

[19] 中华人民共和国国家知识产权局



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200410083284.1

[51] Int. Cl.

C23C 16/44 (2006.01)

C23C 16/448 (2006.01)

C23C 16/455 (2006.01)

[45] 授权公告日 2009 年 8 月 5 日

[11] 授权公告号 CN 100523289C

[22] 申请日 2004. 8. 19

[21] 申请号 200410083284.1

[30] 优先权

[32] 2003. 8. 19 [33] US [31] 60/496187

[32] 2004. 7. 12 [33] US [31] 60/587295

[32] 2004. 8. 2 [33] US [31] 10/902778

[73] 专利权人 气体产品与化学公司

地址 美国宾夕法尼亚州

[72] 发明人 C·M·伯特彻 R·J·邓宁

R·D·克拉克 A·K·霍奇伯格

T·A·斯泰德

[56] 参考文献

JP6032695A 1994.2.8

审查员 姜 鹏

[74] 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

代理人 韦欣华 段晓玲

权利要求书 4 页 说明书 9 页 附图 10 页

[54] 发明名称

输送前体物质的方法和容器

[57] 摘要

本发明公开了一种用来生产和输送包括前体材料气相的含有前体材料的流体流的容器和方法。一方面,该申请提供了一种容器,其包括:分成上部空间和下部空间的内部空间,其中上部空间和下部空间的流体相通;一个包括流体入口、流体出口、任选的注入口的盖子和一个内凹槽,其中上部空间的至少一部分位于内凹槽内;一个介于盖子和底部的侧壁;及至少一个延伸至下部空间并与容器中的前体相接触的突出物,该突出物自盖子、侧壁或底部及其组合开始延伸。

1. 一种用来输送源于固体前体材料的含有前体的流体流的容器，该容器包括：

一个内部空间，该内部空间被分为上部空间和下部空间，其中上部空间和下部空间流体相通；

一个包括流体入口、流体出口、任选的注入口和一个内凹槽的盖子，其中上部空间的至少一部分位于内凹槽里面；

一个介于盖子和底部之间的侧壁；及

至少一个延伸至下部空间的导热性突出物，其中所述固体前体与该至少一个导热性突出物接触以便提高向固体前体的热传递，该至少一个导热性突出物自侧壁或底部及其组合的至少之一开始延伸。

2. 权利要求1所述的容器，其特征在于还包含一个与容器内部空间连接的热源，其中该热源将固体前体加热到足以形成流体流的温度。

3. 权利要求2所述的容器，其特征在于该热源包括一个环绕该容器至少一部分的导热套。

4. 权利要求2所述的容器，其特征在于热源包含多个加热管。

5. 权利要求4所述的容器，其特征在于加热管嵌入容器的底部。

6. 权利要求1所述的容器，其特征在于还包含一个位于流体出口下游的过滤器。

7. 权利要求6所述的容器，其特征在于它还包含一个位于流体出口上游的过滤器。

8. 权利要求1所述的容器，其特征在于所述的底部是可以拆卸的。

9. 权利要求1所述的容器，其特征在于所述的底部和侧壁是组装在一起的。

10. 权利要求1所述的容器，其特征在于所述的底层包括至少一个导热性突出物。

11. 权利要求1所述的容器，其特征在于所述的至少一个突出物包括一个与所含固体前体材料不发生反应的表面。

12. 权利要求1所述的容器，其特征在于所述的至少一个导热性突出物为四叶式交叉构型。

13. 权利要求1所述的容器,其特征在于至少一个导热性突出物延伸自侧壁。

14. 权利要求1所述的容器,其特征在于所述的流体入口还包括一个使运载气体流进入上部空间并且通过容器侧壁的管子。

15. 权利要求14所述的容器,其特征在于所述的管子为“T”型。

16. 权利要求15所述的容器,其特征在于形成所述流体入口的“T”型管子的至少一端带有角。

17. 权利要求1所述的容器,其特征在于所述的流体出口还包括一个引导含前体的流体流流出容器的管子。

18. 权利要求17所述的容器,其特征在于所述的管子为“T”型的。

19. 权利要求18所述的容器,其特征在于形成所述流体出口的“T”型管子的至少一端带有角。

20. 权利要求1所述的容器,其特征在于所述的盖子是可以拆卸的。

21. 一种用来输送源于固体前体材料的含前体的流体流的容器,该容器包括:

一个内部空间,该内部空间分为上部空间和下部空间,其中上部空间和下部空间流体相通;

一个盖子,该盖子包括一个引导至少一种运载气体进入容器内部空间的流体入口、一个流体出口、以及一个内凹槽,其中上部空间的至少一部分位于内凹槽里面;

一个侧壁,该侧壁有多个自此延伸至下部空间的导热性突出物和一上缘,其中该上缘的至少一部分与盖子接触,其中所述固体前体与所述多个导热性突出物接触以便提高向固体前体的热传递;和

一个介于盖子和侧壁之间的分离器,其中分离器位于上缘里面,并且将内部空间分为上部空间和下部空间。

22. 权利要求21所述的容器,其特征在于流体入口是至少一端带有角的“T”型管子。

23. 权利要求21所述的容器,其特征在于流体出口是至少一端带有角的“T”型管子。

24. 权利要求21所述的容器,其特征在于它还包含一个与容器的内部空间

相通的热源，该热源将固体前体加热到足以形成流体流的温度。

25. 权利要求 24 所述的容器，其特征在于该热源包括一个环绕该侧壁至少一部分的导热套。

26. 权利要求 21 所述的容器，其特征在于它还包括一个与所述分离器至少部分接触的不锈钢过滤器板。

27. 权利要求 21 所述的容器，其特征在于所述导热性突出物的至少一部分包含一个与其所接触的固体前体材料不发生反应的表面。

28. 权利要求 27 所述的容器，其特征在于所述导热性突出物的至少一部分包含一个导热芯。

29. 一种用来输送源于固体前体材料的含前体的流体流的容器，该容器包括：

一个内部空间，该内部空间由一个分离器分为上部空间和下部空间，其中上部空间和下部空间流体相通；

一个盖子，该盖子包括一个通过“T”型管将至少一种运载气体导入容器的内部空间的流体入口、一个流体出口、以及一个内凹槽，其中上部空间的至少一部分位于内凹槽里面；

一与盖子连接的侧壁，该侧壁包括多个自此延伸至下部空间的导热性突出物，其中多个导热性突出物中的至少一个突出物具有与所接触的前体材料不发生反应的表面；及

一个与容器的内部空间连接的热源，该热源将固体前体加热到足以形成流体流的温度。

30. 权利要求 29 所述的容器，其特征在于形成所述流体入口的“T”型管子的至少一端带有角。

31. 权利要求 29 所述的容器，其特征在于流体出口是至少一端带有角的“T”型管子。

32. 一种用来输送含固体前体的气相的含有前体的流体流的方法，该方法包括以下步骤：

将固体前体引入具有内部空间的容器中，其中内部空间由分离器分成下部空间和上部空间，该容器包括：一个底部，至少一个延伸至下部空间的导热性突出物，其中所述固体前体与所述的至少一个导热性突出物相接触，包含一个

入口和一个出口的压力密封盖子，将盖子和底部连接起来的侧壁；
提供一个与容器的内部空间相通的热源；
向热源提供足以形成所含的固体前体的气相的能量；
将至少一种运载气体通过入口引入容器，该运载气体以自上而下并且沿着容器侧壁的方向流入并与所述固体前体的气相结合形成流体流；和
通过出口将该流体流传输到下游的沉积系统。

33. 权利要求 32 所述的方法，其特征在于该含前体的流体流还要通过流体出口下游的一个串联过滤器。

34. 权利要求 32 所述的方法，其特征在于运载气体通过至少一端带有角的“T”型入口管子引入。

35. 权利要求 32 所述的方法，其特征在于流体流通过至少一端带有角的“T”型出口管子传输。

输送前体物质的方法和容器

相关申请的交叉对照

本申请要求 2003 年 8 月 19 日申请的 No.60/496,187 美国临时申请及 2004 年 7 月 12 日申请的 No.60/587,295 美国临时申请的权益。

背景技术

在生产半导体设备的一个或多个步骤中，沉积法，例如化学气相沉积和原子层沉积法，经常被用于在基底表面形成一层或多层薄膜或涂层。在典型的 CVD 法或 ALD 法中，可以是固相和/或液相的前体源被传送到含有多个基底中的一个的反应室中，其中前体在一定的温度或压力条件下发生反应，在基底表面形成涂层或薄膜。

