

(由本局填寫)

承辦人代碼：
大類：
IPC分類：

A6  
B6

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12月14日 09/735,802 有主張優先權

有關微生物已寄存於: , 寄存日期: , 寄存號碼:

(請先閱讀  
圖之注意事項再填寫本頁各欄)

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

本發明係關於氣體的淨化，特別是關於使用吸附及蒸發技術自不純淨的半導體氣體形式製造出純淨的半導體氣體之方法。

### 背景技藝

在製造半導體晶片期間，於氮化物薄膜的化學汽相沈積 ( CVD ) 當中係使用氮作為原始氣體。典型的氮化物是氮化矽及氮化鈦，前者由矽烷及氮的反應做成，後者由四氮化鈦及氮的反應做成。氮筒體中若有十億分之 ( ppb ) 一至三千的水蒸汽量存在將減低氮化物層的性能。近來，新的氮化鎵 CVD 技術已顯示出在原始氮中需要比矽及氮化鈦技術甚至更低的水分量。水分量必須被降至低於十億分之 ( ppb ) 200 以避免性能問題。

通常裝在筒體提供給電子業客戶的氮為低於百萬分之 ( ppm ) 3 的水分規格。此“高的”水分值事實上是由於過去的分析技術的限制，而非實際可達成的水準。因為此限制，故無法精確地證明淨化成果。

為了達到 3 ppm 或更低的水分，原始筒體中之較高水分含量的氮被轉填充成汽相至指定的筒體。此種處理被發現足以去除水分量至低於 3 ppm 規格，然而卻發現單純的汽相轉填充無法達到 ppb 的水分量。

在工業上使用成排淨化器的有利點是可用於保證低於 3 ppm 的水分量。此種淨化器使用鋰基樹脂去除氮的水分

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明( 2 )

，或使用銻鐵催化劑去除水分。近來分析技術已指出這些淨化器將水分去除至 ppb 量。這些淨化器很貴（3 至 5 千元）且水分容量有限。他們無法再生且耗盡時必須更換。因為這些限制，使用成排淨化器無法適用於一天數千磅等級的大規模淨化。

因此，在本技藝中需要提供經濟的淨化半導體氣體至低水分量（低於大約 200 ppb）之方法。

### 發明概述

閱讀此明示後，對於精於本技藝之人士而言，本發明將達成的上述及其他目的是明顯的。本發明其中一個觀點是淨化不純淨的氣體，製造極高純度的氣體之方法，包含步驟如下：a ) 將不純淨的液化氣體通過第一個吸收機構，去除其中液相的雜質，製造第一個已淨化的流體；b ) 將第一個已淨化的流體通過蒸發機構，去除其中的雜質，製造第二個已淨化的氣體；及 c ) 將第二個已淨化的氣體通過第二個吸收機構，去除其中汽相的雜質，製造極高純度的氣體。

在本文中所使用的“雜質”一字意指被淨化的氣流中任何不想要的物質。雜質主要是水，但也包括其他揮發性的雜質，如二氧化碳、二氧化硫等，及蒸發過程中的微粒。

### 圖示簡單說明

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

### 五、發明說明 ( 3 )

精於本技藝之人士自接下來的較佳實施例之說明及附圖將聯想到其他的目的、特色、及優點，其中附圖為：

圖 1 為水分—氨蒸汽液體平衡之圖示；

圖 2 為轉填充過程期間，氣體及液體中水分量的變化之圖示；

圖 3 為氨淨化步驟之綱要表示法；

圖 4 為氨淨化的分批法系統之綱要圖；

圖 5 為氨淨化的連續過程系統之綱要圖。

#### 主要元件對照表

410	儲存槽
412	測量裝置
414	吸收床
416	微粒過濾器
418	槽
420	測量裝置
422	蒸發器系統
424	FTIR 水分分析
426	吸收床
428	筒體
430	FTIR 水分分析
510	槽
512	測量裝置
514	吸收床

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

裝

## 五、發明說明 ( 4 )

- 516 蒸餾系統
- 518 吸收床
- 520 槽
- 522 分析
- 524 水及金屬分析

### 詳細說明

本發明使用液相吸收，過濾，蒸發（或蒸餾）及汽相吸收的組合，製造少於 200 ppb 水分的氨。根據 99.9999999% 過濾功效，非揮發性殘餘物亦降至低於 1 ppb 的無法察覺的範圍。本發明的每一個部份都無法將氨淨化至低於 200 ppb 的水分。只有適當的組合及順序能製造低於 200 ppb 水分之想要的雜質減低。

