



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2014년03월06일
 (11) 등록번호 10-1369935
 (24) 등록일자 2014년02월26일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
 B01D 53/02 (2006.01) B01D 53/74 (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2013-7008376(분할)
- (22) 출원일자(국제) 2005년10월19일
 심사청구일자 2013년04월30일
- (85) 번역문제출일자 2013년04월01일
- (65) 공개번호 10-2013-0041380
- (43) 공개일자 2013년04월24일
- (62) 원출원 특허 10-2007-7011833
 원출원일자(국제) 2005년10월19일
 심사청구일자 2010년07월27일
- (86) 국제출원번호 PCT/US2005/038222
- (87) 국제공개번호 WO 2006/057748
 국제공개일자 2006년06월01일
- (30) 우선권주장
 11/252,200 2005년10월17일 미국(US)
 60/621,871 2004년10월25일 미국(US)
- (56) 선행기술조사문헌
 US20010022135 A1*
 US20020178923 A1*
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌

- (73) 특허권자
 매티슨 트라이-가스, 인크.
 미국 뉴 저지주 07920 베스킹 릿지 알렌 로드 150
- (72) 발명자
 비닌스키 조셉 브이.
 미국 콜로라도주 80501 롱몬 레프트핸드 씨클 1861
 토레스 2세 로버트
 미국 콜로라도주 80501 롱몬 레프트핸드 씨클 1861
 (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
 장훈

전체 청구항 수 : 총 15 항

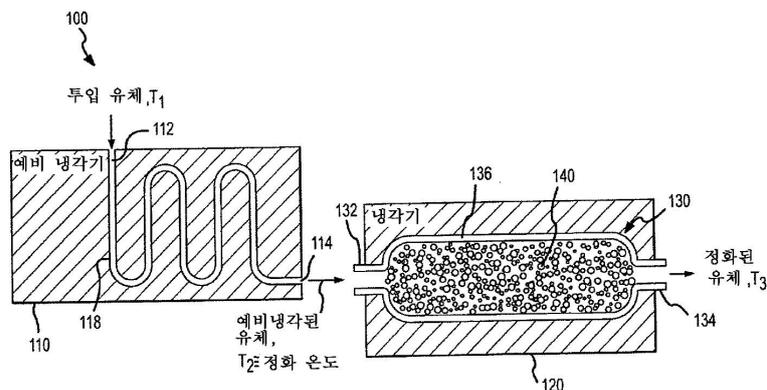
심사관 : 이종국

(54) 발명의 명칭 저온 정화기를 사용하는 유체 정화 시스템

(57) 요약

매트릭스 유체를 처리하여 본 발명은 하나 이상의 불순물(예를 들면, 공정 가스로부터의 수분)을 제거하는 시스템 및 방법에 관한 것이다. 정화기는 매트릭스 유체를 수용하고 이를 제2의 저온으로 냉각시키는 예비냉각기를 포함한다. 고표면적 물질로 제조된 정화기 소자를 포함하는 용기가 제공된다. 당해 용기는 예비냉각기로부터 매트릭스 유체를 수용하기 위한 유입구와 매트릭스 유체를 정화기 소자를 통해 유동시킨 후 이를 방출시키기 위한 배출구를 포함한다. 정화기는 용기의 외부 표면과 열 접촉시켜 이를 주위 온도 이하 및 매트릭스의 상 변화점 이상으로 선택되며 전형적으로 약 0 내지 -200℃의 범위인 정화 온도로 냉각시키는 냉각기를 포함한다.

대표도



(72) 발명자

홀딩 버지니아 에이취.

미국 콜로라도주 80501 롱몬 레프트핸드 씨클 1861

스파이서 해럴드

미국 콜로라도주 80501 롱몬 레프트핸드 씨클 1861

특허청구의 범위

청구항 1

매트릭스 유체를 제1 온도, 압력 및 유속에서 수용하고 이를 제1 온도보다 낮은 제2 온도에서 방출하는 예비냉각기;

소결된 니켈, 압축된 니켈 및/또는 도금된 니켈, 스테인리스 강, 내마모성 합금, 및/또는 불순물 중의 특정한 것을 제거하기 위해 선택된 합금을 포함하는 금속 입자 필터를 포함하는 흡착계 정화기 물질;

상기 흡착계 정화기 물질을 함유하기 위한 강 파이프를 포함하고, 예비냉각기로부터 불순물을 100ppb 초과 양으로 포함하는 매트릭스 유체를 수용하기 위한 유입구와, 매트릭스 유체를 흡착계 정화기 물질을 통해 유동시킨 후, 100ppb 미만의 불순물을 포함하는 매트릭스 유체를 방출시키기 위한 배출구를 포함하는 용기 및

상기 용기의 외부 표면과 열 접촉하여 0℃ 내지 -200℃ 범위의 정화 온도로 상기 용기의 외부 표면을 냉각시키는 냉각기로서, 상기 정화 온도는 상기 매트릭스 유체의 유속 및 압력에서 주위 온도 미만 및 상기 매트릭스 유체의 상 변화점 초과로 되도록 선택되는 냉각기

를 포함하는, 매트릭스 유체를 처리하여 하나 이상의 불순물을 제거하기 위한 저온 정화기.

청구항 2

삭제

청구항 3

제1항에 있어서, 상기 흡착계 정화기 물질이 모데나이트, 제올라이트, 알루미나, 실리카 및 탄소를 이루어진 그룹으로부터 선택된 물질을 하나 이상 포함하는, 저온 정화기.

청구항 4

제1항에 있어서, 상기 냉각기를 상기 예비냉각기와 열 접촉시켜 예비냉각기를 통해 유동하는 매트릭스 유체를 냉각시키는, 저온 정화기.

청구항 5

용기 내에 수용된 흡착계 정화기 물질을 매트릭스 유체의 유동 경로로 제공하는 단계,

상기 흡착계 정화기 물질을, 0 내지 -200℃의 온도 범위로 되도록 선택되고 특정 압력 및 유속에서 상기 매트릭스 유체의 상 변화점 초과인 정화 온도로 냉각시키는 단계,

상기 매트릭스 유체를 예비냉각기 단계에 통과시켜, 예비냉각기 단계를 통한 제1 단계 전에 불순물을 100ppb 초과 양으로 포함하는 상기 매트릭스 유체를 특정 온도 범위의 온도로 냉각시키는 제1 단계 및

흡착계 정화기 물질을 통한 제2 단계 후에 매트릭스 유체 중의 불순물이 100ppb 미만의 양으로 감소되는 상기 매트릭스 유체를 상기 흡착계 정화기 물질을 통해 유동시키는 제2 단계를 포함하는, 특정 압력 및 유속에서 유동하는 매트릭스 유체의 정화방법.

청구항 6

제5항에 있어서, 상기 흡착계 정화기 물질이 모데나이트, 제올라이트, 알루미나, 실리카, 탄소, 및 소결된 금속, 압축된 금속 및/또는 도금된 금속 및 금속 합금으로 이루어진 그룹으로부터 선택된 하나 이상의 물질을 포함하는, 정화방법.

청구항 7

제5항에 있어서, 상기 매트릭스 유체가 예비냉각기 단계에서 냉각되는 온도가 정화 온도이고, 상기 흡착계 정화기 물질의 냉각이, 흡착계 정화기 물질을 포함하는 용기의 외부 표면과 열 접촉하는 냉각기를 작동시켜 용기 외부 표면을 정화 온도와 동일하거나 이보다 낮은 용기 온도로 냉각시킴을 포함하는, 정화방법.

청구항 8

제5항에 있어서, 제2 단계 후, 상기 매트릭스 유체 중의 이온성 유체의 양이 10ppb 미만으로 감소되는, 정화방법.

청구항 9

제5항에 있어서, 제1 단계 전, 상기 매트릭스 유체가 불순물을 1000ppb 초과 양으로 포함하는, 정화방법.

청구항 10

제5항에 있어서, 상기 흡착계 정화기 물질이 소결된 니켈, 압축된 니켈 및/또는 도금된 니켈, 스테인리스 강, 내마모성 합금, 및/또는 불순물 중의 특정한 것을 제거하기 위해 선택된 합금을 포함하는, 정화방법.

청구항 11

제5항에 있어서, 상기 정화된 매트릭스 유체를 주위 온도 이상의 온도로 가열시킴을 포함하는, 정화방법.

청구항 12

제5항에 있어서, 상기 매트릭스 유체가 아민, 암모니아, 아르곤, 아르신, 삼염화붕소, 삼불화붕소, 이산화탄소, 일산화탄소, 카보닐 설파이드, 염소, 삼불화염소, 디클로로실란, 디실란, 저메인, 할로카본, 할로젠화 화합물, 헬륨, 수소, 브롬화수소, 염화수소, 불화수소, 메틸실란, 질소, 이산화질소, 삼불화질소, 아산화질소, 옥타플루오로사이클로펜텐, 산소, 포스핀, 희가스, 실란, 사염화규소, 사불화규소, 육불화황, 트리클로로실란, WF₆, F₂, NO, 디보란, 탄화수소, 유기 금속, 사불화게르마늄, 셀렌화수소 및 삼불화인으로 이루어진 가스 그룹으로부터 선택된 가스를 포함하는, 정화방법.

청구항 13

용기 내에 수용된 흡착계 정화기 물질을 매트릭스 유체의 유동 경로로 제공하는 단계,
 상기 흡착계 정화기 물질을 0℃ 내지 -200℃의 온도 범위로 되도록 선택된 정화 온도로 냉각시키는 단계,
 상기 매트릭스 유체를 예비냉각기 단계에 통과시켜, 예비냉각기 단계를 통한 제1 단계 전에 불순물을 100ppb 초과 양으로 포함하는 상기 매트릭스 유체를 특정 온도 범위의 온도로 냉각시키는 제1 단계 및
 흡착계 정화기 물질을 통한 제2 단계 후에 매트릭스 유체 중의 불순물이 100ppb 미만의 양으로 감소되는 상기 매트릭스 유체를 상기 흡착계 정화기 물질을 통해 유동시키는 제2 단계를 포함하는, 특정 압력 및 유속에서 유동하는 매트릭스 유체의 정화방법.

