



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I885477 B

(45)公告日：中華民國 114 (2025) 年 06 月 01 日

(21)申請案號：112134332

(22)申請日：中華民國 109 (2020) 年 11 月 13 日

(51)Int. Cl. : C23C16/02 (2006.01)

C23C16/08 (2006.01)

C23C16/448 (2006.01)

C23C16/458 (2006.01)

(30)優先權：2019/11/14 美國

62/935,235

(71)申請人：美商恩特葛瑞斯股份有限公司(美國) ENTEGRIS, INC. (US)

美國

(72)發明人：漢迪克斯 布萊恩 C HENDRIX, BRYAN C. (US)；懷特 羅柏茲 L 二世
WRIGHT, ROBERT L. JR. (US)

(74)代理人：陳長文；張哲倫；陳初梅

(56)參考文獻：

TW I818505B

TW 200403721A

TW 201602401A

US 6270839B1

審查人員：黃怡菱

申請專利範圍項數：9 項 圖式數：5 共 34 頁

(54)名稱

用於昇華之預成型件、用於輸送蒸氣之安瓿及製備固體昇華材料之方法

(57)摘要

本發明揭示固體預成型件，其等包含圍繞一支撐相之一固體昇華材料。該等預成型件將待昇華以用於氣相沈積之一固體與容許預成型件在該固體昇華時維持一形狀之一相容支撐相組合。可將該等預成型件包含於用於氣相沈積系統之安瓿中。安瓿可包含該等預成型件之一或多者，且該等預成型件可相對於彼此定向以控制該安瓿內之流動。可經由將該固體昇華材料之一粉末壓製至該支撐相上，或藉由自該固體昇華材料之一溶液移除一溶劑來製成該等預成型件。

Solid preforms include a solid sublimation material surrounding a support phase. The preforms combine a solid to be sublimated for use in vapor deposition with a compatible support phase allowing the preform to maintain a shape as the solid sublimates. The preforms may be included in ampules for use in vapor deposition systems. The ampules may include one or more of the preforms, and the preforms may be oriented with respect to one another to control flow within the ampule. The preforms may be made via pressing a powder of the solid sublimation material onto the support phase, or by removing a solvent from a solution of the solid sublimation material.

