

(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(51) . Int. Cl.⁷
 C25F 3/16

(11) 공개번호 10-2005-0114680
 (43) 공개일자 2005년12월06일

(21) 출원번호	10-2005-7017843	(87) 국제공개번호	WO 2004/088004
(22) 출원일자	2005년09월23일	국제공개일자	2004년10월14일
번역문 제출일자	2005년09월23일		
(86) 국제출원번호	PCT/US2004/009186		
국제출원일자	2004년03월25일		

(30) 우선권주장 10/396,795 2003년03월25일 미국(US)

(71) 출원인 이 아이 듀폰 디 네모아 앤드 캄파니
 미합중국 데라웨아주 (우편번호 19898) 월밍顿시 마아켓트 스트리이트 1007

(72) 발명자 블랭크스, 제레미, 다니엘
 미국 19709 데라웨아주 미들타운 크리스탈 런 드라이브 133
 라오, 벨리유어, 노트, 말리카류나
 미국 19809 데라웨아주 월밍顿 조지타운 애비뉴 1

(74) 대리인 장수길
 김영

심사청구 : 없음

(54) 수송 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법

요약

본 발명은 수송 동안에 반응성 화합물이 접촉하는 표면을 전해연마시키고, 수송 설비의 내부 표면적 대 부피 비율을 최소화하고, 수송 설비에서 사 공간을 최소화 또는 제거하여 수송 동안에 생성물의 분해를 감소시킴으로써 임의의 위치로부터 반응성 화합물을 다른 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법에 관한 것이다.

색인어

전해연마, 반응성 화합물, 수송, 분해

명세서

기술분야

본 발명은 반응성 화학적 화합물을 사용하는 산업 분야 및 화학 공업에서 반응성 화학적 화합물을 취급하는 방법에 관한 것이다. 구체적으로, 본 발명은 수송 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법에 관한 것이다.

배경기술

더 높은 순도의 화합물에 대한 요구가 증대됨에 따라서 제조 및 산업적 이용 동안에 반응성 화합물의 안전한 취급을 위한 절차는 개선되고 있다. 고순도, 반응성 화합물을 취급하는 경우에 반응을 억제하여 순도 수준을 유지하는 것이 필요하다. 삼불화질소(NF_3)는 반도체 산업에서 사용되는 매우 반응성인 화합물, 특히 강한 산화제의 일례이다.

다양한 기체 불소-함유 화합물은 반도체 디바이스 제작을 위해 규소-유형 물질을 플라즈마-에칭하는 제조 공정에 이용된다. NF_3 는 주로 반도체 디바이스 제조에서 "화학 증착" (CVD) 챔버 세정 기체로서 사용된다. CVD 챔버 세정 기체는 반도체 제작 설비의 내면과 상호작용하여 시간이 경과함에 따라 축적되는 다양한 침착물을 제거하는 플라즈마 형성에 사용된다.

반도체 제조 분야에 사용되는 NF_3 와 같은 과불화 화학 물질은 더 통상적으로 "전자 기체"로 칭한다. 이러한 초 고순도를 갖는 전자 기체는 반도체 디바이스 제조 분야에서 중요한데 이는 반도체 디바이스 제조 기기에 유입된 매우 소량의 불순물도 원하는 선별 보다 더 넓어지게 하여 단일 반도체 디바이스 상에 포함될 수 있는 정보의 양을 감소시킬 수 있기 때문이다. 더욱이, 플라즈마 에칭제 또는 세정 기체 중 미립자, 금속, 수분, 및 다른 할로카본을 포함하되 이에 국한되지 않는 불순물이 단지 ppm 수준으로 존재하는 경우에도, 고-밀도 집적 회로의 제조에서 결함 발생을 증가시킨다. 그 결과로서, 초 고순도 에칭제 및 세정 기체에 대한 요구가 증대되고, 이러한 초 고순도를 갖는 물질에 대한 시장 가치가 증대되고 있다.

제조 공정 내의 다양한 위치로부터 이러한 화합물을 저장 탱크, 생성물 용기, 및 분석 측정 장치와 같은 다른 위치로 수송하는 방법이 필요하다. 이들 방법 모두는 생성물 중에 함유된 불순물을 증가시키거나 새로운 불순물을 생성하지 않으면서 반응성 화합물을 원하는 위치로 전달할 수 있어야 한다. 이는, 분석 측정 장치로 수송하는 경우에, 샘플링될 용기의 실제 함량을 대표하는 샘플에 대해 분석 측정이 이루어져야 하므로 더욱 더 중요하다. 수송 동안에 불순물의 수준 변화 또는 새로운 불순물의 형성은 반응성 화합물의 실제 순도를 잘못 나타내는 결과를 초래할 수 있다.