所提議的新過程可製造低 ppb ( $< 200$  ppb) 水分量的氨。此低水分量經由 Praxair 所發展之新的傅立葉變換紅外線 (FTIR) 確認。因為使用市面上可取得的吸附劑取代淨化器，所以淨化每一磅的氨花費較少。然後無須使用昂貴的淨化器之下，將氨裝入筒體中。

有三種去除氨中水分的一般方法：1) 化學反應，2) 吸收，3) 物理方法如蒸發或蒸餾。

化學反應去除法的例子為使用氮化鎂與氨氣流中的水分起化學反應。此反應製造氫氧化鎂及更多的氨。氮化鎂等化學反應物非常貴，需花費每克一元的級數。每克氮化鎂與大約一克的水起化學反應。計算結果大約為自氨去除

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 5 )

的水每克一元。因為氮化鎂無法再生，此意謂使用於每天數千磅的氨之淨化過程是不經濟的。上述之鋰基樹脂淨化器為類似的例子。

吸收技術對水分去除是較有用的。藉由將液相通過設定好的 3A 分子篩可乾燥潮濕的氨。Praxair 所收集之實驗數據已顯示出經由將液相氨通過 3A 分子篩床可去除大約 90% 的水分。為了將非揮發性污染減至最低限度，必須在分子篩床的下游放置微粒過濾器。

物理方法對去除氨的水分亦是有效的。典型的 99.999% ( "5.0 級" ) 電子級的氨被證明符合 3 ppm 水分規格。根據描繪氨的水分之蒸汽—液體平衡，汽相中的 3 ppm 水分濃度對應於大於 500 ppm 的液相濃度。圖 1 為描繪水分—氨系統之蒸汽—液體平衡數據。數據指出大部分的水分存在於液相中。液相中的水分濃度大於汽相中的濃度大約為 2 至 3 的數值級。在過去此平衡優點藉由液相轉填充已被使用於去除水分至 3 ppm 規格量。平衡數據指出可達到更低的水分量。有一些實際上的問題將隨後討論之。

由此簡要的討論，似乎無論吸收或物理方法都可作為經濟的氨淨化過程的基礎。然而，吸收床的水分去除效能，物理方法的蒸汽液體平衡的限制，及水分與氨之間的化學平衡，以單一步驟運作會阻礙水分量減低至 200 ppb 以下。

被證明成功的途徑如下。首先，在 3A 分子篩上藉由

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 6 )

吸附盡可能地自氨液相去除水分。第二個步驟為利用適當的蒸汽—液體平衡的水分分配蒸發（或蒸餾）氨，按另外的 2 至 3 數值級降低水分濃度。最後的步驟為經由將液相通過另一個 3A 分子篩網自蒸發（或蒸餾）所獲得的汽相氨中去除任何化學上連結的水分。然後此極低水分含量的氨被凝結儲存或裝入筒體中。

### 液相吸收床詳述

將在液相中大約 600 ppmw（重量／重量）水分的氨通過 3A 分子篩床，降低水分含量至大約 40 至 60 ppmw，最好是大約 50 ppmw。將在液相中含有大約 130 至 170 ppmw，最好是大約 150 ppmw 的另一個氨樣品通過分子篩床，降低水分含量至大約 9 至 13 ppmw，最好是大約 11 ppmw。在兩個例子中，藉由將樣品通過床，大約自液相去除 90% 的水分。在水分去除期間，一些微粒自床通過。在床的下游配置微粒過濾器，發現對去除氨的非揮發性殘留物及金屬微粒到達有些 ppb 量是有效的。然而，低 ppm 範圍的水分量對現今氮化物應用仍不夠低。

### 蒸發／蒸餾詳述

根據圖示於圖 1 之蒸汽—液體平衡數據，藉由將氨自液相蒸發或蒸餾至汽相可進一步減低水分，有時為所知的“汽相轉填充”。小心的汽相轉填充可按兩數值級減低水分含量，即自 100 ppm 至低於 1 ppm。只有當轉填充的流率

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

檢

## 五、發明說明 ( 7 )

在無任何液體的氨沸騰之下完成，才能達成此淨化。若沸騰發生，所有液相的氨將只是單純的蒸發至汽相，則無法完成淨化。然而，若避免沸騰，則汽相轉填充將可使系統維持適當的蒸汽—液體平衡水分分配，製造兩數值級的水分濃度減低。

上述蒸發是有限制的。並非所有的氨都能被蒸發轉填充。根據原始筒體剩餘的氨之質量平衡，當氨蒸汽離開筒體時，液相的氨量將持續增加。為了說明此現象，將為建立指定液相水分濃度及被抽取蒸汽的氨系統之結果汽相水分濃度之間的關係發展電腦模型。使用圖示於圖 1 的蒸汽—液體平衡數據之轉填充期間，模型假設蒸發等溫。