청구항 14

제13항에 있어서, 상기 흡착계 정화기 물질의 정화 온도가 상기 압력 및 유속에서 매트릭스 유체의 상 변화점 초과인, 매트릭스 유체의 정화방법.

청구항 15

제13항에 있어서, 상기 흡착계 정화기 물질을, -20℃ 미만인 정화 온도로 냉각시키는, 매트릭스 유체의 정화방법.

청구항 16

제13항 또는 제14항에 있어서, 제2 단계 후, 매트릭스 유체 중의 불순물이 10ppb 미만의 양으로 감소되는, 매트릭스 유체의 정화방법.

청구항 17

삭제

청구항 18

삭제

명세서

기술분야

[0001] 관련 출원에 대한 상호 교차참조

[0002] 본원은 전문이 본원에 참고로 인용되어 있는, 2004년 10월 25일에 출원된 "매트릭스 유체로부터 불순물 유체를 제거하기 위한 피코 트랩(PICO 트랩) 극저온 정화기"라는 명칭의 미국 가특허원 제60/621,871호 및 2005년 10월 17일에 출원된 "저온 정화기를 사용하는 유체 정화 시스템"이라는 명칭의 미국 가특허원의 우선권을 주장한다.

[0003] 1. 발명의 분야:

[0004] 본 발명은 반도체 산업에서 사용되는 것과 같은 초순수 공정 가스 정화 분야를 포함하는 유체 정화 분야에 관한 것으로, 보다 특히, 유체 정화 시스템, 및 냉각기(즉, 냉각 또는 극저온 정화기)를 갖는 정화기를 이용하여 온도 정화에 의해 매트릭스 가스로부터의 불순물을 제거하거나, 저하된 온도 또는 저온에서 유지시킨 고표면적 물질과 같은 매질 또는 매질 혼합물을 여과하는 관련된 방법에 관한 것이다.

배경기술

[0005] 2. 선행 기술의 설명:

[0006] 불순물이 거의 없는 공정 가스 및 기타 유체는 점점 요구되고 있다. 가스의 수많은 제조 및 기타 용도는 불순물 수준, 예를 들면, 수분 수준이 10ppb 이하일 것을 요하며, 이러한 가스는 흔히 초순수 가스로 생각된다.

[0007] 반도체 산업은 불순물을 제거함으로써 정제될 것을 요구하는 초순수 공정 가스 또는 유체, 예를 들면, 매트릭스 가스 또는 유체가 점점 요구되는 특정 예를 제공한다. 반도체 집적 장치가 보다 소형화되고 반도체 집적 장치를 사용하는 장치가 더욱 정교해짐에 따라, 실제 반도체 물질의 물리적 및 화학적 특성이 당해 반도체 물질의 이상적이고도 고유한 특성에 더욱 가까운 특성을 가질 것이 점점 요구되고 있다. 반도체의 제조는 각종 소자로 구성되는 반응성 가스의 사용을 포함한다. 또한, 제조 공정, 예를 들면, 금속 유기 화학 증착(MOCVD) 및 기타 관련된 제조 기술은 반도체의 제조에 사용된다. 이러한 공정에서, 반응성 가스의 순도는 제조되는 반도체 장치의 생성된 품질, 및 특히 제조된 반도체 장치의 전자공학적인 품질 및 특성을 측정하는 데 중대한 역할을 한다. 결과적으로, 초순수 공정 가스를 위한 마이크로전자공학 산업이 점점 증가하고 있다. 반도체 산업은 초순수 공정 가스에 대한 증가된 수요의 한 가지 예를 제공하며, 이러한 요건을 충족시키기 위해, 가스의 초정화 방법으로 경험있는 광범위한 기술적 노력 및 진보를 이룬다.

[0008] 초순수 가스는 일반적으로 매트릭스 또는 공정 가스를 다양한 여과 또는 정화 매질 및/또는 기계적 필터 및 다른 장치를 사용하여 매트릭스 또는 공정 가스로부터 불순물, 예를 들면, 수분을 제거하여 매트릭스 또는 공정 가스에서 수분 수준이 10ppb 미만인 정화기를 포함하는 정화 시스템으로 처리함으로써 제조된다. 현재, 대부분의 연구 및 개발 노력은 정화기를 통한 가스(또는 기타 유체) 유동으로서 불순물을 효과적으로 제거할 수 있는 정화기에서 사용하기 위한 매질의 제조에 관한 것이다. 고표면적 물질은 흔히 정화기 매질로서 사용되어 기판, 예를 들면, 매우 작은 비드 등으로 이루어진 기판을 제조하며, 이는 정화기 캐니스터(canister)에서 제공되며, 매트릭스 또는 공정 가스를 특정 유속 및 압력에서 기판을 통해 유동시킨다.

[0009] 개발 노력에 의해 공정 유체에서 미량의 불순물을 1ppm 이하의 수준으로 제거할 수 있는 정화기 매질에 이르렀으나, 몇몇 경우, 정화기 매질의 흡착 특성은 소정의 정화기 매질에 의해 달성할 수 있는 불순물 제거 수준을 제한한다. 예를 들면, 반도체 산업에서 사용되는 몇몇 정화기 매질 또는 물질은 주위 온도 및 약 30psig의 압력에서 유동하는 매트릭스 가스(즉, HCl 가스)로부터 수분을 제거하여 150 내지 200ppb의 범위로 균등화할 수 있는 것으로 시험되거나 나타났다. 그러나, 이러한 수준은 챔버 및 웨이퍼 세정 용도로 사용되는 HCl 가스와 같은 수 많은 공정 가스에 대해 10ppb 이하의 수분 수준을 계속 요구하는 반도체 산업의 요건을 만족시키지 못한다.

발명의 내용

해결하려는 과제

[0010] 그러므로, 매트릭스 유체를 정화시키기 위한, 예를 들면, 반도체 산업에서 및 수많은 다른 용도로 사용하기 위한 고순도 가스를 제조하기 위한 개선된 방법 및 시스템이 여전히 요구되고 있다. 바람직하게는, 이러한 방법 및 시스템은 수많은 존재하는 가스 운반 시스템과 양립 가능하고 수많은 존재하는 정화기 매질 및/또는 고표면 물질의 사용을 허용하면서 초순수 가스를 위한 증가된 요건을 충족시키도록 배열된다.

과제의 해결 수단

[0011] 발명의 요약

[0012] 본 발명은 정화 매질 또는 물질을 주위 조건 이하의 온도로 냉각시킴으로써 불순물의 제거를 향상시키는 매트릭스 유체(예를 들면, 화학 가스)를 정화시키기 위한 시스템 (및 관련된 방법)을 제공한다. 이 시스템은 일반적으로 정화기 소자, 예를 들면, 다량의 고표면적 정화 물질, 예비제조된 니켈 또는 스테인리스 강 입자 여과 등을 지지하는 캐니스터를 포함한다. 냉각기를 캐니스터와 열 접촉시켜 캐니스터 및 함유되는 정화기 소자를 주위 온도 이하의 온도, 및 전형적으로, 20℃ 이상 주위 온도 이하의 온도이되, 정화 시스템의 유속 및 압력의 작용시 매트릭스 유체에 대한 상 변화점 이상의 온도로 냉각시킨다. 몇몇 양태에 있어서, 예비냉각기를 정화기 캐니스터의 상류에 제공하여 정화기 소자와 접촉시키기 전에 매트릭스 유체를, 예를 들면, 정화 온도 또는 이에 근접하는 온도로 냉각시킨다.

[0013] 보다 특히, 매트릭스 유체를 처리하기 위해 저온 정화기를 제공하여 하나 이상의 불순물(예를 들면, 공정 가스로부터의 수분)을 제거한다. 정화기는 제1 온도, 압력 및 유속을 갖는 매트릭스 유체를 수용하는 예비냉각기를 포함한다. 예비 냉각기는 매트릭스 유체를 냉각시키고, 제1 온도보다 낮은 제2 온도에서 매트릭스 유체를 방출한다. 정화기 속에는 다량의 고표면적 물질로 제조되는 정화기 소자가 포함되며, 정화기 소자를 포함하는 용기가 제공된다. 이 용기는 예비냉각기로부터 매트릭스 유체를 수용하기 위한 유입구와 매트릭스 유체를 정화기 소자를 통해 유동시킨 후 이를 방출시키기 위한 배출구를 포함한다. 정화기는 용기의 외부 표면을 유체의 압력 및 유속에서 주위 온도 이하 및 매트릭스 유체의 상 변화점 이상의 온도로 선택되는, 용기의 외부 표면과 열 접촉되어 정화 온도로 냉각시키는 냉각기를 추가로 포함한다.

[0014] 예비냉각기는 정화기의 별도의 메카니즘에 의해 냉각시키거나, 정화기 캐니스터를 냉각시키는 데 사용되는 것과 동일한 냉각기로 냉각시킬 수 있다. 예비냉각기를 전형적으로 냉각시켜 매트릭스 유체의 제2 온도(또는 예비냉각기의 방출 온도)가 정화 온도와 거의 동일하거나 이에 근접하게 한다. 정화 온도는 전형적으로 약 20℃ 이상 주위 온도 이하, 보다 전형적으로는 약 0 내지 -200℃이다. 용기는 수많은 형태를 취할 수 있으며, 한 가지 경우에는, 소결된 니켈, 압축된 니켈 및/또는 도금된 니켈 및/또는 스테인리스 강 및/또는 내마모성 합금[예를 들면, 하스텔로이(Hastelloy)TM 등], 또는 특정 용도에 적합한 기타 합금으로 제조되는 금속 입자 필터가 위치하는 스테인리스 강 파이프이다. 다른 경우, 고표면적 물질은 모데나이트, 제올라이트, 알루미늄, 실리카, 탄소, 분자체 또는 이러한 물질의 조합물이며, 용기는 정화기 기관을 지지하기 위한 캐니스터이다. 또 다른 양태에 있어서, 고표면적 물질은 반응성 금속 또는 특정 불순물을 제거하도록 설계되는 다른 종류로 피복된다.

