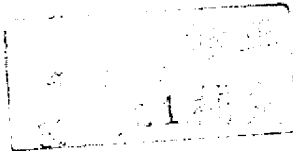


408031

公告本



申請日期	86.9.4
案 號	86112728
類 別	B01D53/34

A4

C4

(以上各欄由本局填註)

408031

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1)大 見 忠 弘 (2)本 多 良 隆
	國 籍	日 本
	住、居所	(1)日本國宮城縣仙台市青葉區米ヶ袋2-1-17-301 (2)日本國大阪府摂津市西一津屋一の一 ダイキン工業株式會社淀川製作所内
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1)大 見 忠 弘 (2)大金工業股份有限公司 (ダイキン工業株式會社)
	國 籍	日 本
	住、居所 (事務所)	(1)日本國宮城縣仙台市青葉區米ヶ袋2-1-17-301 (2)日本國大阪府大阪市北區中崎西2-4-12
	代 表 人 姓 名	(2)井 上 礼 之

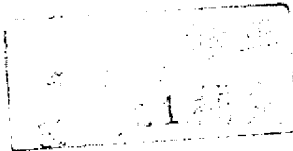
裝

訂

線

408031

公告本



申請日期	86.9.4
案 號	86112728
類 別	B01D53/34

A4

C4

(以上各欄由本局填註)

408031

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	(1)大 見 忠 弘 (2)本 多 良 隆
	國 籍	日 本
	住、居所	(1)日本國宮城縣仙台市青葉區米ヶ袋2-1-17-301 (2)日本國大阪府摂津市西一津屋一の一 ダイキン工業株式會社淀川製作所内
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1)大 見 忠 弘 (2)大金工業股份有限公司 (ダイキン工業株式會社)
	國 籍	日 本
	住、居所 (事務所)	(1)日本國宮城縣仙台市青葉區米ヶ袋2-1-17-301 (2)日本國大阪府大阪市北區中崎西2-4-12
	代 表 人 姓 名	(2)井 上 礼 之

裝

訂

線

408031

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6

B6

本案已向：

日 本 國 (地 區) 申請專利，申請日期：1996-9-4 案號：8-253836，☒有 ☐無主張優先權

有關微生物已寄存於：

，寄存日期：

，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部中央標準局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

[產業上之利用領域]

本發明係關於含有鹵素系化合物(例如鹵素氣體或鹵化氫等之鹵化酸性氣體等)之廢氣之處理方法,尤其關於可將從半導體製程之乾式蝕刻步驟等排出之含有鹵素系化合物之廢氣予以除去而使之無害化之方法者。

[先前技術]

在半導體工業方面,在半導體製程中使用多種腐蝕性氣體,而此等氣體之毒性亦高,令人擔心其對環境之污染。具體而言,在乾式蝕刻步驟所排出之廢氣中含有鹵素系氣體,而此等氣體對人體有害。再者,此等氣體為腐蝕性氣體,尤其有與系內水分共同使真空系機器腐蝕之問題。從而,迫切需要此等氣體之去除系統之確立。

到目前為止,為上述鹵素系氣體之去除方法,有各種方法被倡議。例如有被揭示於日本專利特開平6-198128號、特開平6-47233號、特開平4-94723號等之方法,而在此等方法中,為鹵素系氣體之去除而倡議下述處理劑(1)~(5)之使用:

- (1)金屬氧化物(各種金屬之氧化物)
- (2)活性碳或活性碳承載有藥劑者(由活性碳承載鹼金屬氧化物等而成之吸附劑)
- (3)鹼類(如 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 、 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 、 CaO 、 MgO 等)
- (4)氧化劑(如 KMnO_4)等
- (5)前述(1)、(2)、(3)、(4)之組合。

乾式蝕刻步驟所排出之鹵素系氣體依其性狀可予以粗略

五、發明說明(2)