일부 불순물은 제조 공정에 의해 도입된 반응성 화합물 중에 존재할 수 있다. NF_3 의 경우에, 상기 불순물은 아산화질소 (N_2O), 이산화탄소(CO_2), 이불화이질소 (N_2F_2), 및 사불화이질소(N_2F_4)를 포함하되 이에 국한되지 않는다. 앞서 언급된 바와 같이 시판하고자 하는 생성물 중 모든 불순물의 수준을 감소시키는 것이 바람직하지만, 분석 측정에 있어서는 상기 불순물의 수준이 불변으로 유지되고 측정 이전에 추가 불순물이 형성되지 않는 것이 필수적이다.

다른 불순물은 제조 공정 중에 또는 반응성 화합물의 수송과 관련된 설비에서, 오염된 표면과 단순한 접촉에 의해서 화합물에 도입될 수 있다. 물 및 O_2 및 N_2 와 같은 공기 성분은 대기 조건에 노출된 금속 표면 상에 흡착되고 이러한 표면을 통과함에 따라 생성물로 흡입될 수 있다. 제2 용기로의 제1 용기의 샘플링은 상기 "대기" 오염 물질의 일부 양을 도입하지 않으면서 수행하기가 곤란하다. 상기 오염 물질에 대한 반도체 제조 공정의 민감성 때문에, 매우 낮은 수준, 종종 ppm 이하 수준의 물, O_2 , N_2 등에 대한 생성물 설명을 참조하는 것이 드문 것이 아니다. 반도체 제조 공정 설비에서 NF_3 의 성공적인 적용을 위해 제조 공정에서 달성된 낮은 수준을 유지하는 것이 중요하다.

당업계에서 전해연마된 표면의 사용은 생성물 용기로부터 샘플을 분석 측정 장치로 수송하는데 사용되는 수송 설비, 예를 들어, 튜브에서 물과 같은 환경 오염 물질의 존재 또는 유지(hold-up)를 방지하는 것으로 공지되어 있다. 화합물이 수송 설비의 표면 위로 흐를 때 유지된 불순물이 화합물 중에 배출될 수 있으므로, 생성물 중 불순물의 수준을 정확하게 측정할 수 없다. 전해연마된 튜브 및 상기 수송 설비 또는 시스템 내 다른 특징부를 사용하여 전자 기체 및 다른 고순도 화합물 중 ppm 및 ppm 이하 수준의 환경 오염 물질을 더 정확하게 측정할 수 있었다.

NF_3 와 같은 화합물의 반응성은 화합물의 수송에서 다른 과제, 즉 분해 방지 과제를 제시한다. N_2F_4 및 NF_3 에 기인한 다른 반응성 불소 종이 수송 동안에 형성될 수 있다. 이러한 분해가 화합물을 저장 탱크 또는 생성물 용기로 수송하는 동안에 발생하는 경우에 생성물의 순도는 감소된다. 분석 측정 장치로의 수송 동안의 분해는 NF_3 의 순도의 정확한 측정을 방해한다.

더욱이, NF_3 의 분해는 반응성 화합물의 제조 및 취급시 심각한 안전 위험을 유발하는 빠르고 폭발적인 방식으로 일어날 수 있다. 인간 생활 및 환경 보호를 위해 이러한 반응성 화합물의 수송 방법을 제공하는 것이 필요하다. 그러므로, 수송 설비의 설계는 임의의 안전 사고의 위험을 최소화하는 것을 목적으로 삼는 것이 필수적이다. 상이한 반응성 화합물의 경우에, 특정 반응성 화합물의 안전한 취급 방법을 최적화하기 위해서 수송 방법의 다른 면이 고려될 필요가 있다.

<발명의 요약>

수송 이전에, 수송 동안에 반응성 화합물과 접촉하는 표면의 적어도 일부를 전해연마시키는 것을 포함하는, 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법을 발견하였다.

반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비의 내부 표면적 대 부피 비율을 최소화하는 것을 포함하는, 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법을 발견하였다.

반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비 내의 임의의 사(dead) 공간을 최소화 또는 제거하는 것을 포함하는, 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법을 발견하였다.