발명의 효과

[0015] 본 발명의 방법 및 시스템은 수많은 존재하는 가스 운반 시스템과 양립 가능하고 수많은 존재하는 정화기 매질 및/또는 고표면 물질의 사용을 허용하면서 초순수 가스를 위한 증가된 요건을 충족시킨다.

도면의 간단한 설명

[0016] 도 1은 정화기 캐니스터 및 이의 내용물, 예를 들면, 정화기 물질 및 기계적 필터 등의 온도를 저하시키기 위한 냉각기를 포함하는, 본 발명의 정화 시스템 또는 장치의 계통도이다.

도 2는 도 1과 유사하되, 정화 단계를 냉각시키는 데 사용되는 것과 동일한 장치 또는 시스템으로 냉각을 제공하는 예비냉각기 단계를 갖는, 본 발명에 따르는 또 다른 정화 시스템의 계통도이다.

도 3은 정화기 물질의 정화 또는 여과 온도를 주위 온도 이하의 목적하는 온도로 유지하기 위한 냉각기의 한 가지 양태를 나타내는 본 발명에 따르는 정화 시스템을 예시한다.

도 4는 온도에 대한 특정한 정화기 매질의 의존성을 나타내는 그래프이다.

도 5 및 도 6은 주위 온도에서 및 저하되거나 낮은 정화 온도에서 정화기 매질 또는 냉각 트랩에 의해 HCl 가스로부터 수분 제거와 관련된 시험 결과를 예시한다.

도 7은 본 발명에 따르는 저온 정화기를 포함하는 반도체 제조 시스템을 예시한다.

도 8은 도 7에서 나타낸 것과 유사하되, 추가의 정화기가 부재하며 저온 정화기의 예비냉각기 상류 및 저온 정화기로부터의 가열기 하류를 포함하는 또 다른 반도체 제조 시스템을 예시한다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0017] 일반적으로, 본 발명은 불순물을 제거하도록 설계되는 매질 또는 매질 혼합물을 함유하는 정화기를 통해 유체를 통과시킴으로써 화학 가스 또는 공정 가스와 같은 매트릭스 유체로부터 하나 이상의 불순물을 제거하기 위한 장치/시스템 및 방법에 관한 것이다. 중요하게는, 정화기 매질 또는 매질 혼합물을, 주위 온도보다 낮으며, 몇몇 양태에서는 주위 온도 이하로 20 내지 200°C와 같은 주위 온도보다 훨씬 낮은 온도(예를 들면, "극저온 정화기"를 제공하는 매우 낮은 정화 온도하에 주위가 약 20°C인 경우, 0 내지 -200°C 이하)인 정화 온도로 냉각시킨다. 이러한 저온 또는 보다 저온의 정화기는 저온 비점을 갖는 매트릭스 유체(예를 들면, 화학 가스)로부터 하나 이상의 고온 비점 불순물을 제거하기에 특히 아주 적합하다. 대안으로, 저비점 불순물은 적합한 정화 물질이 선택되는 경우, 고온 비점을 갖는 매트릭스 가스로부터 저하될 수 있다. 정화기에서, 소정의 물질, 정화기 매질 또는 매질 혼합물을 용기 또는 캐니스터에 위치시키거나, 달리 유체의 유동 경로에서 지지된다. 정화기는 용기, 캐니스터 또는 이의 내용물을 소정의 정화 온도에서 냉각시키도록 배열하며, 예시적인 양태에서 정화 캐니스터/용기의 외부 벽을 소정의 온도로 냉각시키는 냉각기를 제공하며, 정화기의 정화 효과를 향상시키도록 정화 온도(예를 들면, 캐니스터 온도에 근접하는 온도)에서 정화기 물질, 매질, 매질, 또는 메카니즘을 유지시킨다.

[0018] 도 1은 당해 문서에서 저하된 온도 정화기, 저온 정화기, 및/또는 극저온 정화기로서 라벨링할 수 있는 정화기의 한 가지 양태를 예시한다. 위에서 논의한 바와 같이, 정화기(100)는 반도체 장치 등의 제조를 위해 공정 가스로서 사용되는 화학 가스와 같은 매트릭스 유체로부터 불순물을 제거하는 데 사용되는 정화기 물질 또는 매질(140)의 온도를 저하시키도록 배열된다. 이러한 목적을 위해, 정화기(100)는 제1 온도(T₁)에서 투입 유체를 수용하기 위한 유입구(112), 및 제2의 저온(T₂)으로 냉각되거나 예비냉각되는 유체를 방출시키기 위한 배출구(114)를 갖는 예비냉각기(110)를 포함하는 것으로 나타낸다. 배출구(114)는 전형적으로 정화기 물질, 매질 또는 매질(및 이들 라벨은 명세서 또는 발명을 제한하는 의도 없이 본원에서 교환 가능하게 사용할 수 있다)을 포함(비드 등과 같은 정화기 물질이 사용되는 경우)하거나 지지(기계적 매질이 사용되는 경우)하는 데 사용되는 캐니스터(130)에 유입구(132)에 의해 유체 전달된다.

[0019] 예비냉각기(110)는 정화기(100)에서 별도의 장치로서 나타내며, 전형적으로 당해 물질(140)의 정화 온도 또는 이에 근접한 온도로 선택되는, 제2 온도(T₂)로 목적하는 냉각을 제공하기에 충분한 길이의 경로를 통해 투입 유체를 인도하는 배관(118)을 포함하는 것으로 나타낸다. 투입 유체 또는 유입되는 매트릭스 유체의 예비냉각은 전형적으로 바람직하여, 캐니스터(130)의 유입구(132)로의 유체 투입에 의해 접촉시 정화기 물질(140)을 가열하지 않으며, 냉각된 정화 물질(140)의 정화 효율에서 목적하는 향상에 영향을 줄 수 있다.

[0020] 이어서, 예비냉각된 유체를 물질, 및/또는 매질(140)을 정화시키기 위해 캐니스터 또는 지지 메카니즘(130)으로 유입구(132)를 통해 정화기의 냉각기 부분으로 투입한다. 매트릭스 유체를 냉각기(120)에 의해 정화 온도로 유지되는 물질(140)에 의해 불순물을 정화시키고, 정화된 유체를 전형적으로 정화 온도 또는 이에 근접한 온도인 제3 온도(T₃)(그러나, 본 발명을 수행하기 위해 다소 낮거나 높을 수 있다)에서 방출한다. 냉각기(120)는 캐니스터 벽(136)을 따라 캐니스터(130)에 접촉하는 것으로 나타내며, 예시된 양태에서, 냉각기(120)는 캐니스터 벽(136)의 온도를 소정의 온도로 저하시키도록 작용하여 용기(130)내의 정화 물질(140)을 목적하는 정화 온도로 저하시킨다.

