

公告本

| | |
|------|------------|
| 申請日期 | 88.10.28 |
| 案 號 | 88118660 |
| 類 別 | FOIL 21/00 |

A4
C4

439101

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

| | | |
|------------|---------------|--|
| 一、發明 名稱 | 中 文 | PFC系氣體回收方法及裝置 |
| | 英 文 | METHOD AND APPARATUS FOR RECOVERING PFC GAS |
| 二、發明人 | 姓 名 | 1. 早川淳一 2. 駒井哲夫 3. 森洋一 |
| | 國 籍 | 日本國 |
| 三、申請人 | 住、居所 | 1. 日本國神奈川縣橫濱市磯子區汐見台 3-2-3 2. 日本國神奈川縣藤澤市圓行 784-2-202 3. 日本國神奈川縣茅之崎市十間坂 1-6-18 |
| | 姓 名 (名稱) | 荏原製作所股份有限公司 |
| 三、申請人 | 國 籍 | 日本國 |
| | 住、居所 (事務所) | 日本國東京都大田區羽田旭町 11 番 1 號 |
| 三、申請人 | 代 表 人 姓 名 | 前田滋 |

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

(由本局填寫)

| |
|--------|
| 承辦人代碼： |
| 大類： |
| IPC分類： |

A6
B6

本案已向：

日本 國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： 有 無主張優先權
 1998年10月29日 特願平10-309195(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

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

[技術領域]

本發明係有關將在半導體製造過程例如蝕刻製程過程中所使用之 PFC 系氣體回收 PFC 系氣體回收方法及裝置者。

[技術背景]

在半導體製造過程中之蝕刻製程等所使用之全氟化物(perfluoro-compound)及氟化烴(fluoro-hydrocarbon)之氣體中有幾個會顯現溫室效應，同時，具有數倍至數百倍於二氧化碳之極長安定狀態保持年數，歷經長期間不分解，具有數千倍至數萬倍於二氧化碳之極高溫暖化係數。這些具有極高溫暖化係數之溫室效應氣體，可舉 CF_4 、 C_2F_6 、 C_3F_8 、 C_2F_4 、 CHF_3 、 C_4F_8 、 NF_3 等，一般稱為 PFC(Perfluoro Compound)(全氟化物)系氣體，舉世呼籲有規限其排出之必要。

1997 年 12 月在日本京都府召開之京都 COP3(氣候變動架構條約締結會議)中決議，至 2010 年止將二氧化碳廢氣等之氣體比 1990 年削減 6%，至 2010 年止將 PFC、HFC、 SF_6 比 1995 年削減 6% 之所謂溫室效應氣體規限。

雖然半導體製造製程中使用之 PFC 系氣體之排放量遠比 CO_2 之排出量少而現在對地球溫暖化亦即溫室效應之影響小，但因 PFC 系氣體在大氣中之壽命長，所以百年單位之地球溫暖化係數高。因此，有謀求減少 PFC 系氣體探討，其中有如下之方案。

亦即，有利用回收循環等方法謀求製程之最適當化俾

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(2)

將 PFC 系氣體之使用量減少之方法、將 PFC 系氣體回收再利用之方法、以及替代氣體之尋求以及其製程之開發方法，分解 PFC 系氣體以消除弊害之方法。

將上述 PFC 系氣體回收之再利用方法中，有膜分離法、吸附分離法以及深冷分離法。膜分離法係利用氣體分子膜透過之時之透過速度之差而施行分離之方法，在此方法中，於將 PFC 系氣體以外之氣體除去之裝置後面，配置 PFC 系氣體之回收與濃縮用之裝置，將回收與濃縮同時進行。吸附分離法係利用氣體吸附於吸附劑時之壓力所產生之吸附性能之不同而分離之方法。深冷分離法則如第 1 圖所示，利用各氣體氣化曲線之不同，亦即利用各氣體之沸點之差，以比回收標的之 PFC 系氣體之沸點稍低溫度之阱(trap，冷凝收集器，本文中稱為阱)將該 PFC 系氣體捕集，再將阱溫度上升至比該回收標的之 PFC 系氣體之沸點稍高之溫度，而選擇性地將標的之 PFC 系氣體分離之方法者。

上述膜分離法有如下述之問題點。

(1)非提高供給給膜之氣體壓力不可。因此，在真空中不能使用。

(2)不適用於蝕刻等流量少之 PFC 系廢氣之回收與凝縮。亦即，要濃縮之 PFC 系氣體會向不純氣體透過側逃逸。特別是供給側之 PFC 系氣體之濃度高時，會有更多之 PFC 系氣體透過去。為此，有必要以某種氣體(N₂等)將 PFC 系氣體之濃度降低以確保流量。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

五、發明說明(3)

(3)依所供給之 PFC 系氣體， O_2 、 N_2 之濃度變動、或流量之濃度變動而使濃縮 PFC 系氣體之濃度、不純物之濃度變動。要抑制變動，則須要某種之後備桶。

(4)供給於膜之氣體必要做前處理俾將酸性氣體等有害氣體除去。若不作這種前處理，則將使膜劣化。此前處理花費大。

(5)由於上述之情事，需要強力且大容量之壓縮機、大形的緩衝容器等，所以變成需要大形的設置空間之大規模裝置。

深冷分離法亦有如下述之問題點。

(1)含有幾種成分之混合氣體無法僅使 PFC 系氣體凝集及氣化，而總有某種混合氣體之其他成分混入。因此要濃縮即有必要組裝與氣體與液體之分餾同樣之多段分離再生系統。因此裝置變成大規模。

(2)多段之分餾裝置是由於空間之限制不能在真空配管中途配置，而在真空泵輸出側之大氣壓之狀態下進行，因此變成需要強力之冷凍機與大形之分餾裝置。

(3)在前階段須要某種程度之濃縮與氣體量，因而需要這些裝置。

本發明係鑑於上情而作者，乃以提供採用深冷分離法，無需使用多段之分餾裝置，能使用容量小之冷凍裝置容易達成冷卻阱之極低溫化，且可將高純度之 PFC 氣體回收之 PFC 系氣體回收方法及裝置為目的。

[解決之揭示]

五、發明說明(4)

為解決上述課題，申請專利範圍第1項之發明係以冷卻阱將真空處理室所排出之含有PFC系氣體之混合氣體凍結捕集一定量之後，將該冷卻阱運轉停止，然後將該冷凍捕集體氣化而產生之再生混合氣體通過非PFC系氣體除去裝置，從該再生混合氣體中將PFC系氣體以外之氣體除去，而得高濃度PFC系氣體，以將該高濃度PFC系氣體回收為特徵之PFC系氣體回收方法者。

如上述，將真空處理室所排出之含有PFC系氣體之混合氣體用冷卻阱凍結捕集之深冷分離法，將冷卻阱之冷卻溫度設成可將標的之PFC系氣體冷凝捕捉之溫度以下，原理上可凝集100%。與此相比，在膜分離法中於濃縮過程應濃縮之PFC系氣體會逃逸而不能以高效率回收PFC系氣體。

申請專利範圍第2項之發明係從真空處理室所排出之含有PFC系廢氣之混合氣體中將PFC系氣體回收之PFC系氣體回收裝置者；此裝置設有連接於真空處理室之排氣系統而用以將從該真空處理室排出之混合氣體凍結捕集之冷卻阱，以及將該冷卻阱之運轉停止後，使該凍結捕集物氣化，並從所產生之再生混合氣體中將PFC系以外之氣體除去之非PFC系氣體除去裝置，並設置將從該非PFC系氣體除去裝置除去PFC系以外之氣體而得到之高濃度PFC系氣體予以回收之回收裝置為特徵。

如上所述，於真空處理室之排氣系統中，連接冷卻阱，亦即在真空側設置冷卻阱，由此可以使用容量小之冷凍機

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(5)

使冷凍機之體型小，容易促成極低溫化。又因將冷卻阱之運轉停止後，從凍結捕集物氣化而產生之混合氣體中將 PFC 系氣體以外之氣體(SiF_4 、 CO_2 、 HF 、 F_2 等；本說明中將此稱為非 PFC 系廢氣)以非 PFC 系氣體除去裝置除去，所以可得到高濃度 PFC 系氣體。

又，申請專利範圍第 3 項中之發明係以在申請專利範圍第 2 項中之 PFC 系氣體回收裝置，將該裝置作成為使非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體供給於回收裝置，同時裝設將其高濃度 PFC 系氣體之一部分回流至冷卻阱之第 1 循環系統，通過該第 1 循環系統將該高濃度 PFC 系氣體之一部分供給於冷卻阱為特徵。

如上述，將設第 1 循環系統，將由非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體供給於回收裝置之際，同時藉由通過第 1 循環系統送至冷卻阱，能以高濃度 PFC 系氣體將冷卻阱內之再生混合氣體、迅速地送至非 PFC 系氣體除去裝置。

再且，申請專利第 4 項中之發明係以在申請專利範圍第 3 項中之 PFC 系氣體回收裝置，裝設將由非 PFC 系氣體除去裝置排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分回流至非 PFC 系氣體除去裝置之吸入側之第 2 循環系統，時常通過第 2 循環系統將高濃度 PFC 系氣體送至該非 PFC 系氣體除去裝置為特徵。

如上所述，裝設第 2 循環系統，時常將高濃度 PFC 系氣體通過該第 2 之循環系統送至非 PFC 系氣體除去裝

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(6)