当一种固体前体材料应用于 CVD 法或 ALD 法的时候，通常该前体材料在一个分离室比如烘箱中被加热到足以使其形成气体的温度，然后该气体被传送到反应室，通常该气体和运载气体一起被传送到反应室。在有些情况下，固体前体材料不形成中间的液相而是被直接加热到气相。固体前体材料的汽化在产生时以及将含有前体的蒸汽传送到反应室中时会出现很多问题。遇到的典型问题包括但不限于下列情况：在容器、汽化器和/或传输管路中形成沉积；液相或固相材料在容器、汽化器和/或传输管路中凝结，从而在容器内部形成“冷点”；以及不一致的蒸汽流到下游反应室。这些问题可能导致为了去除液体或微粒物质而使生产设备的“停机时间”延长，并且可能生产出质量相对较差的沉积薄膜。

发明内容

本发明公开了一种用来生产和运送包含前体的流体流的容器和方法，所述流体流含有前体材料的气相，该容器和方法如果没有全部也部分地满足了工艺的需要。具体而言，一方面，本发明提供了一种用来输送源于前体的含有前体的流体流的容器，该容器包括：一个内部空间，该内部空间分为上部空间和下部空间，其中上部空间和下部空间之间流体相通；一个盖子，该盖子包含一个流体入口、一个流体出口、一个任选的装料口，及一个内部凹槽，其中上部空

间的至少一部分位于内部凹槽的内部；一个介于盖子和底部之间的侧壁；以及至少一个延伸到下部空间的突出物，在下部空间中前体与所述至少一个突出物接触并且所述至少一个突出物自盖子、侧壁、底部及其组合开始延伸。

本发明提供了另外一种用来传输源于前体的含有前体的流体流的容器，该容器包括：一个内部空间，该内部空间分为上部空间 and 下部空间，上部空间和下部空间流体相通；一个盖子，该盖子包含一个使至少一种运载气体进入容器内部空间的流体入口、一个流体出口、以及一个上部空间的至少一部分位于其内部的内部凹槽；一个侧壁，该侧壁具有多个自此延伸到下部空间的突出物和一个上缘，该上缘的至少一部分与盖子相接触；以及一个介于盖子和侧壁之间的分离器，该分离器位于上缘中并且将内部空间分为上部空间和下部空间。

本发明还提供了一种用来传输源于前体的含有前体的流体流的容器，该容器包括：一个内部空间，该内部空间由一个分离器分成上部空间和下部空间并且上部空间和下部空间流体相通；一个盖子，该盖子包含一个通过“T”型管使至少一种运载气体进入内部空间的流体入口，一个流体出口，以及一个上部空间的至少一部分位于其内部的内部凹槽；一个连接于盖子的侧壁，其包括多个自此处延伸至下部空间的突出物，其中多个突出物中的至少一个突出物有一个与其所接触的前体材料不发生反应的表面；以及一个与容器的内部空间连通的热源，该热源将前体加热到足以使其形成含有前体的流体流的温度。

另一方面，本发明还提供了一种输送包含前体气相的含有前体的流体流的方法，该方法包括以下步骤：将前体引入具有内部空间的容器中，其中内部空间由分离器分成下部空间和上部空间，该容器包括：一个底部，其包括至少一个延伸至内部空间的突出物，在内部空间中前体与所述至少一个突出物接触；一个压力密封盖，该密封盖包括入口、出口和一个任选的位于出口下游或上游的串联过滤器；一个将盖子和底部连接起来的侧壁，一个与容器的内部空间连接的热源；向热源施加足以使容器内前体形成气相的能量；通过入口将至少一种载气引入容器，其中该至少一种载气自上而下并且贴着容器侧壁的方向流入，在容器中该至少一种载气与前体的气相结合形成流体流；以及经过出口将该流体流输送到下游沉积系统。

通过下面的详细描述，这些内容和其它方面的内容将变得更加清楚。

附图说明

图1公开了本发明容器一个实施方案的分解侧视图。

图2提供了图1所示容器的装配侧视图，以说明内部空间。

图3公开了容器另一实施方案的组装在一起的侧壁和底层组件的立体图。

图4是图2中组装在一起的侧壁和底部组件的俯视图。

图5是本发明一个实施方案中具有多个突出物的可拆卸底部的立体图。

图6是本发明公开的容器的一个实施方案的分解立体图，该容器包含镶嵌在容器中的加热管。

图7公开了本发明另一容器的分解立体图，其中容器具有多个自侧壁延伸出的“鳍形”突出物。

图7a是图7所示容器的盖子的分解立体图。

图7b是图7所示容器的盖子的装配立体图。

图7c是图7所示容器的俯视图。

图7d是图7所示容器的盖子的混合正面横断面图。

图7e是图7所示容器的主体的分解立体图。

图7f是表明图7所示容器中分离器和主体关系的分解立体图。

图7g是图7所示容器中介于主体和盖子(未示出)之间的分离器的俯视图。

图8的图表表明了本发明的容器和现有技术所用容器在前体的添加量为80g，温度为160℃的情况下，相对传送速率与容器中进量剩余%的关系。

图9的图表表明了本发明的容器和现有技术所用容器在前体的添加量为80g，温度为180℃的情况下，相对传送速率与容器中进量剩余%的关系。

图10所示的图表表明了当添加500g前体时，相对传送速率和容器寿命%的关系。

具体实施方式

本发明公开了一种用于汽化前体材料，尤其是固体前体的容器及方法。该容器的特征在于容器的构成，其具有底部、盖子、侧壁，这些部件确定了一个盛放前体材料的内部空间。通过加热，前体材料可由固相和/或液相转变为它的气相。前体材料可以是固体和/或液体。在该容器中可以使用的例子包括但不限于：二甲基联氨，三甲基铝(TMA)，氯化铪(HfCl_4)，氯化锆(ZrCl_4)，三氯化铟，三氯化铝，碘化钛，羰基钨， $\text{Ba}(\text{DPM})_2$ ，二双三甲基乙酰甲烷合锶(bis di pivaloyl methanato strontium) $\text{Sr}(\text{DPM})_2$ ， $\text{TiO}(\text{DPM})_2$ ，四双三甲基乙酰甲烷

合锆(tetra di pivaloyl methanato zirconium) $Zr(DPM)_4$, 癸硼烷, 硼, 镁, 镓, 铟, 铋, 铜, 磷, 砷, 锂, 四氟硼酸钠, 引入烷基脒的配合体的无机前体, 有机金属前体, 例如叔丁氧基锆($Zr(t-OBu)_4$), 四二乙胺合锆 $Zr(NEt_2)_4$, 四二乙胺合铪 $Hf(NEt_2)_4$, 四二甲基胺合钛(TDMAT), 叔丁亚氨三二乙胺合铟(TBTDET), 五二甲胺合铟(PDMAT), 五乙基甲基胺合铟(PEMAT), 四二甲胺合锆($Zr(NMe_2)_4$), 四叔丁氧基铪($Hf(t-OBu)_4$), 以及上述物质的混合物。

在一个实施方案中, 容器的底部、侧壁和/或盖子的内表面有至少一个延伸至内部空间并且与前体材料接触的突起物。该至少一个突出物可以帮助将热量直接传送到前体材料。在一个实施方案中, 惰性运载气体, 如氮气、氢气、氦气、氩气或其它气体, 流经内部空间并和前体材料的气相结合形成含有前体的气体流。在另一个实施方案中, 可以使用真空将含有前体的气体流从容器中抽出, 该真空可以单独使用也可以与惰性气体联合使用。该含有前体的气体流可以被传送到下游的生产设备, 如沉积反应室。可向此容器提供连续流动的含前体的气体流, 同时避免造成所含蒸汽凝结的“冷点”或其它问题。同时, 容器具有可以提供稳定的和可再现性的流体速率的优点, 使得它可以应用于各种各样的生产工艺。

图 1 和图 2 分别提供了该发明容器一个实施方案的分解侧视图和横断面图, 其中从容器的底部延伸出至少一个突起物。在图 1 和图 2 中, 容器 10 含有盖子 12、底部 14、侧壁 16 和分别位于盖子 12 和底部 14 附近的一对密封物 13 和 15。虽然所示的容器 10 基本上为圆柱形, 但可以理解的是该容器也可以是其它形状, 如空心方形管或者矩形管。密封物 13 和 15 可以为密封垫、O 形圈、衬垫圈、垫块等, 其可用来使容器 10 保持真空或者承受压力, 该密封物可以由金属或者聚合物构成。另外一个可替代的方案中, 盖子 12 和/或底部 14 可以安装定位在侧壁 16 上以形成气密的或耐压的密封物, 而不需要密封物 13 和 15 两者之一或全部。如图 1 所示, 盖子 12 可以通过一个或多个诸如螺丝钉或销的紧固件 19 固定到侧壁 16 上。在另外一个可替换的实施方案中, 盖子 12 可以通过相应于互补凹槽的槽固定在侧壁 16 上, 该互补凹槽使盖子 12 定位并固定到侧壁 16(未图示)上。在更进一步的实施方案中, 盖子 12 可以通过焊接、键合、粘结或其它方式固定到侧壁 16 上。在底部可以拆卸的实施方案中, 可以用定位销(未图示)来确保在盖子和侧壁和/或侧壁和底部之间进行准确定位和