圖 2 為說明在轉填充期間，根源筒體中液相及汽相的水分含量之模擬曲線圖。根據圖 2，自氨混和物的 100 ppm 液體水分開始，蒸發轉填充將大約低於 3 ppm 水分的汽相水分濃度前後一致地傳送直到已蒸發的氨的大約 75 %。在此點，原始液體氨的水分濃度增加至大於大約 500 ppm，而蒸汽濃度增加至大約大於 3 ppm。當轉填充的水分越多，最終產品氨將越多水分，這是不適當的狀況。

蒸汽轉填充也引起最終產品氨的金屬雜質減低。金屬雜質通常是非揮發性殘留物的形式，在蒸發步驟期間將不會被帶進汽相中。

建議蒸發機構可包含具有再沸騰爐的蒸餾床，或單一步驟蒸餾。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 8 )

### 汽相吸收床詳述

因為蒸汽氨的水分濃度仍是許多 ppm，可化學上與氨連結，所以必須採取另一個減低水分濃度步驟，確保最終產品氨是非常低的 ppb 水分量。此可藉由將氨蒸汽通過另一個分子篩床來達成。藉由通過 3A 分子篩床，大約 2 ppm 水分濃度的汽相氨可減低至低於大約 100 ppb。此時的氨已夠乾燥到足以執行氮化，並且可以凝結儲存於筒體中。

### 床條件詳述

3A 分子篩床的條件設定為諸如氮，氫，或氨等已被證明具有低於大約 10 ppb 水分濃度之極高純度的非活性氣體持續流量之下，在溫度 350°C 200 小時。此被認為是已設定好的床。需注意分子篩床的條件設定視若干參數而定，包括流率，床的污染量，床的條件設定過程中之條件設定持續時間及溫度。此種條件設定為精於本技藝之人士所週知。

### 較佳實施例

圖 3 提供最佳實施模式的綱要圖（流程圖）。此模型假設在具有大約 3 ppm 汽相水分規格的現今 5.0 級電子氨上施行淨化。根據圖 1 的數據，液相水分濃度將在大約 500 ppm 之上。第一個步驟為將液體氨通過 3A 分子篩床。此床將去除大約 90% 的水分含量，剩下大概 50 ppm。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明( 9 )

再一次根據圖 1，此液體氨的汽相水分濃度將低於大約 1 ppm。爲了確認水分量，將此產品的汽相作水分含量的分析，若低於大約 1 ppm，可准許通過下一個步驟。若汽相水分含量大於大約 1 ppm，必須再使床活性化，再次處理氨。爲了減低篩床的微粒污染，將液體氨通過 0.1 微米過濾器。下一個步驟爲施行汽相轉填充。根據圖示於圖 1 及圖 2 的數據，小心的汽相轉填充可將水分濃度減至低於 1 ppm。然後此蒸汽通過另一個 3A 分子篩床，將水分量減至 ppb 範圍。此蒸汽產品做金屬及水分的分析。若水分及金屬的量各自大於大約 0.2 ppm 及 0.1 ppm，則必須再使淨化床活性化及更換過濾器，必須再次處理氨。大約 75 % 的氨被蒸發後停止此程序。在此刻，液體氨的水分量爲幾千 ppm。汽相大約有 3 ppm。此種氨必須再回到程序的開始，進一步淨化。此程序保證水分有效的去除至幾近完全回收氨。因爲分子篩床可再生，所以處理吸附性物質的花費極小。

例一：

圖 4 爲說明此淨化方案應用之批次設備的例子。此設備包含兩個單元操作，第一爲液相轉填充，第二爲蒸汽轉填充系統。

在液體轉填充 1 系統中，未加工的氨儲存在儲存槽 410。經由使用機械幫浦，非活性氣體墊充，或藉由氨頭壓施行未加工產品的液體傳送。液體氨通過測量裝置 412

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 10)

進入吸收床 414，吸收床亦結合過濾器以攔截經過微粒過濾器 416 之微粒。床 414 為已設定好的 3A 分子篩床。諸如流量計等的測量裝置 420 用來計量液體的流量。已淨化的產品儲存於槽 418。然後分析產品以確保汽相的水分濃度在大約 1 ppm 之下。若水分濃度在大約 1 ppm 之上，吸收床 414 必須再生，再次處理氨。若汽相的水分濃度在大約 1 ppm 之下，則轉送氨至蒸發器系統 422。