置時，可防止空運轉。

再且，申請專利範圍第5項中之發明係在申請專利範圍第2項中之裝置，在非PFC系氣體除去裝置之吸入側裝設真空泵者。如此，在非PFC系氣體除去裝置之吸入側裝置真空泵，使非PFC系氣體除去裝置側之壓力做成減壓狀態時，可在減壓下進行冷卻阱之再生。藉此，可使冷卻阱之再生溫度降低，而防止水蒸汽混入再生氣體中等之問題，同時於再生終了後再將冷卻阱設定於冷卻捕捉溫度之際，可減少所必要之能量。

申請專利範圍第6項中之發明係以在如申請專利範圍第5項中之裝置，裝設將由非PFC系氣體除去裝置所排出之高濃度PFC系氣體之一部分供給做為真空泵之防止油擴散以及促成稀釋(防止油之擴散，同時將油稀釋)用氣體之循環系統為特徵。再者，申請專利範圍第7項中之發明係在申請專利範圍第5項或第6項中之裝置，構成使由非PFC系氣體除去裝置所排出之高濃度PFC系氣體供給於回收裝置，同時裝設使其中一部分回流至冷卻阱之第1循環系統，而通過該第1循環系統將該高濃度PFC系廢氣之一部分供給於冷卻阱為特徵。

再且，申請專利範圍第8項中之發明係於申請專利範圍第2項至第7項之任一項中之PFC系廢氣回收裝置，構成為裝設2台冷卻阱，在由一方之冷卻阱將真空處理室所排出之含有PFC系廢氣之混合氣體凍結捕集之期間，將另一方之冷卻阱之運轉停止，而從凍結捕集物氣化產生

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

總

五、發明說明(7)

之再生混合氣體中將 PFC 系氣體回收為特徵。

如上所述，裝設 2 台冷卻阱，在以一方之冷卻側之冷卻阱將真空處理室所排出之含有 PFC 氣體之混合氣體凍結捕集之期間，使另一方之冷卻阱之冷卻運轉停止，由凍結捕集物氣化，而產生之再生混合氣體中將 PFC 氣體回收，藉此構成，因當一方之冷卻側之冷卻阱之捕集能力衰退、進行該冷卻阱之再生時，將他方之冷卻阱做為冷卻側而將真空處理室所排出之混合氣體凍結捕集，所以真空處理室之處理不會中斷，而可繼續進行處理。

以下，根據附圖說明本發明實施之形態例。本實施形態例中，以將半導體製造製程之蝕刻處理室所排出之 PFC 系氣體回收之 PFC 系氣體回收方法及裝置為例說明。在以下之說明及各圖中，以配置 2 台冷卻阱而能並聯運轉之形態，亦即就申請專利範圍第 8 項中規定之形態說明。

[圖面之簡單說明]

第 1 圖為表示各種氣體之氣化曲線之圖。

第 2 圖為表示有關本發明之一形態之 PFC 系氣體回收裝置之構成例之圖。

第 3 圖為表示在第 2 圖之 PFC 系氣體回收裝置之 A 點、B 點、C 點中排出氣體量之測定結果及冷凝捕捉效率之圖。

第 4 圖為表示在第 2 圖之 PFC 系氣體回收裝置之 D 點、E 點中之氣體流量之測定結果之圖。

第 5 圖為表示有關本發明之其他形態之 PFC 系氣體

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(8)

回收裝置之構成例之圖。

第6圖為表示有關本發明之其他形態之PFC系氣體回收裝置之構成例之圖。

第7圖為表示有關本發明之其他形態之PFC系氣體回收裝置之構成例之圖。

第8圖為表示有關本發明之其他形態之PFC系氣體回收裝置之構成例之圖。

第9圖為表示有關本發明之其他形態之PFC系氣體回收裝置之構成例之圖。

第10圖為表示有關本發明可使用之非PFC系氣體除去裝置之構成例之圖。

[符號之簡單說明]

| | | | |
|-------|-------------|-------|--------|
| 1 | 蝕刻處理室 | 2 | 乾燥泵 |
| 3 | 有害廢氣除去裝置 | 4 | 配管 |
| 5至6 | 冷卻阱 | 7至11 | 開關閥 |
| 12至14 | 壓力傳感器 | 15、17 | 鹵素檢測器 |
| 16 | 壓力傳感器 | 18、20 | 開關閥 |
| 19 | 非PFC系廢氣除去裝置 | 21 | 壓力傳感器 |
| 22 | 壓縮機 | 23 | 第1循環系統 |
| 24 | 開關閥 | 25 | 定流量閥 |
| 26 | 第2循環系統 | 27 | 乾燥泵 |

[實施本發明之最佳形態]

第2圖為表示有關本發明之一形態之PFC系氣體回收裝置之構成例之圖。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明(9)

在第 2 圖中，1 係蝕刻處理室，該蝕刻處理室 1 中裝設有以配管 4 將乾燥泵 2 及有害氣體除去裝置 4 連接而成之排氣系統。蝕刻處理室 1 與乾燥泵 2 之間經由開關閥 7、8 及開關閥 7、10 而將 2 台之冷卻阱 5 與冷卻阱 6 並聯連接；冷卻阱 5 與冷卻 6 則以開關閥 11 連接。

12 係用以檢測蝕刻處理室排出口之壓力之壓力感測器，13 係用以檢測冷卻阱 5 之內部壓力之壓力感測器，14 係用以檢測冷卻阱 6 之內部壓力之壓力感測器，15 係裝設在乾燥泵 2 吸入口側配管 4 上之鹵素檢測器，16 係壓力感測器，17 係裝設在乾燥泵 2 流出口側配管 4 上之鹵素檢測器。18 係開關閥，19 係非 PFC 系氣體除去裝置，20 係開關閥，21 係壓力感測器。

在上述構成之 PFC 系氣體回收裝置，將 2 台之冷卻阱 5、6 之中，以一方之冷卻阱做為冷卻側進行冷卻運轉，將由蝕刻處理室所排出之含有 PFC 系廢氣之混合氣凍結捕集，在此期間，使另一方之冷卻阱做為再生側而停止運轉，該冷卻阱所捕集之混合氣體之凍結捕集物氣化而產生之再生混合氣中將 PFC 系廢氣以外之氣體(非 PFC 系廢氣)除去，而將 PFC 系氣體回收。以下，將冷卻阱 5 做為冷卻側做冷卻運轉進行混合氣體之凍結捕集，將冷卻阱 6 做為再生側而停止運轉，以進行 PFC 系氣體回收時之情形說明。

成為冷卻側之冷卻阱 5 係預先施行冷卻運轉而保持在預定之低溫運轉，將開關閥 7 及 8 打開，將開關閥 9、10、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (10)

11 關閉。成為再生側之冷卻阱 6 冷凍機(圖中無標示)停止，使冷卻阱 6 之溫度上升。開關閥 18 係連接於停止運轉之再生側之冷卻阱 6。連接於冷卻運轉中之冷卻阱 5 之開關閥 18 則關閉。

從蝕刻處理室 1 所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體係通過開關閥 7，達到冷卻側之冷卻阱 5 中被捕集凍結。通過冷卻阱 5 之排氣係通過乾燥泵 2，被送至有害氣體除去裝置 3 而排出。

排氣通過乾燥泵 2 時，將做為防止該乾燥泵 2 之潤滑油擴散，以及促成反應性氣體稀釋為目的之氮氣(N_2)引進，而將排氣稀釋。在有害氣體除去裝置 3 將危險反應性氣體除去。

冷卻阱 5 之混合氣體之捕集(冷凝捕捉)之界限係由鹵素檢測器 15、17、冷卻阱 5 上附設之溫度感測器(圖中無標示)、壓力感測器 12、壓力、壓力感測器 16 之輸出功率來判定。亦即，由於冷卻捕捉界限 PFC 系氣體已不能捕集時，依鹵素檢測器 15 或 17 之輸出功率變化、冷卻阱 5 之溫度上升、冷卻阱 5 之入口側與出口側之壓力上升、壓力差來判定。

要從再生側之冷卻阱 6 所捕集之混合氣體之凍結捕集物中將 PFC 系氣體回收時，應將冷卻阱 6 入口側之開關閥 9 與出口側之開關閥 10 關閉，但在此之前，應將此後要使用之冷卻阱 5 入口側之開關閥 7 與出口側之開關閥 8 打開，使從蝕刻處理室 1 流來之混合氣體之流動不會停

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (11)

止。然後，將開關閥 9 及 10 關閉。此時開關閥 11 及開關閥 18 業已關閉。

將冷卻阱 6 之冷凍機(圖中無標示)之運轉停止後，冷卻阱 6 之溫度即上升。以開關閥 18 做分界線在冷卻阱 6 側與非 PFC 系氣體除去裝置 19 側之壓力不同，冷卻阱 6 側係負壓為防止非 PFC 系廢氣裝置側來之氣體之逆流，有必要將冷卻阱 6 側之壓力提高。所以首先使冷卻阱 6 之溫度上升。由於冷卻阱 6 之溫度上升，該冷卻阱 6 中捕集到之混合氣體之凍結捕集物即氣化，冷卻阱 6 側之壓力即漸漸地上升。

冷卻阱 6 側之壓力上升到與非 PFC 系氣體除去裝置 19 側相等或超過時即打開開關閥 18。其壓力狀況係由壓力感測器 14 及壓力感測器 21 來判斷。此時用下述兩種方法之一使冷卻阱 6 之溫度上升。其一為使冷凍機等之冷卻裝置完全停止，以無溫度控制之方式進行。其二為由冷卻阱 6 上附設之加熱器與冷凍機之冷卻裝置，使溫度提升之方法或以適當溫度保持溫度之方式一面進行溫度控制，一面進行冷凝捕捉。

