

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-517744

(P2008-517744A)

(43) 公表日 平成20年5月29日 (2008.5.29)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
B 0 1 D 53/04 (2006.01)	B 0 1 D 53/04 C	4 D 0 1 2
B 0 1 D 53/02 (2006.01)	B 0 1 D 53/02 Z	4 G 0 6 6
B 0 1 J 20/02 (2006.01)	B 0 1 D 53/04 J	
B 0 1 J 20/04 (2006.01)	B 0 1 J 20/02 A	
B 0 1 J 20/08 (2006.01)	B 0 1 J 20/02 B	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2007-538142 (P2007-538142)	(71) 出願人	507133979
(86) (22) 出願日	平成17年10月19日 (2005.10.19)		マシスン トリーガス, インコーポレイテ
(85) 翻訳文提出日	平成19年4月23日 (2007.4.23)		イド
(86) 国際出願番号	PCT/US2005/038222		アメリカ合衆国, ニュージャージー 07
(87) 国際公開番号	W02006/057748		054-0624, パルシッパニー, ルー
(87) 国際公開日	平成18年6月1日 (2006.6.1)		ト 46 イースト 959, ポスト オ
(31) 優先権主張番号	60/621, 871		フィス ボックス 624
(32) 優先日	平成16年10月25日 (2004.10.25)	(74) 代理人	100099759
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 青木 篤
(31) 優先権主張番号	11/252, 200	(74) 代理人	100077517
(32) 優先日	平成17年10月17日 (2005.10.17)		弁理士 石田 敬
(33) 優先権主張国	米国 (US)	(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100144417
			弁理士 堂垣 泰雄

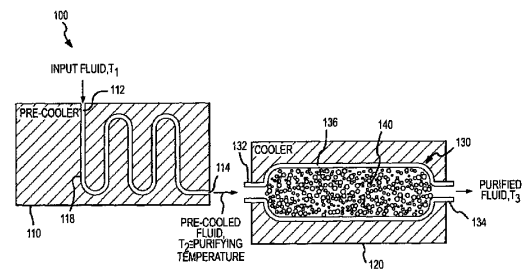
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 低温浄化を伴う流体浄化システム

(57) 【要約】

一又は二以上の不純物を除去するための (例えばプロセスガスからの水分) 母材流体をプロセス処理するためのシステム及び方法。浄化器は、母材流体を受容れそして母材流体を第二のより低い温度まで冷却する予冷却器を含む。高表面積材料でできた浄化エレメントを収容するための容器が備えられる。容器は予冷却器から母材流体を受容れるための注入口及び強制的に浄化エレメントを流通させられた後に母材流体を排出するための排出口を含む。浄化器は、浄化温度まで容器の外表面を冷却するために、容器の外表面と熱的に接触する冷却器を含み、この温度は環境温度より低くかつ母材流体の相変化点より高くかつ概して約 0 ~ - 2 0 0 の範囲にある。

【選択図】 なし



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

一又は二以上の不純物を母材流体から除去するための流体浄化システムであって、：
浄化メディア；

該浄化メディアを収容するキャニスターであって、母材流体を受容れるための注入口及び母材流体がキャニスターによって浄化メディアを流通するよう導かれた後にキャニスターから母材流体を排出するための排出口を有するキャニスター；及び

該浄化メディアを収容するキャニスターの一部と接触しかつ環境温度未満の浄化温度まで冷却する冷却器を含んでなる、流体浄化システム。

【請求項 2】

10

流体浄化システムが微量イオン性液体を母材流体から除去するために作動しており、母材流体は第一の量のイオン性液体を含み、そしてキャニスターの排出口から排出される母材流体は第一の量より少ない第二の量のイオン性液体を有する、請求項 1 に記載された流体浄化システム。

【請求項 3】

第二の量のイオン性液体は約 1 0 0 p p b (1 0 億分の一部) 未満である、請求項 2 に記載されたシステム。

【請求項 4】

浄化温度が環境温度より少なくとも 2 0 低い、請求項 1 又は 2 に記載されたシステム。

20

【請求項 5】

浄化温度が約 - 2 0 より低い、請求項 1 に記載されたシステム。

【請求項 6】

母材流体がキャニスターへの注入口で或る圧力及び或る流速で受容れられ、ここで浄化温度は該キャニスターへの注入口での母材流体の圧力及び流速における母材流体の相変化点より高い、請求項 1 に記載されたシステム。

【請求項 7】

キャニスター注入口と流体が連通している予冷却器をさらに含み、予冷却器が母材流体をおおよそ該浄化温度まで又はそれより高い温度まで冷却する、請求項 1 又は 2 に記載されたシステム。

30

【請求項 8】

冷却器が予冷却器に冷却を提供する、請求項 7 に記載されたシステム。

【請求項 9】

キャニスター排出口と流体が連通している加熱器をさらに含み、加熱器がキャニスターから排出される母材流体を少なくともおおよそ環境温度の温度まで加熱する、請求項 1 に記載されたシステム。

【請求項 1 0】

浄化メディアが高表面積材料である、請求項 1 又は 2 に記載されたシステム。

【請求項 1 1】

高表面積材料が、焼結、圧縮及び / 又はメッキしたニッケル、ステンレススチール、耐食合金、及び / 又は不純物のうち特定のものを除去するために選択した合金を含む金属である、請求項 1 0 に記載されたシステム。

40

【請求項 1 2】

高表面積材料が、モルデナイト、ゼオライト、アルミナ、シリカ、及び炭素からなる群から選択した少なくとも一つの材料を含んでなる、請求項 1 0 に記載されたシステム。

【請求項 1 3】

高表面積材料が、不純物のうち特定のものを除去するために選択した反応性種で覆われている、請求項 1 0 に記載されたシステム。

【請求項 1 4】

反応性種がアルカリ金属、アルカリ土類金属、又は遷移金属である、請求項 1 3 に記載

50

されたシステム。

【請求項 15】

母材流体がアミン、アンモニア、アルゴン、アルシン、三塩化ホウ素、三フッ化ホウ素、二酸化炭素、一酸化炭素、硫化カルボニル、塩素、三フッ化塩素、ジクロロシラン、ジシラン、ゲルマン、ハロカーボン、ハロゲン化合物、ヘリウム、水素、臭化水素、塩化水素、フッ化水素、メチルシラン、窒素、二酸化窒素、三フッ化窒素、亜酸化窒素、オクタフルオロシクロペンタン、酸素、ホスフィン、希ガス、シラン、四塩化ケイ素、四フッ化ケイ素、六フッ化硫黄、トリクロロシラン、 WF_6 、 F_2 、 NO 、ジボラン、炭化水素、有機金属、四フッ化ゲルマニウム、セレン化水素、又は三フッ化リンからなるガスの群から選択したガスを含む、請求項 1 又は 2 に記載されたシステム。

10

【請求項 16】

一又は二以上の不純物を除去するために母材流体をプロセス処理する低温浄化器であって、：

第一の温度、圧力、及び流速の母材流体を受容れ、そして第一の温度より低い第二の温度の母材流体を排出する予冷却器；

多量の高表面積材料を含む冷却エレメント；

該冷却エレメントを収容するための容器であって、該予冷却器からの母材流体を受容れるための注入口及び母材流体が浄化エレメントを流通した後に母材流体を排出するための排出口を含む容器；並びに

該容器の外表面と熱的に接触している冷却器であって、容器の外表面を浄化温度まで冷却し、該浄化温度が環境温度未満でかつ該母材流体の圧力及び流速における母材流体の相変化点を超えるように選択される、冷却器を含んでなる、低温浄化器。

20

【請求項 17】

浄化温度が約 0 ～ 約 - 200 の範囲にある、請求項 16 に記載の浄化器。

【請求項 18】

容器がスチールパイプを含み、かつ浄化エレメントが焼結、圧縮及び／又はメッキしたニッケル、ステンレススチール、耐食合金、及び／又は不純物のうち特定のものを除去するために選択した合金を含む金属粒子フィルターを含む、請求項 16 に記載の浄化器。

【請求項 19】

高表面積材料が、モルデナイト、ゼオライト、アルミナ、シリカ、及び炭素からなる群から選択した少なくとも一つの材料を含んでなる、請求項 16 に記載の浄化器。

30

【請求項 20】

予冷却器を流通する母材流体に冷却を提供するように、冷却器が予冷却器と熱的に接触している、請求項 16 に記載の浄化器。

【請求項 21】

半導体反応チャンバーの上流に請求項 16 に記載の浄化器を含む、半導体製造システム。

【請求項 22】

特定の圧力及び流速で流れる母材流体を浄化する方法であって、：

母材流体の流路に浄化メディアを提供すること；

浄化メディアを約 0 ～ - 200 の温度範囲にありかつ該圧力及び流速の母材流体の相変化点を超えるように選択された浄化温度まで冷却すること；

第一に母材流体を予冷却ステージを通して導き、ここで母材流体が該温度範囲の温度まで冷却されること；及び

第二に母材流体を浄化メディアを流通するように導くこと、を含む浄化方法。

40

【請求項 23】

浄化メディアがモルデナイト、ゼオライト、アルミナ、シリカ、炭素、焼結、圧縮及び／又はメッキした金属又は金属合金からなる群から選択した少なくとも一つの材料を含む高表面積材料を含む、請求項 22 に記載された方法。