分為：

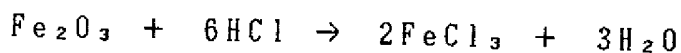
- ① 鹵素氣體 (F_2 、 Cl_2 、 Br_2)
- ② 鹵化氫氣體 (酸性氣體) (HF 、 HCl 、 HBr)
- ③ 其他。

在實際之廢氣中，很少以此等氣體中之任一氣體單獨排出之情形，而係含有複數氣體混合存在者。

在此等鹵素系氣體中①及②尤其有問題。此等氣體由於對人體或環境有害，當然被要求廢氣之完全處理，又由於係屬腐蝕性氣體，有與系內水分共同使真空系機器部(乾式泵、旋轉泵之金屬部分、金屬管路等)腐蝕之問題。

在發生系內之腐蝕時，真空系之安定性則受到損害，造成半導體製造時之條件設定上之困難，腐蝕部分之調換需要相當大之費用。

為迄今所倡議之除害劑(處理劑)之情形，例如在使用金屬氧化物(在此舉出 Fe_2O_3 為一例)之場合，金屬氧化物與酸性氣體起反應，



如此產生水。

如前所述，水為引起系內腐蝕之一重要因素，因此不合適。再者，與金屬氧化物同樣，鹼類或氧化劑亦與酸性氣體起反應而產生水，因此亦不合適。另一方面，活性碳無法完全處理氧化氣體。

從而，有必要將一種與酸性氣體或鹵素發生反應或吸附(物理吸附、反應吸附)作用時不產生水之去除系統賦與真

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(3)

空系、但習知技術符合要求者並不存在。

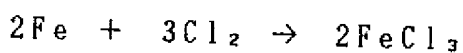
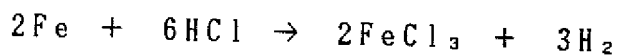
[本發明所欲解決之問題]

本發明之目的為提供一種從廢氣有效除去如上述之酸性氣體或鹵素氣體等之鹵素系化合物之方法。

[解決問題之手段]

即，本發明係關於一種含有鹵素系化合物之廢氣之處理方法，其特徵為，使含有如鹵素氣體及/或鹵化氫氣體(鹵化酸性氣體)等之鹵素系化合物之廢氣與單體(single substance)之金屬(單一元素所構成之金屬)接觸者。

依照本發明之處理方法，由於使用單體金屬為廢氣之處理劑，不僅可由金屬與鹵素系化合物之反應(例如下式所示)除去具有腐蝕性之有害之鹵素系化合物，亦可由不產生水之該反應有效防止系內之腐蝕。



在本發明之處理方法中，為上述單體金屬最好能使用選自錫、鉛、鋅、鋁、鐵、鎳、鉬、錳、鉬、以及鈷所組成一群之至少一種金屬。

再者，在反應之促進上有利的是，使含有鹵素系化合物之廢氣與單體金屬在20~300℃(以100~300℃較佳)溫度下接觸。

又按，可使用之上述單體金屬之形狀為粒狀、棒狀、板狀等，若其操作性良好，則未特別受到限制。此等金屬之粒度若在廢氣通過時不引起通氣阻力升高之範圍內，則在

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

號

五、發明說明(4)

形狀上可儘量取得較大之接觸面積者為較佳。再者，此等金屬可予以單獨使用或二種以上合併使用。

為實際與廢氣接觸之手段，將上述單體金屬依照氣體之負荷量填充於填充塔，而將氣體導入其內以使接觸即可。

關於半導體製程之乾式蝕刻時進行廢氣之去除之具體位置，可考慮：

- a) 真空泵與反應器之間，
 - b) 真空泵與廢氣出口之間，
 - c) 在使用油旋轉泵之場合，為了除去真空泵油中之溶存氣體，使泵油循環以通過如上述之填充塔，等等。
- 其中 a) 及 c) 係在防止真空泵之腐蝕之觀點上所設想，而 b) 係在防止廢氣排放於環境之觀點上所設想者。