装配。

盖子 12、底部 14 和侧壁 16 限定了一个用来容纳前体材料的内部空间 17。盖子 12、底部 14 和侧壁 16 可以由金属或者能够经得住容器 10 工作温度的其它材料构成。在一些实施方案中，盖子 12、底部 14 和侧壁 16 的至少一部分与盛放在容器中的前体材料不发生化学反应。在这些或者其他备选的实施方案中，盖子 12、底部 14 和侧壁 16 的至少一部分是可以导热的。盖子 12、底部 14 和侧壁 16 所用的示范性金属包括：不锈钢、钛、铬，锆，镍铜合金，不渗透性石墨，钼，钴，阳极化铝，铝合金，银，银合金，铜，铜合金，铅，包镍钢，石墨，掺杂或纯的陶瓷材料，或者上述材料的组合。在一个实施方案中，与前体接触的表面至少有一部分镀敷了各种金属，如钛、铬、银、钼、金、铂、钛和其它材料，其中为了提高表面的相容性，前面所提的镀层材料可以进行掺杂或者不掺杂。在这些实施方案中镀敷材料与容器中盛放的前体材料不反应。

盖子 12 包含一个惰性运载气体流或混合气体流的流体入口 22 以及一个含前体的流体流的出口 24。经过入口 22 引进容器 10 的惰性运载气体的例子包括但不限于：氢气、氦气、氖气、氮气、氩气、氙气、氪气或上述气体的混合物。在一些实施方案中，含有前体的流体流从容器 10 抽出而不需运载气体的帮助，而是采用真空、压力差或其它方式。在这些实施方案中，入口 22 和任何与其相关的阀或结构是任选的。盖子 12 还含有一个加注口 26，通过该加注口可以将前体材料(未图示)引入内部空间 17 中。在一个备选实施方案中，除加注口 26 外，还能够通过入口 22，底部 14(特别是那些底部 14 可以拆卸的实施方案)或其它方式将前体材料引入内部空间 17 中。在一些实施方案中，如图 1 和图 2 所描绘的那样，入口 22 和出口 24 可以包含控制流入和流出容器 10 的流体流的阀 23 和阀 25。阀 23 和阀 25 可以是手动的或是自动的，如气动等，并且优选那些能在容器的工作温度下工作的阀。在一些实施方案中，阀 23 和 25 与分离配件配合以使容器 10 能够从生产线上拆卸。用于减少入口管 22 和出口管 24 弯曲的支架(未图示)可以支撑阀 23 和 25。更进一步，入口和出口管可以与标准的气体密封配件相连接，该标准的气体密封配件可以由俄亥俄州，克里夫兰的 Swagelok 公司生产的用于连接两段分离管道的 VCR™ 配件。在一些实施方案中，出口 24 有一个或多个串联放置的过滤器 30 和 32，这些过滤器用来清除含前体流体流中的杂质或颗粒物。过滤器 30 和 32 由多孔材料(未图示)组成，

该多孔材料与含前体的流体流不起化学反应并且/或当含前体的流体流通过时其有足够的粒子尺寸来捕获所有杂质或颗粒。

在一些实施方案中,如图1和图2所示,入口22还进一步含有一个产生涡旋的入口28,该入口28使惰性气流沿着侧壁16的内表面向下进入内部空间17。虽然图1和图2中所示的产生的涡旋的入口为呈“L”状并以沿切线方向延伸入内部空间的管子,然而可以预想当其为其它形状,如从侧壁16延伸出来的鳍状物、“J”形管或“T”形管等的时候,它也可以引导惰性运载气体的层流。在后面的实施方案中,“T”形管可以是一端或两端带有角并且/或者超大型的。在某些实施方案中,出口24也含有一个“T”型管或其它构造的延伸至内部空间17的管子。在这些实施方案中,出口24上的“T”型管可以和流体入口管上的“T”型管一起使用,也可以用其替代流体入口管上的“T”型管。

在图1和2所示的实施方案中,容器10还包括一个至少环绕一部分容器10的导热套18。导热套可以使热量均匀分布,并且提高将热量传送到容器10的内部空间17中所含有的前体物质的热传导。导热套可以通过紧固件确保固定在容器10的周围,和/或用允许在加热时套膨胀的不同材料以确保紧贴容器10周围。例如,导热套18由铝构成,而容器10的侧壁16由不锈钢构成。导热套18通过簧片紧固在侧壁16周围以解决加热容器和容器中含有的前体物质所产生的热膨胀。

容器10和其中含有的前体材料可以通过很多装置被加热到使前体材料处于气相的温度,或者当前体材料为固体时使前体达到升华温度,这些装置包括但不限于:电热丝加热器,辐射加热器,循环流体加热器,电阻加热系统,感应加热系统,或者其它装置,这些装置可以单独使用或结合使用。这些热源可以在容器10的外部或内部。在一些实施装置中,整个容器10被放入烘箱中。在其它实施方案中,底部14内可以包含一个或多个加热元件管。图6所示的实施方案中,加热管36被嵌到容器10的内部空间17的很多地方。在其它的实施方案中,还可以使用一个或多个通过RF电源操作的感应加热芯。然而在其它实施方案中,可以使用一个与运载气体源流体相通的加热器,使运载气体在进入容器10之前加热到一定的温度。

容器10还可以有一个或多个热电偶,热控管或其它可以监控容器10及其中所盛放的前体材料温度的热敏性器件。在容器的底部、盖子、内部空间和/或

容器的其它地方可以设置一个或多个热电偶。该一个或多个热电偶或其它热敏性器件可以同与热源电连接的控制器或计算机相连接,以使容器的内部空间及其中所盛放的化学物质的温度保持均匀。

容器 10 还可以有一个或多个延伸到内部空间 17 里面的突起物 34。图 1, 2 和图 5 图示了一个使用多个“销钉状”突出物 34 的实施方案。突出物 34 可以由导热性材料或复合材料构成。在一些实施方案中,例如图 2 所示,突出物 34 可以由导热芯,如铜 34a 和与前体材料接触的非反应性表面,如不锈钢 34b 组成。在图 5 所示的实施方案中,为了便于清扫和维修,底部 14 可以从侧壁 16 上拆卸下来。虽然在这些附图中,突出物 34 是从底部 14 上延伸出的,然而可以预想突出物 34 也可以自侧壁 16、盖子 12、底部 14 或上述部位的组合上延伸至内部空间 17。突出物 34 与容器中所盛放的前体材料接触以提高热传递。突出物 34 的设置使气体在突出物和容器中所含的前体材料之间无阻碍流动。而且突出物 34 可以防止前体材料凝结成团。

图 3 和图 4 图示了一个延伸自底部 14' 的“四叶式交叉”构型的突出物 34'。虽然图中底部 14' 和侧壁 16' 被图示为组装在一起的组件,但是底部 14 是可以拆卸的。“四叶式交叉”构型的突出物 34' 将内部空间 17 分成独立但内部相连的区域,以使该空间内的运载气体无阻碍的流动。

图 7 和图 7a 至 7g 提供了本发明的一个实施方案的一个实施例—容器 100, 该容器至少有一个突出物 101 为“鳍状”,且自容器 100 的侧壁 104(为组装在一起的侧壁和底部组件)延伸至内部空间 113。在该所图示的实施方案中,鳍状突出物 101 基本上是与流体入口组件 110 和流体出口组件 112 垂直的。再参见图 7, 容器 100 由以下组成: 盖子 102、侧壁 104、内缘 106、惰性运载气体或其混合物流的流体入口组件 110、让含有前体的流体流流过的流体出口组件 112 以及一个将前体材料引入容器 100 的内部空间 113 中的加注口 108。在一些实施方案中,加注口 108 可以被用作液位观察孔。在这些实施方案中,加注口可以包含: 一个观察口, 感应器, 探针和/或其它用来检测容器中前体存在的工具。

图 7a 至 7c 提供了容器 100 的盖子 102 的各种详细视图。如图 7a 和 7b 所示, 容器 100 有一个“T”型管 114 以帮助输入的运载气体通过 110 组件流入容器 100 的内部空间 113。在这些实施方案中,“T”型管 114 可以减少输入的运载气体的层流, 从而减少流出的含前体流体流中含有未升华的前体的可能