【請求項 24】

50

予冷却ステージで母材流体が冷却される温度はおおよそ浄化温度であり、かつ浄化メディアの冷却は浄化メディアを収容するキャニスターの外表面をおおよそ浄化温度と等しいか又はそれよりも低いキャニスター温度まで冷却するためにキャニスターの外表面と熱的に接触している冷却器を操作することを含む、請求項 2 3 に記載された方法。

【請求項 2 5】

第一の導きの前は母材流体は約 1 0 p p b より多い量のイオン性液体を含み、そして第二の導きの後は母材流体中のイオン性液体の量が約 1 0 p p b 未満まで低減されている、請求項 2 2 に記載された方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0 0 0 1】

本発明は半導体産業で使用されるような高純度プロセスガス浄化の分野を含む流体浄化の分野に係り、そして特に、流体浄化システムおよび関連方法に係り、これは温度浄化又はフィルターメディア又はメディア混合物、例えば高表面積材料のもので、低減した又は低い温度に維持したものを、を用いて不純物を母体ガスから除去するために冷却器を伴う浄化器（すなわち、冷却した又は極低温の浄化器）を使用する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

不純物を含まない他の流体及びプロセスガスに対する要求が高まっている。ガスの製造及び他の使用の多くは不純物レベル、例えば水分レベル、が 1 0 p p b（1 0 億分の一部）以下であることを要求し、そしてこれらのガスは多くの場合高純度ガスと見なされる。

20

【0 0 0 3】

半導体産業は高純度プロセスガス又は流体（例えば、不純物を除去することによって浄化されることが必要な母材ガス又は流体）に対する要求が高まりつつあるという具体的な例を提供する。半導体集積デバイスはより小さくなりそして半導体集積デバイスを使用する装置がより洗練されるにつれ、現実の半導体材料の物理的及び化学的特性に半導体材料の理想的かつ本来的な特性に近い特性を持たせようとする要求が高まっている。半導体の製造は多様な元素から構成されている反応性ガスの使用を含む。また、製造プロセス、例えば金属 - 有機化学気相堆積（MOCVD）及び他の関連する製造技術が半導体の製造において使用される。これらのプロセスにおいて、反応性ガスの純度は結果としてもたらされる製造される半導体デバイスの品質、特に製造される半導体デバイスの電氣的な品質及び性質、の決定に大きな役割を果たす。この結果として、マイクロ電子産業における高純度プロセスガスに対する要求が増しつつある。半導体産業は高純度プロセスガスに対する要求が増しつつあるという一つの例を提供するにすぎず、そしてこれらの要求を満たすために、ガスを高純度化するための方法は大規模な技術的努力と発展を経験してきている。

30

【0 0 0 4】

高純度ガスは概してプロセス母材又はプロセスガスを浄化システムで処理することによって製造される。このシステムは多様な濾過又は浄化メディア及び / 又はメカニカルフィルターを使用する浄化器及びその他の母材又はプロセスガスから不純物を除去するための装置を含み、例えば水分を除去し母材又はプロセスガス中の水分レベルが 1 0 p p b 未満にする。現在、研究開発の努力のほとんどは、ガス（又は他の流体）が浄化器を流通する際に効果的に不純物を除去することができる浄化器で使用するためのメディアを製造することに向けられている。高表面積材料がしばしば浄化メディアとして使用され基材を創り（例えば非常に小さいビーズ又はそれに類する物でできた基材）、これが浄化キャニスターに備えられ、そして母材又はプロセスガスは強制的にこの基材をある特定の流速及び圧力で流通させられる。

40

【0 0 0 5】

開発努力はプロセス流体中の微量不純物を 1 p p m（百万分の一部）未満のレベルまで十分に除去することができる浄化メディアという結果に到っているが、いくつかの場合で、この浄化メディアの吸着性は与えられた浄化メディアによって達成することができる不

50

純物除去のレベルに制限される。例えば、半導体産業で 사용되는いくつかの浄化メディア又は材料が試験された、すなわち環境温度、約 30 p s i g の圧力で流れる母材ガス（すなわち H C l ガス）から水分を 150 ~ 200 p p b の範囲のレベルまで除去できることが示された。しかしながら、これらのレベルはプロセスガス（例えばチャンバー内で使用されそしてウェハー洗浄に使用される H C l ガス）の多くに対して 10 p p b 又はそれ未満の水分レベルを求め続ける半導体産業の要求を満たさない。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

そのような訳で、母材流体を浄化するため、例えば半導体産業で使用するためのより高純度のガスを製造するため及び多くの他の用途のため、の改善された方法及びシステムの要求が依然として存在する。好ましくは、このような方法及びシステムは、多くの既存のガスデリバリーシステムと両立することができそして多くの既存の浄化メディア及び／又は高表面積物質の使用を可能にする一方で、この高純度ガスに対するさらなる要求に会うように構成されるだろう。

10

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は母材流体（例えば化学ガス）を浄化するためのシステム（及び関連する方法）を提供し、これは浄化メディア又は材料を環境条件より低い温度に冷却することによって能力を増強した不純物除去を実現する。このシステムは概して浄化エレメント（例えばたくさんの高表面積浄化材料、事前に加工したニッケル又はステンレススチール粒子フィルター、又はそれらに類する物）を保持するキャニスターを含む。冷却器はキャニスターと熱的接触状態が与えられ、このキャニスター及び含まれる浄化エレメントを環境温度より低い温度に冷却し、かつ概して環境温度より 20 以上低い温度であるがしかしこの浄化システムの操作(operation)流速及び圧力での母材流体の相変化点は超える温度に冷却する。いくつかの実施態様において、予冷却器が浄化キャニスターの上流に備えられ、浄化エレメントと接触する前に母材流体を、例えば、浄化温度又はそれに近い温度まで冷却する。

20

【0008】

特に、低温浄化器は、一又は二以上の不純物（例えばプロセスガスからの水分）を除去するために母材流体を処理するために、提供される。この浄化器は第一の温度、圧力及び流速を有する母材流体を受容れる予冷却器を含む。たくさんの高表面積材料でできた浄化エレメントが浄化器に含まれそしてこの浄化エレメントを収容するために容器が提供される。この容器は予冷却器からの母材流体を受容れるための注入口及び浄化エレメントを強制的に流通させられた後に母材流体を排出するための排出口を含む。この浄化器は容器の外表面を浄化温度（これは環境温度未満でありかつその母体流体の圧力及び流速における母材流体の相変化温度より高くあるように選択されている）まで冷却するために容器の外表面と熱的に接触している冷却器をさらに含む。

30

【0009】

この予冷却器はこの浄化器の別々の冷却機構によって冷却されてもよく、又はこの浄化キャニスターを冷却するために使用されるのと同じ冷却器によって冷却されてもよい。この予冷却器は概して冷却されて、母材流体の第二の温度（又は予冷却器の出口温度）が浄化温度に近づくか又はほぼ等しくなる。この浄化温度は概して環境温度より少なくとも約 20 低く、そしてより一般的には約 0 ~ - 200 の範囲にある。この容器は多くの形態をとることができ、そして一つの場合においてステンレススチールパイプであり、ここには焼結、圧縮及び／又はメッキしたニッケル及び／又はステンレススチール及び／又は耐食合金（例えば、ハステロイ（商標）又はそれに類する物）又は特定の用途に対して適当なその他の合金でできた金属粒子フィルターが置かれている。別の場合において、この高表面積材料はモルデナイト、ゼオライト、アルミナ、シリカ、カーボン、モレキュラーシーブ、又はこれらの材料の組合せであり、そしてこの容器はこのような浄化基材を保持

40

50

するためのキャニスターである。別の実施態様において、この高表面積材料は反応性金属又は特定の不純物を除去するために設計した他の種で被覆されている。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

概して、本発明は、不純物を除去するように設計したメディア又はメディア混合物を含む浄化器に流体を通過させることにより、一又は二以上の不純物を母材流体、例えば化学的な又はプロセスのガス、から除去するための装置／システム及び方法を対象とする。注目に値すべきことに、この浄化メディア又はメディア混合物は環境温度未満である浄化温度まで冷却され、そしていくつかの実施態様において、これは環境温度よりかなり低く、例えば環境温度より20～200度低い（例えば、環境が約20の場合には0～-200、又はそれより低い温度であり、「極低温浄化器」をもたらす非常に低い浄化温度を伴う）。このような低い又はこれよりさらに低い温度の浄化器は一又は二以上の高沸点の不純物をより低めの沸点を有する母材流体（例えば化学的なガス）から除去するために特に好適である。あるいは、適当な浄化材料が選択されれば、低沸点の不純物が高沸点の母材ガスから削減され得る。この浄化器において、選択した材料、浄化メディア、又はメディア混合物は容器又はキャニスターに設置されるか又はさもなければ流体の流路に保持される。この浄化器は容器又はキャニスター及びその内容物を選択した浄化温度に冷却するように構成され、そして典型的な実施態様において、冷却器が浄化キャニスター／容器の外壁を環境よりも低い事前に設定した温度に冷却するならば、これは結果として、浄化器の浄化効果を増強するように、浄化材料、単数メディア、複数メディア、又は機構を浄化温度（例えば、キャニスターの温度に近い温度）に維持することをもたらす。