以流量計 420 計量來自蒸發器的流量，確保汽相轉填充期間沒有氨的快速沸騰發生。若沸騰發生，將使已轉填充產品的水分濃度增加。然後氨蒸汽通過吸收床 426。床 426 是已設定好的 3A 分子篩床。產品作水分含量的分析。若水分濃度在大約 200 ppb 之上，吸收床必須再生，再次處理氨。若水分濃度在大約 200 之下，可凝結氨蒸汽進入筒體 428，或進入為之後筒體裝填的儲存槽中。可藉由冷卻螺管或冷卻接收容器來完成凝結。

例二：

使用吸收及蒸汽轉填充以達到低水分含量的方案可擴大至圖 5 所說明之連續的大規模系統。此設備包含蒸餾系統 516，及兩個吸收床 514 及 518。未加工的氨儲存於槽 510。經由使用機械幫浦，非活性氣體墊充，或藉由氨頭壓施行未加工產品的液體傳送。液體氨通過吸收床 514，吸收床 514 亦結合過濾器以攔截微粒。床 514 為已設定好的 3A 分子篩床。諸如流量計等的測量裝置 512 用來計量

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 11)

液體的流量。然後分析已淨化的產品以確保汽相的水分濃度在大約 1 ppm 之下。若水分濃度在大約 1 ppm 之上，吸收床 514 必須再生，再次處理氨。若汽相的水分濃度在大約 1 ppm 之下，則轉送氨至蒸餾系統 516。已淨化的液體氨被蒸發，一些蒸汽再一次凝結充當蒸發氨的洗滌流體。已淨化的氨產品在汽相中自蒸餾床的頂板去除。然後蒸汽產品通過吸收床 518 做最後的水分去除。床 518 為已設定好的 3A 分子篩床。最後已淨化的氨收集在槽 520。

### 主要程序參數概述 (圖 4 及圖 5)

使用液相吸附步驟去除起始氨大約 90% 的水分含量至低於 50 ppm 的量。這是一個重要的參數，因為此項減低對蒸發 (或蒸餾) 步驟的正確運轉是不可或缺的。如同先前討論的，若液相中的水大於大約 500 ppm，則蒸發無法製造低於 3 ppm 的水分濃度。此接著將影響汽相吸附步驟，使其無法製造低於 200 ppb 水分的氨。另一個重要的參數為液相過濾。此步驟去除液體氨的非揮發性固體至低於大約 1 ppb。

整個淨化方案可擴大至微電子學產業或關於此的任何其他產業所使用的其他氣體。有兩個基本的必要條件。第一為有影響的雜質必須與被淨化產品的液相具有比汽相較大的化合力。第二為有影響的雜質必須與吸附性物質具有比被淨化產品的液相或汽相較大的化合力。特有的例子包括氯化氫，溴化氫，氯及氨。在這些例子中，有影響的雜

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 五、發明說明 ( 12)

質是水，但是可概括符合上述兩個基本必要條件之一些其他雜質。

此外，在方案本身吾人也可考慮在吸收床中使用其他的吸附劑之選擇性。最好的實施模式是使用 3A 分子篩作為吸附性材料。其他可能的吸附劑包括其他分子篩（5A, 4A, 13X, 及 AW500）。5A 分子篩施行起來沒有 3A 分子篩好。然而，5A 篩卻可去除一些水分。因此，所有的篩都可以是吸附劑的另一種選擇性。其他的選擇性吸附劑包括已調節好的矽膠及活性礬土（氧化鋁）。活性碳也是另一種選擇，適於充當雜質及水分的吸附劑。

第二個必須考慮的其他選擇為使用非活性墊充氣體或頭壓做為機械幫浦的代用品。最好的實施模式是幫浦，因為可用相當低的花費達到最好的流量控制。然而，可使用如氫，氫，氮等非活性墊充氣體在系統中製造額外的壓力，移去經由吸收床的液體氮。最後，藉由加熱提高未加工氮的汽壓，可製造額外的頭壓。此額外的壓力可用來移去經由吸收床的液體氮。

為了方便起見，只在一個或數個圖式中說明本發明的特點，一個或數個特點可與根據本發明的其他特點結合。精於本技藝之人士將知道其他實施例，應包括在申請專利範圍中。

## 四、中文發明摘要(發明之名稱： 半導體氣體之淨化方法 )

本發明係關於將不純淨的氣體淨化，以生產極高純度的氣體之方法，包含以下步驟：a) 將不純淨的液化氣體通過第一個吸附機構，去除其中液相的雜質，產生第一個已淨化的流體；b) 將第一個已淨化的流體通過蒸發機構，去除其中的雜質，產生第二個已淨化的氣體；及c) 將第二個已淨化的氣體通過第二個吸附機構，去除其中汽相的雜質以產生該極高純度的氣體。

(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： )

METHOD FOR PURIFYING SEMICONDUCTOR GASES

This invention is directed a method for purifying an impure gas to produce an ultra-high purity gas comprising the steps of a) passing the impure liquefied gas through a first absorption means to remove impurities from the liquid phase therein to produce a first purified fluid; b) passing the first purified fluid through an evaporation means to remove impurities therein to produce a second purified gas; and c) passing the second purified gas through a second absorption means to remove impurities from the vapor phase therein to produce the ultra-high purity gas.