- [0021] 당해 물질(140)에서 가열 전달의 비효율로 인해, 물질(140)의 정화 온도 또는 온도는 전형적으로 벽(136)의 온도보다 높을 수 있으며, 캐니스터(130)내에서 다소 변할 수 있다[예를 들면, 벽(136)에 인접한 물질(140)의 온도는 캐니스터(130)의 중심에서 물질(140)과 같은 벽(136)에 먼 물질(14)보다 벽(136)의 온도에 더욱 접근할 수 있다]. 따라서, 정화기(100)의 작동 도중에 캐니스터(130)를 물질(140)의 목적하는 온도보다 낮은 온도로 냉각시키는 것이 유용할 수 있으며, 이러한 온도 차이는 캐니스터(130)의 배치, 캐니스터 벽(136)의 재료, 및 물질(140)에 따라 변한다. 다음 논의에서, 정화 온도는 논의 및 실험 측정의 용이성 때문에 캐니스터 벽(136)의 온도라고 할 수 있으며, 물질(140)은 다소 높은 온도를 가질 수 있는 것으로 이해된다. 몇몇 양태(도시되지 않음)에서, 캐니스터 내부로 연장하여 물질(140)을 목적하는 정화 온도로 보다 효과적으로 조절하기 위해 물질(140)과의 열 전달을 향상시키는 열 교환기 장치를 제공할 수 있다.
- [0022] 본 발명자들에 의해 스탠드얼론 유닛(standalone unit)이거나 보다 큰 장치로 혼입될 수 있는 압축 유닛으로서 냉각 정화기(100)가 고려된다. 캐니스터(130)는 냉각기(120)의 냉각 메카니즘을 포함하는 절연 재킷에 포함될 수 있다. 극저온 정화기(100)는 도 7 에 도시한 바와 같은 전통적인 정화 유닛과 일렬로 사용하거나, 도 8에 도시한 바와 같이 그 자체로 사용할 수 있다.
- [0023] 본 발명의 전형적인 양태에서, 소정의 물질, 정화기 매질 또는 매질 혼합물(40)을 냉각기(120)에 의해 냉각되는 용기 또는 캐니스터(130)에 위치시킨다. (110), (120)에 의해 사용되는 냉각 방법 또는 메카니즘은 본 발명을 수행하기 위해 거의 임의의 익히 공지된 방법 또는 메카니즘일 수 있다. 예를 들면, 예비냉각기(110) 및 냉각기(120)(이는 동일하거나 상이한 냉각 메카니즘 또는 방법을 사용할 수 있다)는 냉장 시스템, 열전기 냉각기[교반(Stiring), 펠타이어(Peltier) 등], 고형물 또는 유체 냉각유, 나선 냉각, 벤투리(Venturi) 냉각 또는 임의의 기타 냉각 메카니즘 또는 방법을 사용할 수 있다. 본 발명의 중요한 특징은 특별한 냉각 기술을 사용하는 것이 아니라, 대신에 정화기(100)가 주위 온도 이하의 온도, 전형적으로, 중요하게는 정화기 캐니스터 또는 용기(130)를 통해 유동하는 매트릭스 유체 중의 불순물을 제거함에 있어서 물질(140)의 효과가 상당히 향상되는 주위 온도 이하의 온도로 유지되는 정화기 물질 및/또는 매질(들)(140)을 사용하여 투입 유체 또는 매트릭스 유체를 정화시키도록 배열하고 작용한다는 사실이다.
- [0024] 본 발명자들은 반도체 공정 가스와 같은 유체로부터 불순물의 제거를 향상시키기 위해 저온 표면을 사용하는 개념이 신규하며, 도래하는 시대에 수많은 유익한 용도를 제공할 것으로 믿는다. 미량의 불순물의 초기의 표면 흡착에 의해 작용하는 유체 정화기 매질(예를 들면, 물질 또는 매질(140))에서, 소정의 매질의 정화 효율은 매트릭스로부터 목적하는 종류의 표면 흡착의 평형을 의해 측정된다. 표면 온도를 낮추는 것은 통상 탈착물을 감소시킴으로써 물리적 및 화학적 흡착 평형을 모두 향상시킨다[참조: A. Adamson, "The Physical Chemistry of Surfaces," 5th Edition, New York: Wiley Interscience, 1990]. 이러한 현상은 산업 기술 및 표면 과학 문헌 전체에 걸쳐서 수많은 예에서 나타난다. 이러한 현상의 예로서, 극저온 온도는 고진공 극저온 펌프에서 사용되어 분자체의 능력을 향상시킴으로써 미량의 가스상 종을 제거하고 향상된 진공 수준을 달성한다. 본 발명 이전에, 저온 표면을 사용하여 정화기 물질의 능력을 개선시킴으로써 유체로부터 불순물을 제거하는 개념이 이해되지 않거나 공지되지 않았지만, 본 발명자들은 이 개념이 다수의 화학 가스 및 기타 유체의 처리에 적용되는 것으로 믿는다. 본 발명을 사용하면 최종 사용자들은 통상의 방법으로 구할 수 없는 순도 수준을 성취할 수 있다. 또한, 본원에 기재된 발명에 의해 통상의 물리적 흡착 및 화학적 흡착을 통해 효과적으로 제거할 수 없는 특정한 불순물을 제거한다.
- [0025] 본 발명에 따르는 극저온 정화기[예를 들면, 정화기(100)]를 작동하는 동안에, 향상된 정화 결과를 달성하기 위해 고려해야 하는 몇 가지 조건 또는 작동 파라미터가 있다. 먼저, 정화기(100)의 작동 온도 또는 정화 온도(예를 들면, 물질(140)이 접근하거나 도달하는 용기(130)의 벽(136)의 온도)는 매트릭스 또는 투입 유체의 유속 및 특별한 작동 압력에서 매트릭스 유체의 임의의 상 변화점 이상의 온도로 유지해야 한다(즉, 이러한 상 변화점은 온도 범위를 정화시키기 위한 하한으로서 작용한다). 예를 들면, 매트릭스 유체가 가스인 경우, 작동 온도는 바람직하게는 축합 온도 이상으로 유지된다. 매트릭스 유체가 액체인 경우, 작동 온도는 바람직하게는 빙점 이상으로 유지되며, 매트릭스 유체가 용액인 경우, 작동 온도는 바람직하게는 용질의 포화점 이상으로 유지된다.
- [0026] 둘째, 정화기 매질, 예를 들면, 캐니스터(130)의 소자(140)에 대한 소정의 불순물(즉, 매트릭스 또는 투입 유체로부터 제거하기 위해 목적하는 불순물)의 흡착 평형 상수는 바람직하게는 목적하는 수준의 제거가 매트릭스 유체의 상 변화점보다 높은 온도에서 달성되도록 하는 수이다. 셋째, 정화기 매질[예를 들면, 소자(140)]은 정화기의 작동 온도 또는 정화 온도에서 매트릭스 유체에 대해 안정하도록 선택되어야 한다.

- [0027] 통상의 정화기 물질이 소자(140)로 사용되는 경우, 전형적으로 정화기 물질은 주위 온도에서 매트릭스 유체로부터의 표제 불순물(들)을 제거하는 데 공지되기 때문에 선택된다. 이어서, 정화기(100)의 작동 동안에, 정화기 온도[또는 캐니스터(130)의 벽(136) 온도]는 정화기(100)에서 매트릭스 유체의 압력 및 유동 조건하에 매트릭스 또는 투입 유체의 축합 온도보다는 높으나, 정화기 표면에 대한 불순물의 흡착을 향상시키기에 충분히 낮은 소정의 온도로 저하된다. 몇몇 경우, 작동 또는 정화 온도 주위 온도 이하의 임의의 온도일 수 있다. 보다 전형적으로, 정화기 물질 또는 매질에 의해 흡착시 보다 큰 개선점을 수득하고 제공하기에 이러한 온도가 비교적 용이함에 따라, 정화기의 작동 온도는 주위 온도보다 훨씬 낮은 온도, 예를 들면, 주위 온도 아래로 20 내지 220 °C로 선택된다.
- [0028] 몇몇 양태에서, 유체가 이의 표면과 접촉하는 경우, 하나 이상의 메카니즘에 의해 매트릭스 유체에서 불순물을 제거하도록 이러한 물질이 작용함에 따라, 흡착 또는 정화기 물질(140)은 임의의 고표면적 물질일 수 있다. 예를 들면, 정화기 물질(140)은 모데나이트, 제올라이트, 및/또는 각각 전문이 본원에 참고로 인용되어 있는 미국 특허 제6,110,258호; 제6,733,734호; 제6,461,411호; 제6,425,946호; 제6,783,577호; 제6,783,576호 및 제6,790,358호에 상세하게 기재되어 있는 바와 같은 기관 또는 정화기 물질을 포함하는 반도체 제조 산업에서 사용되는 물질과 같은 전통적인 정화 물질로 구성되는 기관 물질일 수 있다. 기관 물질(140)은 금속, 유기 및/또는 무기 물질, 및/또는 탄소로 구성될 수 있다. 흡착 이외에, 매트릭스 유체에서의 불순물은 침전시킴으로써 정화기 물질(140)에 의해 제거될 수 있으며, 정화 온도는 불순물이 매트릭스 유체에서 불용성으로 되며 여과 방법을 통해 제거되는 경우 한 온도로 저하된다[예를 들면, 필터는, 몇몇 특정 경우, 매질(140)로서 물질(140)의 위치에 추가로 또는 균등하게 제공될 수 있다]. 정화기 온도를 저하시키는 경우 불순물 제거의 예상되는 개선[즉, 배출구(134)를 통해 정화기로부터 방출되는 정화된 유체에서 수득한 개선된 순도 수준] 및 예시적인 온도 변화는 다음에 상세하게 기재되는 도 4 내지 6을 참고하여 제공된다.
- [0029] 또 다른 양태에서, 본원에 기재된 발명은 매트릭스 가스를 이온성 액체 속에 저장하고 용해시키는 경우에 사용할 수 있다. 이러한 경우, 유리한 가스를 액체의 물리적인 형태로 존재하는 고분자량 이온성 물질 속에 저장한다. 이어서, 저장 용기를 가열하거나 진공을 제공함으로써 매트릭스 가스를 이온성 액체로부터 제거한다. 매트릭스 가스가 저장 용기로부터 제거되는 경우, 소농도의 이온성 액체가 또한 저장 용기로부터 방출되는데, 이는 이온성 액체의 증기압이 0이 아니기 때문이다. 상당히게는, 본 발명은 도 1 및 이후의 도면에서 나타낸 바와 같이, 매트릭스 가스로부터 미량의 수준의 이온성 액체를 제거하는 데 사용할 수 있다(즉, 제거된 불순물은 이온성 액체이다). 이온성 액체는 양이온 성분과 음이온 성분을 갖는 저융점, 분자량이 높고 증기압이 낮은 물질을 특징으로 할 수 있다. 이러한 이온성 액체는 각각 전문이 본원에 참고로 인용되어 있는 미국 특허 제6,579,343호 및 미국 공개특허공보 제2004/0206241 A1호에 상세하게 기재되어 있다. 이온성 액체는 전형적으로 매트릭스 가스 속에서 미량으로, 예를 들면, 100 내지 1000ppb의 양으로 존재하며, 종종 보다 높은 수준으로 존재하지만, 본 발명의 각종 양태에 따라 저온 정화기(예를 들면, 도 2의 정화기(200))를 통해 처리한 후, 이온성 액체는 정화된 매트릭스 가스 속에 100ppb 미만의 양으로 존재하며, 몇몇 경우에는 10ppb보다 훨씬 미만의 양으로 존재함으로써, 이온성 액체를 실질적으로 함유하지 않는 초순수 매트릭스 가스를 제조한다.
- [0030] 도 2는 본 발명에 따르는 저온 정화기(200)의 또 다른 양태를 예시한다. 정화기(200)는 정화기(100)와 유사하지만, 예비냉각기가 동일한 유닛 또는 장치의 부분으로서 제공되고 동일한 냉각기 또는 냉각 메카니즘(들)에 의해 냉각될 수 있음을 나타내는 데 유용하다. 정화기(200)는 정화된 유체가 제조 공정 또는 기타의 사용 지점으로 운반되기 전에, 예를 들면, 가열기에 의해 온도를 목적하는 공정 유체 온도로 복귀시킬 수 있음을 추가로 나타낸다. 그러나, 추가로, 정화기(200)는 정화기 물질이 적절한 시기에 정화 결과를 향상시키도록 재생시킬 수 있음을 설명하기에 유용하다.
- [0031] 도면에 나타낸 바와 같이, 정화기(200)는 예비냉각기 단계(220) 및 정화 단계(230) 모두에 냉각을 제공하는 데 사용되는 냉각기(210)를 포함한다. 투입 유체 또는 매트릭스 유체는 제1 온도(T_1)(예를 들면, 주위 온도, 공정 또는 유입구 온도 사용 온도 등)에서 예비냉각기 단계(220)에 제공된다. 냉각기(210)는 매트릭스 유체가 바람직하게는 대략 정화 온도 및/또는 정화 매질/메카니즘(238)의 온도인 제2 온도(T_2)로 감소된 온도를 갖도록 예비냉각기 단계(220)에 냉각을 제공하는 데 사용된다. 이러한 양태의 정화기(200)에서, 유입되는 유체는 정화기 작동 온도(또는 작동 온도보다 더 높고 더 낮지만, 매트릭스 유체의 상 변화점 이상의 온도 범위를 포함하는 온도)로 예비냉각된다(그러나, 이러한 예비냉각은 도 7에서 도시한 바와 같이 모든 경우에 필수적인 것은 아니다). 예를 들면, 냉각기(210)는 매트릭스 유체를 예비냉각기 단계(220)에서 유동시키는 경로(예를 들면, 비틀림 경로)를 한정하는 튜브에 열 교환을 제공할 수 있다. 예비냉각기 단계(220)의 목적은 정화기(200)의 작동

동안에 정화기 챔버 또는 캐니스터(234)내에서 동요하는 온도를 최소화 또는 억제하기 위해 정화 단계(230)로 도입하기 전에 매트릭스 유체를 냉각시키는 것이다. 이는 정화 매질(238)이 수많은 정화기 물질 및 기관의 경우에서와 같이 열의 불량한 전도체인 경우 특히 중요하다.