또한 본 발명의 방법은 수송 이전에, 수송 동안에 반응성 화합물과 접촉하는 표면의 적어도 일부를 전해연마시키고, 내면의 표면적 대 부피 비를 최소화하고, 사 공간을 최소화 또는 제거하는 것을 포함하는, 반응성 화합물의 분해를 더욱 감소시키는 수송 설비에 대한 설계 특성을 이용한다.

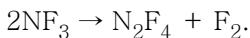
본 발명의 방법은 화학 공업에서 추가로 반응성 화합물을 최소 순도 수준으로 유지하는 반응성 화합물의 안전한 수송 방법에 대한 요구를 충족시킨다.

발명의 상세한 설명

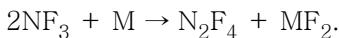
본 발명은 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법에 관한 것이다. 본 방법은 이러한 반응성 화합물과 접촉하는 표면의 적어도 일부를 전해연마시키고, 수송 설비의 표면적 대 부피 비율을 최소화하고, 수송 설비에서 임의의 사 공간을 최소화 또는 제거하는 단계를 포함한다. 특히, 본 발명은 상기에 기재된 삼불화질소(NF_3)와 같은 불화 반응성 기체의 분해를 감소시키기 위한 방법에 관한 것이다.

반응성 화합물은 제1 위치로부터 제2 위치로 수송 동안에 분해 또는 반응하여 원하지 않는 불순물을 생성하거나 반응성 화합물 중에 이미 존재하는 불순물의 수준을 증가시킬 가능성이 있는 임의의 화학적 화합물을 의미한다. 본 발명의 방법은 금속 표면 또는 금속 표면 상의 산화물 층과 반응하여 분해를 초래할 수 있는 임의의 불화 반응성 기체에 적용될 수 있다. 이러한 불화 반응성 기체의 예는 삼불화질소(NF_3), 육불화텅스텐(WF_6), 삼불화염소(ClF_3), 불소(F_2), 일불화염소(ClF), 사불화이질소(또는 사불화히드라진, N_2F_4), 이불화이질소(N_2F_2), 사불화실란(SiF_4), 일산화불소(OF_2), 및 삼불화붕소(BF_3)이다.

분해는 반응성 화합물 자체의 임의의 반응 예컨대 분해되어 반응성 화합물 이외의 화합물 및 반응성 화합물 중 불순물로 간주될 수 있는 화합물이 생성되는 것을 의미한다. NF_3 의 분해는 하기 반응식에 의해 발생할 수 있다:



이론에 얹매이고자 하는 것은 아니지만, 거친 금속 표면의 존재하에 N_2F_4 의 형성은 하기에 나타낸 바와 같이 주로 NF_3 의 분해에 의한 금속 표면의 불화로 인하여 일어나는 것이라고 여겨진다:



다른 반응성 화합물 또는 불화 반응성 기체의 분해는 유사한 경로 또는 전체적으로 상이한 방법에 의해 발생할 수 있다.

본 발명의 제1 위치는 순도 수준이 유지되는 요건하에서 반응성 화합물이 제거될 수 있는 제조 공정, 생성물 용기, 적재 시설 등의 내의 위치이다. 상기 위치는 제조 공정 설비(예를 들어, 증류 컬럼 또는 건조기 등), 반응성 화합물 저장 탱크, 또는 반응성 화합물의 생성물 용기 내의 임의의 위치를 포함할 수 있다.

본 발명의 제2 위치는 본래 순도 수준을 바람직하게는 적은 변화 내에서 유지하면서 반응성 화합물을 수용하는데 필요한 위치이다. 상기 제2 위치는 반응성 화합물 저장 탱크, 반응성 화합물의 생성물 용기, 또는 분석 측정 장치를 포함할 수 있다. 분석 측정 장치는 주어진 생성물 용기에 대한 분석 입증서 발행을 위한 것과 같은 공정 물질의 모니터링을 위한 온라인

장치, 휴대용 장치, 또는 주어진 생성물 사양에 대한 최종 생성물 분석을 위한 고정 실험실 장치를 포함할 수 있다. 분석 측정 장치는 수분 분석기, "불활성 기체" (N_2 또는 O_2 와 같은 공기 성분)의 측정을 위한 기체 크로마토그래피, 또는 N_2F_2 또는 NF_3 의 경우에 N_2F_4 와 같은 다른 불순물의 측정을 위한 기체 크로마토그래피를 포함하되 이에 국한되지 않는다.