性。盖子 102 也可以通过使用一个或多个定位销 111 来帮助盖子 102 准确安装和定位到侧壁 116 上。

图 7d 提供了装配好的盖子 102 的详细侧视图, 该图说明了盖子 102 的内凹槽 116, 该内凹槽用来帮助引导输入运载气体。图 7d 表明, 内凹槽 116 包含上部空间 117 的至少一部分, 它可以引导输入的运载气体流远离没有升华的前体。

在某些实施方案中, 可以在容器中加入任选的分离器 118 以进一步防止未升华的前体与输出的含前体的流体流混合。图 7e 至 7g 所示的分离器 118 把容器的内部空间 113 在容器的下部主体和盖子之间分成上部空间 117 和下部空间 119 两部分。分离器 118 将盖子 102(没有入口和出口组件 110 和 112 及加注口 108)和底部 104 隔开。

根据所需前体的性质, 有时可能需要阻止在流出的含前体流体流中携带固体。在这些实施方案中, 容器 10 和 100 可以进一步包括一个任选的不锈钢过滤器板 120 来阻止未升华的前体进入流出的含前体流体流中。该任选的不锈钢过滤器板的孔径可以为 0.1-100 微米。它可以安装在内部空间 113 中的任何地方和/或流出的含有前体的流体的流经路线。图 7f 展示了一个特殊实施方案, 其中一块或多块过滤器板被安装在分离器 118 上的内凹槽 122 里。

在一个实施方案中, 容器 10 和 100 还包括一个用来确定内部空间 17 中所含物质的观察口(在附图中未图示)。构成观察口的合适的材料包括有足够导热率以使蒸汽在观察口上凝结和沉积最少的透明材料, 这些材料包括: 例如, 金刚石、蓝宝石、碳化硅、透明的陶瓷材料等。

容器的工作温度依据容器中所盛放的前体材料而变化, 一般为大约 25℃ 至大约 500℃, 或者从大约 100℃ 到大约 300℃。容器的工作压力范围为: 从大约 10^{-2} 毛到大约 1000 毛, 或者从大约 0.1 毛到大约 200 毛。

在本发明的一个实施主案中公开的容器使用方法包括, 通过加注口 26 将前体材料, 如固体前体材料引入到容器 10 的内部空间 17 中, 在这里固体前体材料与延伸至内部空间 17 的一块或多块突出物 34 相接触。前体材料的填充量优选达到与至少一块突出物的至少一部分连续接触并且不超过包含该至少一块突出物的内部空间 17 的范围的位置。通过紧固盖子 12、底部 14 和侧壁 16 来形成压力密封或气密性密封。开启阀 23 使惰性运载气体通过产生涡旋的管子 28

流入内部空间 17。使用一个热源如加热管使前体材料达到升华温度而形成前体气体。惰性运载气体与前体气体结合形成含前体的流体流。含前体的流体流通过出口 24 和串联的过滤器 30 和 32 到达下游的生产设备，如用来生产薄膜沉积的反应室。

然而在另一个实施例中，使用容器的方法包括将前体材料，如固体前体材料通过加注口 108 引入到容器 100 的内部空间 113 中，在这里前体材料与延伸至下部空间 119 的一块或多块突出物 112 相接触。前体材料的填充量优选达到与至少一块突出物 101 的至少一部分连续接触并且不超过包含该至少一块突出物 101 的下部空间 119 的范围的位置。通过紧固盖子 102 和主体 104 来形成压力密封或气密性密封。通过开启阀 110 使惰性运载气体通过“T”型管 114 流入内部空间 113。使用一个热源如加热管使前体材料达到升华温度而形成前体气体。惰性运载气体与前体气体结合形成含前体的流体流。含前体的流体流通过分离器 118、任选的不锈钢过滤器板 120 和流体出口 112 到达下游的生产设备，如用来生产薄膜沉积的反应室。

下面的实施例对本发明的容器和方法进行了更加详细的说明，但是本发明并不局限于下面的实施例。

实施例

将固体前体氯化铪(HfCl_4)引入本文所描述的容器中并且将其加热到升华。以 1000sccm 的流速将运载气体(氮气)引入容器。将相似量的前体引入现有技术的石英容器。现有技术的石英容器没有与前体材料接触的突出物。在图 8 和图 9 中，使用 5 秒脉冲，以 0.5 升/分钟(LPM)的流量将 80 克的前体材料分别加热到 160 °C 和 180 °C。在图 10 中，菱形、正方形和三角形的数据点分别代表将 500 克填充物加热到下列状态所获数据：180 °C，5 秒脉冲，0.5LPM；160 °C，2 秒脉冲，1LPM；和 160 °C，5 秒脉冲，0.5LPM。