[0032] 이어서, 제2 온도(T_2)에서 예비냉각 유체는 예비냉각된 매트릭스 유체에서 유용한 불순물(들)을 트래핑하는 데 설계되는 정화 매질 또는 메카니즘(238)을 포함하는 용기 또는 캐니스터(234)[즉, 정화 물질 또는 메카니즘(238)을 지지하고, 예를 들면, 소자(들)(238)을 통해 유체 매트릭스의 유동을 유도하기 위한 장치(들)]를 포함하는 정화 유닛 또는 단계(230)에 관한 것이다. 정화 캐니스터(234)는 냉각기(210)에 의해 온도를 제어하며(즉, 주위 온도 아래로 목적하는 정화 온도로 저하시킴), 캐니스터(234)의 온도를 주의깊게 및 선택적으로 제어함으로써, 표제의 불순물이, 예를 들면, 흡착 및/또는 축합에 의해 매트릭스 유체로부터 차별적으로 및 효과적으로 제거될 수 있도록 함유된 정화 물질, 매질, 및/또는 메카니즘(238)을 제어할 수 있다. 불순물을 정화 물질(238)에 의해 제거한 후, 정화된 유체는 예비냉각된 유체의 온도(T_2)와 동일하거나 실질적으로 동일할 수 있으며 물질(238)의 온도 및 불순물 제거 효과에 따라 다소 높거나 낮을 수 있는 제3 온도(T_3)에서 정화 단계(230)로부터 방출된다.

[0033] 도시한 바와 같이, 가열기(240)를 정화기(200)에 제공한다. 정화 단계(230)로부터 정화된 유체를 가열기(240)를 통해 유동하도록 통과시키거나 투입함으로써 제조 공정 또는 사용 지점을 위해 목적하는 투입을 조화시킬 수 있는 제4 온도(T_4)에서 공정 유체를 제공한다. 몇몇 경우, 정화 매질(238)은 재생 가능한 물질 또는 정화기 매질이며, 몇몇 경우, 이는 캐니스터 또는 용기(234)와 연결되는 정화기(200)에 재생 시스템 또는 장치(250)를 포함하는 것이 바람직할 수 있다. 재생 시스템(250)은 다양한 형태를 가지며, 이는 유체 및 가스 정화 산업에서 익히 공지되어 있다. 재생 시스템 또는 메카니즘(250)은 정화기 매질(238)을 동일 반응계내에서 또는 캐니스터(234)로부터 제거하지 않고 재생시키는 기능을 한다. 다른 경우, 캐니스터(234) 및/또는 배관 및 정화기(200)의 기타 성분을 퍼징하기 위해 정화기(200) 및 정화 단계(230)를 배열하는 것이 유용할 수 있다. 정화기(200)는 또한 바람직하게는 정화기 매질/메카니즘(238)을 준비된 삽입 및 대체를 위해 배치되어 정화기(200)의 유지를 촉진시킨다. 진공 공급원은 또한 정화기(200)를 작동하고 유지하기에 유용한 밸브, 압력 억제, 진공 공급원 등에 따라 제공할 수 있으며, 당해 분야의 숙련자에게는 이해될 것이다.

[0034] 도 3은 본 발명의 개념에 따르는 보다 특정 양태의 정화기(300)를 예시한다. 도시한 바와 같이, 극저온 정화기(300)는 불순물을 제거하기 위해 처리한 후 투입 가스 또는 유체를 수용하고 정화된 유체 또는 가스를 투입하기 위해 유입구를 갖는 도관(312)(예를 들면, 스테인리스 강 튜브/파이프, 예를 들면, 316L SS 튜브)을 포함한다. 유체 또는 가스 유동은 하나의 양태에서 Ni 필터 프릿(프릿)인 정화 물질 또는 매질(324)을 함유하는 캐니스터(320)[또는 도관(312)의 용기/정화 단계]에 관한 것이다. 정화 물질(324)은 또한 고표면적 물질, 예를 들면, 제올라이트, 모데나이트, 탄소, 알루미늄, 실리카, 금속 및 기타 유기 및/또는 무기 기재 또는 이러한 물질의 조합물일 수 있다. 추가로, 고표면적 물질은 몇몇 양태에서 특정 불순물을 제거하기 위해 고안되고/되거나 소정의 반응성 금속 또는 기타 종으로 피복된다. 예를 들면, 반응성 종은 알칼리 금속, 알칼리성 토금속, 또는 전이 금속으로부터 선택될 수 있으며, 선택은 특별한 불순물을 제거하기 위해 이루어진다.

[0035] 고형물 상태 냉각기(330)는 주위 온도로부터 목적하는 정화 온도로 물질 또는 메카니즘(324)의 온도를 저하시키기 위해 제공한다. 이러한 목적을 위해, 고형물 상태 냉각기(330)는 캐니스터(320)[또는, 임의로 프로브 센서를 갖는 물질/매질(324)의 위치에서]의 외부 벽 또는 표면에서 센서(338)에 의해 감지되는 온도에 반응해서 냉각기(330)를 작동하기 위한 조절기(336)를 포함한다. 냉각기(330)는 이러한 양태에서 열 그리스(334)에 결합되는 열전도체(332)를 포함하지만, 물론, 기타 냉각 메카니즘 및 기술은 물질(324)을 냉각시키는 데 사용할 수 있다. 정화 캐니스터(320)는 정화기 물질 또는 매질(324)의 온도를 주의깊게 조절될 수 있도록 냉각기(330), 열전도체(332) 및 열 그리스(334)에 의해 제공되는 열전기 장치와 직접 열 접촉된다. 임의로, 예비냉각기는 정화기 캐니스터(320)로부터 상류에 제공할 수 있거나, 물질(324)의 온도는 투입 유체가 냉각됨에 따라 매트릭스 가스 또는 유체로부터 물질(324)로 옮겨지는 열을 설명하기 위해 조절할 수 있다. 정화기 물질(324)을 통해 매트릭스 유체 또는 투입 가스를 유동시키며, 유용한 불순물(들)을 트래핑하고, 정화된 유체 또는 가스는 정화기 도관(312), 예를 들면, 사용 지점 또는 최종 용도로 저장하기 위한 방출품이다.

[0036] 본 발명의 원칙적인 기본적인 양태는 정화기에서 정화기 매질(들) 혼합물을 냉각시켜 정화기의 효과를 향상시키는 것을 포함한다. 정화기 내용물 또는 물질의 이러한 냉각은 표면 흡착의 방향에서 매트릭스 가스 또는 유체 속의 불순물의 흡착 평형을 구동한다. 유사한 원리는 고진공 극저온 펌프의 설계에서 작업중에 발견함으로써 분자체에 의한 수분 및 공기 중의 흡착을 개선시킬 수 있다. 정화기 물질, 매질 또는 매질 혼합물을 극저온 냉각시키면,

본 발명자들은 분자체 흡착제의 흡착 평형이 몇몇 규모 순서로 이동시킬 수 있으며, 생성된 "극저온 펌프"는 E- 10torr의 순서로 진공을 야기할 수 있음을 믿는다.

[0037] 이론적인 데이터 외에도, 본 발명자들은 흡착 메카니즘하에 작용하는 정화 물질의 효율에 대한 온도 효과를 나타내는 실험적 데이터를 취득한다. 특히, 도 4는 흡착계 정화기 물질을 위해 본 발명자들이 수집한 한 세트의 실험 데이터를 예시한다. 도 4의 그래프(400)는 실온 및 고온에서 사용되는 통상의 정화기 물질을 위한 수분 제거 효율에 대한 온도 의존성인 곡선(410)을 예시한다. 곡선(410)에서 모든 데이터 점에서는 1slpm 및 612psig에서 대략 18ppm의 수분 요구 수준하에 HCl 가스를 수집한다. 도시한 바와 같이, 흡착계 정화기 물질의 효율 수준은 주위 온도(즉, 약 20°C 또는 20°C 약간 이상) 이상으로 온도가 증가함에 따라 감소한다. 반면, 효율 수준은 곡선(410)으로 도시한 바와 같이 온도를 감소시킴에 따라 증가하는 것으로 생각할 수 있다.

[0038] 본 발명의 개선된 결과는 온도를 저하시키고 극저온 펌프 개념을 매트릭스 유체의 유동시에 불순물의 제거에 추가로 적용하면서 그래프(410)에 도시된 개선된 효율을 인식함으로써 취득된다. 이렇게 하여, 소정의 정화기 물질의 성능은 주위 온도 미만의 온도를 사용하고, 전형적으로, 주위 온도 또는 실온보다 훨씬 낮은 온도, 예를 들면, 0 내지 -20°C 이하, 예를 들면, 20 내지 60°C 또는 주위 온도보다 더 아래의 온도를 사용함으로써 향상된다. 정화 물질의 냉각은 표면 흡착 향상 기술로서 특히 효과적인 것으로 입증되었다.