【0011】

図1は浄化器の一実施態様を説明し、これは本明細書において低減温度浄化器、低温浄化器及び／又は極低温浄化器として名付けられてもよい。浄化器100は、上述のとおり、不純物を母材流体（例えば半導体装置又はそれに類する物を製造するためのプロセスガスとして使用されることになる化学的ガス）から除去するために使用される浄化材料の温度又はメディア140の温度を低くするよう構成されている。この目的を達成するために、浄化器100は第一温度、 T_1 、である投入流体を受容れるための注入口112及び第二のより低い温度、 T_2 、まで冷却又は「予冷却」された流体を排出するための排出口114を伴う予冷却器110を含んでいることが示される。この排出口114は概して注入口132からキャニスター130までと流体が連通しており、これは浄化材料、複数メディア、又は単数メディア（ここで本記載又は発明を制限する意図がなければ、これらの呼び名は互換性を持って使用されてもよい）を包含（浄化材料、例えばビーズ又はそれに類する物、が使用される場合）又は保持（機械的メディアが使用される場合）するために使用される。

【0012】

冷却器110は浄化器100において分離した装置として示されており、そして第二温度、 T_2 （これは概して材料140の浄化温度であるか又はそれに近くなるように選択される）、までの望ましい冷却をもたらすように、十分な長さの経路を通じて投入流体を導く配管118を含むことが示されている。キャニスター130の注入口132への流体の投入は接触している浄化材料140を加熱しないように、概して投入流体又は流入する母体流体の予冷却が好ましく、これは冷却した浄化材料140の浄化効率の望ましい向上に影響を与えることがある。

【0013】

予冷却した流体はその後浄化器の冷却器セクションに、すなわち注入口132を通じて浄化材料、複数のメディア及び／又は単数のメディア140のための保持機構又はキャニスター130に投入される。この母材流体は材料140によって不純物の浄化がされ、材料140は冷却器120によって浄化温度に維持され、そしてこの浄化した流体は第三温度、 T_3 （これは概して浄化温度であるか又はそれに近い（しかし本発明を実施するためにいくらか低め又は高めであってもよい））、で排出される。冷却器120はキャニスタ

ー 1 3 0 とキャニスターの壁 1 3 6 に沿って接触していることが示され、そしてこの図解された実施態様において、冷却器 1 2 0 はキャニスターの壁 1 3 6 の温度を事前に決定した温度まで低減するように作用し、これはその後結果として容器 1 3 0 内の浄化材料 1 4 0 を望ましい浄化温度まで低下させることをもたらす。

【 0 0 1 4 】

材料 1 4 0 における熱移動の非効率性のために、浄化温度又は材料 1 4 0 の温度は概して壁 1 3 6 の温度より高くなり、そしてキャニスター 1 3 0 の内部でいくらか変動する（例えば壁 1 3 6 に隣接する材料 1 4 0 の温度は壁 1 3 6 から遠い材料 1 4 0（例えばキャニスター 1 3 0 の中心にある材料 1 4 0）よりも壁 1 3 6 の温度にほぼ近い場合がある）。従って、キャニスター 1 3 0 を材料 1 4 0（キャニスター 1 3 0、キャニスターの壁 1 3 6 の材料、及び材料 1 4 0 でできた構成でこのような温度差の変動を伴う）にとつて望ましい温度よりも低い温度まで冷却することは、浄化器 1 0 0 の操作中に有用である。以下の説明では、説明及び実験的な測定を簡単にするために、材料 1 4 0 はいくらか高い温度を有する場合があることを理解していれば、この浄化温度はキャニスターの壁 1 3 6 の温度として言及されてもよい。いくつかの実施態様（図示はしない）において、熱交換器がキャニスター内部へ拡張されて、材料 1 4 0 との熱移動を改善しより効果的に材料 1 4 0 を望ましい浄化温度に制御してもよい。

【 0 0 1 5 】

極低温浄化器 1 0 0 は本発明者によって独立ユニットであることもできるか又はより大きな装置に組み込まれることもできるコンパクトユニットとして想像される。このキャニスター 1 3 0 は冷却器 1 2 0 の冷却機構を含む保温ジャケットで囲まれていてもよい。この極低温浄化器 1 0 0 は図 7 に示されるように伝統的な浄化ユニットと連ねて使用されてもよく又は図 8 に示されるようにそれだけで使用されてもよい。

【 0 0 1 6 】

本発明の典型的な実施態様において、選択された材料、浄化器メディア、又はメディア混合物 1 4 0 は冷却器 1 2 0 によって冷却される容器又はキャニスター 1 3 0 に設置される。1 1 0、1 2 0 によって使用される冷却方法又は機構は、ほとんどが本発明を実施するための任意の周知の方法又は機構であってもよい。例えば、この予冷却器 1 1 0 及び冷却器 1 2 0（これらは同じ又は異なる冷却機構又は方法を使用してもよい）は冷蔵システム、熱電氣的冷却器（スターリング、ペルチェ、及びそれに類する物）、固体若しくは流体冷却バス、ヴォルテックス冷却、ベンチュリ冷却、又は任意の他の冷却機構若しくは方法を採用してもよい。本発明の重要な特徴は特定の冷却技術が使用されることではなく、この事実のかわりに、浄化材料、複数のメディア、及び / 又は単数のメディア 1 4 0（これは環境温度未満の温度そして概して環境温度よりかなり低い温度に維持される）を使用して投入した流体又は母材流体を浄化するように、浄化器 1 0 0 が構成され操作されることにある。これは結果としてかなり材料 1 4 0 が浄化キャニスター又は容器 1 3 0 を流通する母材流体中の不純物除去する効果を増強することになる。

【 0 0 1 7 】

本発明者は低温表面を利用して流体（例えば半導体プロセスガス）からの不純物の除去を増強するというコンセプトは新しくそして多くの有益な利用機会をここ数年で提供すると考える。微量不純物の初期表面吸着によって作用する流体浄化メディア（例えば材料又はメディア 1 4 0）において、所与の単数のメディアの浄化効果は母材からの対象となる種の表面吸着平衡によって決定される。表面の温度を低下することは、脱離の度合いを減らすことにより、物理吸着（physiorption）及び化学吸着（chemiorption）平衡の両方を通常は増強する。（例えば、A アダムソン「表面の物理化学」第 5 版、ニューヨーク：ウィリー インターサイエンス、1 9 9 0 を参照のこと）この現象は表面科学文献のいたるところにある多数の例及び工業技術において示される。この現象の例として、極低温が高真空極低温ポンプで使用されモレキュラーシーブが微量ガス相の種を捕捉する能力を増強し、そして増強した真空レベルを得た。本発明の前に、低温表面を使用して浄化材料の不純物を流体から除去する能力を改善することは理解されておらず又は知られていなかった

た、そして本発明者は本コンセプトは多数の化学的ガス及び他の流体のプロセスに適用可能であると考え、本発明の利用はエンドユーザーが従来の方法では得られなかった純度レベルを得ることを可能にする。くわえて、ここに記載された本発明は従来の物理吸着及び化学吸着を介してでは効果的に除去できない特定の不純物を除去することを可能にする。

【 0 0 1 8 】

本発明（例えば浄化器 1 0 0）による極低温浄化の操作中に、増強された浄化結果を得ると考えられるいくつかの条件又は操作パラメータが存在する。第一に、浄化器 1 0 0 の操作温度又は浄化温度（例えば材料 1 4 0 が近づくまたは達する、容器 1 3 0 の壁 1 3 6 の温度）が、母材又は投入流体の特定の操作圧力及び流速における母材流体の任意の相変化点を超えて、維持されるべきである。（すなわち、この相変化点は浄化温度範囲の下限として働く。）例えば、この母材流体が気体である場合、この操作温度は好ましくは凝縮点を超えて保たれる。母材流体が液体である場合、操作温度は好ましくは凍結点を超えて保たれ、そして母材流体が溶液である場合、操作温度は好ましくは溶質の飽和点を超えて保たれる。

10

【 0 0 1 9 】

第二に、与えられた不純物（すなわち簿剤又は投入流体からの除去の対象とされた不純物）の浄化メディア、例えばキャニスター 1 3 0 のエレメント 1 4 0、における吸着平衡常数は、好ましくは母材流体の相変化点より高い温度で除去の目標のレベルが達成されるようにされている。第三に、この浄化メディア（例えば、エレメント 1 4 0）は浄化器の操作温度又は浄化温度において母材流体に対して安定であるように選択されるべきである。