公告本

附件 1：第 90130803 號專利申請案中文說明書替換本  
(含申請專利範圍及圖式) 民國 92 年 8 月 13 日呈

申請日期	90 年 12 月 12 日	替換本 年 月 日
案 號	90130803	
類 別	B01D53/04, ColC1/02, B01D53/06	

A4  
C4

(以上各欄由本局填註)

583015

## 發 明 專 利 說 明 書

一、發明 名稱	中 文	半導體氣體之淨化方法
	英 文	Method for purifying semiconductor gases
二、發明 創作人	姓 名	(1) 莎特莉亞·莎琳 Salim, Sateria (2) 奧瑟·荷馬 Holmer, Arthur Edward (3) 羅諾德·休斯貝里 Shrewsbury, Ronald William
	國 籍	(1) 美國加州聖荷西牧草峰廣場一五六四號 1564 Meadow Ridge Circle, San Jose, CA 95131, U.S.A.
	住、居所	(2) 美國紐約州連瑟列維水晶湖路三十二號 32 Crystal Lake Road, Rensselaerville, NY 12147, U.S.A.  (3) 美國紐約州東阿模斯特彎河廣場五八八六號 5886 Bent Brook Court, East Amherst, NY 14051, U.S.A.
三、申請人	姓 名 (名稱)	(1) 普雷瑟科技股份有限公司 Praxair Technology, Inc.
	國 籍	(1) 美國
	住、居所 (事務所)	(1) 美國康乃狄克州丹柏立舊里治堡路三十九號 39 Old Ridgebury Road, Danbury, CT 06810- 5113, U.S.A.
	代 表 人 姓 名	(1) 瓊安·耶兒莎 Jelsa, Joann M.

裝 訂 線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製



92. 8. 13  
年 月 日

A8  
B8  
C8  
D8

## 六、申請專利範圍 1

1. 一種將不純淨半導體氣體淨化以製造極高純度氣體之方法，包含如下步驟：

a. 將不純淨的液化氣體通過第一吸附機構，去除其中液相的雜質，製造第一已淨化的流體；

b. 將該第一已淨化的流體通過蒸發機構，去除其中的雜質，製造第二已淨化的氣體；及

c. 將該第二已淨化的氣體通過第二吸附機構，去除其中汽相的雜質，製造該極高純度的氣體。

2. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該第一吸附機構包含第一分子篩。

3. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該蒸發機構包含蒸餾。

4. 根據申請專利範圍第 1 項之方法，其中該半導體氣體包含氮，氦，氬，及氫。

5. 一種將不純淨的氮淨化以製造極高純度的氮之方法，包含如下步驟：

a. 將不純淨的液化氮通過分子篩，去除其中液相的雜質，製造第一已淨化的氮流體；

b. 將該第一已淨化的氮流體通過蒸發機構，去除其中的雜質，製造第二已淨化的氮氣體；及

c. 將該第二已淨化的氮氣體通過另一個分子篩，去除其中汽相的雜質，製造極高純度的氮。

6. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該蒸發機構包含蒸餾。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

## 六、申請專利範圍 2

7. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該蒸發機構包含具有再沸騰爐之蒸餾床。

8. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該蒸發機構包含單一步驟蒸餾。

9. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該蒸發機構包含汽相轉填充。

10. 根據申請專利範圍第 5 項之方法，其中該雜質包含水。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

