

公告本

申請日期	90 9 4
案 號	90121858
類 別	B01D 57/2

A4
C4

503123

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

一、發明 名稱	中 文	壓縮貯氣瓶之電漿乾燥及鈍化
	英 文	PLASMA DRYING AND PASSIVATION OF COMPRESSED GAS CYLINDERS
二、發明 人	姓 名	1.法蘭克 耶森 FRANK JANSEN 2.理察 A. 赫格里 RICHARD A. HOGLE 3.理察 A. 帕賽 RICHARD A. PACIEJ 4.艾德華 費德里克 伊瑟 EDWARD FREDERICK EZELL
	國 籍	1.荷蘭 2.-4.皆美國
	住、居所	1.美國加州聖荷西市貴族道1077號 2.美國加州洋邊市梅里克巷4654號 3.美國紐澤西州葛拉史東市河邊道7號 4.美國紐澤西州沃倫市梭邁路51號
三、申請人	姓 名 (名稱)	美商BOC集團公司 THE BOC GROUP, INC.
	國 籍	美國
	住、居所 (事務所)	美國紐澤西州莫瑞山新恩賜市高山大道575號
	代 表 人 姓 名	賴瑞·爾·卡西特 LARRY R. CASSETT

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

裝
訂
線

申請日期	
案 號	
類 別	

A4
C4

(以上各欄由本局填註)

發 明 型 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	
	英 文	
二、發明 創作人	姓 名	5.亞伯拉罕 貝戩 ABRAHAM I. BELKIND 6.保羅 艾倫 史塔克曼 PAUL ALAN STOCKMAN 7.肯尼士 威廉 克魯斯 KENNETH WILLIAM CROSS 8.羅伊 艾德恩 德克斯史塔德 ROY EDWIN DOXSTADER
	國 籍	5.-8.皆美國
	住、居所	5.美國紐澤西州北波蘭市馬汀斯路184號 6.美國紐澤西州奈薩尼克市費倫廣場3號 7.美國加州卡地夫市卡米尼圖路1220號 8.美國加州洋邊市維斯塔路4046號
三、申請人	姓 名 (名稱)	
	國 籍	
	住、居所 (事務所)	
	代 表 人 姓 名	

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：	A6
大類：	B6
IPC分類：	

本案已向：

國(地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， 有 無主張優先權

美國 2000年09月08日 09/657,957 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

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明(1)

發明領域

本發明提供一種使用一清潔氣體及一粉末供應源在貯氣瓶中產生一電漿以清潔及鈍化一壓縮貯氣瓶之方法。

發明背景

氣體的清淨標準近年來持續提高，電子業使用的氣體尤其如此，這些氣體的輸送系統主要係為貯氣瓶，且重點主要在於貯氣瓶的清淨及製備。

清淨的電子氣體之主要污染源係為濕氣污染，在真空中採用貯氣瓶焙除(bake-out)來移除殘留的水，且目前這是本清淨程序採用之最後清淨步驟。以焙除將水移除至極低的水蒸氣壓需耗費長時間，通常為2至3小時。因為較高濃度的水將需要較高溫之更長的焙除時間，所以這將增加貯氣瓶的清淨費用。

在焙除步驟之後進行後處理清淨，通常藉由一反應性氣體將貯氣瓶內表面予以鈍化，並且亦會增加清淨及製備所使用的貯氣瓶之費用。

本發明人已發現：若使用貯氣瓶內產生之一電漿將可改善濕氣移除，以一惰性氣體回充將可免除額外的處理，並可幫助降低電子氣體業所用的貯氣瓶在清淨及製備上的損失。

發明概論

本發明提供一種壓縮貯氣瓶之電漿乾燥及鈍化之方法，壓縮貯氣瓶已經排出適當的氣體。此方法包含將一電漿氣體施加至所清淨的貯氣瓶內部，並在足以清淨及/或鈍化貯

(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)