[0039] 본 발명의 바람직한 양태에서, 유입되는 유체는, 예를 들면, 예비냉각기 단계 또는 정화 단계의 열전기 냉각기에 의해 냉각되며, 냉각된 또는 냉각 정화 매질은 트랩 또는 고표면적 금속 기관이다. 냉각 트랩은 스테인리스강, 니켈 또는 기타 금속 트랩, 예를 들면, 코일 라인 또는 입자 필터일 수 있다. 고표면적 금속 기관 또는 트랩은 거의 임의의 형태 또는 설계로 존재할 수 있다. 추가로, 고표면적 물질은 소결 또는 압축된 물질의 형태로 존재할 수 있으며, 프릿, 주사기, 원판 또는 원뿔 형상, 또는 기타 유용한 정화기 삽입물 형상을 가질 수 있다. 목적하는 냉각을 취득하기 위해, 냉각기는 고표면적 물질의 온도를 주위 온도 아래의 목적하는 정화 온도로 저하시키도록 제공한다. 예를 들면, 도 3에서 도시한 바와 같이, 기관은 열전기 장치와 직접 열 접촉되어 금속성 기관 또는 정화 소자(즉, 정화 물질, 매질, 매질 등)의 온도를 주의깊게 조절할 수 있다.

[0040] 도 5 및 도 6은 금속성 기관(예를 들면, 냉각 트랩을 제조하고 사용함)의 정화 온도를 주의깊게 및 선택적으로 조절함으로써, 목적하는 불순물이 매트릭스 유체로부터 흡착, 축합, 및/또는 여과를 통해 식별적으로 제거될 수 있는 그래프(500) 및 (600)을 예시한다. 그래프(500) 및 (600)에 나타난 시험 결과는 HCl 가스(즉, 매트릭스 유체로서의 HCl 가스 및 목적하는 불순물의 수분)로부터 수분 제거를 측정함으로써 취득한다. 결과는 정화기 매질로서의 고표면적 니켈 물질을 갖는, 도 3에 도시한 정화기(300)와 유사한 저온 정화기를 작동함으로써 취득한다. 도 5를 참고하면, 그래프(500)는 최초로 0.1ppm의 수분 수준을 제공하는 실온 또는 주위 온도 정화기를 사용한 HCl 정화를 나타낸다. 냉각 트랩의 사용은 당해 시험에서 15시간에 제공되며, 그래프(500)에 제공된 이 결과는 정화 매질 또는 물질의 효율이 냉각 트랩의 작동 온도에 의존함을 예시한다.

[0041] 본 발명과 관련하여, 정화 물질 또는 매질의 효율은 온도가 주위 온도로부터 저하됨에 따라 개선되며, 현저한 개선은 온도가 -20°C로 저하된 다음, 추가로 약 -80°C로 저하되면서 나타난다. 도시한 바와 같이, 극저온에서 작동되는 냉각 트랩을 사용하면 HCl에서 수분의 수준 또는 효과가 0.01ppm에 접근할 수 있으며, 주위 온도 또는 20°C(이 경우)에서 작동되는 유사한 정화 물질을 사용하여 정화기에 의해 취득되는 0.1ppm 수준이 크게 향상된다.

[0042] 몇몇 경우, 불순물을 효과적으로 제거하기 위해 주위 온도 정화기와 조합하거나 일렬로 냉각 트랩을 사용하는 것이 유용할 수 있으며(도 7에서 도시한 바와 같음), 주위 온도 정화기가 때때로 완전히 대체될 수 있음을 주목하라(도 8에서 도시한 바와 같음). HCl에서 수분 제거를 위해 20°C에서 작동하는 전통적인 정화 물질을 사용하는 것은 도 6의 그래프(600)에서 추가로 나타나며, 이러한 전통적인 정화기는 0.1ppm의 궁극적인 수분 효율에 도달할 수 있는 것으로 나타난다. 냉각 트랩이 정화기와 조합된 상태로, 예를 들면, 도 7에 도시한 바와 같이 하류에 일렬로 사용되면, 수분 수준은 약 0.01 내지 0ppm으로 저하된다.

[0043] 감소된 온도 또는 극저온 정화기를 사용하는 것은 수많은 용도를 갖는다. 예를 들면, 도 7 및 도 8에 도시한 바와 같이, 저온 정화기는 전자 등급 공정 가스를 정화하기 위해, 예를 들면, 초순수 가스, 예를 들면, ppb 불순물 수준 이하의 가스를 제공하기 위해, 포인트-오브-유즈(point-of-use) 공정 가스 운반 시스템 또는 라인의 부분으로서 사용할 수 있는 경우, 반도체 집적 회로 제조 산업에서 사용할 수 있다. 극저온 정화기는 매우 높은 순도의 유체가 바람직하며 목적하는 순도가 주위 온도 또는 고온에서 정화기를 작동하는 것과 같이 통상의 정화 공정을 사용하여 성취하기는 어려운 용도를 포함하는 수많은 기타의 용도를 갖는다.

[0044] 다음 목록은 이러한 매트릭스 유체로부터 효과적으로 제거할 수 있는 잠재적인 불순물에 따라, 본 발명의 저온 정화기로 정화시킬 수 있는 매트릭스 유체의 발명자들에 의해 고려되는 예를 제공한다.

표 1

[0045]

	매트릭스 유체/가스	표제 불순물
1.	암모니아	물, CO ₂ , 카바메이트, CH ₄
2.	아르곤	물, CO ₂ , CO, 탄화수소, CH ₄
3.	아르신	물, CO ₂ , CO, GeH ₄ , H ₂ S, PH ₃ , SiH ₄ , 이온성 액체(IL)
4.	삼염화붕소	휘발성 금속, CO, CO ₂
5.	삼불화붕소	CO ₂ , SiF ₄ , SO ₂ , HF, 물, IL
6.	일산화탄소	물, 니켈카보닐, 철 카보닐, CO ₂ , 탄화수소
7.	염소	물, 휘발성 금속, CO, 탄화수소, CO ₂
8.	디클로로실란	SiO ₄ , 기타 클로로실란, 플루오로카본, 탄화수소
9.	디실란	클로로실란(TCS, DCS), 실록산, 기타 고급 실란, 탄화수소, 물, CO ₂
10.	저메인	수분, 디저메인, 게르목산, 트리저메인, 클로로저메인, IL, 탄화수소, CO, CO ₂
11.	할로카본 14(테트라플루오로메탄)	물, 기타 플루오로카본, CO, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
12.	할로카본 23(트리플루오로메탄)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
13.	할로카본 32(디플루오로메탄)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
14.	할로카본 41(메틸 플루오라이드)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
15.	할로카본 116(헥사플루오로에탄)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
16.	할로카본 125(펜타플루오로에탄)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
17.	할로카본 134a(테트라플루오로에탄)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
18.	할로카본 152a(디플루오로에탄)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
19.	할로카본 218(퍼플루오로프로판)	물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆ , 탄화수소
20.	할로카본 236a(헥사플루오로프로판) 물, 기타 플루오로카본	물, HF, SF ₆ , 탄화수소
21.	할로카본 C318(옥타플루오로사이클로부탄) 물, 기타 플루오로카본, CO ₂ , HF, SF ₆	탄화수소
22.	헬륨	물, CO ₂ , 탄화수소, CO
23.	수소	물, CO ₂ , 탄화수소, CO
24.	브롬화수소	물, 휘발성 금속, 탄화수소, CO, CO ₂

표 2

[0046]

25.	염화수소	물, Cl ₂ , COCl ₂ , HBr, 휘발성 금속, CO, CO ₂ , 탄화수소
26.	불화수소	물, SO ₂ , H ₂ SO ₄ , 헥사플루오로규산
27.	메틸실란	물, 클로로실란, 기타 고분자량 메틸실란, 탄화수소
28.	질소	물, CO ₂ , 탄화수소, CO
29.	삼불화질소	수분, HF, N ₂ O, SF ₆ , CO ₂ , CO, CF ₄
30.	아산화질소	물, NH ₃ , NO, NO ₂ , N _y O _x , CO ₂ , 탄화수소, CO
31.	옥타플루오로사이클로펜텐	물, HF, 헥사플루오로 사이클로부텐, 기타 플루오로카본, 탄화수소
32.	산소	물, 탄화수소, CO ₂
33.	포스핀	물, CO ₂ , CO, 탄화수소, 아르신, 게르마늄, H ₂ S, 실란, IL
34.	실란	물, 메틸실란, 디실란, 탄화수소, 클로로실란, 실록산, IL

35.	사업화규소	기타 클로로실란, 물, 실록산, 클로로옥시실란, 탄화수소
36.	사업화규소	HF, 물, CO, CO ₂ , 탄화수소, 클로로실란
37.	육염화황	물, CF ₄ , 탄화수소, SiF ₄
38.	트리클로로실란	SiF ₄ , 기타 클로로실란
39.	헥사플루오로텡스텐(WF ₆)	HF, SiF ₄ , 플루오로카본, SF ₆
40.	F ₂	HF, IL
41.	NO	N _x O _y , N ₂ O, 물, IL
42.	디보란	고급 보란, 물, IL
43.	탄화수소	기타 탄화수소
44.	유기금속	기타 유기 금속, 산소화 유기 금속
45.	사불화게르마늄	CO ₂ , HF, SO ₂
46.	셀렌화수소	H ₂ S, 물, 탄화수소
47.	삼불화인	PF ₂ Br, PFBr ₂ , HCl, P _x O _y Cl _z

[0047] 매트릭스 가스 또는 유체를 특별히 열거하는 외에도, 본원에 기재한 공정은 또한 추가의 매트릭스 유체: 희가스 (예를 들면, 크립톤, 네온 및 제논), 이산화탄소, 이산화질소, 황화카보닐, 삼불화염소, 및 CF₄, NF₃, CHClF₂, CClF₂CF₃, CClF₃, CHCl₂F, CH₂F₂ 및 CH₃F를 포함하지만, 이로써 제한되지 않는 할로젠화 화합물, 및 트리에틸아민, 디메틸아민 및 모노에틸아민을 포함하지만, 이로써 제한되지 않는 아민으로부터 하나 이상의 불순물을 제거하기 쉽다. 본원에 기재한 기술로 처리할 수 있는 탄화수소는 부타디엔, 에탄, 에틸렌, 부탄, 부텐, 이소부탄, 프로판, 프로필렌, 메틸아세틸렌-프로파디엔("MAP"), 및 알칸 및 알켄 탄화수소로 안정화된 메틸아세틸렌-프로파디엔 혼합물을 포함하지만, 이로써 제한되지는 않는다. 유기금속은 트리메틸갈륨, 트리메틸알루미늄, 트리메틸인듐 등을 포함할 수 있다.