指定代表圖：

符號簡單說明：

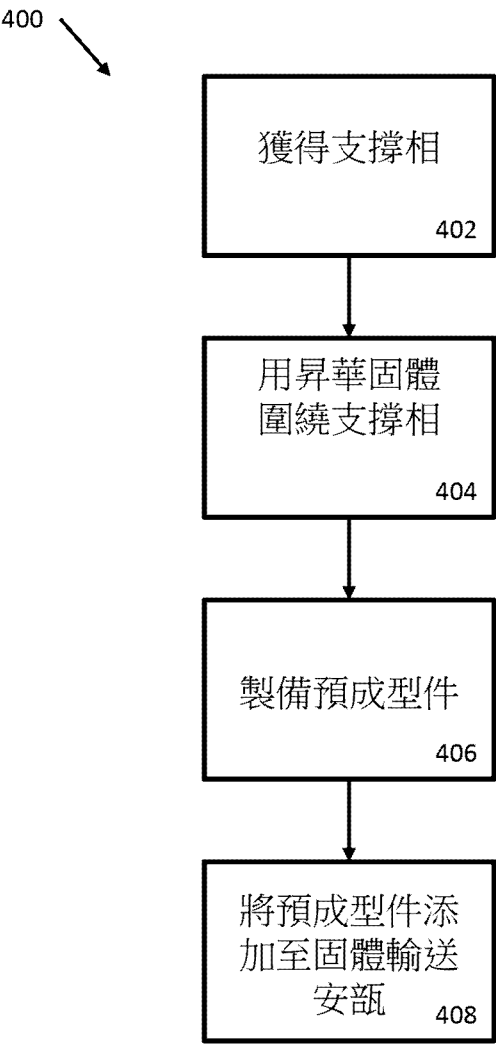
400:方法

402:步驟

404:步驟

406:步驟

408:步驟



【圖4】

【發明摘要】**【中文發明名稱】**

用於昇華之預成型件、用於輸送蒸氣之安瓿及製備固體昇華材料之方法

【英文發明名稱】

PREFORMS FOR SUBLIMATION, AMPULE FOR DELIVERY OF VAPOR AND METHOD OF PREPARING SOLID SUBLIMATION MATERIAL

【中文】

本發明揭示固體預成型件，其等包含圍繞一支撐相之一固體昇華材料。該等預成型件將待昇華以用於氣相沈積之一固體與容許預成型件在該固體昇華時維持一形狀之一相容支撐相組合。可將該等預成型件包含於用於氣相沈積系統之安瓿中。安瓿可包含該等預成型件之一或多者，且該等預成型件可相對於彼此定向以控制該安瓿內之流動。可經由將該固體昇華材料之一粉末壓製至該支撐相上，或藉由自該固體昇華材料之一溶液移除一溶劑來製成該等預成型件。

【英文】

Solid preforms include a solid sublimation material surrounding a support phase. The preforms combine a solid to be sublimated for use in vapor deposition with a compatible support phase allowing the preform to maintain a shape as the solid sublimates. The preforms may be included in ampules for use in vapor deposition systems. The ampules may include one or more of the preforms, and the preforms may be

oriented with respect to one another to control flow within the ampule. The preforms may be made via pressing a powder of the solid sublimation material onto the support phase, or by removing a solvent from a solution of the solid sublimation material.

【指定代表圖】

圖4

【代表圖之符號簡單說明】

400:方法

402:步驟

404:步驟

406:步驟

408:步驟

【發明說明書】

【中文發明名稱】

用於昇華之預成型件、用於輸送蒸氣之安瓿及製備固體昇華材料之方法

【英文發明名稱】

PREFORMS FOR SUBLIMATION, AMPULE FOR DELIVERY OF VAPOR AND METHOD OF PREPARING SOLID SUBLIMATION MATERIAL

【技術領域】

【0001】 本發明係關於用於產生一蒸氣以將一膜沈積至一基板上之固體昇華材料，且更特定言之係關於包含圍繞一支撐相之固體昇華材料之預成型件。

【先前技術】

【0002】 氣相沈積可包含使用透過昇華而氣化之固體材料進行沈積。此等固體材料通常包含於經加熱以引起昇華之一安瓿中。固體材料通常以一粉末之形式添加至該安瓿中。該粉末可用於裝填該安瓿或可分佈在安瓿內所包含之托盤或隔間中。自安瓿供應之蒸氣可用於(例如)半導體製程中。

【發明內容】

【0003】 本發明係關於用於產生一蒸氣以將一膜沈積至一基板上之固體昇華材料，且更特定言之係關於包含圍繞一支撐相之固體昇華材料之預成型件。

【0004】 通常，安瓿中經裝填有固體昇華材料之粉末。此可為需要

通常在手套箱條件下精確裝填以避免安瓿中包含水分或污染物之一緩慢、手動程序。藉由使用包含固體昇華材料之預成型件，可歸因於預成型件之簡化處理而簡化安瓿裝填程序。

【0005】 此外，粉末可具有低密度，從而導致一安瓿之內容物之快速消耗。藉由提供更緻密形式之固體昇華材料(例如，藉由壓製或沈積固體昇華材料)，可改善包含於一安瓿中之固體昇華材料之密度，從而降低更換及再裝填固體昇華材料之安瓿的頻率。

【0006】 此外，隨著粉末昇華，由固體昇華材料呈現之表面改變且因此昇華性質及安瓿內之蒸氣的循環亦可隨時間改變。與單獨一固體昇華材料之粉末或固體塊相比，使用具有經界定通道及一分佈式支撐相之一預成型件容許更一致的昇華及蒸氣流動。

【0007】 可提供固體昇華材料作為具有一經界定形狀之一預成型件。根據本發明之實施例之預成型件包含圍繞一支撐相之固體昇華材料。固體昇華材料係經昇華以提供(例如)用於一氣相沈積工具中之一蒸氣的材料。該支撐相容許預成型件保持一形狀，從而容許使固體昇華材料一致地昇華以提供用於一沈積工具中之蒸氣。預成型件可包含通道及凹槽以提供此一致昇華。可藉由(例如)在支撐相周圍壓製固體昇華材料之一粉末，或提供固體昇華材料之一溶液並移除溶劑來產生預成型件。預成型件之一或多者可包含於經提供以搭配一氣相沈積系統使用的一固體輸送安瓿中。