公告本

92. 8. 13 日

836923

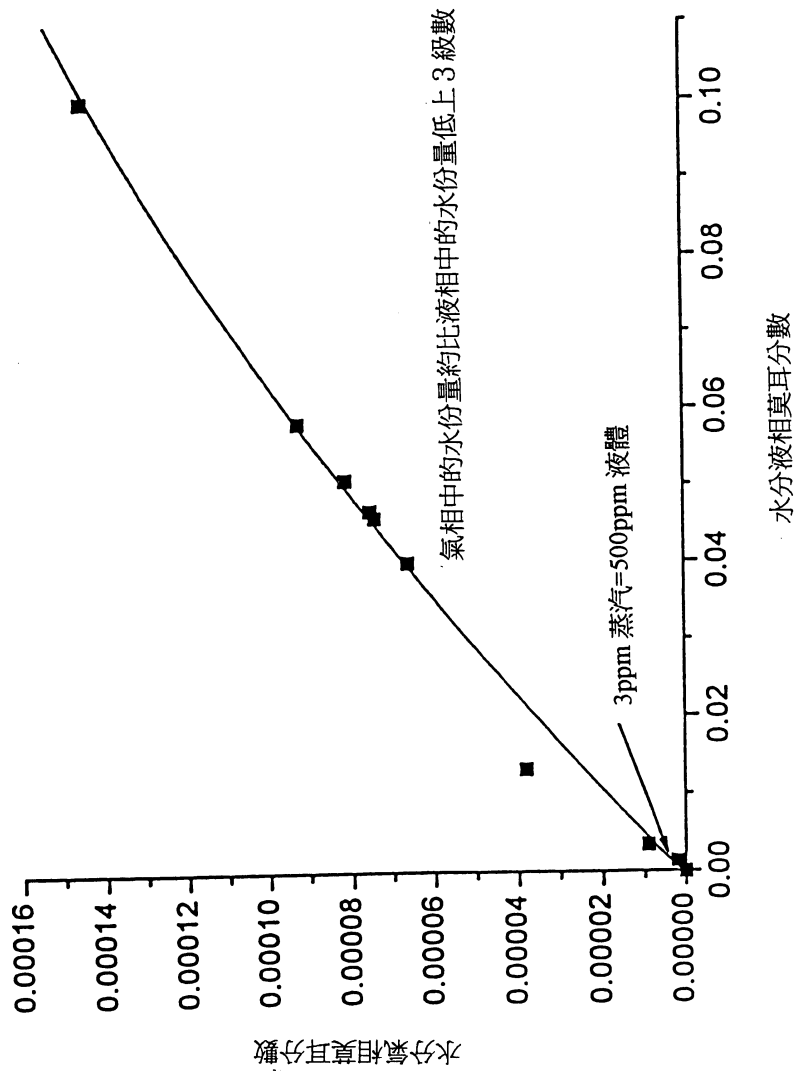


圖 1