20

【 0 0 2 0 】

一般的な浄化材料がエレメント 1 4 0 に採用される場合、概してこの浄化材料は環境温度で母材流体から対象となる単数又は複数の不純物を除去することが知られているという理由で選択される。その結果、浄化器 1 0 0 の操作中、浄化温度（又はキャニスター 1 3 0 の壁 1 3 6 の温度）は、選択した温度、この温度は浄化器 1 0 0 における母材流体の圧力及びフロー条件下での母材又は流体の凝縮点よりも高いが浄化表面への不純物の吸着を増進するには十分低い、まで下げられる。いくつかの場合において、操作又は浄化の温度は環境温度より低い任意の温度であってもよい。より一般的には、浄化器の操作温度は環境よりもずっと低い温度例えば環境温度より 2 0 ~ 2 2 0 またはそれよりさらに低い温度であるように選択される、これはこれらの温度は比較的簡単に得られそして浄化材料又はメディアによる吸着のより大きな改善をもたらすからである。

30

【 0 0 2 1 】

いくつかの実施態様において、吸着又は浄化材料 1 4 0 は任意の高表面積材料であってもよい。これはこれらの材料が流体がこれらの表面と接触すると一又は二以上の機構によって母材流体中の不純物を除去する作用をするからである。例えば、浄化材料 1 4 0 は伝統的な浄化材料で構成された基材材料であってもよく、例えばモルデナイト、ゼオライトを含む半導体製造産業で使用されるもの、及び / 又は米国特許第 6 , 1 1 0 , 2 5 8 号 ; 6 , 7 3 3 , 7 3 4 号 ; 6 , 4 6 1 , 4 1 1 号、6 , 4 2 5 , 9 4 6 号 ; 6 , 7 8 3 , 5 7 7 号 ; 6 , 7 8 3 , 5 7 6 号 ; 及び 6 , 7 9 0 , 3 5 8 号に詳細に記載された基材又は浄化材料である（これらはそれぞれそれら全体で参照として本願明細書に組み込まれる）。これらのこの基材材料 1 4 0 は金属、有機及び / 又は無機材料、及び / 又は炭素で構成されることも可能である。吸着に加えて、母材流体中の不純物を浄化材料 1 4 0 で浄化温度の低下（その温度では不純物が母材流体中で不溶となりそして濾過手段を通じて除去される）による沈殿によって除去してもよい。（例えば、いくつかの特定の環境において、メディア 1 4 0 としての材料 1 4 0 の代わりに、フィルターを追加的に又はなお一層に備えてもよい。）浄化温度を下げたときに期待される不純物除去の改善（すなわち排出口 1 3 4 を通じて浄化器から排出された浄化した流体において得られる改善した純度レベル）、及び典型的な温度範囲が図 4 ~ 6 を参照してもたらされる。

40

50

【 0 0 2 2 】

別の実施態様において、ここに記載された本発明は母材ガスが貯蔵されるとき及びイオン性液体に溶解されるときに使用されてもよい。このような場合では、関心のあるガスは物理的に液体の形態にある高分子量でかつイオン性の材料に貯蔵されている。母材ガスはその後真空を適用すること又は貯蔵容器を加熱することによってイオン性液体から抜き出される。母材ガスが貯蔵容器から抜き出されている間に、イオン性液体の蒸気圧はゼロではないので僅かにイオン性液体の凝縮物も貯蔵容器から放出される。注目すべきは、本願発明は、図 1 及びその後の図が示すように、微量レベルのイオン性液体を母材ガスから除去する（すなわち除去される不純物がイオン性液体である）ために使用されてもよい。イオン性液体はカチオンとアニオン成分を有する低融点、高分子量、低蒸気圧材料と特徴づけることができる。このようなイオン性液体は米国特許第 6, 579, 343 号及び米国特許出願 2004/0206241 A1 に詳細に記載されており、これらはそれぞれそれら全体で参照として本願明細書に組み込まれる。イオン性液体は概して母材ガス中において微量な量（例えば 100 ppb ~ 1000 ppb 及びしばしばそれより高いレベル）で存在するだろうが、本発明の多様な実施態様による低温浄化器（例えば図 2 の浄化器 200）を通じた処理の後ではイオン性液体は浄化した母材ガス中で 100 ppb 未満の量で存在し、そしていくつかの場合では 10 ppb 未満でさえあり、それによって実質的にイオン性液体を含まない高純度ガスを製造する。

10

【 0 0 2 3 】

図 2 は本発明による低温浄化器 200 の別の実施態様を説明する。浄化器 200 は浄化器 100 と類似しているが、予冷却器が同一のユニット又は装置の部品として備えられることができそして同一の冷却器又は冷却機構（複数でもよい）によって冷却されることができることを示すのに有用である。浄化器 200 は、製造プロセス又はその他の使用箇所へ配送する前に浄化流体がその温度を望ましいプロセス流体温度に戻すことができる（例えば加熱器によって）ことをさらに示す。さらに浄化器 200 は、浄化結果を増進させるために浄化材料が適切に再生されることが可能であることを説明するのに有効である。

20

【 0 0 2 4 】

示されるように、浄化器 200 は予冷却器ステージ 220 及び浄化ステージ 230 の両方に冷却を提供する冷却器 210 を含む。投入流体又は母材流体は第一の温度、 T_1 （例えば、環境温度、プロセスの又は使用箇所の注入口温度、又はそれらに類するもの）で予冷却器ステージ 220 へ提供される。冷却器 210 は、母材流体がその温度を第二の温度 T_2 （これは好ましくはおおそ浄化温度及び / 又は浄化メディア / 機構 238 の温度である）まで低下させるように、予冷却器ステージに冷却を提供する。この浄化器 200 の実施態様において、流入する流体は浄化操作温度まで（又は母材流体の相変化点を超える温度であって、操作温度よりも高い温度及び低い温度を含む範囲の温度まで）予冷却される（しかしこの予冷却は図 7 で示されるように全ての場合で必要というわけではない）。例えば、冷却器 210 は経路（例えばねじ曲がった経路）を画定する配管での熱交換を提供し、母材流体は強制的にそこを通過して予冷却器ステージ 220 へ流される。予冷却器ステージ 220 の目的は、浄化器 200 の操作する間、浄化チャンバー又はキャニスター 234 内での温度スイング（揺れ）を最小化又は制御するために、浄化ステージ 230 に入る前に母材流体を冷却することである。多くの浄化材料及び基材の場合でそうであるように浄化メディア 238 が質の低い熱伝導体であるときに、これは特に重要である。

30

40

【 0 0 2 5 】

予冷却した第二の温度 T_2 である流体はその後、予冷却した母材流体中の関心のある単数又は複数の不純物をトラップ（捕捉）するように設計されている浄化メディア又は機構 238 を含む容器又はキャニスター 234（すなわち浄化材料又は機構 238 を保持するための、及び流体母材がそのようなエレメント 238 を通る流れを導くための単数又は複数の装置）を含む浄化ユニット又はステージ 230 へ導かれる。浄化キャニスター 234 はその温度を冷却器 210 によって制御されており（すなわち環境温度未満の好ましい浄化温度に低下させられる）、そしてキャニスター 234 の温度を注意深くかつ選択的に制

50

御することによって、収容された浄化材料、メディア、及び／又は機構 2 3 8 は制御されて、対象とされた不純物が正しく分別されつつかつ効果的に母材流体から、例えば吸着及び／又は凝縮によって、除去されるようにすることができる。浄化材料 2 3 8 によって不純物が除去された後、浄化した流体は浄化ステージ 2 3 0 から第三の温度、 T_3 （これは予冷却した流体の温度 T_2 と同一又は実質的に同一であってもよく又は材料 2 3 8 の温度及び不純物除去の影響に応じていくらか高い温度又は低い温度であってもよい）で排出される。

【0026】

示されるとおり、加熱器 2 4 0 が浄化器 2 0 0 に備えられる。浄化ステージ 2 3 0 からの浄化した流体は加熱器 2 4 0 を通って通過し又は導かれて流れ、第四の温度、 T_4 （これは製造プロセス又は使用箇所のための望ましい投入にあわせることができる）のプロセス流体を提供する。いくつかの場合において、浄化メディア 2 3 8 は再生可能な材料又は浄化メディアであり、そしてこのような場合では、浄化器 2 0 0 に再生システム又は装置 2 5 0 をキャニスター又は容器 2 3 4 と連通した状態で含むことが望ましいことがある。再生システム 2 5 0 は多様な形態をとってよく、再生システムは流体及びガス浄化産業において周知である。再生システム又は機構 2 5 0 が機能して現場で、すなわちキャニスター 2 3 4 から取り外すことなく、浄化メディア 2 3 8 を再生する。他の場合において、キャニスター 2 3 4 の及び／又は配管のパージ及び浄化器 2 0 0 の他の構成要素をパージするように浄化器 2 0 0 及び浄化ステージ 2 3 0 を構成することは有用である。浄化器 2 0 0 はまた、浄化器 2 0 0 のメンテナンスを容易にするために、好ましくは浄化メディア／機構 2 3 8 の挿入及び交換の準備をしておくように構成されている。真空源はまたバルブ、圧力制御とともに備えられ、これは当業者にとって当然のことながら、真空源、及びこれらに類する物は浄化器 2 0 0 の操作及びメンテナンスにとって有用である。