兩種方法之任一種均可。

在冷卻阱 6 內由混合氣體之凍結捕集物之氣化所產生之含有 PFC 系氣體之再生混合氣體即進入非 PFC 系氣體除去裝置 19，將 PFC 系氣體以外之氣體除去，變成高純度之 PFC 系廢氣排出。由混合氣體之凍結捕集物之氣化產生之再生狀況，係從壓力感測器 14 及 21 之輸出功率、

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明 (12)

冷卻阱 6 之溫度感測器(圖中無標示)之輸出功率來監視。

混合氣體之再生終了之後即進行冷卻阱 6 之冷卻準備。關於此冷卻作業，有將冷卻阱 6 內之壓力降下之後進行冷卻，或不將壓力降下直接進行冷卻之兩種方法，任一方法均屬可行。如為前者時，即使用開關閥 11；使用後者時即不使用開關閥 11。在本例乃使用開關閥 11。

為將冷卻阱 6 之壓力做成負壓，將開關閥 11 打開時，冷卻阱 6 之氣體即通過開關閥 11 而向冷卻阱 5 流，在該冷卻阱 5 再被凍結捕集。開關閥 11 有簡單開關之情形，也有按照系統在該開關閥 11 之前後具備固定或可變通孔(orifice)之情形，亦有裝設與冷卻阱 5 側之冷凝捕捉溫度、壓力感測器 13、或鹵素檢測器 15、17 連動之開度可變之通孔或開度可變之開關閥之情形。在此例係用簡單開關之開關閥 11。將開關閥 11 關閉之時機(timing)係以壓力感測器 14 觀察冷卻阱 6 之內壓來判斷。

將冷卻阱 5 之運轉停止，以進行捕集混合氣體之再生時，將開關閥 18 用與上述有關開關閥 18 所說明者同樣之程序開放，將冷卻阱 5 與非 PFC 系氣體除去裝置 19 連接。

關於上述構成之 PFC 系氣體回收裝置，為了調查蝕刻處理室所排出冷卻側之冷卻阱 5 中凍結捕集之氣體量，測定在第 2 圖中之 A 點與 B 點之排出氣體量。其測定結果如第 3 圖所示。A 點與 B 點之氣體流量(SCCM)之差為在冷卻阱中捕集之氣體量，將凍結捕集之氣體對進來冷卻阱 5 之氣體之比例以「捕捉效率(%)」來表示。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

4

五、發明說明 (13)

結果如第 3 圖所示，PFC 系之氣體者之 CF_4 以 95% 之高捕捉效率凍結捕集，PFC 系以外之氣體中蒸汽壓溫度比 CF_4 更高之 CO_2 、 SiF_4 、 HF (參照第 1 圖) 則分別以 85%、90%、98% 之高捕捉效率凍結捕集。蒸汽壓溫度比 CF_4 低之 CO 、 F_2 、 O_2 則分別為 4%、10%、3%，捕捉效率低。

在有害氣體除去裝置 3 中除去具有危險性之反應氣體，其狀況以第 2 圖中之 C 點之氣體流量 (SCCM)、(濃度 PPM) 來判斷。第 3 圖中表示 C 點之氣體流量 (SCCM) 與 (濃度 PPM)。從第 3 圖明顯可知，在有害氣體除去裝置 3 中將 SiF_4 、 F_2 、 HF 等之危險氣體除去。在此，稀釋 N_2 流量為 1800SCCM。此時，因在 C 點之氣體中之 PFC 系氣體之濃度為約 160PPM 之微量，所以就這樣將其廢棄到大氣中也無妨。

另一方面，再生側之冷卻阱 6 所排出之氣體之種類在第 2 圖之 D 點來測定即可得知。其結果如第 4 圖所示，將 PFC 系之氣體 CF_4 、PFC 系以外之氣體 CO 、 CO_2 、 SiF_4 、 F_2 、 HF 、 O_2 排出。在此，於蝕刻處理室中處理 25 片之 8 吋晶圓 (直徑 200mm) 時之冷凝捕捉氣體量為 $CF_4=2700$ 、 $CO=20$ 、 $CO_2=2100$ 、 $SiF_4=216$ 、 $F_2=67$ 、 $HF=940$ 、 $O_2=5$ (ml)，通過非 PFC 系氣體除去裝置 19 後之第 2 圖之 E 點之氣體流量為 $CF_4=2700$ (ml)，與此相比，其他之氣體為 0。因此，可知在冷卻阱 6 中凍結捕集之 CF_4 已回收了大約 100%。

第 5 圖為表示，有關申請專利範圍第 3 項之 PFC 系氣體回收裝置之構成例之圖。在此設有將壓縮機 22 配置

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂
線

五、發明說明(14)

在非 PFC 系氣體除去裝置 19 之後，將該壓縮機 22 之流出側與冷卻阱 6 經由開關閥 24 連接而成之第 1 循環系統 23。如此裝設壓縮機 22，於將開關閥 20 打開進行回收動作時，將由非 PFC 系氣體除去裝置 19 送出來之高濃度 PFC 系氣體壓送至回收側(精製側)。第 1 循環系統 23 於再生時，將開關閥 24 打開，將高濃度 PFC 系廢氣送至再生側之冷卻阱 6。藉此，可將冷卻阱 6 內之再生氣體迅速移送至非 PFC 系氣體除去裝置 19。在第 5 圖所示之形態中，於非 PFC 系氣體除去裝置 19 之後配置壓縮機 22，但這是為了將高濃度 PFC 系廢氣回流至冷卻阱 6 之際之氣體壓力提高到比冷卻阱內之壓力還高，俾使回流氣體之供給能順暢而配置者，其實並不一定是必要者。又，除了如此將壓縮機配置於非 PFC 系氣體除去裝置之後以外，亦可在回流配管 23 中配置業者所周知之任意之適當壓力調節裝置等之方法，使回流至冷卻阱 6 之氣體之流動順暢，此方式在以下之說明中之本發明之其他形態亦同。

並且，在第 5 圖及以下所說明之有關第 6 至 9 圖所示之形態之 PFC 系氣體回收裝置上亦與第 2 圖所示之裝置同樣，冷卻運轉側之冷卻阱 5 亦係經由開關閥，與由非 PFC 系氣體除去裝置 19 等所構成之再生線，和冷卻阱 6 同樣地連接，而於冷卻阱 5 之冷卻運轉停止而進行捕集氣體之再生時，操作這些開關閥，將冷卻阱 5 與由非 PFC 系氣體除去裝置 19 等所構成之再生線連接，而進行捕集氣體之再生以及非 PFC 系氣體之除去及 PFC 系廢氣之濃縮與

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝
訂

五、發明說明 (15)

回收等之操作者，但在第 5 圖至第 9 圖中，為權宜計將冷卻阱 5 與再生線之連接之記載省略。

第 6 圖為表示有關申請專利範圍第 4 項之本發明之其他形態關係之 PFC 系氣體回收裝置之構成例之圖。在此設有將壓縮機 22 之流出側與非 PFC 系氣體除去裝置 19 之吸入側經由定流量閥 25 連接而成之第 2 循環系統 26。該第 2 循環系統係因一般不希望壓縮機 22 之空運轉，乃為了防止空運轉而時常使氣體循環而裝設者。藉此，可將冷卻阱 6 迅速抽成真空。

第 7 圖為表示有關申請專利範圍第 5 項之本發明之其他形態之 PFC 系氣體回收裝置之構成例之圖。在此，於非 PFC 系氣體除去裝置 19 之吸入側設真空泵 27。該真空泵 27 以使用乾燥泵為佳。如此於非 PFC 系氣體除去裝置之吸入側配置真空泵時，可將非 PFC 系氣體除去裝置側之壓力做成減壓狀態，所以可在減壓下進行冷卻阱 6 之再生操作，可將冷卻阱 6 之再生溫度保持在低溫度。為此，例如，於冷卻阱之再生時使溫度上升至室溫程度時，可迴避水蒸汽混入再生氣體中等之問題。再者，於再生完了而要將冷卻阱 6 回復至再冷卻運轉之際，因冷卻阱 6 於再生程序中亦保持在低溫，所以要冷卻至預定之冷卻溫度所必要之能量減少。再且，真空泵 27 於冷卻阱 6 之再生完了後，亦可使用於將冷卻阱 6 迅速減壓以供冷卻運轉之用。

第 8 圖為表示有關申請專利範圍第 6 項之本發明之其他形態之 PFC 系氣體回收裝置之構成例之圖。在此，將

五、發明說明(16)

第 7 圖所示之 PFC 系氣體回收裝置之非 PFC 系氣體除去裝置 19 所排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分，做為乾燥泵之防止油擴散與促成稀釋用之氣體供給於乾燥泵 27。

第 8 圖所示之形態中，於非 PFC 系氣體除去裝置 19 之後裝設壓縮機 22，使壓縮機 22 所流出之高濃度 PFC 系氣體通過循環系統 26 及定流量閥 25 供給做為乾燥泵 27 之防止油擴散及促成稀釋用氣體。而，此壓縮機 22 不一定為必要，再者，代替配置壓縮機，可使用其他之壓力調節裝置，如上述所說明。如第 8 圖所示，將高濃度 PFC 系廢氣之部分做為防止油擴散與促成稀釋用氣體供給給乾燥泵 27 時，可將再生之 PFC 系氣體不稀釋而送至 PFC 系氣體除去裝置。然而，使用之乾燥泵不必要防止油擴散與促成稀釋用氣體時，此構成是不必要的。又，所回收之 PFC 系氣體之用途為不會因氮氣之混入而造成問題時，代替高濃度 PFC 系氣體之一部分作循環，可從外部將 N_2 氣做防止油擴散與促成稀釋用氣體供給於乾燥泵。