【0008】 在一實施例中，一種用於昇華之預成型件包含一支撐相及一固體昇華材料。該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分。該預成型件包含穿過該預成型件之複數個通道。

【0009】 在一實施例中，該固體昇華材料係經壓製粉末。

【0010】 在一實施例中，該支撐相包含一金屬發泡體、固體金屬之一晶格、一或多條金屬導線或一金屬棉。

【0011】 在一實施例中，該支撐相包含碳纖維或陶瓷纖維。

【0012】 在一實施例中，該預成型件進一步包含在該預成型件之一頂表面或該預成型件之一底表面之一者處的一箔。

【0013】 在一實施例中，該預成型件進一步包含在該預成型件之一側表面處的一箔。

【0014】

【0015】 在一實施例中，該固體昇華材料係氯化鋁。在一實施例中，該支撐相包含鋁。

【0016】 在一實施例中，該固體昇華材料包含Mo或W。在一實施例中，該支撐相包含鎳。

【0017】 在一實施例中，該預成型件包含在該預成型件之一表面上之複數個凹槽。

【0018】 在一實施例中，一種用於輸送一蒸氣之安瓿包含具有一蒸氣出口埠之一安瓿本體。該安瓿本體界定容納一或多個昇華預成型件之一內部空間。各昇華預成型件包含一支撐相及一固體昇華材料。該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分。該預成型件包含穿過該預成型件之複數個通道。

【0019】 在一實施例中，該安瓿本體進一步包含一載體氣體入口。

【0020】 在一實施例中，該安瓿包含一個以上昇華預成型件，且該等昇華預成型件之各者包含相同固體昇華材料。

【0021】 在一實施例中，該安瓿本體容納複數個昇華預成型件，且

該等昇華預成型件經配置使得各昇華預成型件之通道並不與相鄰昇華預成型件之通道對準。

【0022】 在一實施例中，一種製備一固體昇華材料之方法包含：獲得一支撐相；用一固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分；及製備包含該支撐相及該固體昇華材料之一預成型件，其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分。

【0023】 在一實施例中，該固體昇華材料係以一粉末之一形式提供，且製備該預成型件包括壓製該粉末及該支撐相。在一實施例中，壓製該粉末及該支撐相包含加熱該粉末。

【0024】 在一實施例中，該固體昇華材料係以包含該固體昇華材料及一溶劑之一溶液之一形式提供，且製備該預成型件包括自該溶液移除該溶劑。

【0025】 在一實施例中，該固體昇華材料經提供為一蒸氣，且製備該預成型件包括在該支撐相上方冷凝該固體昇華材料之該蒸氣。

【0026】 在一實施例中，該固體昇華材料係以一熔融形式提供，且製備該預成型件包括冷卻該熔融固體昇華材料。

【0027】 在一實施例中，該方法進一步包含將該預成型件放置於一固體輸送安瓿中。

【0028】 在一實施例中，在一模具中執行製備該預成型件，該模具經構形以形成穿過該預成型件之複數個通道及形成沿著該預成型件之至少一表面的複數個凹槽。

【0029】 在一實施例中，該方法進一步包含在該預成型件中鑽一或多個通道及/或沿著該預成型件之至少一表面切割複數個凹槽。

【0030】 在一實施例中，製備該預成型件包含使該固體昇華材料及該支撐相之至少一者與一箔接觸。

【圖式簡單說明】

【0031】 結合附圖考量各項闡釋性實施例之以下描述可更完全地理解本發明。

【0032】 圖1A展示根據一實施例之一預成型件之一透視圖。

【0033】 圖1B展示根據一實施例之在圖1A中所展示之預成型件之一橫截面視圖。

【0034】 圖1C展示根據一實施例之在圖1A中所展示之預成型件之一俯視圖。

【0035】 圖1D展示根據一實施例之具有施覆至預成型件之一箔(其係一非揮發性固體之一薄層)之在圖1A中所展示之預成型件之一橫截面視圖。

【0036】 圖2展示根據一實施例之一安瓿之一示意性橫截面視圖。

【0037】 圖3展示根據一實施例之一安瓿之一示意性橫截面視圖。

【0038】 圖4展示用於製備一預成型件之一方法之一流程圖。

【0039】 圖5A至圖5C展示自預成型件之經製備及初始形式(圖5A及圖5B)至預成型件之後續氣化階段之不同氣化相之一實例。

【實施方式】

【0040】 圖1A至圖1C展示根據本發明之一實施例之一預成型件100之各種視圖。圖1D展示根據本發明之一實施例之具有施覆至預成型件之一箔之在圖1A中所展示之預成型件。