【0027】

図 3 は本発明のコンセプトによる浄化器 3 0 0 のより具体的な実施態様を説明する。示されるとおり、極低温浄化器 3 0 0 は投入ガス又は流体を受容れるための注入口及び不純物を除去するプロセス処理をした後の浄化した流体又はガスを導くことを伴う導管 3 1 2（例えば 3 1 6 L S S チューブのようなステンレススチールのチューブ／パイプ）を含む。この流体又はガスの流れは浄化材料又はメディア 3 2 4（一実施態様においてこれは Ni フィルターのフリットである）を含むキャニスター 3 2 0（又は導管 3 1 2 の容器／浄化ステージ）に導かれる。浄化材料 3 2 4 はまた高表面積材料であってもよく、例えばゼオライト、モルデナイト、炭素、アルミナ、シリカ、金属、及び他の有機及び／又は無機基材又はそれらの材料の組合せである。さらに、この高表面積材料はまた、いくつかの実施態様において、特定の不純物を除去するために設計及び／又は選択した反応性の金属又は他の種で覆われてもよい。例えば、この反応性の種はまたアルカリ金属、アルカリ土類金属、又は遷移金属から選択されてもよく、この選択は特定の不純物を除去するためになされる。

【0028】

固体状態の冷却器 3 3 0 が備えられ材料又は機構 3 2 4 の温度を環境温度から望まれる浄化温度まで低下させられる。この目的達成のため、固体状態の冷却器 3 3 0 はキャニスター 3 2 0 の外側の壁又は表面にある（又は、随意的に、プローブセンサーを有する材料／メディア 3 2 4 の中の或る点における）センサー 3 3 8 によって感知した温度に応じて冷却器 3 3 0 の制御をするための制御器 3 3 6 を含む。冷却器 3 3 0 はこの実施態様において熱グリースと連結した熱伝導体 3 3 2 を含むが、もちろん他の冷却機構及び技術が材料 3 2 4 を冷却するために使用されてもよい。浄化キャニスター 3 2 0 は冷却器 3 3 0 熱伝導体 3 3 2、及び熱グリース 3 3 4 によって提供された熱電氣的デバイスと直接に熱的接触をしており、浄化材料又はメディア 3 2 4 の温度が注意深く制御されることが可能になっている。随意的に、予冷却器は浄化キャニスター 3 2 0 の上流に備えられることが可能であり、又は材料 3 2 4 の温度は投入流体が冷却されるときに母材ガス又は流体から材料 3 2 4 へ移動した熱を説明できるように制御されてもよい。母材流体又は投入ガスは浄

化材料 3 2 4 を流通することを引き起こされそして関心のある単数又は複数の不純物がトラップされる、そして浄化した流体又はガスは、例えば使用箇所又はその後の使用のための貯蔵のために、浄化導管 3 1 2 から排出される。

【 0 0 2 9 】

本発明の実施態様の基礎をなす原理は浄化器にある浄化メディア又はメディア混合物を冷却し、浄化器の効率を改善することである。このように浄化内容物又は材料を冷却することは母材ガス又は流体にある不純物の吸着平衡を表面吸着の方向に向かわせる。類似する原理がモレキュラーシーブによって水分及び空気中の種の吸着を改善するための高真空極低温ポンプ設計の研究においてみることができる。浄化材料、メディア、又はメディア混合物の極低温冷却に関して、本発明者はモレキュラーシーブ吸着剤の吸着平衡は桁違いに変えられることが可能であると考えており、その結果として「極低温ポンプ」は 10^{-10} トールのオーダーの真空を創ることが可能である。

10

【 0 0 3 0 】

理論的なデータに加えて、本発明者は実験に基づいたデータを得ており、これはこの吸着機構の下で働く浄化材料の効率に対する温度の影響を示す。特に、図 4 は吸着系浄化材料に関して本発明者が取得した一組の実験に基づくデータを図解する。図 4 のグラフ 4 0 0 は曲線 4 1 0 を伴って、従来の浄化材料が室温及びそれより高い温度で使用される場合の水分除去効率に関する温度依存性を図解する。曲線 4 1 0 の全てのデータポイントは約 1 8 p p m という水分目標レベルを伴って 1 s l p m かつ 6 1 2 p s i g の H C l ガスについて収集された。示されるように、温度が環境温度を超えて（すなわち約 2 0 又はそれをいくらか超えて）上昇するのに伴って吸着系浄化材料の効率レベルは下がる。反対に、曲線 4 1 0 が示すように温度が下がると効率レベルは上がると考えられる。

20

【 0 0 3 1 】

グラフ 4 1 0 で示される温度の低下を伴って改善される効率を認識すること及びこの極低温ポンプのコンセプトを流れている母材流体の不純物を除去するために適用することによって、本発明の改善した結果が得られる。与えられた材料の性能は従って環境温度より低い温度を使用することによって、そして概して環境又は室温よりはるかに低い温度を使用することによって（例えば 0 ~ - 2 0 若しくはそれより低い温度又は例えば環境温度よりも 2 0 ~ 6 0 若しくはそれよりさらに低い温度）、増進される。浄化材料の冷却は特に表面吸着増進技術として効果的であることを証明した。

30

【 0 0 3 2 】

本発明の好ましい実施態様において、流入する流体は、例えば予冷却ステージにある又は浄化ステージにある熱電氣的冷却器によって、冷却され、そして冷却された又は冷たい浄化メディアはトラップ又は高表面積金属基材である。冷却トラップはステンレススチール、ニッケル、又は他の金属トラップ例えばコイルのように巻いた線状の又は粒子フィルターであってもよい。高表面積金属基材又はトラップは一般的なガス配送システムに対して伝導性のあるほぼあらゆる形態又はデザインであってもよい。さらに、高表面積材料は焼結した又は圧縮した材料の形態であることが可能であり、そしてフリット、シリンダー、ディスク、コーンの形状、又はその他の有用な浄化挿入形状をとることが可能である。望ましい冷却を得るために、高表面積材料の温度を環境温度未満の望ましい浄化温度まで低下させるための冷却器が備えられる。例えば、図 3 で示されるとおり、基材は熱電氣的デバイスと直接接触してもよく、これにより金属基材又は浄化エレメント（すなわち浄化材料、単数のメディア、複数のメディア、又はそれらに類する物）の温度を注意深く制御することが可能になる。

40

【 0 0 3 3 】

図 5 及び 6 は金属基材の浄化温度を注意深くかつ選択的に制御することによって母材流体から対象とされた不純物が吸着、凝縮、及び / 又は濾過を通じて正しく分別されて除去可能であることをグラフ 5 0 0 及び 6 0 0 を伴って図解する。グラフ 5 0 0 及び 6 0 0 を伴って示される、この試験結果は H C l ガスからの水分除去を測定することによって得た（すなわち H C l ガスが母材流体であり水分は対象とされた不純物である）。この結果は

50

図 3 に示された浄化器 300 と類似しており高表面積ニッケル材料を浄化メディアとして有する低温浄化器の操作によって得た。図 5 を参照すると、グラフ 500 は最初に室温又は環境温度の浄化器での HCl 浄化を示し、これは 0.1 ppm レベルの水分をもたらした。試験の 15 時間目で冷却トラップを使用し、そしてグラフ 500 でもたらされた結果は浄化メディア又は材料の効率は冷却トラップの温度によって決まることを図解している。

【0034】

本発明に関連して、温度が -20℃ に下がりそしてそれからさらに約 -80℃ まで下がるにつれて著しい改善が見られるように、温度が環境より下がるにつれて浄化材料又はメディアの効率は改善する。示されるとおり、低温で操作する冷却トラップを使用すると HCl 中の水分が 0.01 ppm に近づくという結果又はレベルを生むことが可能となり、これは環境温度又は 20℃（本ケースにおいて）で操作される同様の浄化材料を使用する浄化器によって得られた結果が 0.1 ppm であるのに対して大きな改善である。

10

【0035】

不純物を効果的に除去するために冷却トラップを環境温度の浄化器と連ねて又は組み合わせて使用することはいくつかの用途において有用であること（図 7 に示すとおり）、又はこの環境温度の浄化器はときに完全に交換されてもよい（図 8 に示すとおり）ことを注記する。HCl 中の水分除去のために 20℃ で働く伝統的な浄化材料の使用が図 6 のグラフ 600 でさらに示され、そしてこのような伝統的な浄化器は 0.1 ppm という最終的な水分効率に達することが可能であることが示される。この浄化器と（例えば連続的に）組み合わせて冷却トラップを図 7 で示されるように下流に使用すると、水分レベルはおおよそ 0.01 ~ 0 ppm まで減少する。

20

【0036】

低下した温度又は極低温の浄化器の使用は多くの用途を有する。例えば、図 7 及び 8 で示されるように、低温の浄化器が半導体集積回路製造産業において使用されてもよく、そこでは高純度ガス、例えば不純物レベルが ppb レベル又はそれより低いガス、を提供するために、ポイントオブユース（使用箇所での）プロセスのガス配送システムの一部として又はエレクトロニクス品質のプロセスガスを浄化するための配管としてこの浄化器が使用されてもよい。低温浄化器は多くの他の用途を含み、これには非常に高純度の流体が望ましい用途及び例えば環境温度又はそれより高い温度で働くような従来の浄化を使用して目標純度の達成が困難な用途が含まれる。

