

WO 2008/142043 A1

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
27. November 2008 (27.11.2008)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 2008/142043 A1

(51) Internationale Patentklassifikation:

C23C 16/448 (2006.01) **B23K 1/20 (2006.01)**
C23C 16/52 (2006.01)

Ulrich [DE/DE]; Brennerweg 7, 89143 Blaubeuren (DE).
MÜLLER, Rolf [DE/DE]; Auenweg 39, 89601 Schelklingen (DE). **HARTUNG, Robert Michael [DE/DE]; Kreuzländerweg 12, 89143 Blaubeuren (DE).**

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2008/056104

(74) Anwalt: Lippert, Stachow & Partner; Krenkelstrasse 3, 01309 Dresden (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:

19. Mai 2008 (19.05.2008)

(81) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG,

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(30) Angaben zur Priorität:

10 2007 024 266.4 23. Mai 2007 (23.05.2007) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): Centrotherm thermal solutions GmbH + Co. KG [DE/DE]; Johannes-Schmid-Strasse 8, 89143 Blaubeuren (DE).

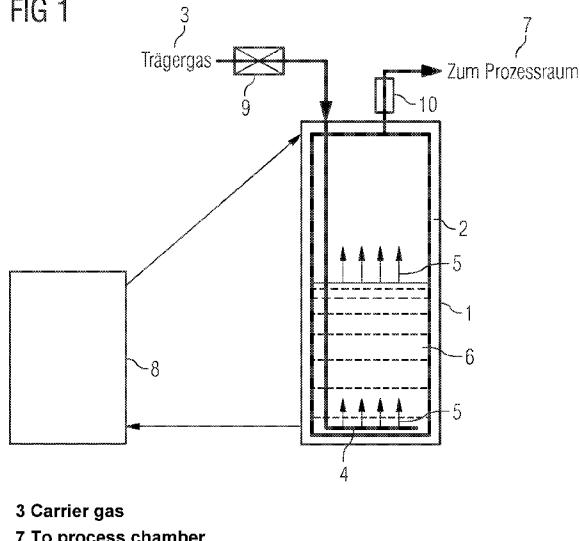
(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): VÖLLER, Hans

(54) Title: METHOD FOR CONTROLLING PROCESS GAS CONCENTRATION

(54) Bezeichnung: VERFAHREN ZUR STEUERUNG DER PROZESSGASKONZENTRATION

FIG 1



(57) Abstract: The invention relates to a method for controlling the process gas concentration for the treatment of substrates in a process chamber, wherein a liquid is evaporated in a bubbler by means of the bubbles of a carrier gas that are guided through. The aim of the invention is to create a method for controlling the process gas concentration that is easy to implement. Said aim is achieved by the production of a predetermined constant interior pressure within the bubbler, and subsequent introduction of a carrier gas into the bubbler while at the same time controlling the temperature of the medium to be evaporated within the bubbler in order to set a predetermined vapor pressure.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]



ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration für die Behandlung von Substraten in einem Prozessraum, bei dem eine Flüssigkeit mittels hindurchgeleiteter Bläschen eines Trägergases in einem Bubbler verdampft wird. Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein einfach zu realisierendes Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration zu schaffen. Erreicht wird das durch das Herstellen eines vorgegebenen konstanten Innendruckes im Bubbler und nachfolgendes Einleiten des Trägergases in den Bubbler bei gleichzeitiger Temperaturregelung des zu verdampfenden Mediums innerhalb des Bubbler zur Einstellung eines vorgegebenen Dampfdrucks.

5 **Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration**

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration für die Behandlung von Substraten in einem Prozessraum, bei dem eine Flüssigkeit mittels hindurchgeleiteter Bläschen eines Trägergases in einem Bubbler verdampft wird.

Für die Erzeugung von dampfförmigen Prozessgasen werden so genannte Bubbler eingesetzt, die hauptsächlich aus einem geschlossenen Behälter bestehen, in den die zu verdampfende Flüssigkeit eingebbracht worden ist. Die zu verdampfenden Flüssigkeiten können beliebiger Art sein, wie z.B. eine Säure mit einer vorgegebenen Konzentration. So kann die Flüssigkeit beispielsweise Ameisensäure (HCOOH) in unterschiedlicher Konzentration sein. Für den eigentlichen Verdampfungsprozess wird über einen Düsenstab mit einer Vielzahl von Öffnungen ein Trägergas im untersten Bereich des Behälters eingebbracht. Als Trägergase kommen beispielsweise N₂, N₂H₂, H₂ usw., oder auch Inertgase in Betracht. Das Trägergas steigt darauf hin im Bubbler durch die Flüssigkeit blasenförmig auf und nimmt Teile der Flüssigkeit in Dampfform mit. Dieses dabei entstandene Trägergas-/Dampfgemisch wird dann aus dem Behälter dem Prozessraum zugeführt.