在第 7 圖及第 8 圖所示之形態之裝置，亦與第 5 圖所示之形態同樣，可構成使非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分循環至冷卻阱 6 中。其具體例有如第 9 圖所示之裝設將非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分供給於乾燥泵之第 2 循環系統，同時，裝設使冷卻阱 6 循環之第 1 循環系統之 PFC 系廢氣回收裝置。

在上述構成之 PFC 系廢氣回收裝置，冷卻阱 5、6 中

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (17)

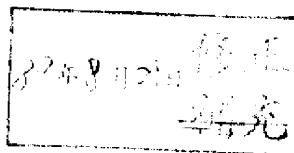
使用之冷凍裝置必須能將回收標的之 PFC 系氣體全部冷卻到凝縮之溫度。回收標的之 PFC 系氣體中，在蒸汽壓線圖上具有最低之溫度蒸汽壓線者為 CF_4 。該 CF_4 之單質氣體在 0.1 托 (Torr) 程度之凝縮溫度為約 $-200^{\circ}C$ ，但 CO_2 、Ar 等之氣體混合時，希望使用之冷卻裝置係可實現約 $-230^{\circ}C$ 之溫度者。

可簡單實現上述之低溫之方法係利用驅動 GM 循環、索爾維循環、斯梯爾林循環、JT 閥循環等之小型低溫冷凍機之方法；另一種方法係利用液態氮者。

但是，利用液態氮之方法則因液態氮之沸點為 $-196^{\circ}C$ ，而不如上述方法之達到 $-200^{\circ}C$ 、 $-230^{\circ}C$ 者，所以不能捕集全部種類之 PFC 系氣體。再且，有必要時常供給液態氮，以研究室之規模也許不成問題，但在大規模之生產設備則需要大型設備，所以不一定能說是簡便之方法。

又，利用上述 GM 循環、索爾維循環、斯梯爾林循環、JT 閥循環等之小型低溫冷凍機之方法，係以氮氣做冷媒之小型而具有強力之壓縮機與低溫冷凍機部分之極低溫冷凍機者。在此例係使用了單段之 GM 循環冷凍機。

非 PFC 系氣體除去裝置 19 之目的，係在再生側之冷卻阱 6 內從再生之氣體中將非 PFC 系氣體除去以得到高濃度之 PFC 系氣體者。應除去之非 PFC 系氣體係依回收氣體用途之要求而異；至於如何按照需要做成非 PFC 系氣體裝置 19 之構成，係業者可容易理解者。在此，特就以下之 3 種類氣體除去時之情形說明。



五、發明說明 (18)

- (1) 酸性氣體： SiF_4 、 F_2 、 HF 、 CO_2 等。
- (2) 還原性氣體： CO 等。
- (3) 助燃性氣體： O_2 等。

第 8 圖為表示非 PFC 系氣體除去裝置 19 之構成例之圖。非 PFC 系氣體除去裝置 19 如第 10 圖所示，具備第一筒 19-1 與第二筒 19-2。第一筒 19-1 與第二筒 19-2 係經由開關閥 19-3 連接，第二筒 19-2 之流出口中連接著開關閥 19-4。

第一筒 19-1 中填充著中和上述酸性氣體之鹼劑 19-1a，吸附 H_2O 之吸濕劑 19-1b，將 CO 變為 CO_2 之金屬氧化劑 19-1c，以及中和 CO_2 之鹼劑 19-1d。又，第二筒 19-2 中填充著除去 O_2 之脫氧劑 19-2a。

於再生側之冷卻阱 6 內再生排出之氣體係 CF_4 、 O_2 、 SiF_4 、 F_2 、 CO_2 、 CO 、 HF 之混合氣體，在第一筒 19-1 中，將這些混合氣體中除 O_2 以外之氣體，亦即 SiF_4 、 F_2 、 CO_2 、 CO 、 HF 等除去。第一筒 19-1 所排出之混合氣體係以第二筒 19-2 除去 O_2 殘存之 CF_4 氣體則從第二筒排出。在第二筒 19-2 中，飽和吸附 O_2 之後，僅將該第二筒 19-2 取下(或將開關閥 19-3 及 19-4 關閉，在當場)，導入 H_2 與加熱器加熱，再將 O_2 放出，藉此，可重覆使用脫氧劑 19-2a。

如上述中已說明，非 PFC 系氣體除去裝置之構成係依回收氣體之用途應除去何種非 PFC 系氣體之要求而異。例如，將回收之 PFC 系氣體使用於混入 O_2 也不成問題(亦即，回收之 PFC 系廢氣中即使混入 O_2 也不成任何問題)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

五、發明說明 (19)

之用途時，上述之脫氧劑 19-2a 是不必要的。

再者，為從冷卻運轉中之冷卻阱 5 所排出之氣體中用以將反應性之具有危險性之氣體除去之有害氣體除去裝置 3，可採用與上述中說明之 PFC 系廢氣除去裝置 19 同樣之構成。

再且，在上述例中以 PFC 系氣體做為代表例，說明了將 CF_4 回收之例，但 PFC 系氣體除此以外，尚有 C_2F_6 、 C_3F_8 、 C_2F_4 、 CHF_3 、 C_4F_8 等，將這些之氣體再生。回收時亦可適用本發明。又，半導體製造程序之真空處理室所排出之 PFC 系氣體以外之氣體，除了 SiF_4 、 F_2 、 CO_2 之外尚有 Ar、HF，但藉由適當地選擇非 PFC 系氣體除去裝置使用之藥劑，將這與與 PFC 系氣體之混合氣體以冷卻阱凍結捕集，於再生程序中使凍結捕集物氣化，從產生之再生混合氣體中將 PFC 系氣體回收時亦適用本發明。

[產業上應用之可行性]

如以上所說明，如依本發明，可得如下之優越效果。

如依本發明，在冷卻阱中以高冷凝捕捉效率將變成凍結捕集物之混合氣體再生，以非 PFC 系氣體除去裝置從該再生混合氣體中將 PFC 系以外之氣體除去，得到高濃度 PFC 系氣體，故可提供能以高效率回收高濃度 PFC 系氣體之 PFC 系氣體回收方法。

又，如依本發明，裝設連接於真空處理室之排氣系統中將該真空處理室所排出之混合氣體凍結捕集之冷卻阱，以及該冷卻阱之運轉停止後，使該凍結捕集物氣化，而從

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明 (20)

產生之再生混合氣體中將 PFC 系以外之氣體除去之非 PFC 系氣體除去裝置，以該非 PFC 系氣體除去裝置將 PFC 系以外之氣體除去而將得到之高濃度 PFC 系氣體回收，故可提供能以高效率可回收高濃度 PFC 系氣體之 PFC 系氣體回收裝置。

又，如依本發明之其他形態，因構成為裝設 2 台冷卻阱，在一方冷卻阱將真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體凍結捕集之期間，使另一方之冷卻阱之運轉停止，使凍結捕集體氣化，而從產生之混合氣體中將 PFC 系廢氣回收，所以可提供使真空處理室之處理不會中斷而能連續進行 PFC 系氣體之回收之 PFC 系氣體回收裝置。

(請先閱讀背面之注意事項再寫本頁)

四、中文發明摘要(發明之名稱： PFC 系氣體回收方法及裝置)

本發明以提供一種採用深冷分離法，無須使用多段之分餾裝置，能以容量小之冷凍裝置容易達成冷卻阱之極低溫化作用，且可將高純度之 PFC 系氣體回收之 PFC 系氣體回收方法及裝置為目的。

為達成上述之目的，本發明係提供一種從真空處理室(蝕刻處理室)所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體中將 PFC 系氣體回收之 PFC 系氣體回收裝置者。此 PFC 系氣體回收裝置具有連接於真空處理室之排氣系統而將該真空處理室所排出之混合氣體凍結捕集之冷卻阱，以及從該冷卻阱之運轉停止後因該凍結捕集物氣化而產生之再生混合氣體中將 PFC 氣體以外之氣體除去之非 PFC 系氣體除去裝置，並裝設以該非 PFC 系氣體除去裝置將 PFC 系以外之氣體除去而得到之高濃度 PFC 系氣體予以回收之回收裝置。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

英文發明摘要(發明之名稱：)

439101

第 88118660 號專利申請案

申請專利範圍修正本

(90年3月12日)

1. 一種 PFC 系氣體回收方法，係以冷卻阱將真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體凍結捕集預定量之後，將該冷卻阱之運轉停止，使該冷結捕集體氣化，而將所產生之再生混合氣體通過非 PFC 系氣體除去裝置，從該再生混合氣體中將 PFC 系以外之氣體除去，以得高濃度 PFC 系氣體，而將該高濃度 PFC 系廢氣回收者為特徵。
2. 一種 PFC 系氣體回收裝置，係從真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體中將 PFC 系氣體回收之 PFC 系氣體回收裝置；
其特徵在此裝置設有：
連接於前述真空處理室之排氣系統而用以將設將真空處理室所排出之混合氣體凍結捕集之冷卻阱，以及該冷卻阱之運轉停止之後，使該冷凍收集體氣化而從所產生之再生混合氣體中將 PFC 系氣體以外之氣體除去之非 PFC 系氣體除去裝置；並設有以該非 PFC 系氣體除去裝置將 PFC 系以外之氣體除去，而將所得高濃度 PFC 系氣體回收之回收裝置者。
3. 如申請專利範圍第 2 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，設有將前述非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體供給於前述回收裝置，同時，將前述高