30

【0037】

以下のリストは本発明者が想起した母材流体の例を提供し、この母材流体は本発明の低温浄化器で浄化されることが可能であり、これとともに蓋然性のある不純物が効果的にこのような母材流体から除去されることが可能である。

【表 1】

	母材流体／ガス	対象不純物
1	アンモニア	水 (water)、 CO_2 、カルバメート、 CH_4
2	アルゴン	水、 CO_2 、 CO 、炭化水素、 CH_4
3	アルシン	水、 CO_2 、 CO 、 GeH_4 、 H_2S 、 PH_3 、 SiH_4 、イオン液体 (IL)
4	三塩化ホウ素	揮発性金属、 CO 、 CO_2
5	三フッ化ホウ素	CO_2 、 SiF_4 、 SO_2 、 HF 、水、IL
6	一酸化炭素	水、ニッケルカルボニル、鉄カルボニル、 CO_2 、炭化水素
7	塩素	水、揮発性金属、 CO 、炭化水素、 CO_2
8	ジクロロシラン	SiCl_4 、他のクロロシラン、フルオロカーボン、炭化水素
9	ジシラン	クロロシラン (TCS、DCS)、シロキサン、他の高級シラン、炭化水素、水、 CO_2
10	ゲルマン	水分 (moisture)、ジゲルマン、ゲルモキサン、トリゲルマン、クロロゲルマン、IL、炭化水素、 CO 、 CO_2
11	ハロカーボン14 (テトラフルオロメタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO 、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素

10

20

30

40

【表 2】

12	ハロカーボン23 (トリフルオロメタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
13	ハロカーボン32 (ジフルオロメタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
14	ハロカーボン41 (メチルフルオリド)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
15	ハロカーボン116 (ヘキサフルオロエタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
16	ハロカーボン125 (ペンタフルオロエタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
17	ハロカーボン134a (テトラフルオロエタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
18	ハロカーボン152a (ジフルオロエタン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
19	ハロカーボン218 (ペルフルオロプロパン)	水、他のフルオロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素
20	ハロカーボン236a (ヘキサフルオロプロパン) 水、他のフルオロカーボン、	CO_2 、 HF 、 SF_6 、炭化水素

10

20

30

40

【表 3】

21	ハロカーボンC318（オクタフルオ ロシクロブタン）水、他のフルオ ロカーボン、 CO_2 、 HF 、 SF_6 、	炭化水素
22	ヘリウム	水、 CO_2 、炭化水素、 CO
23	水素	水、 CO_2 、炭化水素、 CO
24	臭化水素	水、揮発性金属、炭化水素、 CO 、 CO_2
25	塩化水素	水、 Cl_2 、 COCl_2 、 HBr 、揮発性金 属、 CO 、 CO_2 、炭化水素
26	フッ化水素	水、 SO_2 、 H_2SO_4 、ヘキサフルオロ・ ケイ酸
27	メチルシラン	水、クロロシラン、他の高分子量メチルシラ ン、炭化水素
28	窒素	水、 CO_2 、炭化水素、 CO
29	三フッ化窒素	水分、 HF 、 N_2O 、 SF_6 、 CO_2 、 CO 、 CF_4
30	亜酸化窒素	水、 NH_3 、 NO 、 NO_2 、 N_yO_x 、 CO 、炭化水素、 CO_2
31	オクタフルオロシクロペンタン	水、 HF 、ヘキサフルオロシクロブテン、他 のフルオロカーボン、炭化水素

10

20

30

40

【表 4】

32	酸素	水、炭化水素、 CO_2	
33	ホスフィン	水、 CO_2 、 CO 、炭化水素、アルシン、ゲルマン、 H_2S 、シラン、 IL	
34	シラン	水、メチルシラン、ジシラン、炭化水素、クロロシラン、シロキサン、 IL	10
35	四塩化ケイ素	他のクロロシラン、水、シロキサン、クロロオキシシラン、炭化水素	
36	四フッ化ケイ素	HF 、水、 CO 、 CO_2 、炭化水素、クロロシラン	20
37	六フッ化硫黄	水、 CF_4 、炭化水素、 SiF_4	
38	トリクロロシラン	SiCl_4 、他のクロロシラン	
39	六フッ化タングステン (WF_6)	HF 、 SiF_4 、フルオロカーボン、 SF_6	
40	F_2	HF 、 IL	
41	NO	N_xO_y 、 N_2O 、水、 IL	30
42	ジボラン	高級ボラン、水、 IL	
43	炭化水素	他の炭化水素	
44	有機金属	他の有機金属、含酸素有機金属	
45	四フッ化ゲルマニウム	CO_2 、 HF 、 SO_2	
46	セレン化水素	H_2S 、水、炭化水素	40
47	三フッ化リン	PF_2Br 、 PFBr_2 、 HCl 、 P_xO_y Cl_z	

【0038】

これらの具体的にリストされた母材ガス又は流体に加えて、ここで記載されたプロセスはまた一又は二以上の不純物を追加的な母材流体：希ガス（例えばクリプトン、ネオン及びキセノン）、二酸化炭素、二酸化窒素、硫化カルボニル、三フッ化塩素、ハロゲン化化

10

20

30

40

50

合物（ CF_4 、 NF_3 、 CHClF_2 、 CClF_2CF_3 、 CClF_3 、 CHCl_2F 、 CH_2F_2 、及び CH_3F を含むがこれらに限定はされない）、及びアミン（トリエチルアミン、ジメチルアミン、及びモノエチルアミンを含むがこれらに限定はされない）から除去する傾向がある。ここに記載された技術でプロセス処理されてもよい炭化水素は、ブタジエン、エタン、エチレン、ブタン、ブテン、イソブタン、プロパン、プロピレン、メチルアセチレン-プロパジエン（「MAP」）、及びアルカン及びアルケン炭化水素で安定化したメチルアセチレン-プロパジエン混合物を含むがこれらに限定はされない。有機金属はトリメチルガリウム、トリメチルアルミニウム、トリメチルインジウム、及びこれらに類する物を含む。

【実施例】

【0039】

図7は低温浄化器750を伴う本発明により構成された半導体製造プロセスライン又はシステム700を図解する。低温浄化器750はライン700においてチャンバー766（例えばウェハー製造チャンバーであり、不純物を除去した後でここに浄化器750からの浄化したガスが供給又は排出される）を有する半導体反応器760の上流に置かれて示される。浄化器750は本明細書で述べられた形態のいずれかをとり、例えば図1～3で示されるような浄化器100、200又は300である。示されるとおり、付加的な浄化器740、例えばMatheson Tri-Gas社から流通しているNANOCHEM（登録商標）MTX（商標）浄化器又はそれに類する物、が浄化器750の上流に備えられ、そして概して、この浄化器740は低温浄化器750と同じ対象不純物を除去するために環境温度で操作される従来型の浄化器である。もちろん、浄化器740、750はシステム700で流れている母材流体又はガス中の異なる不純物を対象として操作されてもよい。

【0040】

浄化器740、750によって連続的にプロセス処理される母材流体はガスキャビネット又は供給器710によって供給される。この母材流体は配管720を通してバルブマニホールドボックス（VMB）730へ流通し、ここでは母材ガスは選択した流速及び圧力で浄化器740、750へ提供又は導かれる。概して、この母材流体はバルブマニホールドボックス730から環境温度に近い温度で排出される。この低温浄化器750は浄化材料、単数のメディア又は複数のメディア（図1～3を参照して述べられた）を含み、これは母材流体中の一又は二以上の対象不純物を除去するために選択される。浄化器750は環境温度未満の温度で操作され、この温度は収容されている浄化材料、単数のメディア、又は複数のメディアの効率を高めるように選択され、そしてこの温度は流速及び圧力に関して選択されかつ母材流体及び対象不純物に関して選択される（すなわちこの圧力及び流速における母材流体の相変化点より高い）。

【0041】

図8は本発明により構成された別の半導体製造プロセスライン又はシステム800を図解する。示されるとおり、システム800は投入母材流体又はガスを配管820を通じてバルブマニホールドボックス（VMB）830へ提供するためのガスキャビネット又は供給器810を含む。半導体反応器860及びそのチャンバー866への投入物である母材流体の流速及び圧力を制御するためにVMB830が操作される。このシステム800はシステム700とは、環境温度未満の温度で操作している間に不純物を除去するために、及び反応器860（又は他の使用箇所）によって使用されるための清浄化したガスを排出するために、本発明による低温浄化器854が独立型のユニット又は独立型の浄化器として備えられる点で、異なる。

【0042】

システム800はまたシステム700とは、低温冷却器854の上流に備えられた予冷却器852で母材流体の温度をさらに制御する点で、異なる。この予冷却器852は、図1及び2に関連して述べられたように、VMB830からの母材又は投入流体を環境温度（又はそれよりも高い温度）から低温浄化器854の操作温度若しくは浄化温度まで又は