再者，為廢氣之去除劑（處理劑），亦有可能採取上述單體金屬與活性碳之合併使用。

[發明之作用效果]

依照本發明之處理方法，由於使用單體金屬為廢氣之處理劑，不僅可由此項單體金屬與鹵素系化合物之反應（例如前式所示）除去具有腐蝕性之有害之鹵素系化合物，亦可由不產生水之該反應有效防止系內之腐蝕。

[實施例]

以下說明本發明之實施例，但本發明並未受到此等實施例之限制。

實施例 1

將錫（粒狀， $2 \sim 3 \text{ mm } \phi$ ）以層高（填充層之高度）可成為 10

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

五、發明說明 (5)

cm之方式填充於可從外側加熱之50mm ϕ 之SUS製填充塔。在20℃溫度下使鹵素系氣體被氮氣稀釋者按1升/分鐘之流速及2小時之時間流入且通過該填充塔內(鹵素系氣體之濃度均為1%)。然後，如下述分析該填充塔之出口氣體。

在使用鹵素(F_2 、 Cl_2 、 Br_2)為鹵素系氣體時，使出口氣體全量作泡狀通過KI水溶液中，而用硫代硫酸鈉滴定所產生之 I_2 ，藉此由下式算出未處理完之鹵素量(未處理率)。其結果示於下述之表1中(表中之數值為未處理率(%))，以下皆同)。

在使用酸(HF 、 HCl 、 HBr)為鹵素系氣體時，使出口氣體全量作泡狀通過氨水溶液中，而在中和後利用離子層析法予以分析，藉此由下式算出未處理完之鹵素量(未處理率)。其結果示於下述之表1中。

$$\text{未處理率}(\%) = \left(\frac{\text{未處理完之鹵素系氣體量}}{\text{流入之鹵素系氣體量}} \right) \times 100$$

另將同一方式之實驗各別在100℃、200℃、300℃溫度加熱填充塔之下實施。其結果亦示於下述之表1中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(6)

表 1

	20℃	100℃	200℃	300℃
F_2	20	3	<0.1	-
Cl_2	<0.1	<0.1	<0.1	-
Br_2	<0.1	<0.1	<0.1	-
HF	35	15	<0.1	-

(表中之數值為未處理率%)

由此結果得知，依據本發明，可有效除去鹵素系氣體。
尤其在氟系有利的是，提高反應溫度。

實施例 2

將鋅(海綿狀，2~5mm ϕ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行，除此點外，均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表2中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(7)

表 2

	20℃	100℃	200℃	300℃
F ₂	80	28	<0.1	<0.1
HF	90	38	1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

此結果亦顯示，依照本發明之方法可在升溫狀態下有效除去氟系氣體。

實施例 3

將鉛(粒狀，2~5mm ϕ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行，除此點外，均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表3中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(8)

表 3

	20℃	200℃	300℃
F_2	<0.1	<0.1	<0.1
Cl_2	-	55	<0.1
HF	85	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

由此結果得知，氟氣甚至在溫度20℃以上時亦可予以充分除去，而HF在高溫下，及 Cl_2 在更高溫下均可予以充分除去。

實施例 4

將鋅(粒狀，3~7mm ϕ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行，除此點外，均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表4中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(9)

表 4

	20℃	100℃	200℃	300℃
F ₂	-	54	24	<0.1
Br ₂	-	-	88	<0.1
HF	88	32	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

此結果顯示，鹵素氣體在高溫下可予以除去，而HF甚至在更低之溫度下亦可予以充分除去。

實施例 5

將鐵(粒狀，2~3mmφ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行，除此點外，均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表5中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(10)

表 5

	20℃	200℃	300℃
F ₂	-	23	<0.1
Br ₂	-	48	<0.1
HF	95	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

足見本例之結果亦顯示於與實施例4相同之傾向。

實施例 6

將鉬(粒狀)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行,除此點外,均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表6中。