[0048] 도 7는 저온 정화기(750)를 사용하여 본 발명에 따라 배열된 반도체 제조 가공 라인 또는 시스템(700)을 예시한다. 저온 정화기(750)는, 예를 들면, 정화기(750)로부터 정화된 가스를 불순물을 제거한 후 공급하거나 방출한 웨이퍼 제조 챔버로서 챔버(766)를 갖는 반도체 반응기(760)의 상류의 라인(700)에 위치시켜 도시한다. 정화기(750)는 도 1 내지 도 3에 도시한 정화기(100), (200) 또는 (300)와 같은, 본원에서 논의한 형태 중의 하나를 취할 수 있다. 도시한 바와 같이, 추가의 정화기(740), 예를 들면, 매티슨 트리-가스 인코포레이티드(Matheson Tri-Gas, Inc.)가 시판하는 나노켄(NANOCHEM)^R MTXTM 정화기 등은 저온 정화기(750)와 동일한 표제 불순물을 제거하기 위해 주위 온도에서 작동하는 통상의 정화기이다. 물론, 정화기(740, 750)는 또한 시스템(700)에서 매트릭스 유체 또는 가스 유동시에 표제의 상이한 불순물에 작용할 수 있다.

[0049] 정화기(740, 750)에 의해 일렬로 처리되는 매트릭스 유체는 가스 캐비닛 또는 공급기(710)에 의해 공급된다. 매트릭스 유체는 소정의 유속 및 압력에서 정화기(740, 750)로 제공되거나 이로 투입되는 경우, 밸브 매니폴드 박스(VMB)(730)로 배관(720)을 통해 유동한다. 전형적으로, 매트릭스 유체는 주위 온도 또는 주위 온도에 가까운 온도에서 밸브 매니폴드 박스(730)로부터 방출된다. 극저온 정화기(750)는 매트릭스 유체에서 하나 이상의 표제 불순물을 제거하기 위해 선택되는 정화 매질, 매질 또는 물질(도 1 내지 3을 참고로 논의한 바와 같음)을 포함한다. 정화기(750)는 함유되는 정화 물질, 매질, 또는 매질들의 효율을 증가시키기 위해 선택되며 유속 및 압력에 대해 및 매트릭스 유체 및 표제 불순물에 대해 선택되는 주위 온도 이하의 온도(즉, 압력 및 유속에서 매트릭스 유체에 대한 상 변화점 이상의 온도)에서 작동한다.

[0050] 도 8은 본 발명에 따라 배열되는 또 다른 반도체 제조 공정 라인 또는 시스템(800)을 예시한다. 도시한 바와 같이, 시스템(800)은 배관(820)을 통해 밸브 매니폴드 박스(VMB)(830)로 투입 매트릭스 유체 또는 가스를 공급하기 위한 가스 캐비닛 또는 공급기(810)를 포함한다. VMB(830)는 반도체 반응기(860) 및 이의 챔버(866)로 투입되는 매트릭스 유체의 유속 및 압력을 제어하기 위해 작동한다. 시스템(800)은 본 발명에 따르는 저온 정화기(854)가 주위 온도 이하의 온도에서 작동하면서 불순물을 제거하고 반응기(860)(또는 기타 사용 지점)에 의해 사용하기 위해 정화된 가스를 생산하기 위해 스탠드얼론 유닛 또는 스탠드얼론 정화기로서 제공하는 시스템(700)과는 상이하다.

[0051] 시스템(800)은 또한 저온 냉각기(854)로부터 상류에 제공되는 예비냉각기(852)로 매트릭스 유체의 온도를 추가

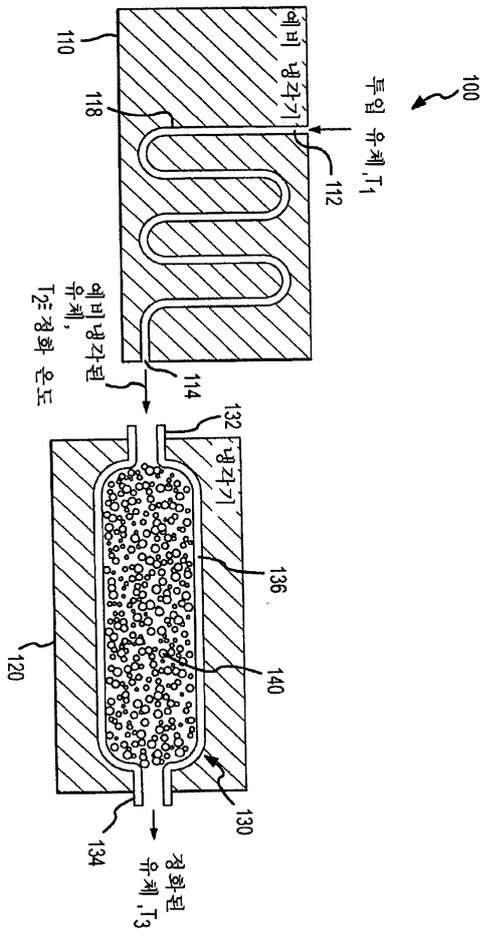
로 제어함으로써 시스템(700)과는 상이하다. 예비냉각기(852)는, 도 1 및 도 2를 참고로 논의한 바와 같이, 주위 온도(또는 보다 높은 온도)로부터 저온 정화기(854)의 작동 온도 또는 정화 온도 또는 이에 가까운 온도로 VMB 830으로부터 매트릭스 또는 투입 유체를 냉각시키기 위해 제공된다. 예비냉각된 유체는 예비냉각기(852) 정화기(854)에서 매질, 매질들, 또는 물질을 정화시킴에 따라 달성하기 어려울 수 있는 열 전달 작용을 제공하는 예비냉각기(852)를 사용하여 본 발명을 수행하기 위해 작동 온도보다 다소 이상 또는 이하의 온도(그러나, 매트릭스 유체의 상 변화점 이하)에서 존재할 수 있다. 가열기(856)는 반응기(860)의 챔버(866)로 공정 유체/가스 투입이 허용 가능한 온도로 정화된 가스/유체를 조절하기 위해 저온 정화기(854)의 하류에 제공하며, 이러한 온도는 주위 온도 또는 반응기(860)에 대한 공정 가스에 유용한 또 다른 온도(또는 또 다른 사용 온도)일 수 있다.

[0052] 냉장/냉각 산업에서 숙련가에 의해 인식되는 바와 같이, 본 발명의 저온 또는 극저온 정화기에 대한 생각은 각종 기술, 예를 들면, 통상 시판되는 냉각기에 의해 성취될 수 있다. 소정의 냉각 기술 또는 냉각기는 유동 매트릭스 유체를 표제 온도 또는 온도 범위로 냉각시키기 위해 요구되는 가열 하중에 의존할 수 있다. 냉각기는 단순히 냉장고일 수 있거나, 교반 냉각기, 펠타이어(Peltier) 냉각기, 나선 냉각기, 벤투리 냉각기, 극저온 냉각육, 및/또는 당해 분야에 공지되어 있거나 이러한 특별한 용도/기능을 위해 개발되는 기타 형태로 된 형태를 가질 수 있다. 일반적으로, 냉각기가, 이를 낮은 전력 소모로 구동시키기 위해 단지 전력 또는 기타 실제로 이용 가능한 전력을 요구하는 단순하고 자체 함유 유닛인 것이 바람직하다. 소형이 흔히 또한 바람직하다. 몇몇 양태에서, 극저온을 변경시키는 능력은 상이한 표제 불순물, 상이한 매트릭스 유체(및 유속 및 압력), 및/또는 상이한 정화 물질, 매질(들)(및 이러한 냉각된 정화 소자의 상이한 배치)에 대한 정화 온도를 세팅하는 데 유용할 수 있다. 냉각기는 바람직하게는, 예를 들면, 열전대 또는 기타 피드백 루프(feedback loop)를 통해 세팅 정화 온도에서 정화기 캐니스터 또는 용기 및 이의 내용물을 지지할 수 있다.