それに近い温度まで冷却するために備えられる。浄化器 8 5 4 の浄化材料、複数のメディア、又は単数のメディアでは困難な場合がある熱交換機能を提供する予冷却器 8 5 2 を伴って本発明を実施するために、この予冷却した流体はこの操作温度よりいくらか高い又は低い温度であってもよい（しかし母材流体の相変化点より低くあってはならない）。浄化したガス / 流体を反応器 8 6 0 のチャンバー 8 6 6 へのプロセス流体 / ガスにとって受容れ可能な温度に調節するために、加熱器 8 5 6 が低温浄化器 8 5 4 の下流に備えられ、そしてその温度は環境温度又は反応器 8 6 0（又は他の使用箇所）のプロセスガスに有用な別の温度であってもよい。

【 0 0 4 3 】

冷蔵 / 冷却産業で当業者に理解されているとおり、本発明の低温又は極低温の冷却は種々の技術、例えば商業的に入手可能な冷却器により達成可能である。選択した冷却技術又は冷却器は流れている母材流体を目標とする温度又は温度範囲に冷却するために必要な熱量によって決まってもよい。冷却器は単純な冷蔵器であってもよく又はスターリング冷却器、ペルチェ冷却器、ヴォルテックス冷却器、ベンチュリ冷却器、極低温冷却浴の形態、及び / 又は他の当該技術分野において既知の又はこの特定の使用 / 機能のために開発した形態をとってもよい。概して、冷却器が単純で、電力又は他の僅かな動力消費で冷却器を動かすためのすぐに利用可能な動力のみを必要とする内蔵型ユニットであることが望ましい。いくつかの実施態様において、極低温度を変化させる能力は異なる対象の不純物に対して、異なる母材流体（及び流速及び圧力）に対して、及び / 又は異なる浄化材料、複数のメディア、又は単数のメディア（及び異なるこのような冷却した浄化エレメントの設定）に対して、浄化温度を設定することを可能にするために有用である。この冷却器は好ましくは浄化キャニスター又は容器及びその内容物を定められた浄化温度を、例えば熱電対又は他のフィードバックループを通じて、保持することができる。

【 0 0 4 4 】

前述の説明は本発明の原理を説明するにすぎないと考えられる。さらに、多くの改良及び変化は容易に当業者に思いつくので、本発明を上述したとおりの精密な本構成及びプロセスに限定することは望ましくない。従って、全ての好適な改善及び均等物は以下の請求項によって定義される発明の範囲に含まれるように、再構築されてもよい。例えば、本考察は冷却した浄化メディアによる物理吸着を増進することによって可能な効率の増加を強調しているが、冷却した又は低温の浄化器のコンセプトは他の不純物除去機構にも適用可能であり、これは化学的吸着、不可逆反応、沈殿、凝縮、濾過、及び / 又はこれらの機構の組合せを含むが、これらに限定はされない。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 4 5 】

【 図 1 】 浄化器のキャニスター及びその内容物、例えば浄化物質及びメカニカルフィルター又はそれに類する物、の温度を低下させるための冷却器を含む本発明の浄化システム又は装置の概略図。

【 0 0 4 6 】

【 図 2 】 図 1 のものに類似するが、浄化ステージを冷却するために使用されるのと同じ装置又はシステムを用いて冷却が提供される予冷却ステージを有する、本発明による別の浄化システムの概略図。

【 0 0 4 7 】

【 図 3 】 浄化材料の浄化又は濾過温度を環境温度未満の望ましい点に維持するための冷却器の一実施態様を示す本発明による浄化システムの説明図。

【 0 0 4 8 】

【 図 4 】 特定の浄化メディアの温度依存性を説明するグラフ。

【 0 0 4 9 】

【 図 5 】 環境温度での及び低減した若しくは低い浄化温度での浄化メディアを用いた又は冷却トラップを用いた H C 1 ガスからの水分除去に関する試験結果の説明図。

【 図 6 】 環境温度での及び低減した若しくは低い浄化温度での浄化メディアを用いた又は

冷却トラップを用いたHClガスからの水分除去に関する試験結果の説明図。

【0050】

【図7】本願発明による低温浄化器を含む半導体製造システムの説明図。

【0051】

【図8】図7で示されたものに類似するが、付加的な浄化器を有さずかつ低温浄化器の上流側の予冷却器及び低温浄化器の下流側の加熱器を含む別の半導体製造システムの説明図。