氣瓶內表面之一段時間將一電流施加至氣體。此方法進一步包含以下步驟：將空的貯氣瓶連接至一凸緣，此凸緣具有一中心開口以讓一金屬管插過凸緣進入貯氣瓶內；將一真空源連接至凸緣；將一電漿氣體源附接至金屬管；將一正極插過該金屬管並將一電源供應器連接至正極；使電漿氣體流開始進入貯氣瓶內並將電流施加至正極；此氣體流及電流持續到貯氣瓶不具有濕氣為止。

此方法可提供優於習知的乾燥貯氣瓶焙除方法之優點，因為貯氣瓶表面上的電漿濃度，此方法不同於加熱貯氣瓶體積之方式而是一種更有效率的方法。可藉由譬如氫等轟擊分子或譬如以氫利用化學反應來移除表面上的氧化物，藉以將額外能源供應至表面。無法利用焙除方法產生此種化學作用。

利用DC或AC型電漿方法，特製的電漿經設計可移除特定的雜質，而與僅可移除揮發性雜質之焙除方法不同。譬如，可藉由氧電漿移除有機物，氫或氟電漿可移除氧。並且，可利用焙除方法無法達成之方式將金屬表面濺擊除去而露出一新的金屬表面。

可藉由下述方式達成更佳效率：一電漿系統可在1托耳左右操作，焙除期間的真空程度需為 10^{-4} 托耳的數量級以移除濕氣。從頂部往底部通過貯氣瓶之高純度氣體穩流將可從貯氣瓶有效地掃除雜質並加快清潔過程。

圖式簡單說明

圖1代表電漿氣體方法之概況圖。

五、發明說明(3)

圖2為一貯氣瓶的電漿處理以及一貯氣瓶的焙除處理所出現的水量 vs. 時間之圖表。

較佳實施例的詳細描述

進一步詳細描述一種電漿處理系統1，一泵包裝10經由一閥11連接至一管12，此管連接至控制閥20。此控制閥的尺寸適合操作此方法所產生的流率及壓力，控制閥20附接至管21，此管21將凸緣22連接至一個四向十字頭23。

待乾燥及/或鈍化之貯氣瓶70係經由一凸緣總成80連接至四向十字頭總成23。當凸緣接合至貯氣瓶時，可在貯氣瓶上抽取真空。通常採用10托耳至約0.1托耳範圍的真空以乾燥及鈍化貯氣瓶。

將一正極60引導通過真空饋送通過凸緣24並通過凸緣總成80而進入貯氣瓶70。一絕緣體50在四向十字頭總成23內包圍住正極，而不使電漿能量在四向閥總成內釋放。

真空饋送通過部30及31係附接至正極60以使正極與整體電漿處理系統及氣體饋送管33電性絕緣。可為AC或DC式的電漿電源供應器90係在91連接至正極、並在92連接至四向十字頭總成。可藉由一夾固裝置或將電力導線焊接至個別連接點以達成連接。

饋送管33於配件32處連接至正極，饋送管33進一步連接至一閥40，此閥40經由管線41連接至氣體供應質量流控制器(MFC)42。饋送管33亦連接至歧管43，歧管43連接至管44，管44進一步經由閥46連接通過管線47前往氣體供應MFC48。數個其他饋送氣體供應管線可以類似方式連接

五、發明說明(4)

至此歧管，貯氣瓶通常包含選自包括下列各物之群組之一氣體：氫、氮、氫、氮、氧、氬、氫或其混合物。可作為電漿氣體之氣體包括但不限於：氧、溴化氫、溴、氯、 ClF_3 、三氟化氮、氟氣烷、六氟化硫、 BCl_3 、 HCl 及其混合物。