【0041】 預成型件100可包含圍繞一支撐相之一固體昇華材料。在

一實施例中，該固體昇華材料圍繞該支撐相。該固體昇華材料係經昇華以提供一氣相沈積工具中之一蒸氣之一材料。固體昇華材料可為經昇華以提供藉由該氣相沈積工具沈積之蒸氣的任何合適固體。支撐相係不同於固體昇華材料之一材料。可針對與固體昇華材料之相容性來選擇支撐相。在包含預成型件100之一固體輸送安瓿及/或氣相沈積工具之操作條件下，支撐相可實質上不蒸發。可選擇支撐相使得其不會污染固體昇華材料之一蒸氣。在一實施例中，支撐相併入至固體昇華材料中。在一實施例中，固體昇華材料完全圍繞支撐相。在一實施例中，部分支撐相經暴露。在一實施例中，固體昇華材料係一經壓製粉末。在一實施例中，固體昇華材料係形成於支撐相上之一沉澱物。在一實施例中，固體昇華材料係自一蒸氣冷凝於支撐相上之一固體。在一實施例中，固體昇華材料係在支撐相周圍自一熔融材料固化。固體昇華材料可具有大於相同固體昇華材料之一粉末之密度之一密度。在一實施例中，一預成型件100包含比在以一粉末形式提供時之等效體積之固體昇華材料更大質量之固體昇華材料。

【0042】 固體昇華材料係作為一蒸氣提供至一氣相沈積系統的一固體材料。固體昇華材料可為用於氣相沈積程序中之任何合適固體材料。作為非限制性實例，固體昇華材料可包含： AlCl_3 ；鹵化鎢及鹵氧化物，包含但不限於 WCl_5 、 WCl_6 及 WOCl_4 ；及鹵化鉬及鹵氧化物，包含但不限於 MoCl_5 、 MoOCl_4 及 MoO_2Cl_2 。在一實施例中，固體昇華材料係 MoO_xCl_y 或 WO_xCl_y ，其中 $x=0$ 、 1 或 2 且 $y=6-2x$ 或 $y=5-2x$ 。在一實施例中，固體昇華材料包括 ZrCl_4 或 HfCl_4 。固體昇華材料之其他非限制性實例包含 SiI_4 、 $\text{In}(\text{CH}_3)_3$ 、 $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_4$ 、 TaF_5 、 NbF_5 、 TaCl_5 、 NbCl_5 、 $\text{W}(\text{CO})_6$ 、 $\text{Mo}(\text{CO})_6$ 及類似者。

【0043】 支撐相對預成型件提供在消耗固體昇華材料時容許預成型件維持其形狀之結構。支撐相在固體昇華材料之昇華之前及期間維持固體昇華材料之一形狀。該形狀可包含預成型件100之一大體形狀，例如，一圓柱形或圓盤形狀、一矩形棱柱形狀、一個六角棱柱形狀、一個十二面體或用於預成型件100之任何其他此類合適形狀。形狀可基於搭配預成型件100使用的一安瓿之設計，諸如該安瓿之內部空間之形狀或在容納預成型件100之一安瓿之使用期間之流動幾何形狀。

【0044】 在一實施例中，支撐相包含熱解碳。在一實施例中，該熱解碳經提供為複數個碳纖維。在一實施例中，該等纖維可經壓製成諸如一丸粒之一形式。在一實施例中，支撐相係一金屬結構。在一實施例中，支撐相包含一合金。在一實施例中，支撐相係一金屬發泡體。在一實施例中，支撐相包含一或多條金屬導線。在一實施例中，支撐相包含一金屬棉。在一實施例中，支撐相係基於高導熱率選擇之一材料。