【図1】

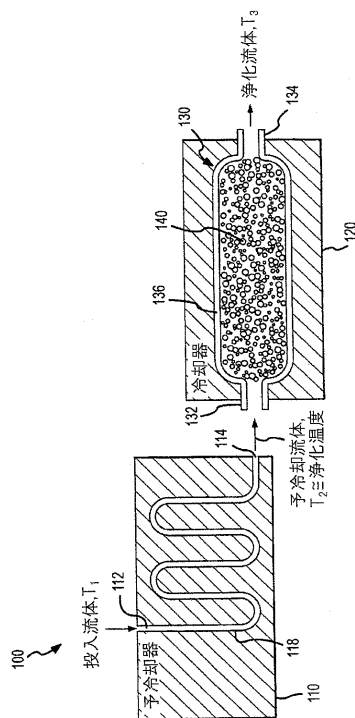


FIG.1

【図2】

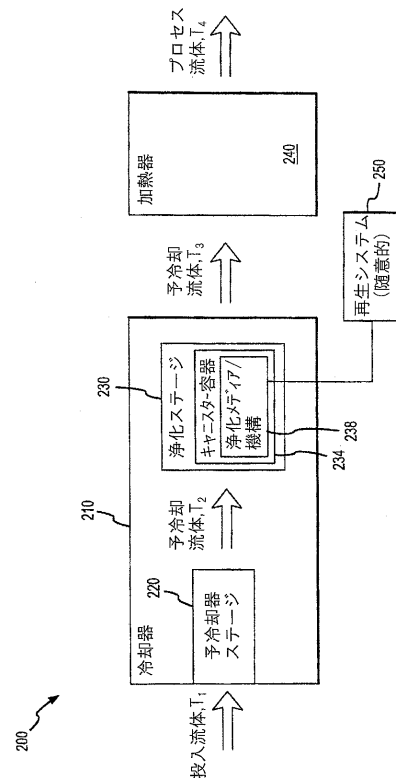


FIG.2

【図 3】

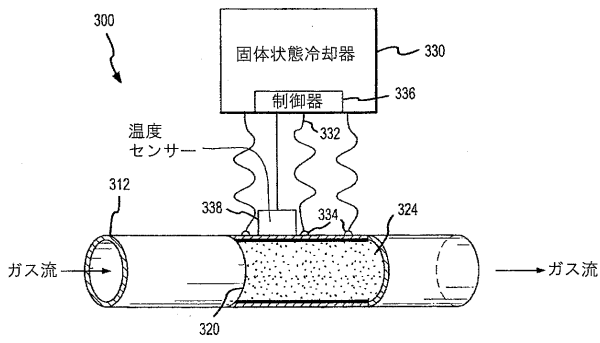


FIG.3

【図 4】

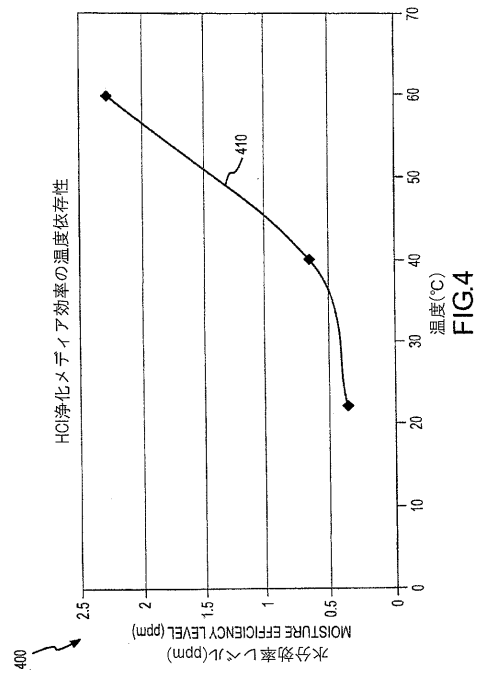


FIG.4

【図 5】

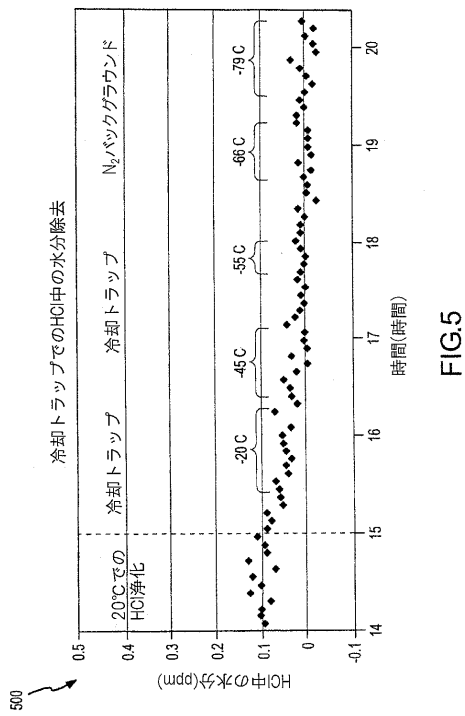


FIG.5

【図 6】

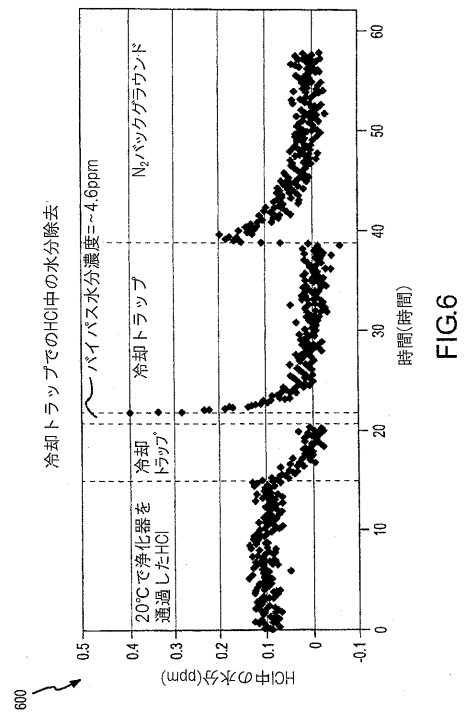


FIG.6

【図 7】

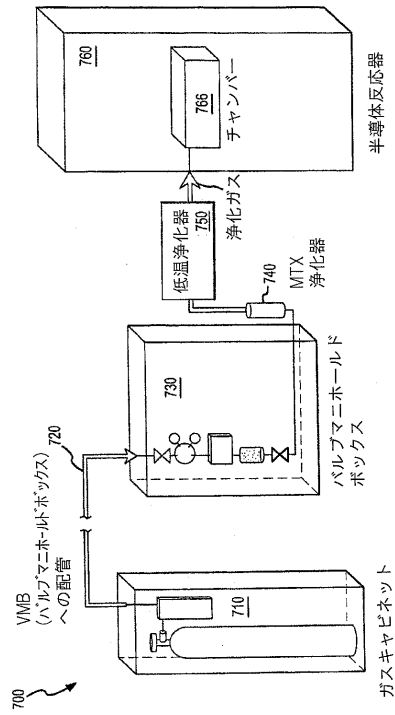


FIG.7

【図 8】

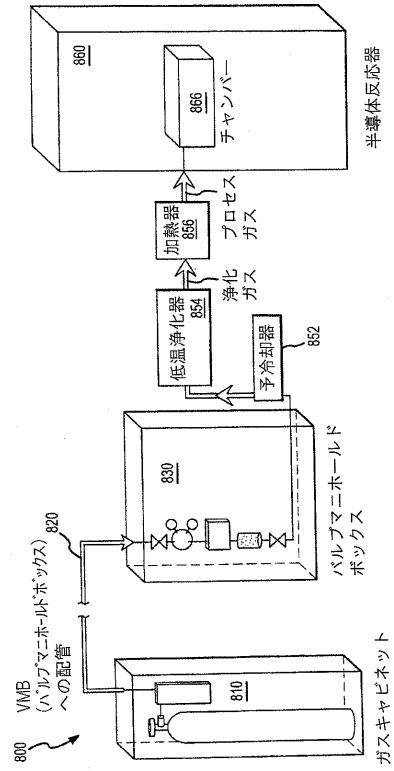


FIG.8

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/US05/38222																											
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER IPC: B01D 53/02(2006.01) USPC: 95/114;96/108,153 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) U.S.: 95/90, 106, 114, 115; 96/108, 126, 153 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 practicable, search terms used) Please See Continuation Sheet																													
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT <table border="1"> <thead> <tr> <th>Category *</th> <th>Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th>Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>US 2004/0069144 A1 (WEGENG et al) 15 April 2004 (15.04.2004), paragraphs 38, 49, 76, 81, 83, 97, 111</td> <td>1-6, 9, 10, 12, 15</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>US 2001/0022135 A1 (MURAI) 20 September 2001 (20.09.2001), figures, paragraphs 51, 58, 59, 63, 69, 95</td> <td>1-8, 10, 15-17, 19, 20, 22, 23, 24</td> </tr> <tr> <td>—</td> <td></td> <td>21</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>US 2002/0178923 A1 (KISHOVICH et al) 05 December 2002 (05.12.2002), figures 6, 7, paragraphs 48-50, 55-58, 61, 62, 65</td> <td>1-6, 9, 10, 12, 13, 15</td> </tr> <tr> <td>—</td> <td></td> <td>21</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>US 6,491,884 B1 (FALLER et al) 10 December 2002 (10.12.2002), figure 3, col. 4, lines 22-41, col. 6, lines 30-62, col. 9, lines 53-65</td> <td>1-6, 10-15</td> </tr> </tbody> </table>			Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	X	US 2004/0069144 A1 (WEGENG et al) 15 April 2004 (15.04.2004), paragraphs 38, 49, 76, 81, 83, 97, 111	1-6, 9, 10, 12, 15	X	US 2001/0022135 A1 (MURAI) 20 September 2001 (20.09.2001), figures, paragraphs 51, 58, 59, 63, 69, 95	1-8, 10, 15-17, 19, 20, 22, 23, 24	—		21	Y			X	US 2002/0178923 A1 (KISHOVICH et al) 05 December 2002 (05.12.2002), figures 6, 7, paragraphs 48-50, 55-58, 61, 62, 65	1-6, 9, 10, 12, 13, 15	—		21	Y			X	US 6,491,884 B1 (FALLER et al) 10 December 2002 (10.12.2002), figure 3, col. 4, lines 22-41, col. 6, lines 30-62, col. 9, lines 53-65	1-6, 10-15
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.																											
X	US 2004/0069144 A1 (WEGENG et al) 15 April 2004 (15.04.2004), paragraphs 38, 49, 76, 81, 83, 97, 111	1-6, 9, 10, 12, 15																											
X	US 2001/0022135 A1 (MURAI) 20 September 2001 (20.09.2001), figures, paragraphs 51, 58, 59, 63, 69, 95	1-8, 10, 15-17, 19, 20, 22, 23, 24																											
—		21																											
Y																													
X	US 2002/0178923 A1 (KISHOVICH et al) 05 December 2002 (05.12.2002), figures 6, 7, paragraphs 48-50, 55-58, 61, 62, 65	1-6, 9, 10, 12, 13, 15																											
—		21																											
Y																													
X	US 6,491,884 B1 (FALLER et al) 10 December 2002 (10.12.2002), figure 3, col. 4, lines 22-41, col. 6, lines 30-62, col. 9, lines 53-65	1-6, 10-15																											
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.																													
* Special categories of cited documents: <table border="1"> <tbody> <tr> <td>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"B" earlier application or patent published on or after the international filing date</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"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)</td> <td>"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</td> </tr> <tr> <td>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</td> <td>"&" document member of the same patent family</td> </tr> <tr> <td>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>			"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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	"B" earlier application or patent published on or after the international filing date	"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	"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)	"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	"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family	"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed																		
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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																												
"B" earlier application or patent published on or after the international filing date	"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																												
"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)	"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																												
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	"&" document member of the same patent family																												
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed																													
Date of the actual completion of the international search 03 May 2006 (03.05.2006)		Date of mailing of the international search report 17 MAY 2006																											
Name and mailing address of the ISA/US Mail Stop PCT, Attn: ISA/US Commissioner for Patents P.O. Box 1450 Alexandria, Virginia 22313-1450 Facsimile No. (571) 273-3201		Authorized officer Frank M. Lawrence <i>[Signature]</i> Telephone No. 571-272-0987																											

フロントページの続き

(51)Int.Cl.	F I		テーマコード (参考)
B 0 1 J 20/10 (2006.01)	B 0 1 J	20/04	A
B 0 1 J 20/18 (2006.01)	B 0 1 J	20/08	A
B 0 1 J 20/20 (2006.01)	B 0 1 J	20/10	A
	B 0 1 J	20/18	B
	B 0 1 J	20/20	B
	B 0 1 J	20/20	D

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 ビニンスキー , ジョセフ ブイ .
 アメリカ合衆国 , コロラド 8 0 5 0 1 , ロングモント , レフトハンド サークル 1 8 6 1
 (72)発明者 トレス , ロバート , ジュニア
 アメリカ合衆国 , コロラド 8 0 5 0 1 , ロングモント , レフトハンド サークル 1 8 6 1
 (72)発明者 ホウルディング , パーヅニア エイチ .
 アメリカ合衆国 , コロラド 8 0 5 0 1 , ロングモント , レフトハンド サークル 1 8 6 1
 (72)発明者 スパイサー , ハロルド
 アメリカ合衆国 , コロラド 8 0 5 0 1 , ロングモント , レフトハンド サークル 1 8 6 1
 Fターム(参考) 4D012 BA01 BA02 CA01 CA20 CB05 CE01 CE03 CF04 CF08 CG01
 CG03
 4G066 AA02B AA04B AA20B AA22B AA61B CA21 CA22 CA23 CA24 CA31
 CA32 CA35 CA43 CA51 CA56 DA05