在系統中建立一真空並使電漿氣體流入貯氣瓶中以操作電漿處理系統，然後將電力供應至正極並在貯氣瓶中產生一電漿。電漿可受到控制以提供多種狀況。譬如，可採用氫並生成濺擊狀況，故以惰性原子轟擊貯氣瓶清除特定雜質。亦可產生其他狀況，其中藉由導入 NF_3 、溴化氫、溴、氯、 BCl_3 或其他反應性氣體將貯氣瓶表面進行化學修改，將貯氣瓶表面化學轉換成一種適合隨後將氣體放在貯氣瓶中之化學狀況。通常，這些氣體進入管中心之流率大約介於0.5至5.0標準升/分鐘(slm)的範圍。

上述方法之一項實施例中，採用一光纖探針100觀察來自貯氣瓶中之電漿發射，可利用光譜分析儀110分析此發射的光譜以尋找濕氣以及電漿方法期間所產生之其他氣體的出現，並監測貯氣瓶的鈍化及/或乾燥之進展。依據光譜分析儀的資料，一旦達成特定條件，則中斷此電漿方法。

此方法的實行方法中，此方法的低壓排氣在前往泵送系統之前係通過FT-IR、濕氣分析儀、雷射振鈴分析儀、可調式二極體雷射分析儀、殘留氣體分析儀(RGA)、腔內雷射分析儀或其他分譜分析儀。並依據此光譜資訊來決定乾燥及/

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

特

訂

線

五、發明說明 (5)

或鈍化方法的進展及完成與否。

利用氫藉由電漿方法進行一實驗以從貯氣瓶移除濕氣，使400公撮的氫通過此系統，且真空泵在貯氣瓶中建立1托耳的壓力。利用具有2.5安培與250伏特設定值之一DC電漿電源供應器打擊電漿，電漿方法在貯氣瓶上運作大約2小時。

一旦完成電漿之後，以1升每分鐘的速率將貯氣瓶充填高純度的氮氣。使用一大氣壓離子化質量光譜計(APIMS)量測來自貯氣瓶的濕度值。比較時，利用一輪機分子真空泵及一加熱毯以130°F溫度與 10^{-6} 托耳壓力焙除一貯氣瓶，並以APIMS檢查通過貯氣瓶之乾燥 N_2 的濕度值。

下文概略列出對於電漿清潔及焙除清潔所採用之貯氣瓶清潔及測試標準，標有“a”的步驟針對電漿，標有“b”的電漿則針對焙除。

1. 以2標準升/分鐘(slm)的 N_2 將貯氣瓶乾燥至10ppb
2. 藉由一根部鼓風機以2m托耳短暫地抽排15秒
3. 以濕 N_2 (露點3.4C=7700 ppm H_2O)充填至800托耳並靜置1小時
4. 短暫地抽排
- 5a. 用氫以200sccm充填並保持1托耳
- 5b. 將泵送方式切換成輪機泵
- 6a. 電漿處理2小時
- 6b. 加熱至110°C並保持2小時
- 7a. 短暫地抽排

五、發明說明 (6)

- 7b. 將泵送方式切換成根部鼓風機
8. 以乾燥 N_2 充填至800托耳
9. 短暫地抽排
10. 以乾燥 N_2 充填至900托耳
11. 保持900托耳及2標準升/分鐘(slm)的 N_2 流並以APIMS分析。

圖2顯示在電漿處理之後離開貯氣瓶之濕度係比焙除處理明顯更低。如圖2所示，離開電漿方法所處理的貯氣瓶之濕含量係小於離開焙除貯氣瓶之總濕含量的十分之一。焙除曲線亦遠比電漿方法更陡峭，表示電漿方法所處理之貯氣瓶中將遠為較快地耗盡殘留的濕氣。

依據兩方法之處理時間，電漿方法產生一大幅較低的濕度值，可預期：相較於焙除方法，使用電漿方法在較短時間即足以移除相當大的濕度值。

一旦電漿方法完成之後，系統回充有一極乾的惰性氣體以確保經修改的化學作用不會受到導入空氣所影響。可能藉由數種裝置將閥插入頸部中，一手套箱可附接至系統而得以在惰性環境中將閥插入。可使用位於真空系統內之一機械式操縱器將閥插入，及/或可沿著貯氣瓶出口建立惰性氣體環境故可從外部插入一閥，並同時保持貯氣瓶內容物的純度。一旦插入一閥之後，可用標準裝置上緊並進行標準的洩漏測試程序，隨後完全移除貯氣瓶並已準備就緒可充填一種適當的氣體。