고품질 매끄러운 금속 표면이 본 발명의 수송 설비의 내면용으로 필요하다. 산업적 용도를 위한 금속 표면의 기계적 제조는 2 단계: (a) 상당히 매끄럽고 거시적으로 편평한 표면을 제조하기 위한 분쇄 및 마멸 기술을 사용한 "거칠기 감소(roughing down)", 및 (b) 매끄럽고 밝은 표면을 수득하기 위한 미세 연마제 또는 연마 패드를 사용한 "연마" 단계로 분리될 수 있다. 기계적으로 연마된 표면을 검사하면 말단의 표면층이 심하게 변형되고 최종 매끄러운 표면이 유동 공정에 의해 제조되는 것, 즉 최고점의 금속이 중공으로 들어가는 것을 보여준다. 기계적으로 연마된 금속 표면은 과다한 미시적 스크래치, 응력 변형, 금속 파편 및 삽입된 연마제를 생성한다.

전해연마는 금속이 전기분해 셀에서 애노드로 형성되고 전기 분해가 수행되어 임의의 초기의 기계적 제조 및(또는) 연마에 의해 생성된 변형된 금속 표면을 매끄럽게 하는 금속 표면의 처리를 의미한다. 최상의 전해연마 결과를 얻기 위해서, 금속은 균일하고 가능한 표면 결함이 없어야 한다. 보통 기계적 연마에 의해 감춰지는 결함은 전해연마에 의해 드러나거나 심지어 과대하게 보일 수 있다(exaggerated). 예를 들어 개재물(inclusion), 캐스팅 요철, 시임(seam) 등은 금속 표면 근처에 있는 경우에 제거될 것이지만, 표면으로부터 임계 거리에 놓여 있는 경우에 과대하게 보일 수 있다. 상기 임계 거리는 전해연마 동안에 제거된 금속의 평균 깊이이다. 이론에 얹매이고자 하는 것은 아니지만, 전해연마 동안에 매끄럽게 하는 작업은 금속 미시적 최고점(peak) 및 골(valley)에 걸쳐 형성된 층의 농도 구배에서 차이에 의해 정성적으로 설명될 수 있다고 여겨진다. 최고점에서 층은 얇고 농도 구배는 더 높고 반면에 골에서 층은 더 두껍고 농도 구배는 더 낮다. 최고점의 우선적 용해가 발생하고 표면이 매끄러워진다.

본 발명의 전해연마된 표면은 알루미늄, 크롬, 코발트, 구리, 금, 철, 니켈, 백금, 은, 주석, 티타늄, 및 아연을 비롯한 금속으로 제조될 수 있다. 또한 전해연마된 표면은 니켈 은, 모넬(Monel)(등록상표) (주로 구리 및 니켈을 포함함), 하스텔로이(Hastelloy)(등록상표) (주로 니켈, 몰리브덴 및 크롬을 포함함), 인코넬(Inconel)(등록상표) (주로 니켈, 크롬 및 철을 포함함), 코바르(Kovar)(등록상표) (주로 니켈, 철, 및 코발트를 포함함), 저 및 고 탄소강 및 스테인레스강 (주로 철, 크롬 및 니켈을 포함함)을 비롯한 금속 합금으로 제조될 수 있다. 바람직한 금속 표면은 316 스테인레스강으로 제조된다.

전해연마된 금속의 표면 거칠기의 정도는 마이크로인치 (또는 마이크로미터, μm)로 나타낸 산술 평균 거칠기 Ra에 의해 기재될 수 있다. 이것은 평균 표면 프로파일에 대한 모든 프로파일 편차(금속 저점 깊이 및 최고점 높이)의 산술 평균이다. 본 발명의 전해연마된 금속 표면의 바람직한 표면 거칠기 Ra는 약 20 마이크로인치 ($0.5 \mu\text{m}$) 이하이고; 가장 바람직하게, Ra는 약 10 마이크로인치 ($0.25 \mu\text{m}$) 이하이다.