附件
一

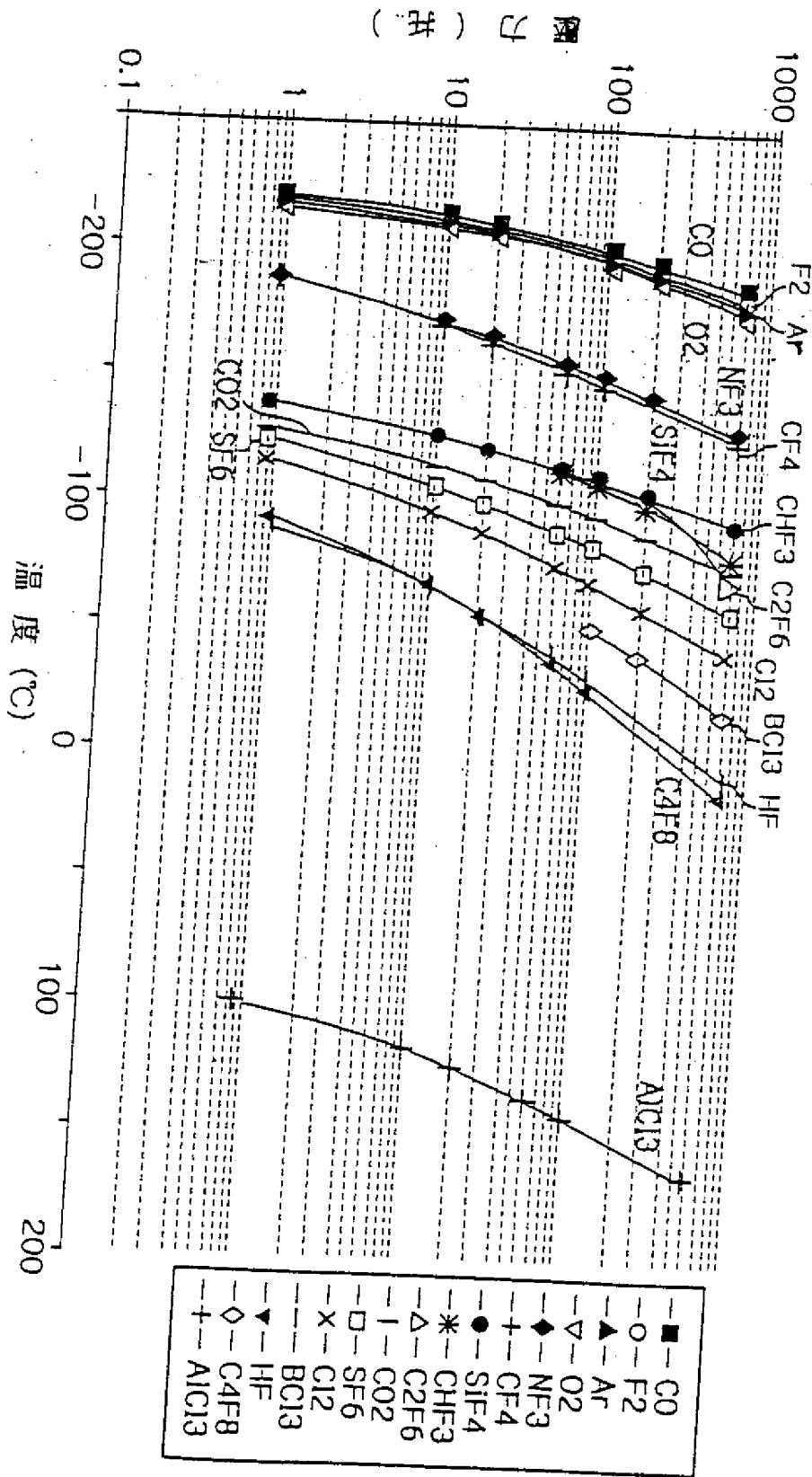
經濟部中央標準局員工福利委員會印製

- 濃度 PFC 系氣體之一部分回流至前述冷卻阱之第 1 循環系統，而通過該第 1 循環系統將該高濃度 PFC 系氣體供給於前述冷卻阱者。
4. 如申請專利範圍第 3 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，設有使前述非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分回流至前述非 PFC 系氣體除去裝置之吸入側的第 2 循環系統，且時常通過該第 2 循環系統將高濃度 PFC 系氣體供給於該非 PFC 系氣體除去裝置者。
 5. 如申請專利範圍第 2 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，前述非 PFC 系氣體除去裝置之吸入側係配置有真空泵。
 6. 如申請專利範圍第 5 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，設有將前述非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分做為防止油擴散促成稀釋用氣體而供給於前述真空泵之循環系統。
 7. 如申請專利範圍第 5 項或第 6 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，設有將前述非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體之一部分回流至前述冷卻阱之循環系統，並通過該循環系統將該高濃度 PFC 系氣體之一部分供給於前述冷卻阱者。
 8. 如申請專利範圍第 2 項至第 6 項中任一項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，裝設有 2 台冷卻阱，在以一方之冷卻阱將前述真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之

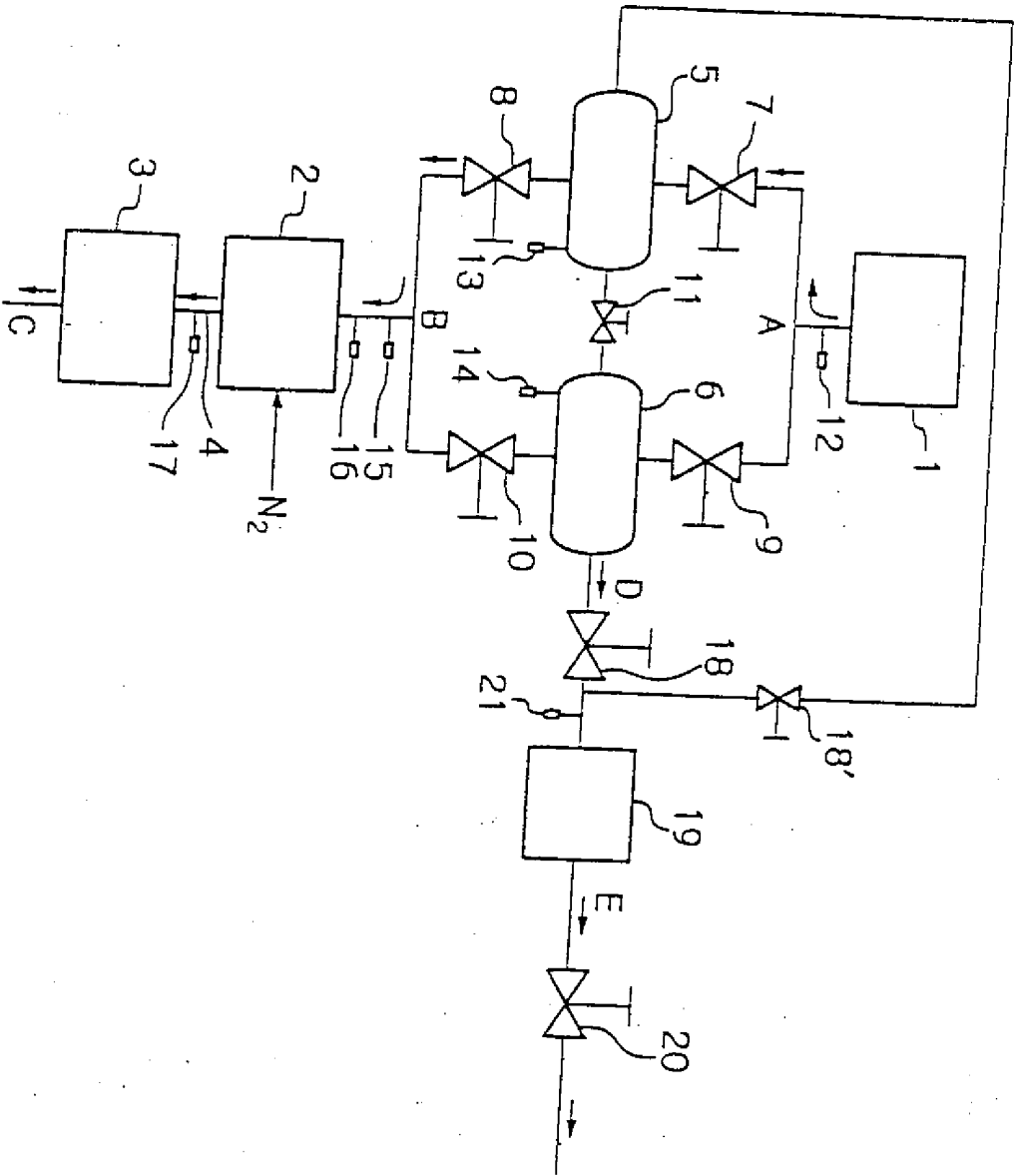
本紙張尺度適用中國國家標準(CNS)A4規格(210×297公釐)