Bei diesem Vorgang nehmen die Gasblasen das verdampfte Medium so weit auf, bis eine relative Feuchtigkeit von 100 % erreicht ist. Die Konzentration ist hierbei vom Druck im Bubbler sowie der Temperatur abhängig, die auch bei Raumtemperatur liegen kann. Die Druckregelung erfolgt dabei über einen Druckminderer.

Bei der Behandlung von Substraten in einem Prozessraum kann die Einhaltung einer vorgegebenen Konzentration eines Mediums in einem Trägergas von entscheidender Bedeutung für die Qualität

des Prozesses sein. Von Nachteil ist hier, dass bei einer Abkühlung eines Gasgemisches mit einer relativen Feuchte von 100 % eine Kondensation nicht verhindert werden kann. Im Ergebnis verringert sich die Konzentration des Mediums im Trägergas, 5 was gleichzeitig zu ungewollten Effekten im Prozess führen kann.

Der Erfindung liegt nunmehr die Aufgabe zugrunde, ein einfach zu realisierendes Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration zu schaffen.

10 Die der Erfindung zugrunde liegende Aufgabe wird bei einem Verfahren der eingangs genannten Art gelöst durch das Herstellen eines vorgegebenen konstanten Innendruckes im Bubbler und nachfolgendes Einleiten des Trägergases in den Bubbler bei gleichzeitiger Temperaturregelung des zu verdampfenden Mediums 15 innerhalb des Bubblers zur Einstellung eines vorgegebenen Dampfdrucks.

Dieses überraschend einfach zu realisierende Verfahren erlaubt eine präzise Steuerung der Konzentration des verdampften Mediums im Trägergas.

20 In einer Ausgestaltung der Erfindung wird die Temperatur im Bubbler zur Anpassung der Konzentration des Mediums im Trägergas an unterschiedliche Prozessbedingungen ohne Unterbrechung der Zuführung des Trägergases in den Bubbler kontinuierlich geändert.

25 In einer Fortführung der Erfindung ist vorgesehen, dass die Verrohrung vom Bubbler zum Prozessraum in die Temperaturregelung einbezogen wird, wobei die Verrohrung bevorzugt auf die gleiche Temperatur wie im Bubbler geregelt wird.

Die Erfindung wird nachfolgend an einem Ausführungsbeispiel 30 näher erläutert.

Die zugehörige Zeichnungsfigur zeigt eine schematische Darstellung eines Bubblers zur Durchführung des erfindungsgemäßen

Verfahrens.

Der Bubbler 1 besteht aus einem verschließbaren Behälter, der mit einem Kühl-/Heizmantel 2 umgeben ist. Für die Erzeugung des Verdampfungsprozesses ist der Bubbler 1 mit einer Zuführung 3 für ein Trägergas verbunden, die innen im Bubbler 1 im Bodenbereich in einem Düsenstab 4 endet, der mit einer Vielzahl von Düsen zur Erzeugung von Gasblasen versehen ist. In der Zeichnungsfigur sind die aufsteigenden Gasblasen schematisch als Pfeile 5 dargestellt. Diese Gasblasen steigen durch das in den Bubbler 1 eingebrachte flüssige Medium 6 auf und werden dann über eine Verrohrung 7 in einen nicht dargestellten Prozessraum geleitet.

Der Kühl-/Heizmantel 2 ist mit einer Kühl-/Heizeinrichtung 8 zur Temperaturregelung des flüssigen Mediums 6 im Bubbler 1 verbunden.

Weiterhin befindet sich in der Zuführung 3 für das Trägergas ein Druckminderer 9, mit dem der Druck im Bubbler 1 auf einem vorgegebenen Wert konstant gehalten werden kann.

Im vorliegenden Ausführungsbeispiel wird als Trägergas N₂, N₂H₂, H₂ eingesetzt. Selbstverständlich ist die Erfindung auch mit anderen Trägergasen gleichermaßen realisierbar. Als flüssiges Medium wird hier Ameisensäure (HCOOH) als Reduktionsmedium für Oxidschichten z.B. auf miteinander zu verlötenden Oberflächen verwendet.