내부 표면적 대 부피 비율을 최소화하는 것은 반응성 화합물과 접촉하는 내면이 제1 위치와 제2 위치 간의 수송 설비의 내부 부피에 비해서 감소되도록 수송에 사용된 설비의 설계가 이루어지는 것을 의미한다. 수송 설비가 원통형, 예컨대 튜브 또는 파이프인 경우에, 설비의 내부 표면적(SA)은 하기 식과 같이 정의되고:

$$SA = 2\pi rl$$

(식중, r은 원통형 설비의 반지름이고;

l은 길이임)

이러한 튜브 또는 파이프의 내부 부피(V)는 하기 식과 같이 정의된다:

$$V = \pi r^2 l$$

그러면 원통형 수송 설비의 경우 표면적 대 부피 비율은 오직 이러한 원통형 설비의 반지름에 종속되므로 표면적 대 부피 비율을 최소화하기 위해서, 수송 설비의 반지름은 실제적으로 가능한 클 것이다. 또한 수송 설비의 설계에서 고려되어야 할 실제적인 면은 생성물의 폐기물을 최소화하고, 금속 표면과 반응성 화합물의 접촉 시간을 최소화하고, 접촉 시간 및 반응성 화합물을 분해할 수 있는 표면적 모두에 영향을 끼치는 전체 설비 치수를 최소화하는 것을 포함한다.

사 공간은 벌크 조성물에 비해 불순물이 축적될 수 있고 농축되는 수송 설비 내의 내부 공간을 의미한다. 이러한 사 공간에서 주 성분보다 더 반응성일 수 있는 이러한 불순물의 농축은 불안전한 조건 및 잠재적으로 위험한 사고를 초래할 수 있다.

사 공간을 최소화 또는 제거하는 것은 수송 설비의 설계에서 바람직하고 반응성 화합물의 유동 방향의 변화의 횟수를 최소화하여 부분적으로 달성될 수 있다. 예리하게 각진 굴곡부(90도 이상의 유동 방향의 변화)는 본 발명의 수송 시스템에서 바람직하지 않다. 이러한 굴곡부는 반응성 종의 잠재적으로 위험한 농축을 위한 사 공간을 제공하고 분해 증가를 초래할 수 있다. 수송 설비의 설계는 최소 갯수의 각진 굴곡부를 포함해야 한다. 바람직한 구조는 각진 굴곡부보다 곡선형 굴곡부를 사용하고, 유동 방향의 변화는 약 90도 미만일 것이다. 가장 바람직한 구조는 오직 약 60도 미만의 곡선형 굴곡부를 사용할 수이다.

수송 설비에서 사용된 피팅 및 밸브는 바람직하게는 0 또는 저 사 공간을 함유하도록 설계된다. 이러한 피팅 및 밸브의 사용은 밸브 내부의 위치에서 반응성 물질이 농축될 가능성을 감소시킬 수 있다. 본 발명의 수송 설비에서 사용된 피팅 및 밸브는 바람직하게는 반응성 화합물과 접촉을 위해 전해연마된 내면을 가질 수 있다.

동일한 수송 설비를 사용하여 다중 위치로의 반응성 화합물의 수송이 가능하도록 다중위치 밸브가 사용될 수 있다. 상기 방식으로 생성물을 수송하는 능력은 대부분의 생성물을 위해 필요한 다중 분석 방법에 의한 생성물의 분석과 일치한다.

수송 설비의 내면의 가열은 분해를 감소시키는데 중요하지 않다. 그러나, 내면의 가열은 흡착된 불순물을 제거 또는 불순물의 흡착을 방지하는 수단으로서 반응성 화합물의 수송 이전 또는 동안에 수행될 수 있다. 수송 설비의 내면이 가열될 온도는 가열에 의해 분해를 유발하지 않기 위해서 수송될 반응성 화합물의 안정성에 따라서 조심스럽게 선택되어야 한다.

수송 설비의 내면의 가열은 설비를 가열하는 임의의 통상의 방식에 의해서 달성될 수 있다. 이러한 열을 적용하는 통상의 방식은 가열 맨틀로 설비를 감싸거나, 절연 가열 테이프로 설비를 포장하거나, 수송 설비의 외부에 증기를 직접 적용하는 것을 포함한다. 예를 들어, 튜브는 수증기로 충전된 더 큰 내경 튜브에 의해 재킷화(jacketed)될 수 있다.

수송 설비의 내면의 예비-처리가 이루어질 수 있지만 분해를 감소시키는데 중요하지 않다. 예비-처리는 반응성 화합물을 수송하는 수송 설비를 사용하기 이전에 일부 기간 동안 수송 설비를 통해 기체 화합물 또는 헬륨 또는 다른 기체 화합물 중 5% 불소와 같은 혼합물을 유동시키는 것을 포함할 수 있다. 또는 별법으로, 예비처리는 일부 기간 동안 기체 화합물 또는 혼합물로 수송 설비를 가압하는 것을 포함할 수 있다.