混合氣體凍結捕集之期間，使另一方之冷卻阱運轉停止，而使前述凍結捕集物氣化，從所產生之再生混合氣體中將 PFC 系氣體回收者。

9. 如申請專利範圍第 7 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，裝設有 2 台冷卻阱，在以一方之冷卻阱將前述真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體凍結捕集之期間，使另一方之冷卻阱運轉停止，而使前述凍結捕集物氣化，從所產生之再生混合氣體中將 PFC 系氣體回收者。



第1圖



第 2 圖

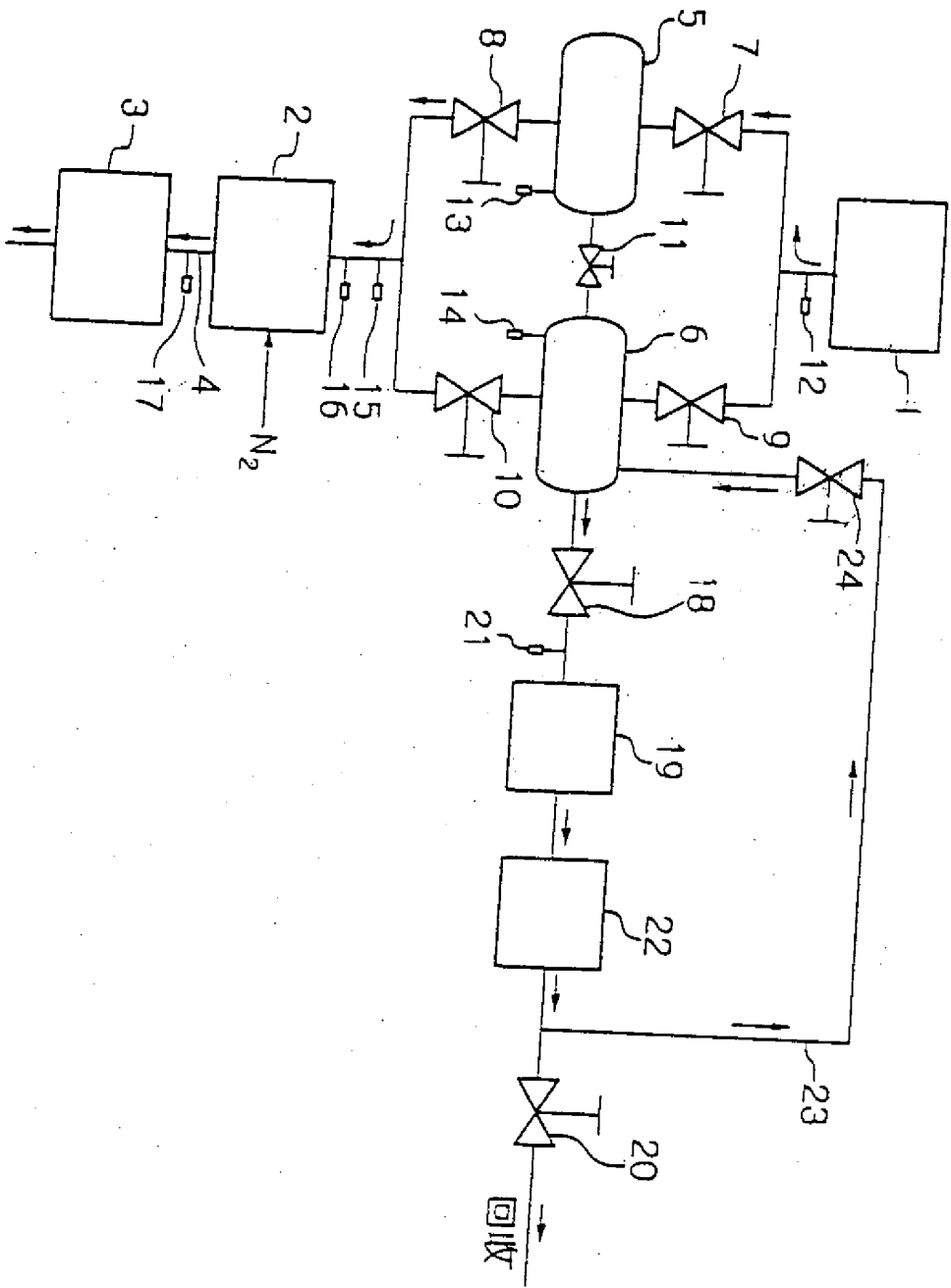
| 氣體成分 | 氣體流量 (sccm), (濃度%) | | 截留效率(%) |
|----------|--------------------|-----------|---------|
| | A 点 | B 点 | |
| CF4(PFC) | 60, (36) | 3, (7) | 95 |
| CO | 10, (6) | 9.6, (20) | 4 |
| CO2 | 53, (31) | 8, (20) | 85 |
| SIF4 | 5, (3) | 0.5, (1) | 90 |
| F2 | 15.4, (9) | 14, (35) | 10 |
| HF | 20, (12) | 0.4, (1) | 98 |
| O2 | 5, (3) | 4.9, (12) | 3 |

| C 點中之流量 (sccm), (濃度 ppm) |
|--------------------------|
| 3, (166) |
| 1.6, (532) |
| 0, (0) |
| 0, (0) |
| 0, (0) |
| 0, (0) |
| 4.9, (272) |
| 稀釋 N2 流量 1800sccm |

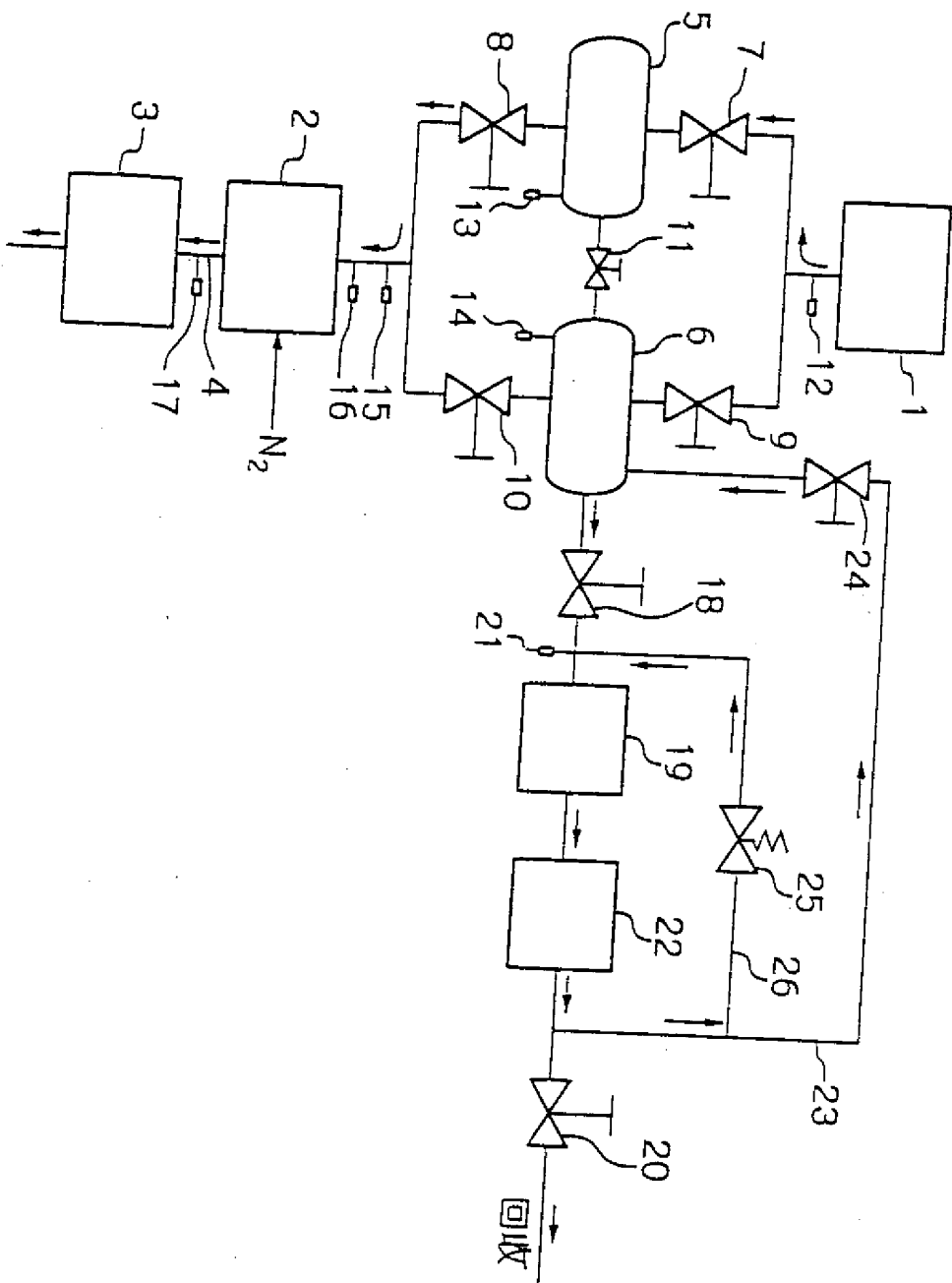
第 3 圖

| 氣體成分 | 截留量 (ml) | |
|----------|----------|------|
| | D 點 | E 點 |
| CF4(PPC) | 2700 | 2700 |
| CO | 20 | 0 |
| CO2 | 2100 | 0 |
| SIF4 | 216 | 0 |
| F2 | 67 | 0 |
| HF | 940 | 0 |
| O2 | 5 | 0 |