虽然参照实施例对本发明已经进行了详细的描述，但很显然，该领域的技术人员可以在不背离本发明精神和不超出本发明范围的情况下对本发明做出很多变化和改进。

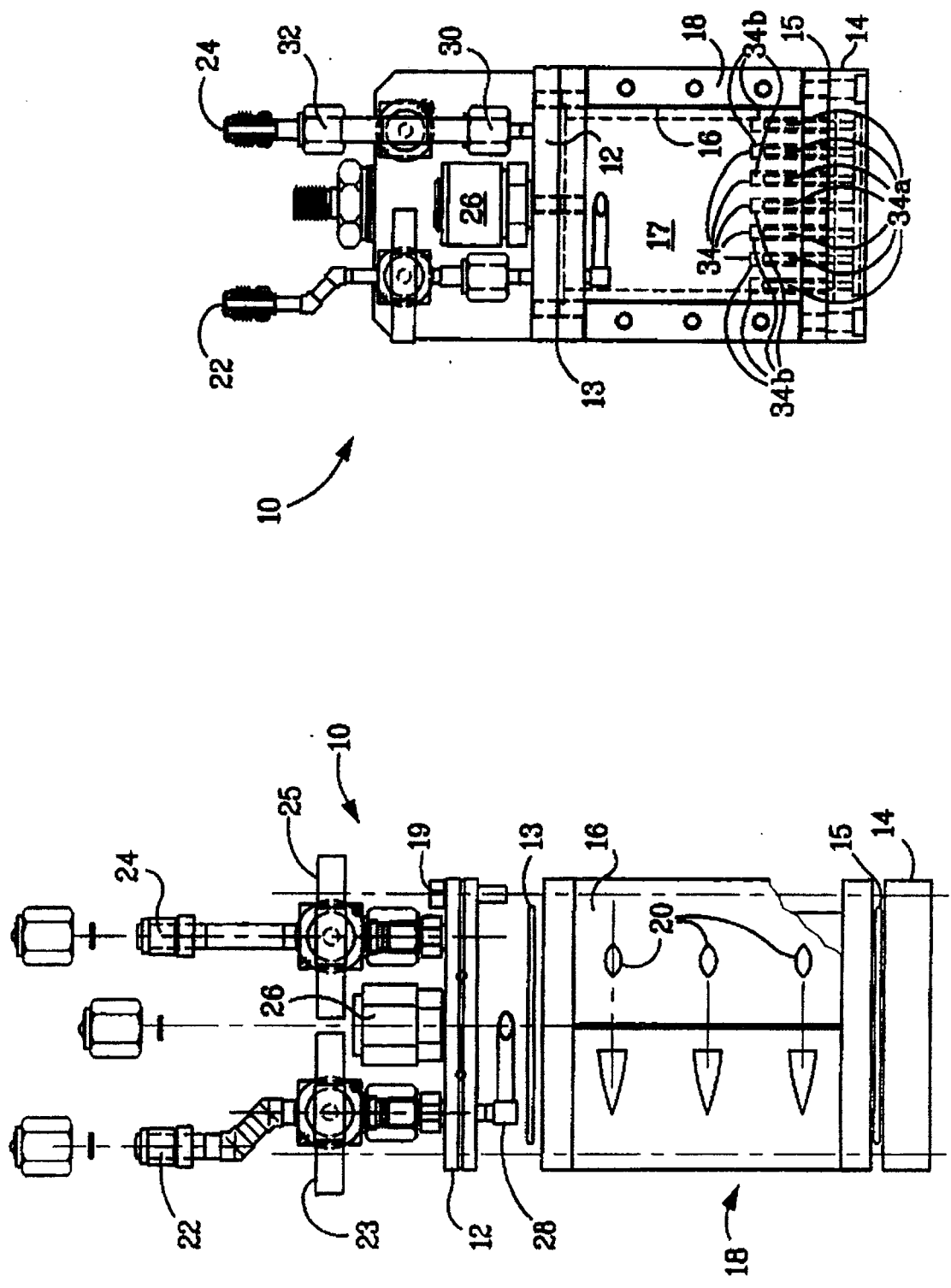


图 2

图 1

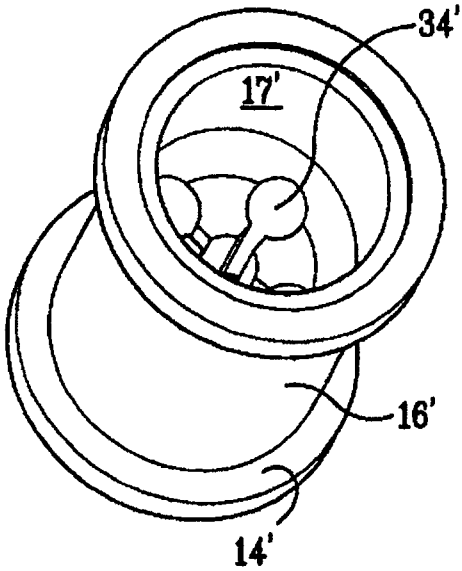


图 3

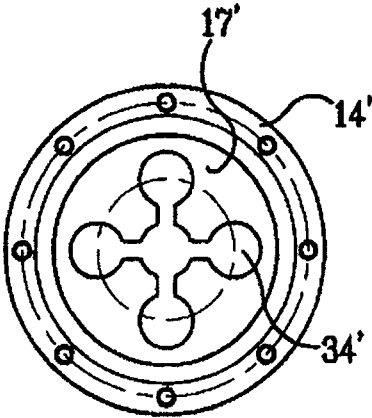


图 4

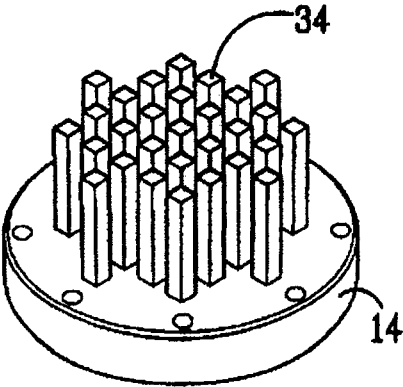


图 5