表 6

	20℃	100℃	200℃	300℃
F ₂	85	2	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

由此結果得知,可在升溫下充分實現氟氣之去除。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(11)

實施例 7

將鎳(粒狀, 2~5mm ϕ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行, 除此點外, 均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表7中。

表 7

	20℃	200℃	300℃
HF	87	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

由此結果得知, 可在升溫下充分實現HF之去除。

實施例 8

將錳(粒狀, 2~5mm ϕ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行, 除此點外, 均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表8中。

表 8

	20℃	200℃	300℃
HF	92	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

本例亦顯示, 可在升溫下充分實現HF之去除。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明(12)

實施例 9

將鉬(粒狀, 2~5mm ϕ)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行, 除此點外, 均與實施例1相同之反應。其結果示於下述之表9中。

表 9

	20℃	200℃	300℃
F ₂	-	58	<0.1
Cl ₂	-	-	3
HF	-	64	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

本例顯示, 鹵素系氣體均可在高溫下充分予以除去。

實施例 10

將鈷(粒狀, 小粒10mm ϕ 以下)以層高可成為10cm之方式填充於與實施例1相同之SUS製填充塔。以此進行, 除此點外, 均與實施例1相同之反應。其結果示於下述表10中。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

承

五、發明說明 (13)

表 10

	20℃	200℃	300℃
Cl ₂	-	22	<0.1
HF	94	<0.1	<0.1

(表中之數值為未處理率%)

由此得知，在本例之場合，與 HF 相較，Cl₂在更高溫下被除去。

在以上之實施例 1~10 中，皆未發現處理氣體出口部分之腐蝕。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

水

408031

88.1.21 修正
年 月 日 補充A5
B5

四、中文發明摘要(發明之名稱：含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法)

一種含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法，其特徵為：

使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬(單一元素所構成之金屬)接觸；該單體金屬使用選自錫、鉛、鋅、鋁、鐵、鎳、鉬、錳、鉭以及鈷之組群中之一種金屬及/或其單體金屬混合物；使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬在100~300℃溫度下接觸；以及該廢氣處理為乾式蝕刻步驟之廢氣處理。

英文發明摘要(發明之名稱：)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

408031

88.1.21 修正
年 月 日 補充A5
B5

四、中文發明摘要(發明之名稱：含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法)

一種含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法，其特徵為：

使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬(單一元素所構成之金屬)接觸；該單體金屬使用選自錫、鉛、鋅、鋁、鐵、鎳、鉬、錳、鉭以及鈷之組群中之一種金屬及/或其單體金屬混合物；使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬在100~300℃溫度下接觸；以及該廢氣處理為乾式蝕刻步驟之廢氣處理。

英文發明摘要(發明之名稱：)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

408031

A8
B8
C8
D8

89. 4. 21
年 月 日

修正

89. 4. 21

修正本

六、申請專利範圍

1. 一種含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法，其特徵為：

使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬(單一元素所構成之金屬)接觸；

該單體金屬使用選自錫、鉛、鋅、鋁、鐵、鎳、鉬、鎂、鉍以及鈷之組群中的一種金屬及/或其單體金屬混合物；

使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬在100~300℃溫度下接觸；以及

該廢氣處理為乾式蝕刻步驟之廢氣處理。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

408031

A8
B8
C8
D8

89. 4. 21
年 月 日

修正

89. 4. 21

修正本

六、申請專利範圍

1. 一種含有鹵素氣體及/或氟化氫氣體之廢氣之處理方法，其特徵為：

使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬(單一元素所構成之金屬)接觸；

該單體金屬使用選自錫、鉛、鋅、鋁、鐵、鎳、鉬、鎂、鉍以及鈷之組群中的一種金屬及/或其單體金屬混合物；

使鹵素氣體及/或氟化氫(HF)氣體與單體金屬在100~300℃溫度下接觸；以及

該廢氣處理為乾式蝕刻步驟之廢氣處理。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線