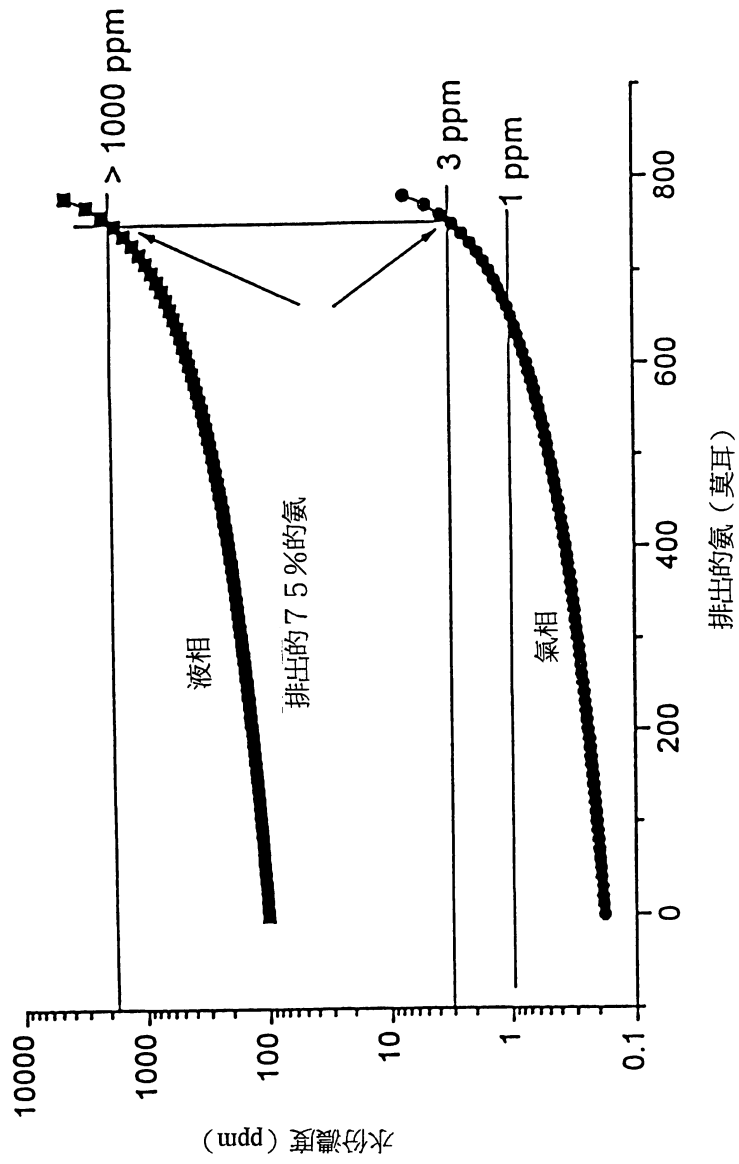


圖 2

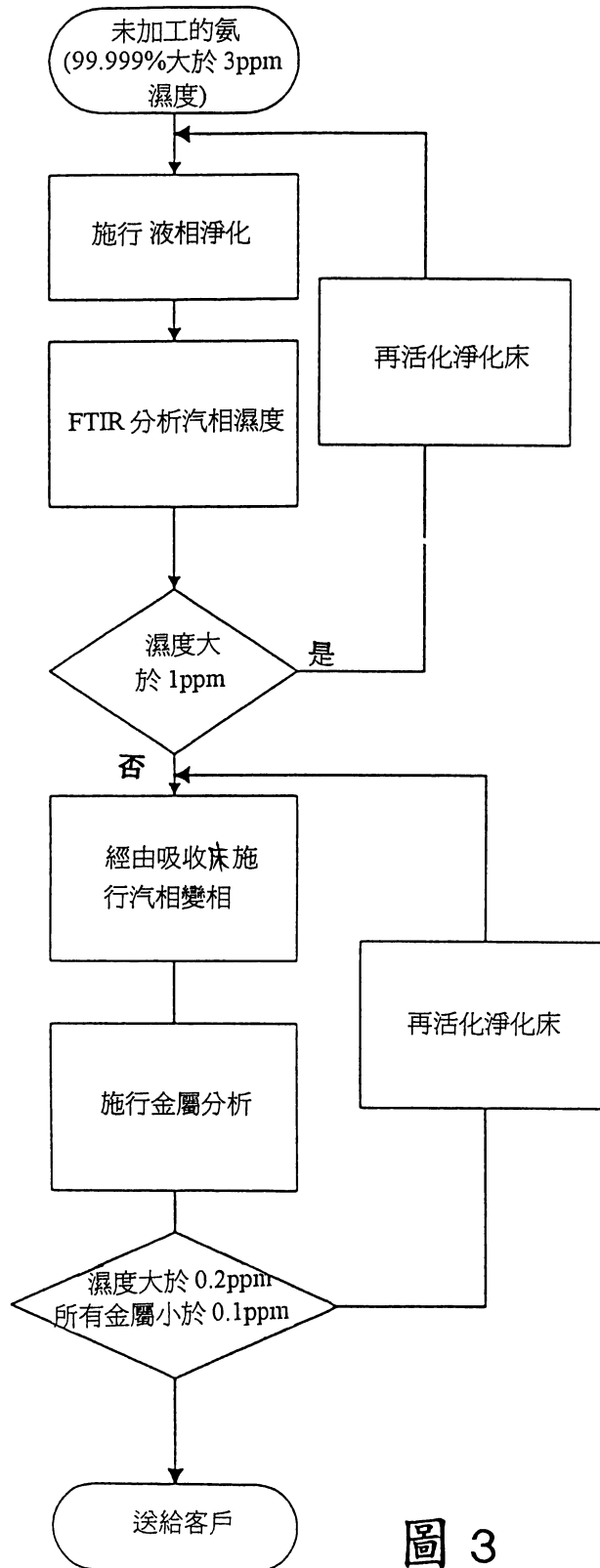


圖 3