雖然已經參照特定實施例來描述本發明，熟悉此技藝者

五、發明說明 (7)

91年7月17日 修正
補充

顯然瞭解本發明的多種其他形式及修改，應將申請專利範圍及本發明視為涵蓋了本發明真實精神與範圍內之所有此等明顯的形式及修改。

元件符號簡要說明

1	電漿處理系統	43	歧管
10	泵包裝	44	管
11	閥	46	閥
12	管	47	管線
20	控制閥	48	氣體供應MFC
21	管	50	絕緣體
22	凸緣	60	正極
23	四向十字頭(總成)	70	貯氣瓶
24	真空饋送通過凸緣	80	凸緣總成
30, 31	真空饋送通過部	90	電漿電源供應器
32	配件	91	正極
33	氣體饋送管	92	四向十字頭總成
40	閥	100	光纖探針
41	管線	110	光譜分析儀
42	質量流控制器 (MFC)		

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 壓縮貯氣瓶之電漿乾燥及鈍化)

本案揭露一種壓縮貯氣瓶之電漿乾燥及鈍化之方法，將譬如氬或氦等電漿氣體以次大氣壓添加至空的貯氣瓶，並經由一正極將電流施加至氣體，電流運作的時間足以乾燥及/或鈍化貯氣瓶內表面。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

英文發明摘要 (發明之名稱： PLASMA DRYING AND PASSIVATION OF COMPRESSED GAS CYLINDERS)

A process for plasma drying and passivating compressed gas cylinders is disclosed. Plasma gas such as argon or helium is added at sub-atmospheric pressure to the empty cylinder and current is applied to the gas via an anode electrode. The current is run for a time sufficient to dry and/or passivate the internal surface of the cylinder.

六、申請專利範圍

91. 7. 17 修正
年 月 日
補充

1. 一種用於乾燥一壓縮貯氣瓶之方法，其包含將一氣體導入該貯氣瓶內並將一電流施加至該氣體，藉以於一段足以從該貯氣瓶移除任何濕氣之時間中在該貯氣瓶中生成一電漿。
2. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該氣體選自包括下列各物之群組：氫、氮、氫、氬、氧、氖、氫或其混合物。
3. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該電流為交流式或直流式。
4. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該貯氣瓶處於真空。
5. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該氣體的流率為大約0.5標準升/分鐘(slm)至大約5.0標準升/分鐘(slm)的範圍。
6. 如申請專利範圍第1項之方法，其中該貯氣瓶在移除濕氣之後係回充有一種惰性氣體。
7. 如申請專利範圍第1項之方法，其進一步包含鈍化該貯氣瓶的內表面。
8. 如申請專利範圍第7項之方法，其中藉由選自包括下列各物之群組之一種氣體進行鈍化：氧、溴化氫、溴、氯、 ClF_3 、三氟化氮、氟氯烷、六氟化硫、 BCl_3 、 HCl 或其混合物。
9. 如申請專利範圍第1項之方法，其進一步包含濺擊該貯氣瓶的內表面。
10. 一種鈍化一壓縮貯氣瓶之方法，其包含以下步驟：