【0045】 在一實施例中，支撐相係針對與固體昇華材料之相容性來選擇之一材料。相容性可根據固體昇華材料與支撐相之間的內聚力。相容性可進一步受不會污染由固體昇華材料提供之蒸氣之材料限制。

【0046】 當 AlCl_3 係固體昇華材料時，用於一支撐相之相容材料之非限制性實例包含鋁金屬及包含 Al_2O_3 之陶瓷。例如，包含 Al_2O_3 之陶瓷可在陶瓷中包含 Al_2O_3 或 Al_2O_3 可為支撐相上之一塗層。

【0047】 當固體昇華材料包含鹵化鎢及鹵氧化物時，用於一支撐相之相容材料之非限制性實例包含熱解碳、鎢金屬、鎢基合金(諸如C22或C247鎢合金)、陶瓷或玻璃，或其等之組合。

【0048】 當固體昇華材料包含鹵化鉬及鹵氧化物時，用於一支撐相

之相容材料之非限制性實例包含熱解碳、鎳金屬、鎳基合金(諸如C22或C247鎳合金)、陶瓷或玻璃，或其等之組合。

【0049】 預成型件100提供固體昇華材料使得固體昇華材料可(例如)在特定環境溫度及更高溫度下(諸如在容納預成型件100之一固體輸送安瓿之加熱期間)昇華。支撐相容許預成型件100在固體昇華材料昇華時維持形狀，且對預成型件之包含(例如)通道102及凹槽104之元件提供結構支撐。例如，歸因於支撐相材料之導熱率，支撐相可進一步促進通過預成型件100之熱傳遞。

【0050】 如圖1A中所展示，預成型件100包含延伸穿過預成型件100之通道102。在一實施例中，如圖1B中所展示，凹槽104可形成於預成型件100之頂表面106及底表面108中。在一些實施例中，在預成型件100中(例如，在圓周表面112上)亦可包含一對準線110。

【0051】 此外，在一些實施例中，預成型件100可包含容納搭配預成型件100使用的一固體輸送安瓿之部分(諸如在該安瓿內輸送一載體氣體之一管)之一或多個孔隙(未展示)。

【0052】 通道102係自頂表面106穿過預成型件100至底表面108形成之孔或細孔。通道102容許蒸氣通過預成型件100或從預成型件100逸出。此可提供固體昇華材料之更均勻昇華。在一實施例中，通道102可呈圓柱形形狀。在一實施例中，通道102可呈錐形使得其等具有一截錐形狀。該截錐形狀可促進自其中形成預成型件100之一模具移除預成型件100。可選擇大於自固體昇華材料昇華之蒸氣之一平均自由路徑之通道102之直徑。換言之，通道之一直徑係大於蒸氣之一分子在與蒸氣之另一分子碰撞之前行進的平均距離。在一實施例中，通道102具有自10 μm 至10 mm之

一直徑。在一實施例中，可至少部分基於預成型件100內或多個預成型件之間的一壓力梯度來選擇通道102之直徑。在一實施例中，通道102具有在10 μm 與100 μm 之間的一直徑。在一實施例中，通道102具有在1 mm與10 mm之間的一直徑。

【0053】 如圖1B中所展示，凹槽104可形成於預成型件100之頂表面106及/或底表面108中。在一實施例中，凹槽104係筆直的。在一實施例中，凹槽104可彎曲，(例如)從而形成一波形圖案或一螺旋圖案。凹槽104可對蒸氣提供在一預成型件100之通道102與一相鄰預成型件之通道之間穿過之一路徑。凹槽104可提供一曲折路徑以增加蒸氣在到達一安瓿之一蒸氣出口之前沿著預成型件100及/或相鄰預成型件行進之距離。替代性地或除了凹槽104之外，頂表面106及/或底表面108可經粗糙化。

【0054】 如圖1A中所展示，在預成型件100中在一圓周表面112上亦可包含一或多條對準線110。該或該等對準線110指示預成型件之定向。在一實施例中，對準線110可為向外並遠離圓周表面112突出之一線性突出部。在另一實施例中，對準線可為形成於圓周表面112中之一凹槽。當堆疊多個預成型件100以使該等預成型件相對於彼此對準時，可使用對準線110。藉由引用對準線110輔助之預成型件之對準可使得相鄰預成型件之通道102並不彼此對準。藉由不對準相鄰預成型件100之通道102，可迫使蒸氣自一組通道102行進至下一導孔(例如，凹槽104)。因此，以此方式使用相鄰預成型件之對準線110以使預成型件相對於彼此定向對蒸氣提供一曲折路徑，從而改善最終在包含預成型件100之一或多者之一安瓿內產生的蒸氣之飽和度之一致性。

