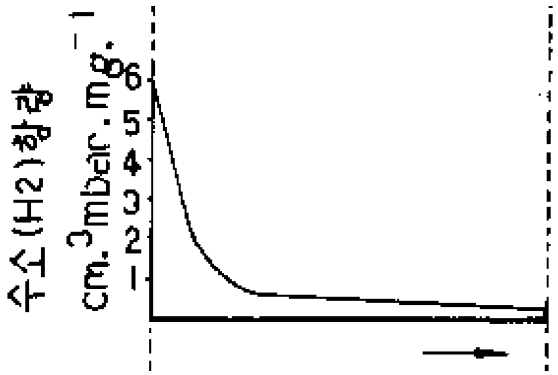
도면1



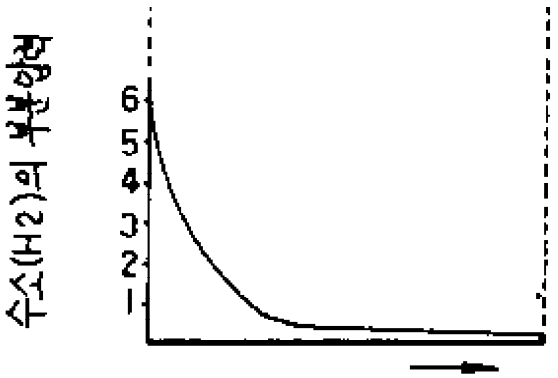
도면2



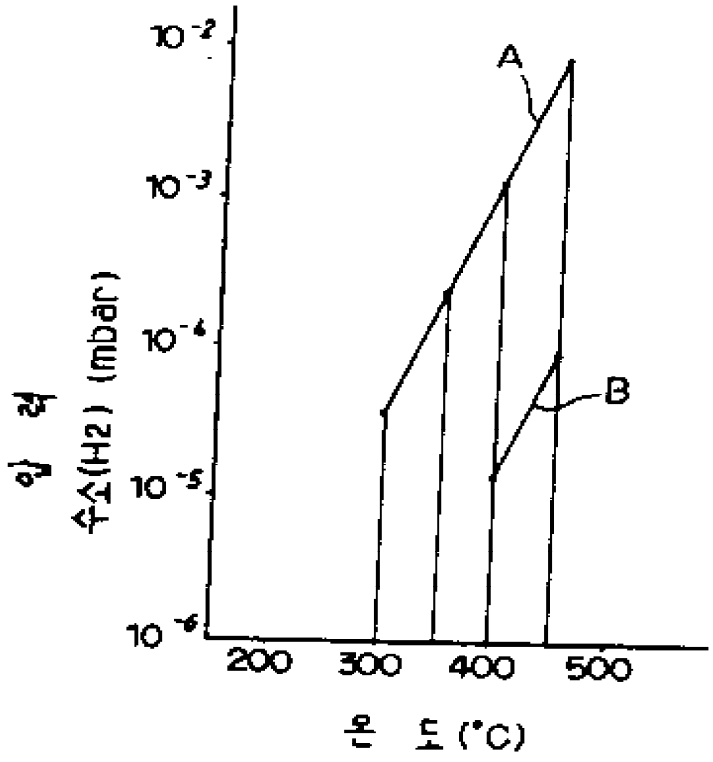
도면3


수소(H2)함량
cm.3mbar.mg.-1
1
2
3
4
5
6

도면4


수소(H2)의 부분압력
1
2
3
4
5
6

도면5


압 력
수소(H2) (mbar)
10-2
10-3
10-4
10-5
10-6
A
B
200
300
400
500
온 도 (°C)