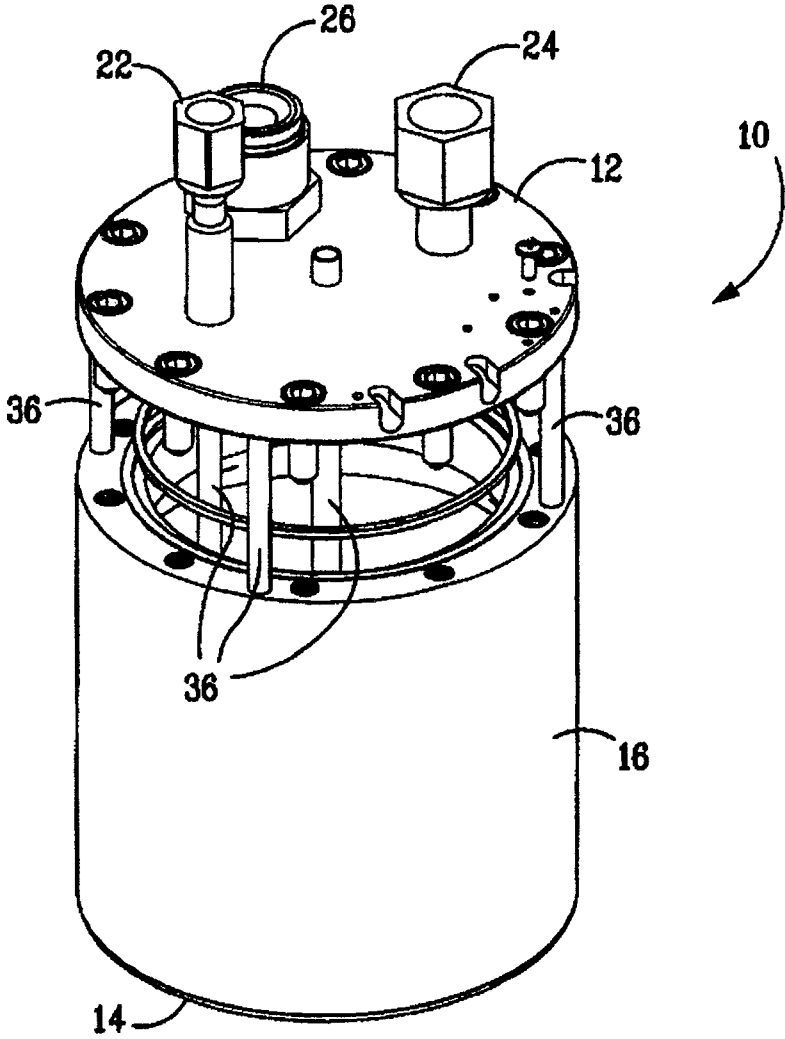


图 6

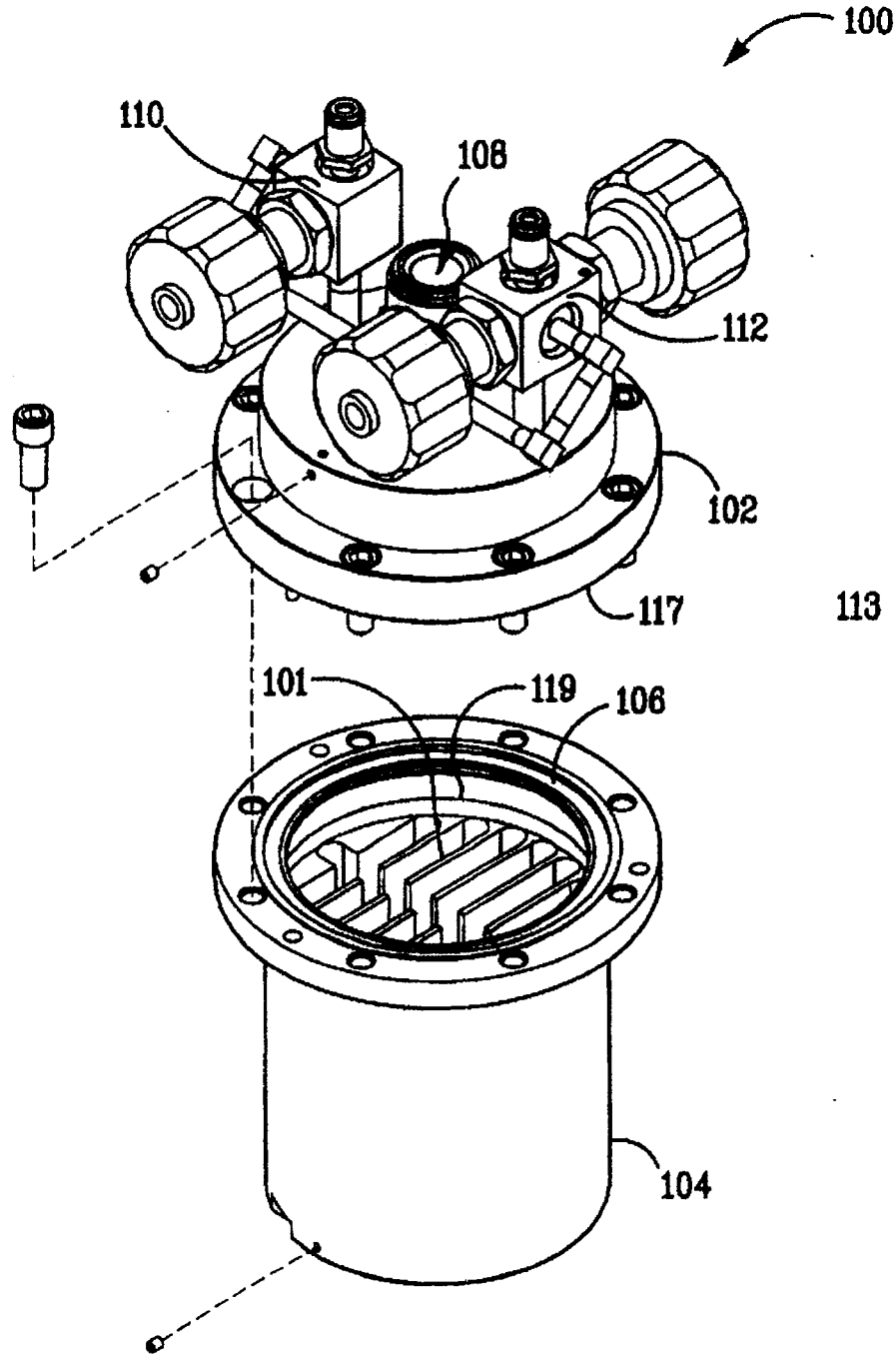


图 7

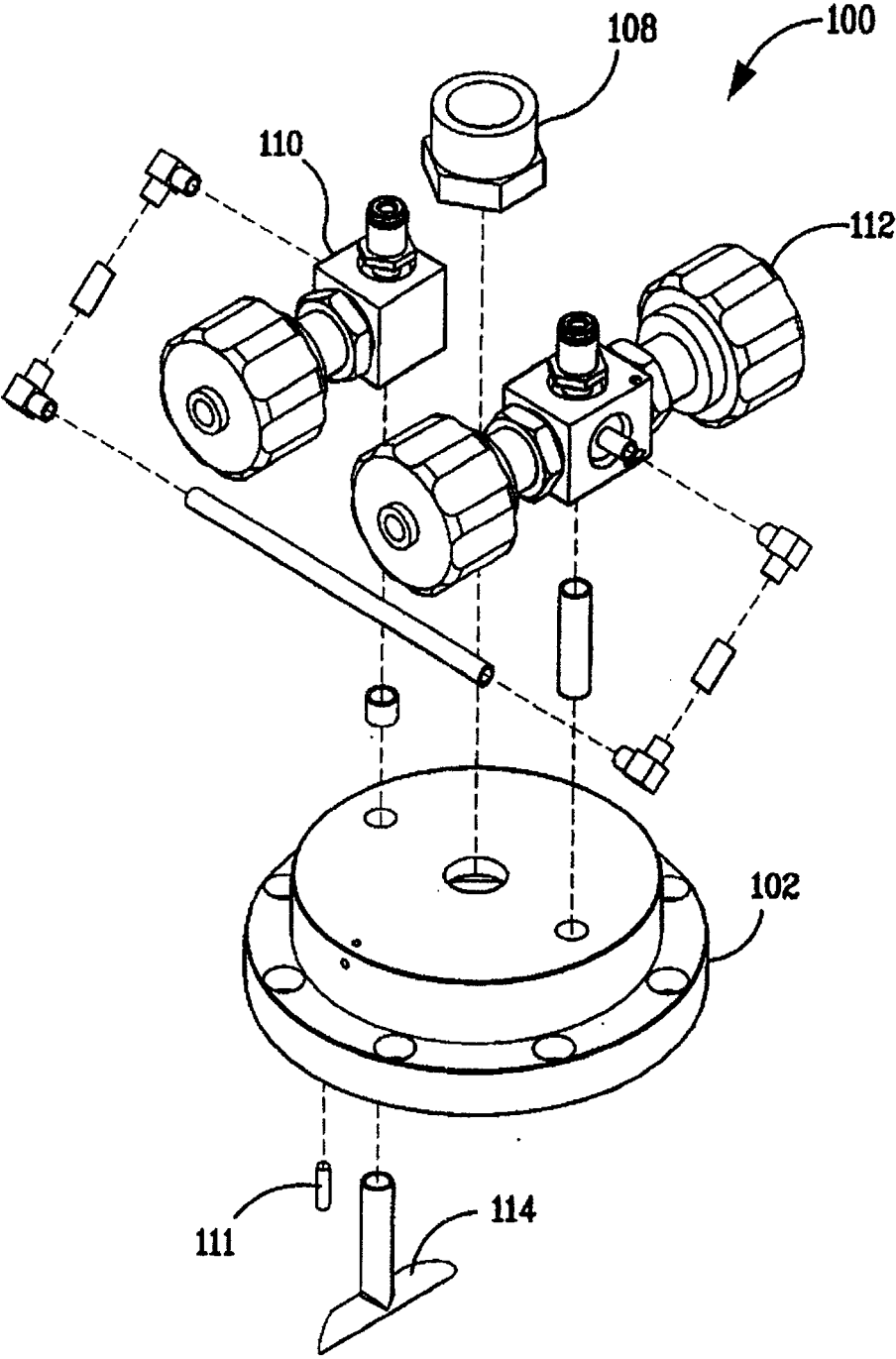


图 7A

图 7B

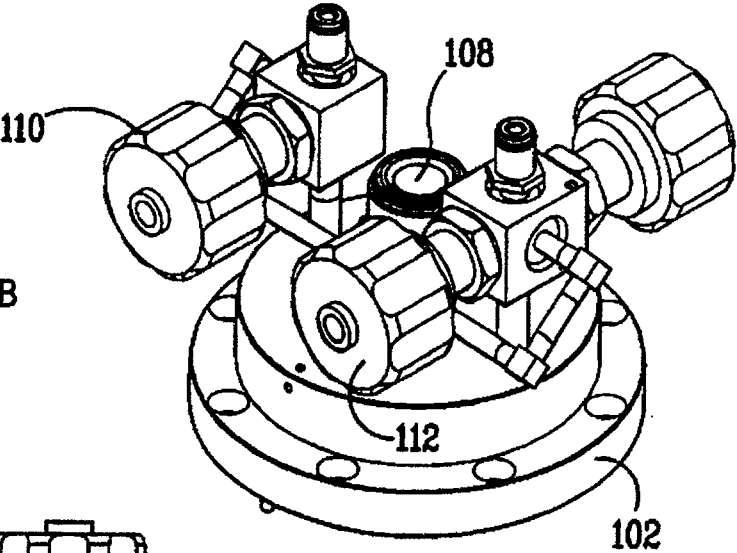


图 7C

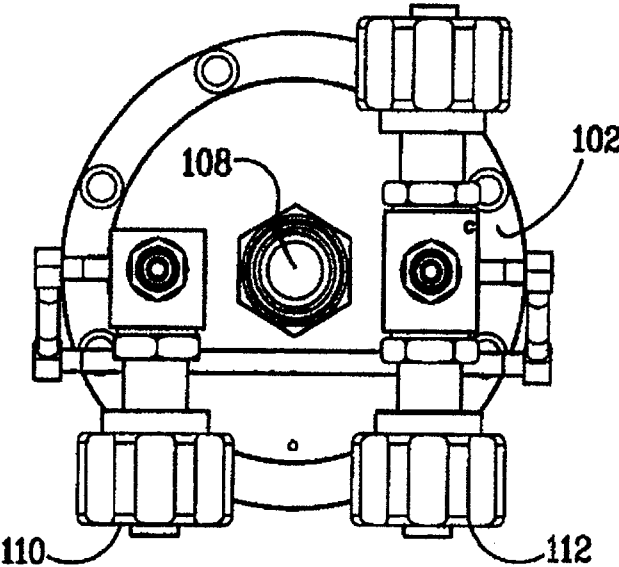
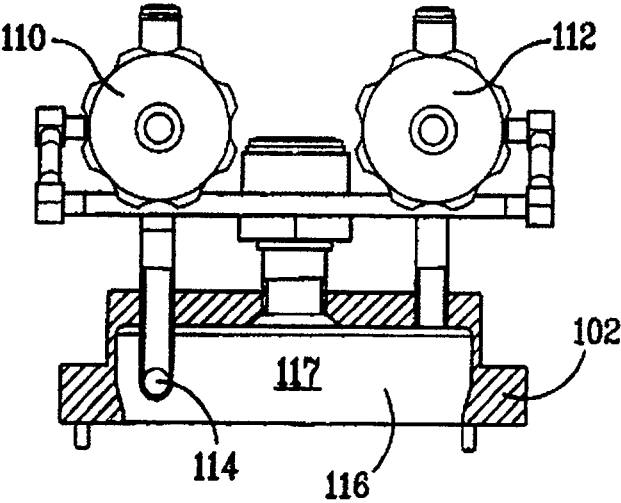