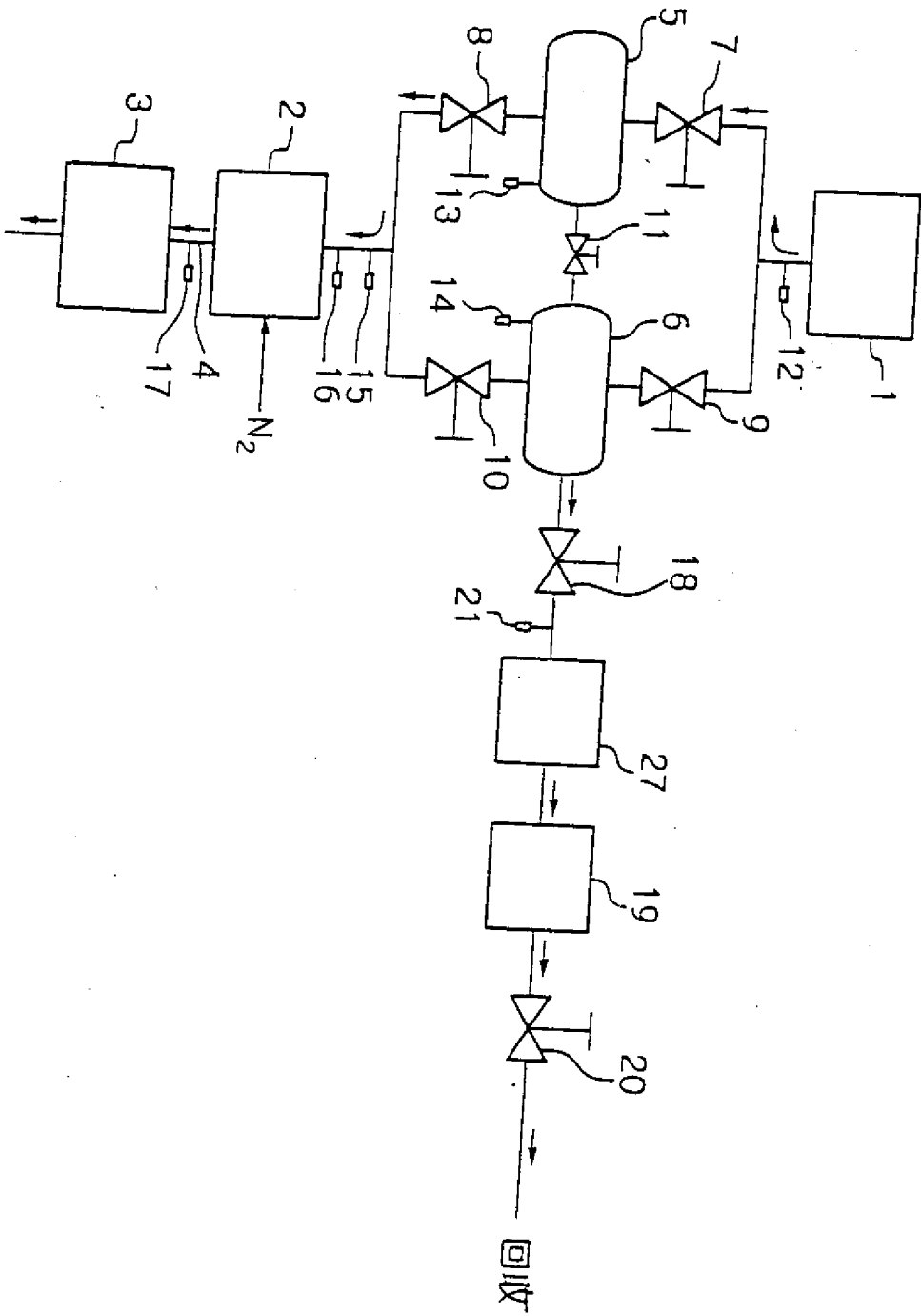
第 4 圖



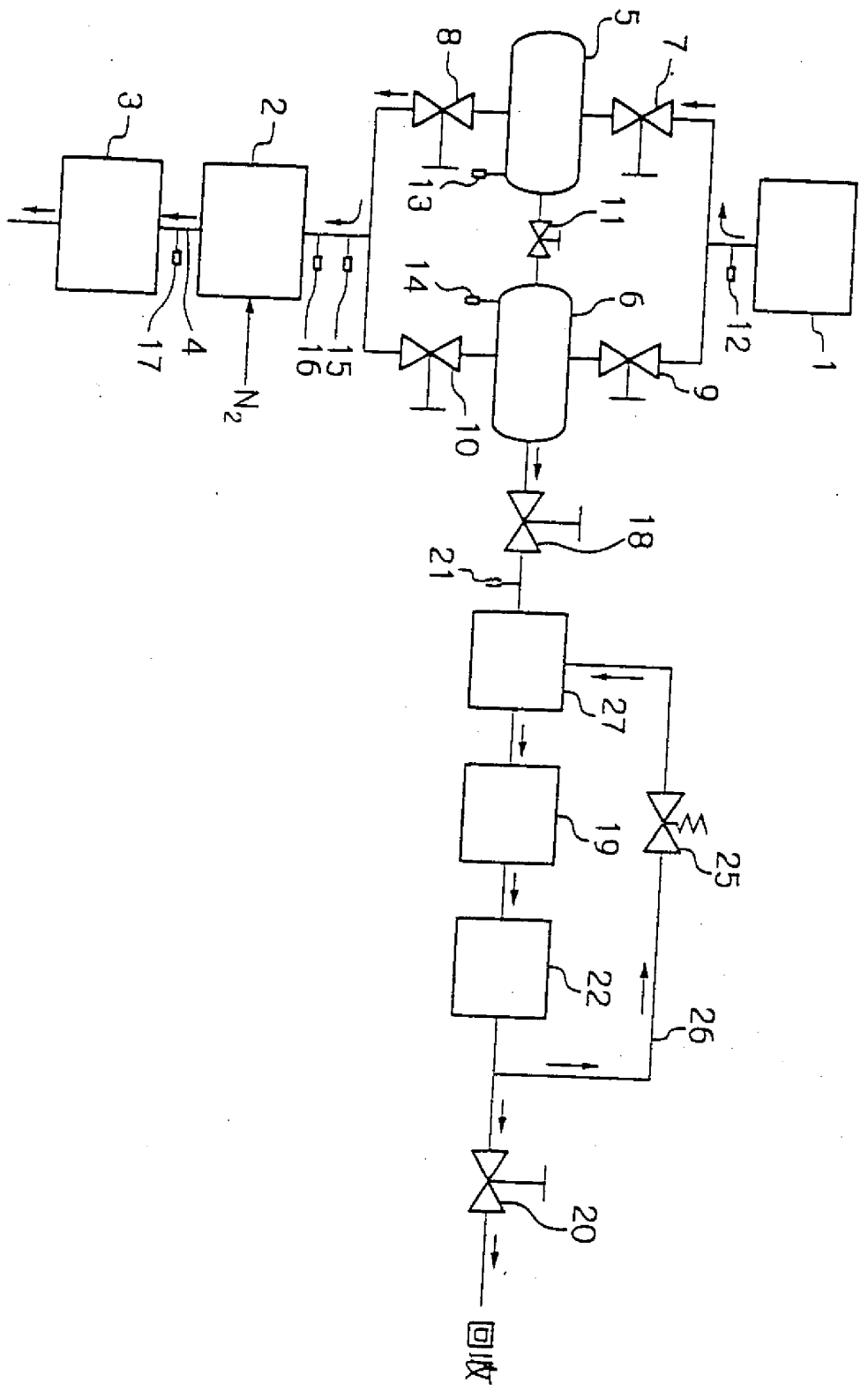
第 5 圖



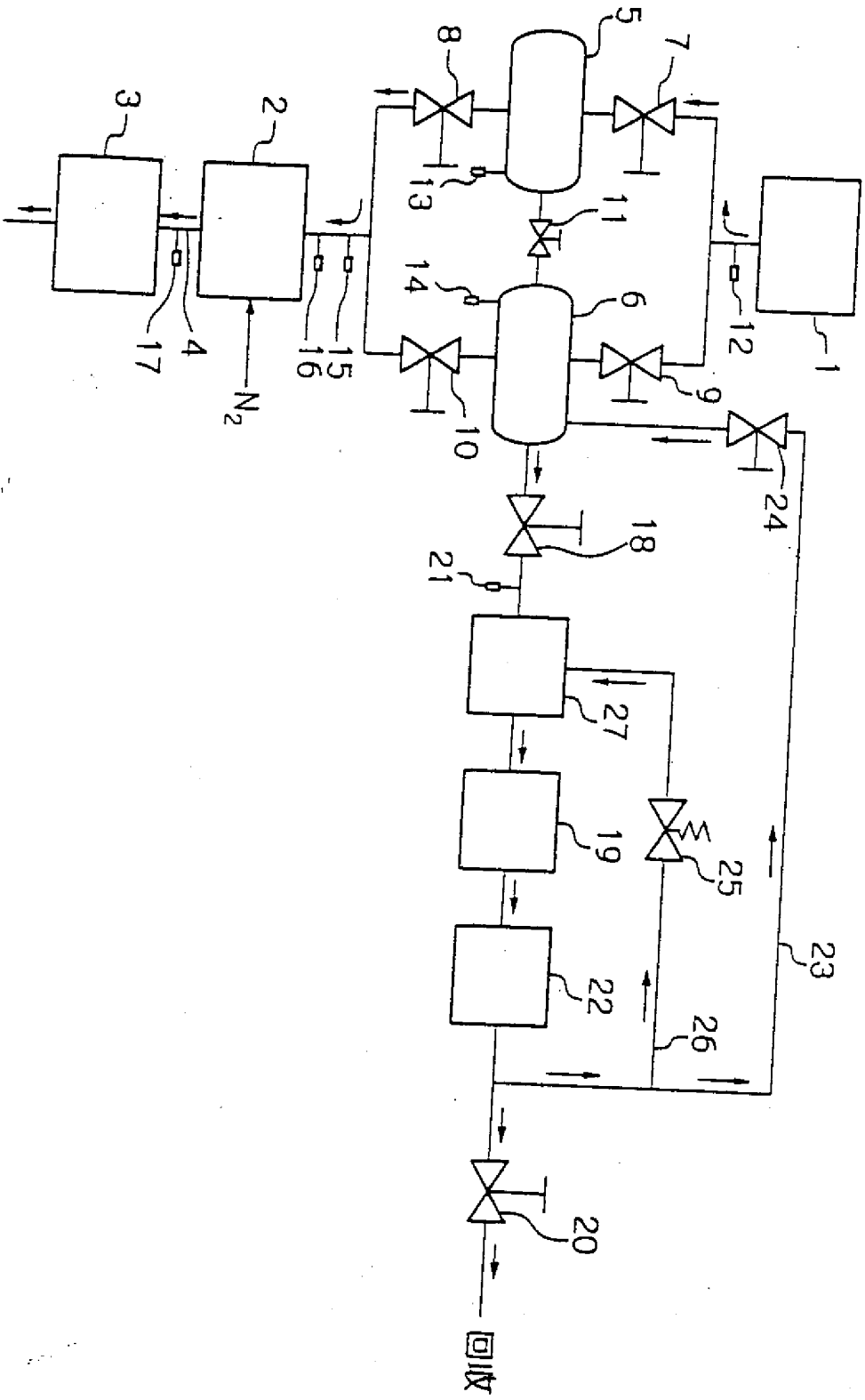
第 6 圖



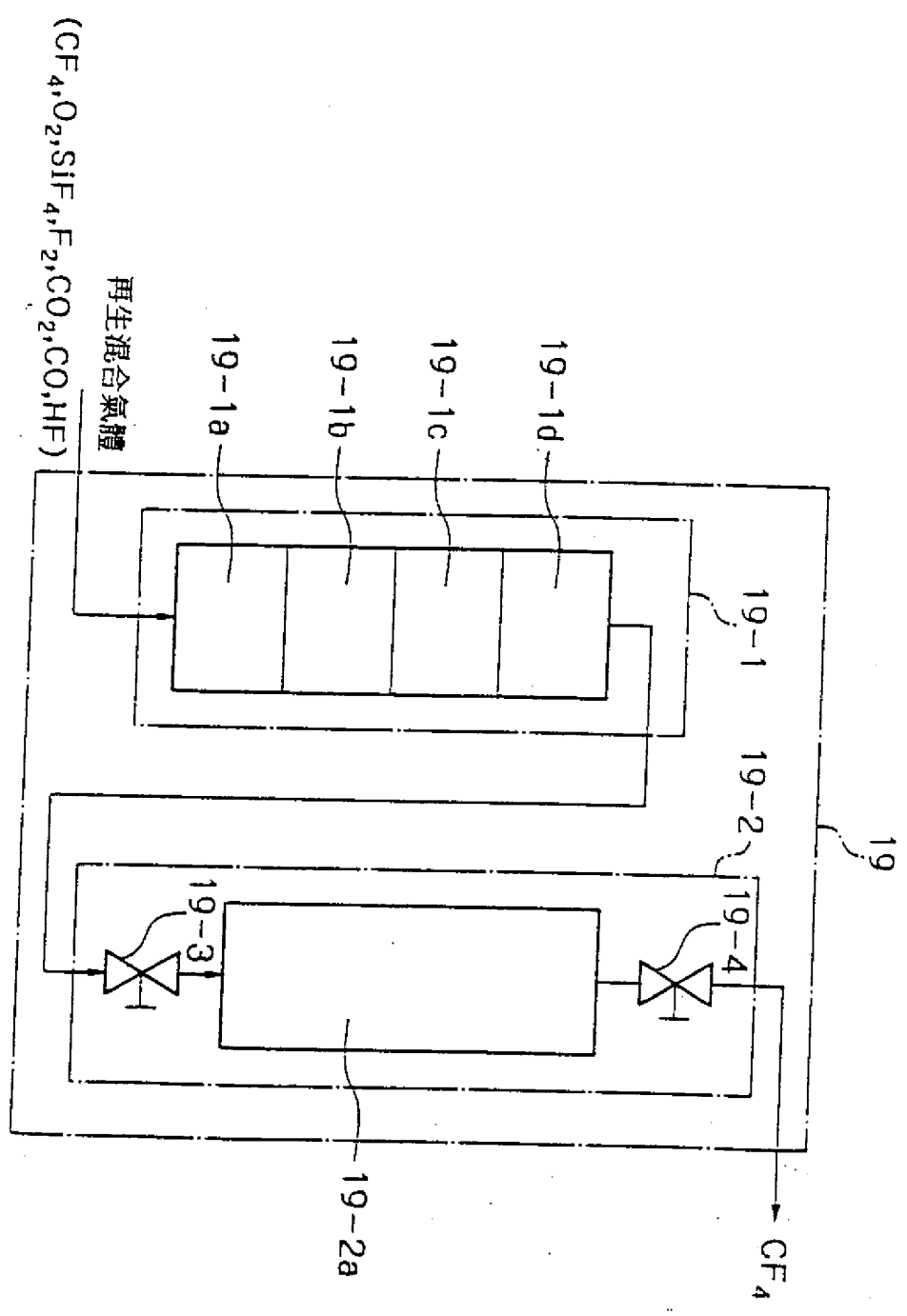
第7圖



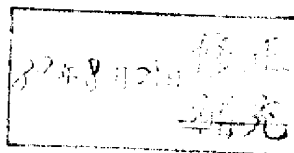
第 8 圖



第 9 圖



第10圖



五、發明說明 (18)

- (1) 酸性氣體：SiF₄、F₂、HF、CO₂等。
- (2) 還原性氣體：CO等。
- (3) 助燃性氣體：O₂等。

第 8 圖為表示非 PFC 系氣體除去裝置 19 之構成例之圖。非 PFC 系氣體除去裝置 19 如第 10 圖所示，具備第一筒 19-1 與第二筒 19-2。第一筒 19-1 與第二筒 19-2 係經由開關閥 19-3 連接，第二筒 19-2 之流出口中連接著開關閥 19-4。

第一筒 19-1 中填充著中和上述酸性氣體之鹼劑 19-1a，吸附 H₂O 之吸濕劑 19-1b，將 CO 變為 CO₂ 之金屬氧化劑 19-1c，以及中和 CO₂ 之鹼劑 19-1d。又，第二筒 19-2 中填充著除去 O₂ 之脫氧劑 19-2a。

於再生側之冷卻阱 6 內再生排出之氣體係 CF₄、O₂、SiF₄、F₂、CO₂、CO、HF 之混合氣體，在第一筒 19-1 中，將這些混合氣體中除 O₂ 以外之氣體，亦即 SiF₄、F₂、CO₂、CO、HF 等除去。第一筒 19-1 所排出之混合氣體係以第二筒 19-2 除去 O₂ 殘存之 CF₄ 氣體則從第二筒排出。在第二筒 19-2 中，飽和吸附 O₂ 之後，僅將該第二筒 19-2 取下(或將開關閥 19-3 及 19-4 關閉，在當場)，導入 H₂ 與加熱器加熱，再將 O₂ 放出，藉此，可重覆使用脫氧劑 19-2a。