【0055】 圖1B展示在圖1A中所描繪之預成型件100之一橫截面視

圖。如圖1B之截面視圖中所展示，通道102延伸穿過預成型件100。凹槽104在預成型件100之頂表面106及底表面108上可見。在圖1B中所展示之實施例中，凹槽104係筆直的且在至圖1B中所展示之截面視圖中之頁面中之一方向上延伸。

【0056】 圖1C展示根據一實施例之預成型件之一俯視圖。在圖1C之視圖中，通道102在頂表面106上可見。圖1C中所展示之通道102之分佈係使得若兩個相鄰預成型件相對於彼此旋轉 180° ，則該兩個相鄰預成型件之通道102並不彼此對準。如圖1C中所展示，通道102自預成型件100之頂表面106延伸穿過整個預成型件100至底表面108。

【0057】 圖1D展示根據一實施例之具有施覆至預成型件之一金屬箔114之在圖1A中所展示之預成型件的一橫截面視圖。金屬箔114可為一非揮發性固體之一薄層。金屬箔114可施覆至預成型件100之一或多個面(諸如頂表面106或底表面108)。在一實施例中，金屬箔可進一步圍繞預成型件100之側(諸如圓周表面112)。金屬箔114可包含通孔。該等通孔可或不可對應於形成於預成型件100中之所有通道102。金屬箔114可進一步促成使蒸氣經過或穿過一固體輸送安瓿中之一或多個預成型件100的曲折路徑。在一實施例中，金屬箔114可作為預成型件之支撐相之部分包含於預成型件100中。當包含於支撐相中時，金屬箔114可進一步促進熱量傳導通過預成型件100。

【0058】 圖2展示根據一實施例之一安瓿200之一橫截面視圖。安瓿200係用於輸送自一固體昇華材料昇華之一蒸氣的一安瓿。安瓿200經定大小以與一氣相沈積系統相容。該氣相沈積系統包含一加熱腔室，其中可加熱安瓿200，繼而加熱安瓿200內所容納之固體昇華材料並使固體昇華

材料昇華。

【0059】 安甌200包含一安甌本體202及蒸氣出口204。蒸氣出口閥206調節來自蒸氣出口204之流量。安甌本體202界定一內部空間。複數個預成型件208位於該內部空間內。複數個預成型件208包含兩個或兩個以上預成型件，諸如上文參考圖1A至圖1C所描述之預成型件100。複數個預成型件208之預成型件可互相堆疊。在一實施例中，複數個預成型件208之預成型件在經堆疊時彼此接觸。在一實施例中，在複數個預成型件208中之各對相鄰預成型件之間提供一間隔件。在一實施例中，例如，藉由諸如來自安甌本體202之一內表面之突出部之結構來支撐複數個預成型件中之預成型件之各者。在一實施例中，可提供圍繞安甌200之一加熱器套(未展示)。在一實施例中，加熱棒或加熱鰭片(未展示)可延伸至安甌本體202內之內部空間中。

【0060】 安甌本體202可為與氣相沈積系統之加熱腔室接觸之部分且將熱量傳遞至內部空間以加熱內部空間並產生固體昇華材料之蒸氣。安甌本體202可(例如)呈圓柱形形狀。可密封安甌本體202使得進出安甌本體202內之內部空間之唯一通道係通過蒸氣出口204。可在將複數個預成型件208放置於安甌本體202內之後密封安甌本體202。

【0061】 蒸氣出口204係安甌本體202中之一開口，該開口容許將包含來自複數個預成型件208之(若干)經昇華固體昇華材料之蒸氣提供至一氣相沈積工具。蒸氣出口閥206調節自蒸氣出口204之蒸氣之通道，且可為用於調節或控制一蒸氣之流量的任何合適閥。蒸氣出口閥206可由安甌200之一控制器(未展示)及/或搭配安甌200使用的氣相沈積工具之一控制器(未展示)加以控制。