Die Steuerung der Konzentration des verdampften Mediums 6 im Trägergas erfolgt durch Einstellung einer vorgegebenen/vor berechneten Temperatur mittels der Kühl-/Heizeinrichtung 8 bei konstantem Druck im Bubbler. Durch Änderung der Temperatur im Bubbler 1 lässt sich bei konstantem Druck im Bubbler 1 der Dampfdruck des Mediums kontinuierlich verändern. Damit lässt sich die Konzentration des verdampften Mediums im Trägergas in einem weiten Bereich auf besonders einfache Weise steuern, wodurch gleichzeitig eine einfache Prozessoptimierung bei der

Behandlung von Substraten ermöglicht wird. Unter den Begriff Substrat sollen beispielsweise auch miteinander zu verlötende Gegenstände oder Oberflächen verstanden werden.

Um sicher zu stellen, dass sich die Konzentration nicht verändert, kann die Verrohrung 7 zusätzlich mit einer Rohrbegleitheizung 10 bis zum Einspeisepunkt in den Prozessraum versehen werden. Diese Rohrbegleitheizung 10 ist mit der Kühl-/Heizeinrichtung 8 verbunden, so dass die Temperatur der Verrohrung auf die gleiche Temperatur wie im Bubbler 1 eingestellt werden kann.

Das erfindungsgemäße Verfahren kann vorteilhaft für Reflowlötprozesse in einem nicht dargestellten Reflowlötöfen eingesetzt werden, indem Ameisensäure in einer vorgegebenen Konzentration in den Prozessraum eingeleitet wird. Die Ameisensäure dient hierbei als Reduktionsmedium für Oxidschichten auf den miteinander zu verlötenden Partnern.

5

Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration**Bezugszeichenliste**

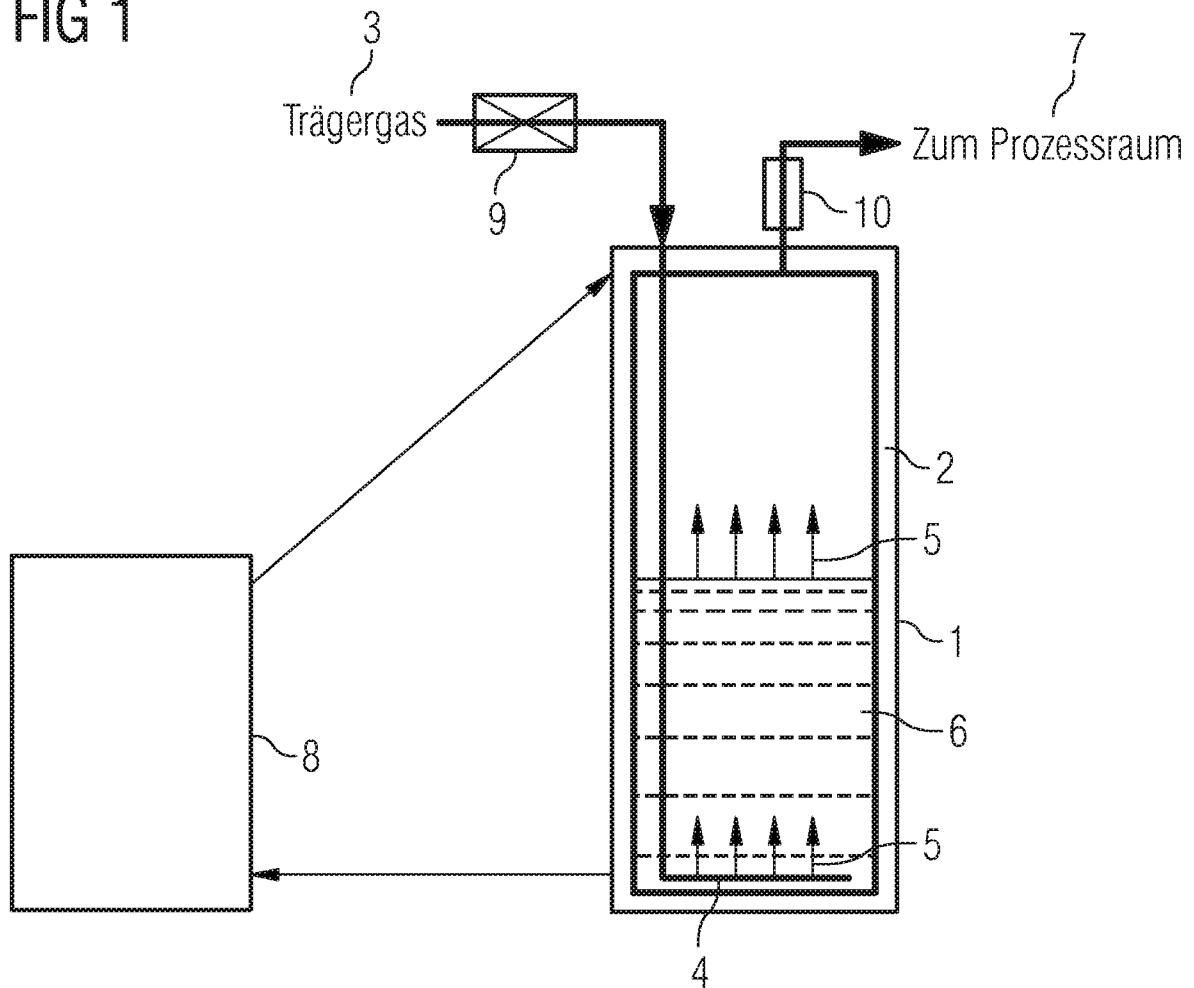
- | | |
|------|-----------------------|
| 1 | Bubbler |
| 10 2 | Kühl-/Heizmantel |
| 3 | Zuführung |
| 4 | Düsenstab |
| 5 | Pfeil |
| 6 | flüssiges Medium |
| 15 7 | Verrohrung |
| 8 | Kühl-/Heizeinrichtung |
| 9 | Druckminderer |
| 10 | Rohrbegleitheizung |