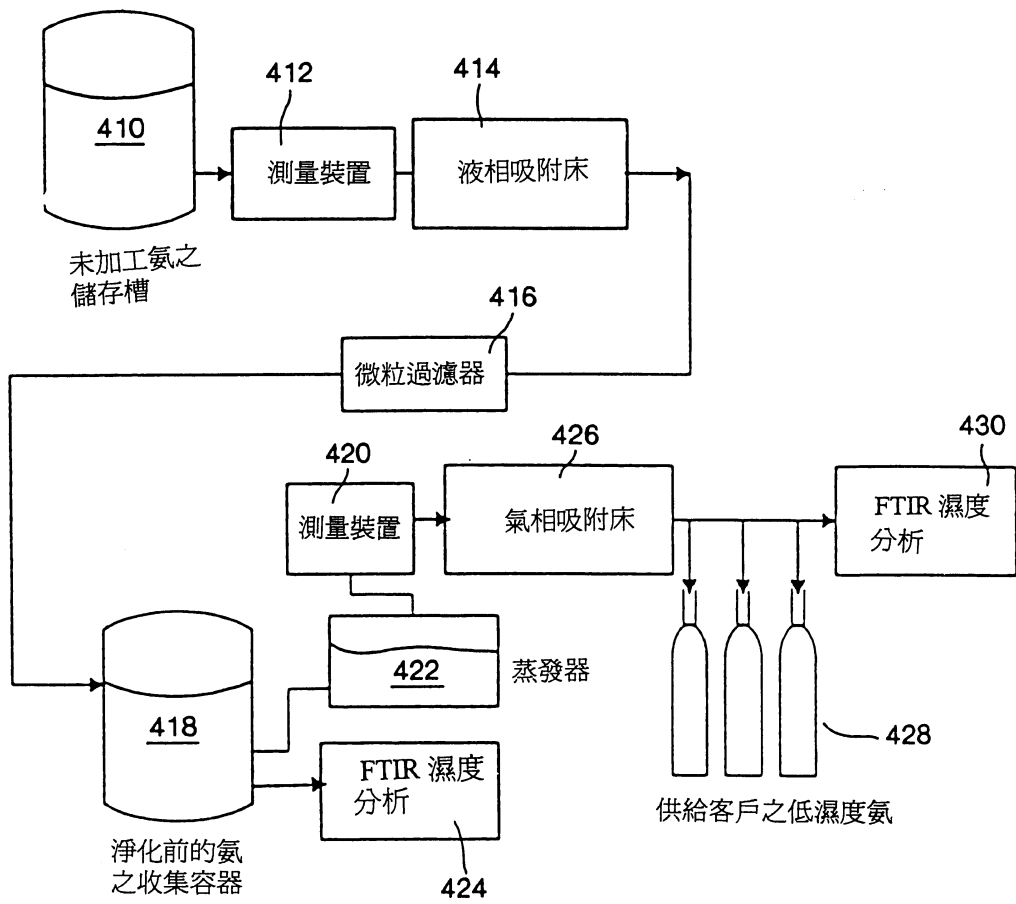


圖 4

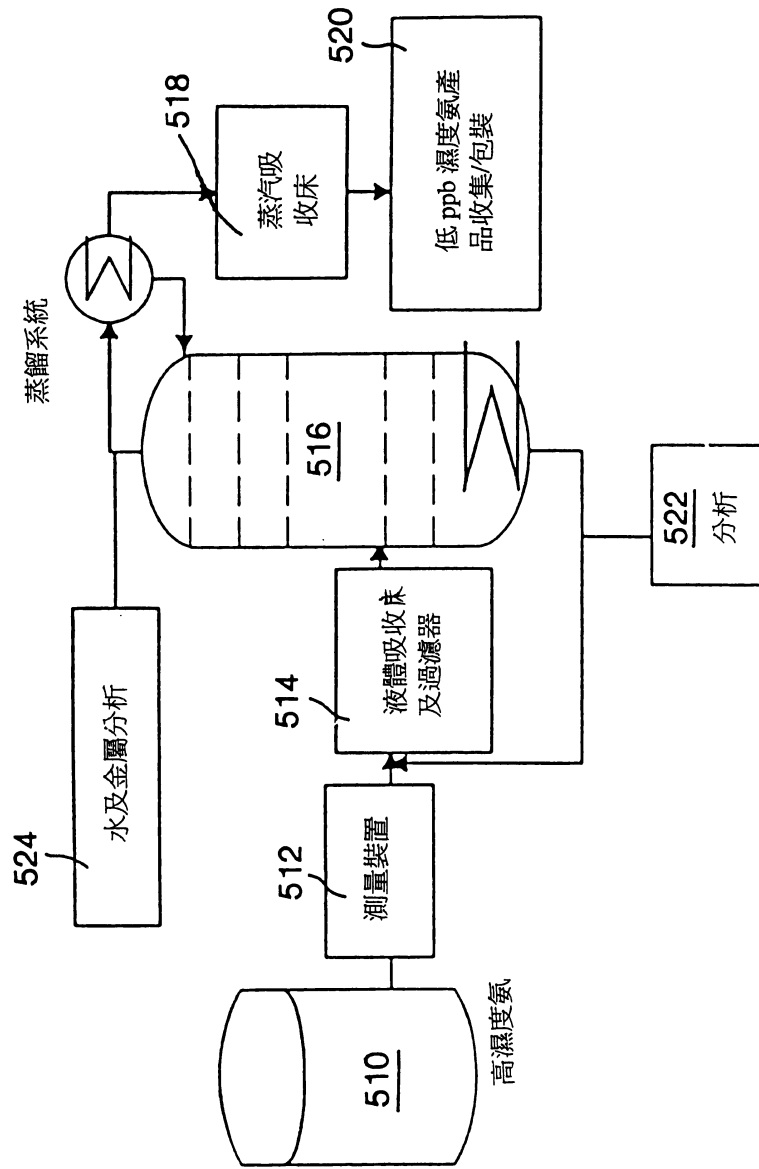


圖 5