如上述中已說明，非 PFC 系氣體除去裝置之構成係依回收氣體之用途應除去何種非 PFC 系氣體之要求而異。例如，將回收之 PFC 系氣體使用於混入 O₂ 也不成問題(亦即，回收之 PFC 系廢氣中即使混入 O₂ 也不成任何問題)

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

439101

第 88118660 號專利申請案

申請專利範圍修正本

(90年3月12日)

1. 一種 PFC 系氣體回收方法，係以冷卻阱將真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體凍結捕集預定量之後，將該冷卻阱之運轉停止，使該冷結捕集體氣化，而將所產生之再生混合氣體通過非 PFC 系氣體除去裝置，從該再生混合氣體中將 PFC 系以外之氣體除去，以得高濃度 PFC 系氣體，而將該高濃度 PFC 系廢氣回收者為特徵。
2. 一種 PFC 系氣體回收裝置，係從真空處理室所排出之含有 PFC 系氣體之混合氣體中將 PFC 系氣體回收之 PFC 系氣體回收裝置；
其特徵在此裝置設有：
連接於前述真空處理室之排氣系統而用以將設將真空處理室所排出之混合氣體凍結捕集之冷卻阱，以及該冷卻阱之運轉停止之後，使該冷凍收集體氣化而從所產生之再生混合氣體中將 PFC 系氣體以外之氣體除去之非 PFC 系氣體除去裝置；並設有以該非 PFC 系氣體除去裝置將 PFC 系以外之氣體除去，而將所得高濃度 PFC 系氣體回收之回收裝置者。
3. 如申請專利範圍第 2 項之 PFC 系氣體回收裝置，其中，設有將前述非 PFC 系氣體除去裝置所排出之高濃度 PFC 系氣體供給於前述回收裝置，同時，將前述高

附件
一

經濟部中央標準局員工福利委員會印製