图 7D



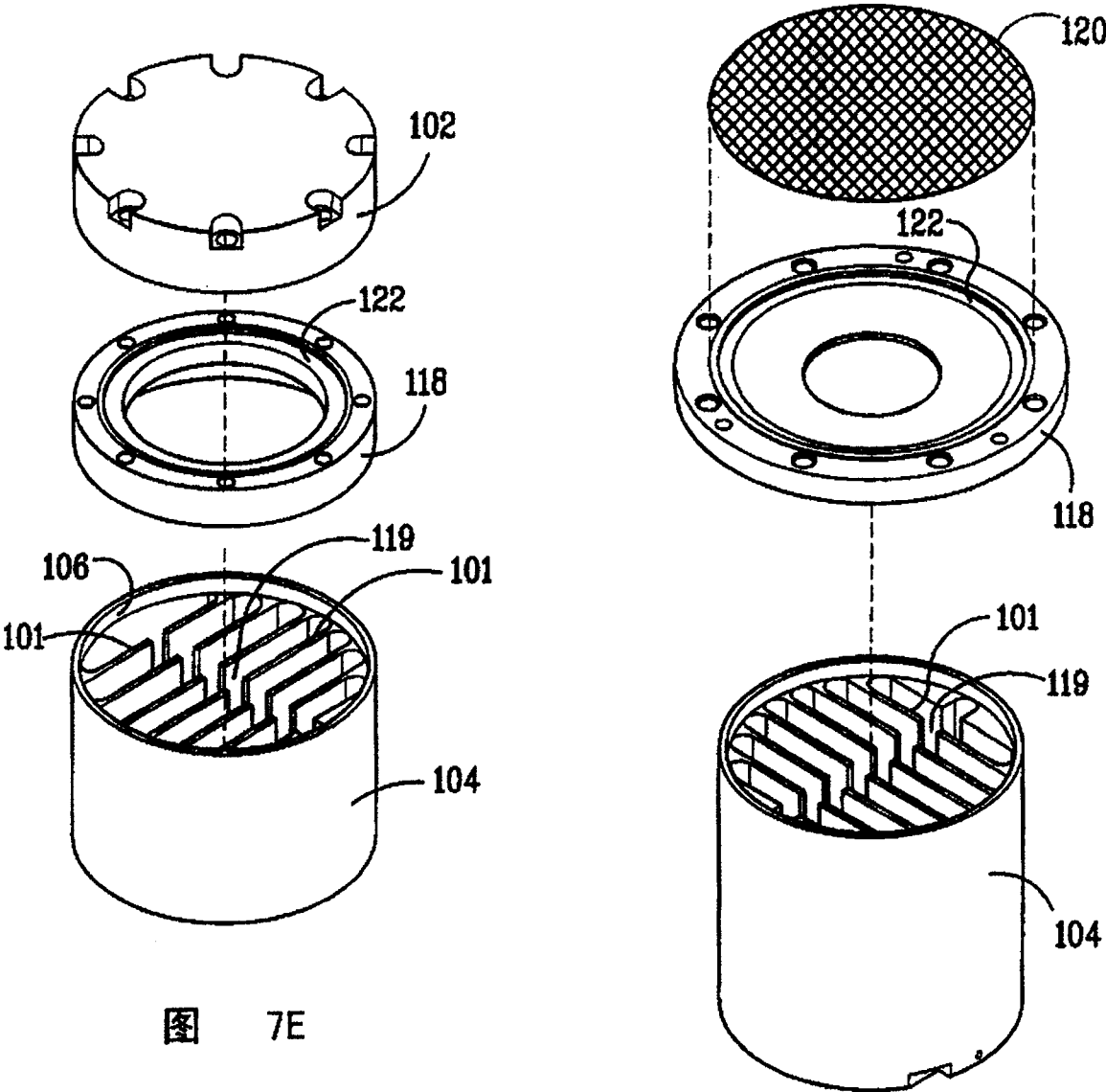


图 7E

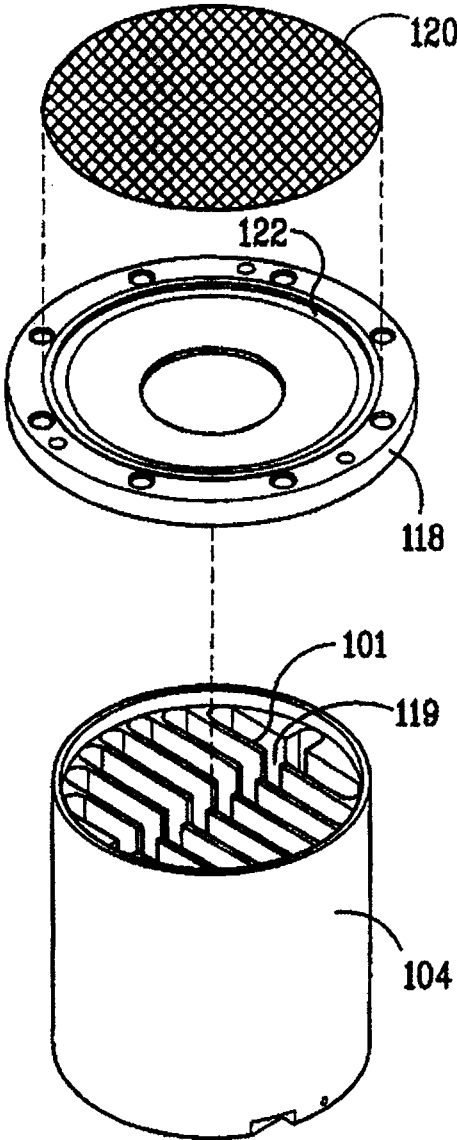


图 7F

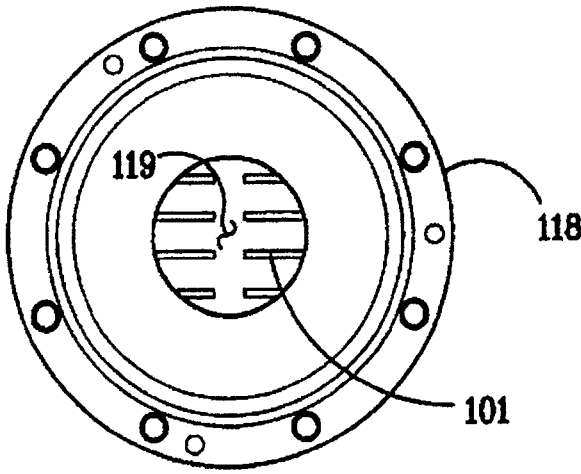
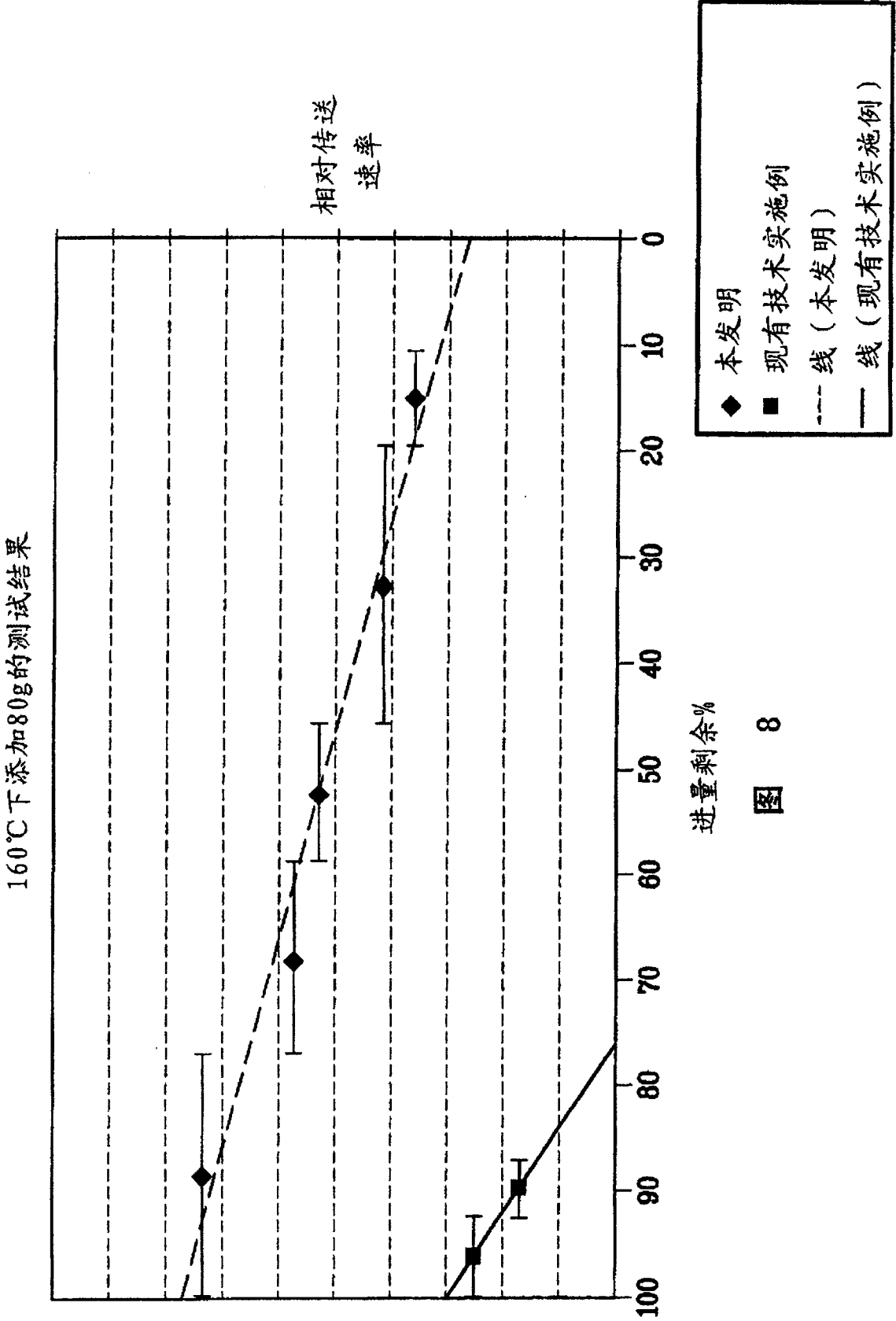