5

Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Steuerung der Prozessgaskonzentration für die Behandlung von Substraten in einem Prozessraum, bei dem eine Flüssigkeit mittels hindurchgeleiteter Bläschen eines Trägergases in einem Bubbler verdampft wird, **gekennzeichnet durch** das Herstellen eines vorgegebenen konstanten Innendruckes im Bubbler und nachfolgendes Einleiten des Trägergases in den Bubbler bei gleichzeitiger Temperaturregelung des zu verdampfenden Mediums innerhalb des Bubblers zur Einstellung eines vorgegebenen Dampfdrucks.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Temperatur im Bubbler zur Anpassung der Konzentration des Mediums im Trägergas an unterschiedliche Prozessbedingungen ohne Unterbrechung der Zuführung des Trägergases in den Bubbler änderbar ist.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Verrohrung vom Bubbler zum Prozessraum in die Temperaturregelung einbezogen wird.
4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Verrohrung auf die gleiche Temperatur wie im Bubbler geregelt wird.

FIG 1



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2008/056104

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
 INV. C23C16/448 C23C16/52
 ADD. B23K1/20

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C23C B23K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 2005/095859 A1 (CHEN LING [US] ET AL) 5 May 2005 (2005-05-05) paragraphs [0013], [0020], [0022], [0025], [0026], [0041], [0050]	1-4
A	US 5 431 733 A (SHIBUYA MUNEHIRO [JP] ET AL) 11 July 1995 (1995-07-11) column 3, line 64 - line 68; figure 1	3,4
A	JP 60 211072 A (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 23 October 1985 (1985-10-23) abstract	1

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents :

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
29 July 2008	06/08/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer Schuhmacher, Jörg

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No
PCT/EP2008/056104

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 2005095859	A1 05-05-2005	US 2008044573	A1	21-02-2008
US 5431733	A 11-07-1995	JP 6010144	A	18-01-1994
JP 60211072	A 23-10-1985	NONE		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen
PCT/EP2008/056104

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
INV. C23C16/448 C23C16/52
ADD. B23K1/20

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
C23C B23K

Recherchierte, aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 2005/095859 A1 (CHEN LING [US] ET AL) 5. Mai 2005 (2005-05-05) Absätze [0013], [0020]; [0022], [0025], [0026], [0041], [0050]	1-4
A	US 5 431 733 A (SHIBUYA MUNEHIRO [JP] ET AL) 11. Juli 1995 (1995-07-11) Spalte 3, Zeile 64 – Zeile 68; Abbildung 1	3, 4
A	JP 60 211072 A (MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD) 23. Oktober 1985 (1985-10-23) Zusammenfassung	1



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen Siehe Anhang Patentfamilie

- * Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen
- *A* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist
- *E* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- *L* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)
- *O* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht
- *P* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

- *T* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist
- *X* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden
- *Y* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erforderlicher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist
- *&* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Recherchenberichts
29. Juli 2008	06/08/2008

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL – 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Schuhmacher, Jörg

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP2008/056104

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 2005095859 A1	05-05-2005	US 2008044573 A1	21-02-2008
US 5431733 A	11-07-1995	JP 6010144 A	18-01-1994
JP 60211072 A	23-10-1985	KEINE	