수송 설비는 사용되지 않는 경우에 반응성 화합물 또는 헬륨과 같은 불활성 화합물로 페징될 수 있다. 이러한 페징은 수송 설비의 표면이 비-사용 기간 동안에 무-불순물 상태로 유지하도록 보장한다. 반응성 생성물의 폐기물 및 안전 사고가능성을 최소화하기 위해서, 불활성 화합물로 페징하는 것이 바람직하다.

실시예

243°C의 온도에서 삼불화질소(NF_3)의 증기상 샘플을 1/2 인치 튜브의 두 개의 5-인치 지대를 거쳐 통과시켰다. 튜브의 한 지대를 비-전해연마 316 스테인레스강으로 제조하고 나머지 튜브 지대를 Ra가 15 마이크로인치인 전해연마 316 스테인레스강으로 제조하였다. 두 가지 실험을 위해서, 튜브를 헬륨 중 5% 불소로 예비-처리하였다. 튜브의 출구에서 기체 조성을 기체-크로마토그래피-질량-분광계에 의해 모니터링하였다. 표 1은 세 가지 상이한 접촉 시간 동안 튜브의 출구에서 측정된 N_2F_2 및 N_2F_4 의 농도를 나타낸다. 농도를 부피 ppm으로 기재하였다.

[표 1]

	농도 (ppm)		
비-전해연마	14초	28초	41초
N_2F_2	0	0	1
N_2F_4	1	5	35
전해연마			
N_2F_2	0	0	0
N_2F_4	0	0	0

표 1의 데이터는 NF_3 가 수송 동안에 비-전해연마 표면에 노출되는 경우에 NF_3 중에 바람직하지 않은 불순물이 형성됨을 보여준다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

수송 이전에, 수송 동안에 반응성 화합물과 접촉하는 표면의 적어도 일부를 전해연마시키는 것을 포함하는, 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법.

청구항 2.

반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비의 내부 표면적 대 부피 비율을 최소화하는 것을 포함하는, 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법.

청구항 3.

반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비 내의 임의의 사(dead) 공간을 최소화 또는 제거하는 것을 포함하는, 제1 위치로부터 반응성 화합물을 제2 위치로 수송하는 동안에 반응성 화합물의 분해를 감소시키는 방법.

청구항 4.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 반응성 화합물이 삼불화질소, 육불화텅스텐, 삼불화염소, 불소, 일불화염소, 사불화이질소, 이불화이질소, 사불화실란, 일산화불소, 및 삼불화붕소로 이루어진 군으로부터 선택된 불화 반응성 기체인 방법.

청구항 5.

제4항에 있어서, 반응성 화합물이 삼불화질소인 방법.

청구항 6.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 제2 위치가 분석 측정 장치인 방법.

청구항 7.

제1항에 있어서, 전해연마된 금속 표면이 알루미늄, 크롬, 코발트, 구리, 금, 철, 니켈, 백금, 은, 주석, 티타늄, 및 아연으로 이루어진 군으로부터 선택된 금속을 포함하는 방법.

청구항 8.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 전해연마된 금속 표면이 니켈 은, 모넬(Monel)(등록상표), 하스텔로이(Hastelloy)(등록상표), 인코넬(Inconel)(등록상표), 코바르(Kovar)(등록상표), 저 및 고 탄소강 및 스테인레스강으로 이루어지는 군으로부터 선택된 금속 합금을 포함하는 방법.

청구항 9.

제1항에 있어서, 전해연마된 금속 표면이 316 스테인레스강으로 제조되는 방법.

청구항 10.

제1항에 있어서, 반응성 화합물과 접촉하는 표면을 가열하는 방법.

청구항 11.

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비의 내면을 헬륨 중 불소의 기체 혼합물로 예비-처리하는 방법.

청구항 12.

제1항에 있어서, 반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비의 내부 표면적 대 부피 비율을 최소화하는 단계를 더 포함하는 방법.

청구항 13.

제1항에 있어서, 반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비 내의 임의의 사 공간을 최소화 또는 제거하는 단계를 더 포함하는 방법.

청구항 14.

제12항에 있어서, 반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비 내의 임의의 사 공간을 최소화 또는 제거하는 단계를 더 포함하는 방법.

청구항 15.

제13항에 있어서, 반응성 화합물 수송에 사용된 임의의 설비의 내부 표면적 대 부피 비율을 최소화하는 것을 더 포함하는 방법.