图 7G



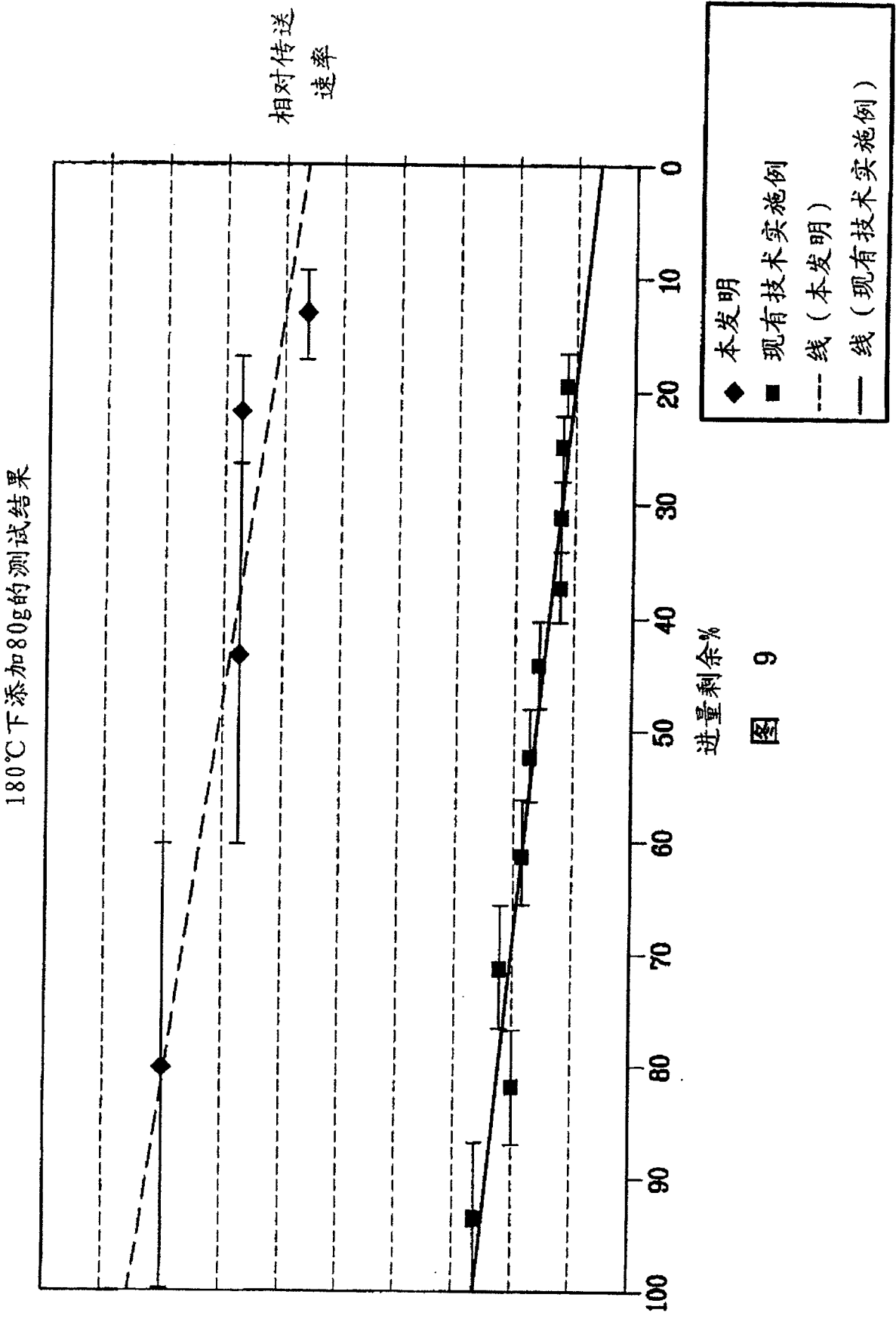


图 9

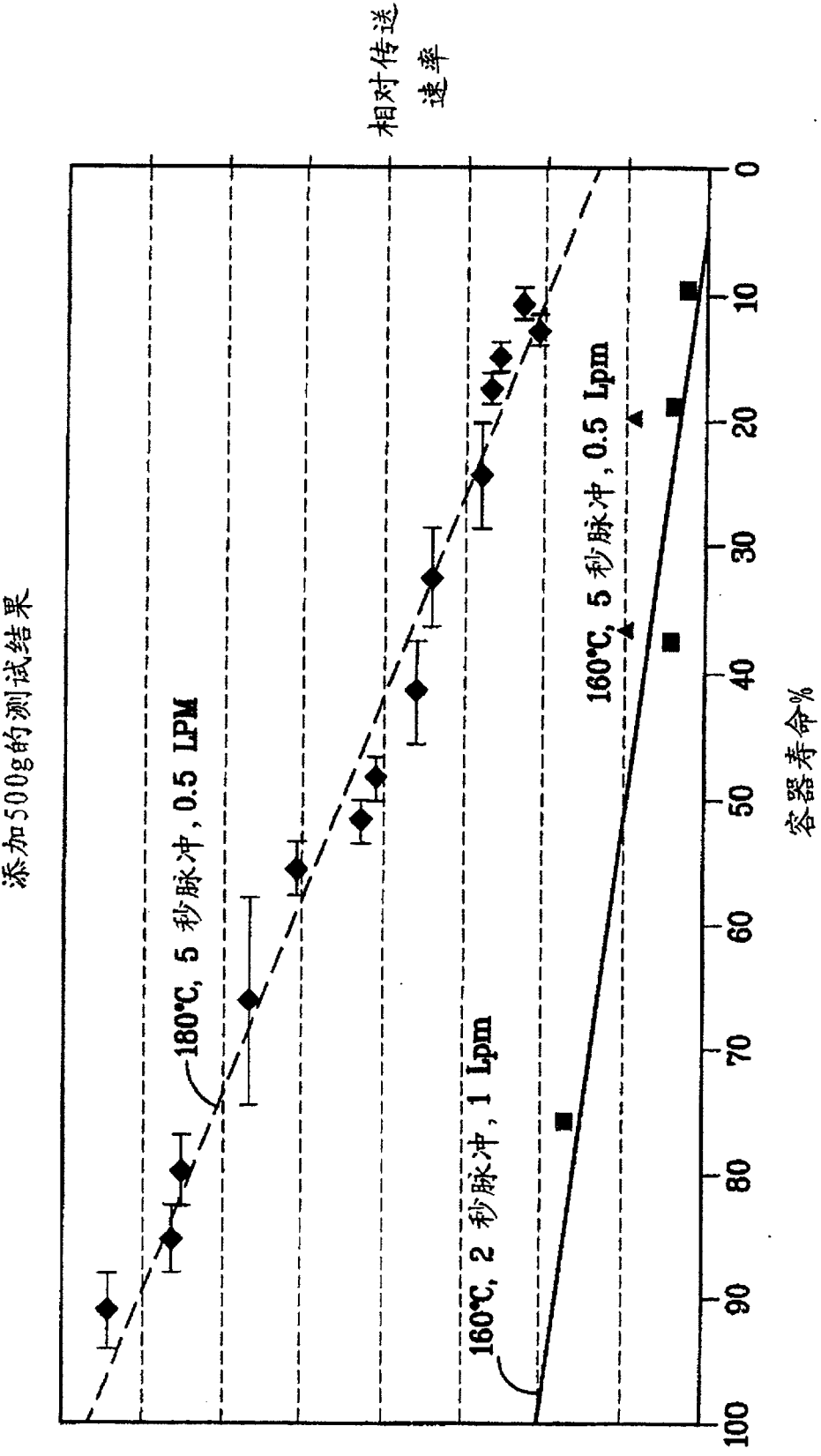


图 10