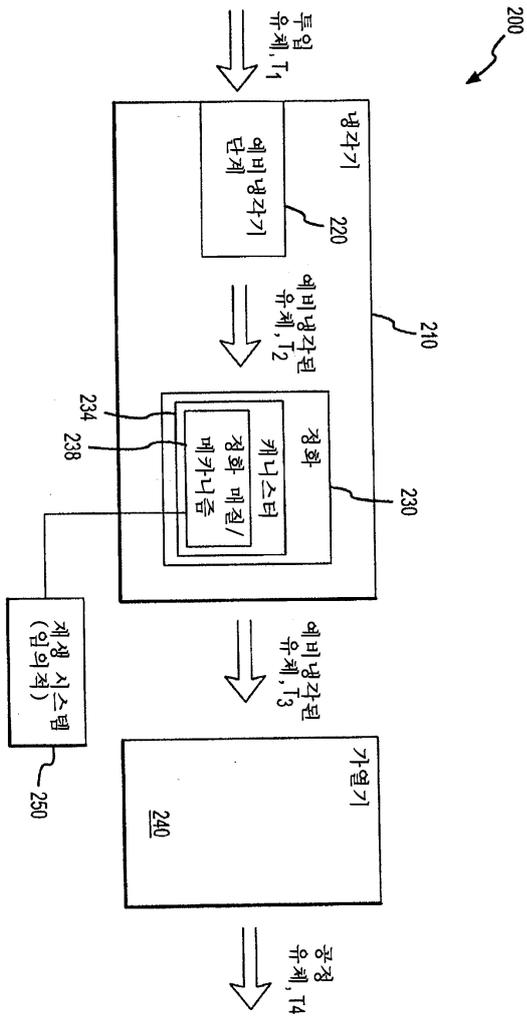
[0053] 다음 설명은 본 발명의 원리만을 설명하는 것으로 생각된다. 추가로, 수많은 변경 및 변화가 당해 분야의 숙련가에게 용이하게 발생하므로, 본 발명을 위에 언급한 바와 같이 나타낸 바와 틀림 없는 구성 및 공정으로 제한하는 것을 요하지는 않는다. 따라서, 모든 적합한 변경 및 등가물은 다음의 청구의 범위에 의해 한정된 바와 같은 본 발명의 범주내에 속하는 것으로 복귀될 수 있다. 예를 들면, 이 논의는 냉각된 정화 매질에 의해 향상된 물리적 흡착에 의해 가능한 증가된 효율을 강조하지만, 냉각된 또는 저온 정화기 개념은 화학 흡착, 불가피한 반응, 침전, 축합, 여과 및/또는 이러한 메카니즘의 조합을 포함하지만, 이로써 제한되지 않는 기타의 불순물 제거 메카니즘에 적용된다.

도면

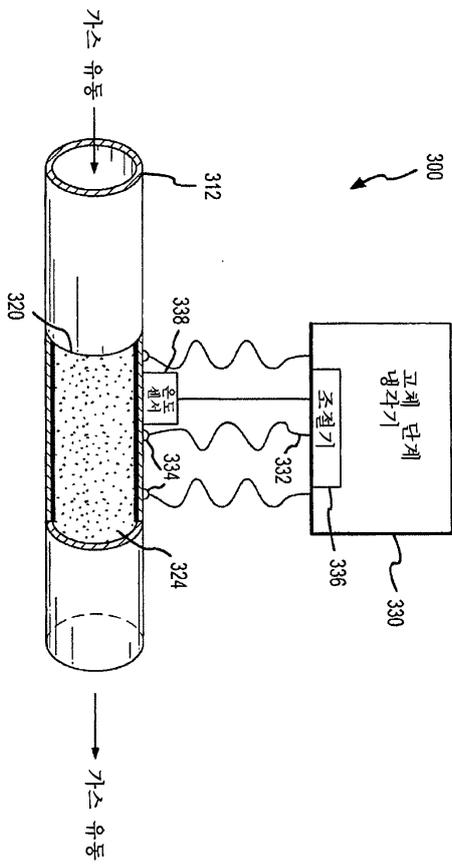
도면1



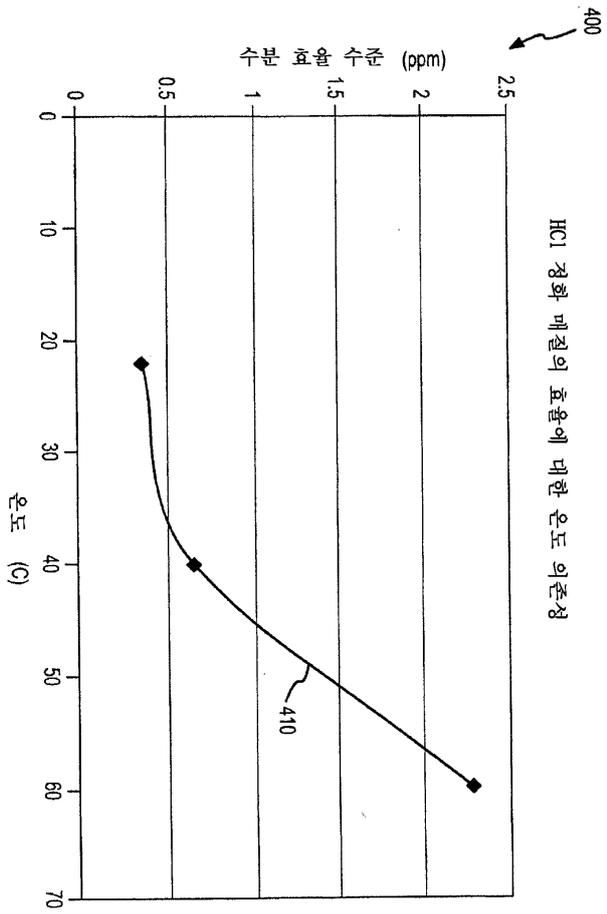
도면2



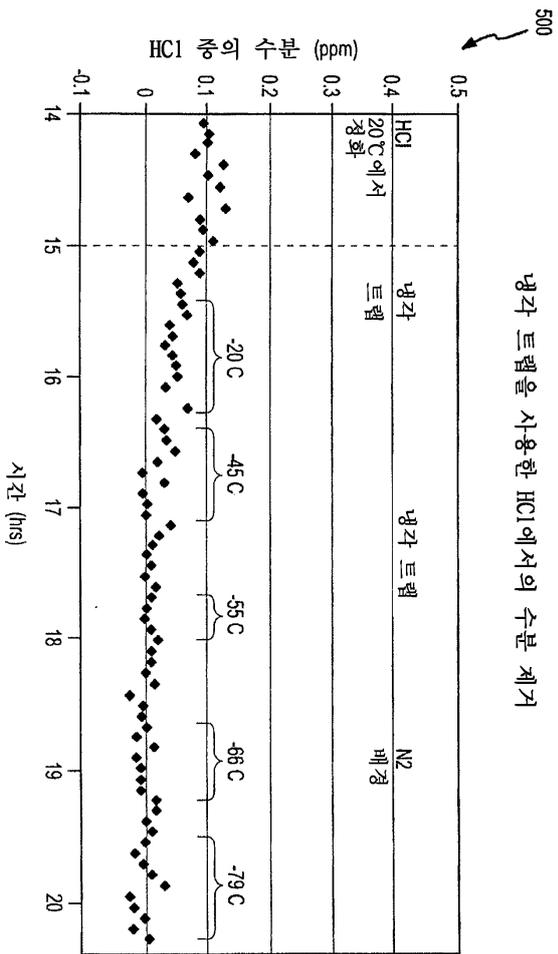
도면3



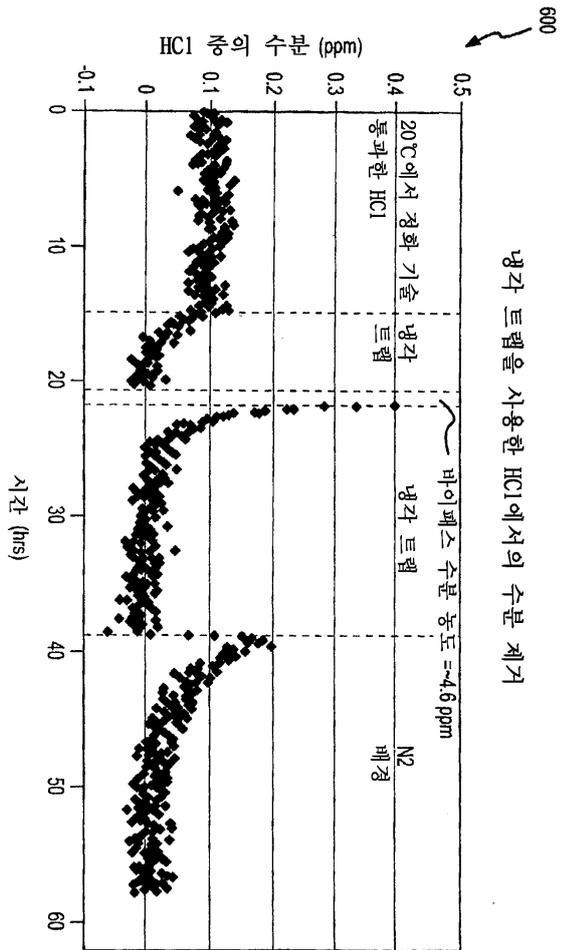
도면4



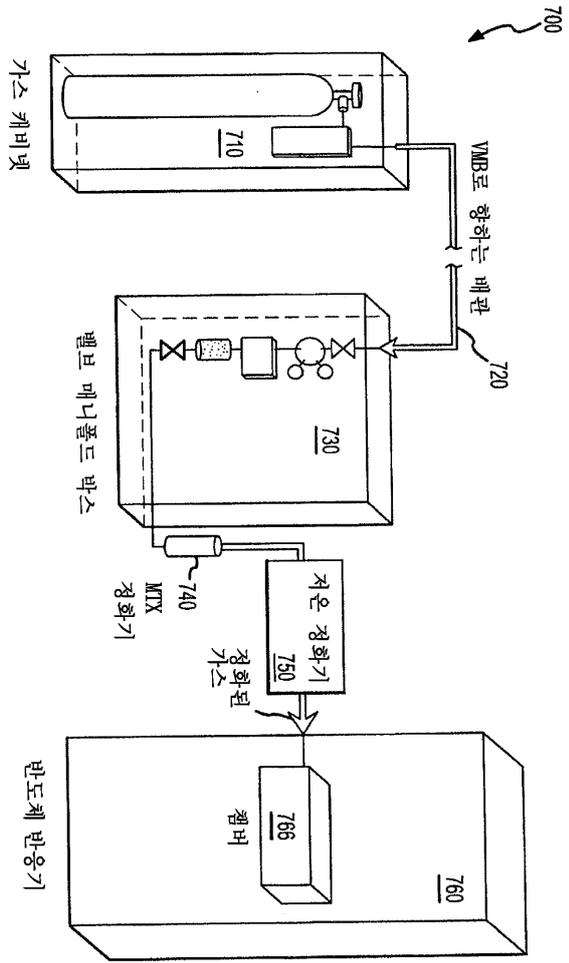
도면5



도면6



도면7



도면8