六、申請專利範圍

- a) 將該貯氣瓶連接至具有一中心開口之一凸緣；
 - b) 將一金屬管插過該中央開口並進入該貯氣瓶內；
 - c) 將一真空源連接至該凸緣；
 - d) 將一正極插過該金屬管；
 - e) 將一電源供應器連接至該正極；
 - f) 使一氣體流開始通過該金屬管並進入該貯氣瓶內；
 - g) 將電流施加至該正極，以一段足以鈍化該貯氣瓶的時間中在該貯氣瓶中生成一電漿。
11. 如申請專利範圍第10項之方法，其中該真空源對於該貯氣瓶提供大約10托耳至大約0.1托耳的真空。
 12. 如申請專利範圍第10項之方法，其中該氣體選自包括下列各物之群組：氫、氮、氧、氫、氧、溴化氫、溴、氯、 ClF_3 、三氟化氮、氟氯烷、六氟化硫、 BCl_3 、氬、氫、 HCl 及其組合物。
 13. 如申請專利範圍第10項之方法，其中該電流為交流式或直流式。
 14. 如申請專利範圍第10項之方法，其中該氣體的流率為大約0.5 標準升/分鐘(slm)至大約5.0標準升/分鐘(slm)的範圍。

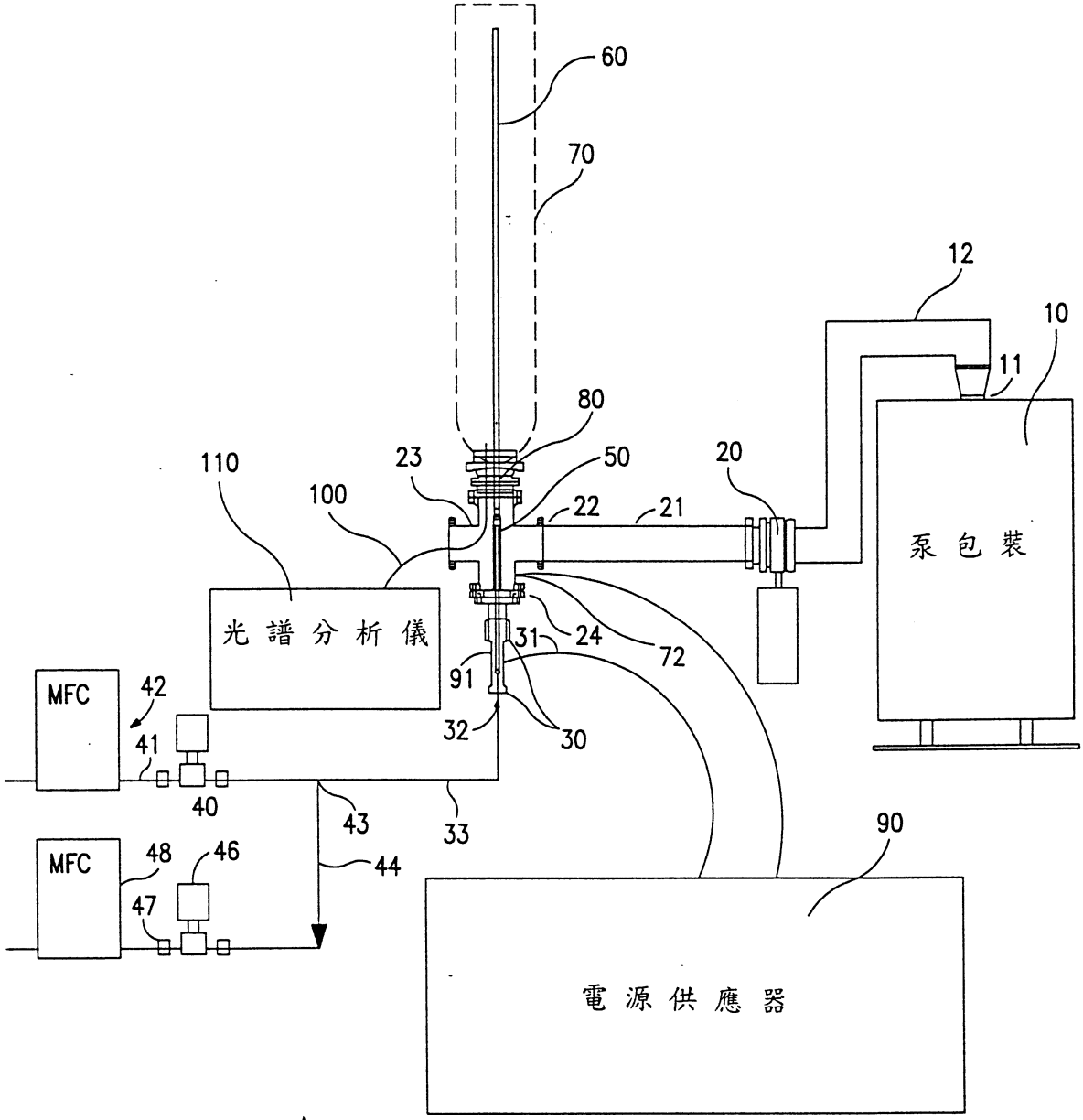


圖 1

焙除 V.S. 電漿處理：
[H₂O] 所測量出的後處理

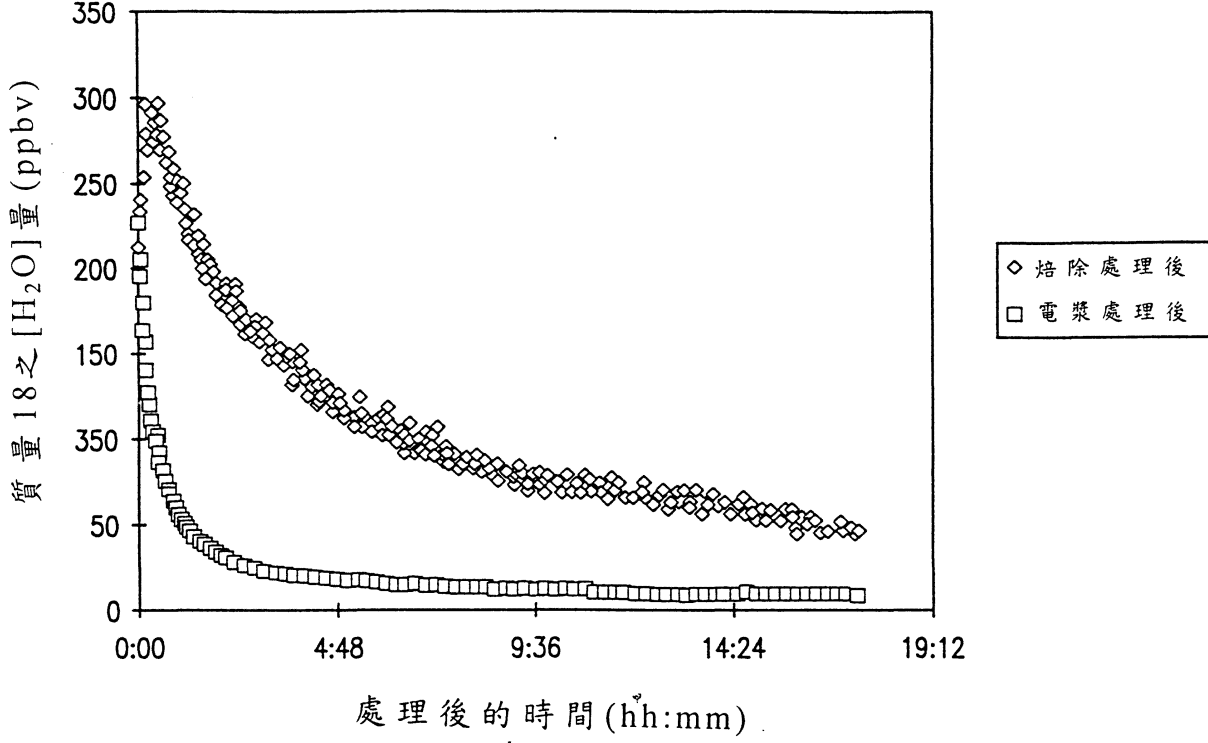


圖 2