【0062】 複數個預成型件208位於藉由安瓿本體202界定之內部空間內。複數個預成型件208之預成型件可為諸如上文所描述及圖1A至圖1C中所展示之預成型件100之預成型件。預成型件各包含圍繞一支撐相之一固體昇華材料。例如，該固體昇華材料可為 AlCl_3 、氯化鎢或氯氧化物，或氯化鉬或氯氧化物。支撐相可為碳纖維、熱解碳、金屬(例如，一金屬發泡體)、一陶瓷或一玻璃。在一實施例中，支撐相係基於高導熱率選擇之一材料。例如，如上文所描述，可基於與固體昇華材料之相容性來選擇支撐相。可基於安瓿來選擇複數個預成型件208中之預成型件之數目，例如，包含自用於供應一單個氣相沈積工具之一安瓿之兩個至十個安瓿至在將蒸氣饋送至多個氣相沈積工具之一安瓿中之多達數百個預成型件。在一些實施例中，複數個預成型件208各可包含相同固體昇華材料。在一些實施例中，複數個預成型件208可在預成型件208之至少一些中包含不同固體昇華材料。複數個預成型件208之各者包含自一第一表面穿過預成型件至與該第一表面相對之一第二表面之通道。複數個預成型件208之各者可包含形成於預成型件之一或多個面上之凹槽。在一實施例中，凹槽可在預成型件之各者之相對側上。在一實施例中，兩個相鄰預成型件之至少一者之凹槽可將蒸氣自一個預成型件之通道輸送至相鄰預成型件之通道。

【0063】 複數個預成型件可經配置使得通道(諸如複數個預成型件208中之相鄰預成型件之通道102)並不彼此對準。可藉由引用諸如對準線110之一對準線來確保複數個預成型件之配置，(例如)以確保相鄰預成型件208之對準線並不彼此對準。用以確保相鄰預成型件之通道彼此未對準之複數個預成型件208之對準可對載體氣體或蒸氣提供通過安瓿之一曲折路徑。蒸氣可沿著形成於預成型件之表面中之凹槽(諸如上文所描述之凹

槽104)行進，以自一個預成型件之通道穿過至相鄰預成型件之通道。該曲折路徑可改善具有經昇華固體昇華材料之蒸氣之飽和度。在一實施例中，可在預成型件上、下面或內部包含一金屬箔。在一實施例中，在預成型件之一或多個面上使用一金屬箔。該金屬箔可包含通孔。該等通孔可能並不對應於形成於預成型件中之所有通道。金屬箔可進一步促成用於蒸氣之曲折路徑。金屬箔可為預成型件之支撐相之部分。金屬箔可傳導熱量通過預成型件。

【0064】 圖3展示根據另一實施例之一安瓿300之一橫截面視圖。安瓿300包含一安瓿本體302。在圖3中所展示之實施例中，安瓿本體302包含一載體氣體入口304及一蒸氣出口306。安瓿本體302界定一內部空間。各包含固體昇華材料及一支撐相之複數個預成型件308位於該內部空間內。預成型件308各可包含經構形以容許一載體氣體管312延伸通過複數個預成型件308之一孔隙310。在圖3中所展示之實施例中，載體氣體管312係筆直的。在實施例中，載體氣體管可包含彎曲部。載體氣體管312自載體氣體入口304延伸至其中將輸送載體氣體之安瓿300內之內部空間中之一點。

【0065】 安瓿300係用於輸送自一固體昇華之一蒸氣之一安瓿。安瓿300經定大小以與一氣相沈積系統相容。該氣相沈積系統包含一加熱腔室，可在該加熱腔室中加熱安瓿300，繼而加熱所容納之固體昇華材料並使其昇華。

【0066】 安瓿300包含安瓿本體302。安瓿本體302界定其內容納複數個預成型件之一內部空間。安瓿本體302可為與氣相沈積系統之加熱腔室接觸之部分且將熱量傳遞至該內部空間以加熱內部空間並產生固體昇華

材料之蒸氣。安瓿本體302可(例如)呈圓柱形形狀。可密封安瓿本體302使得進出安瓿本體302內之內部空間之唯一通道係通過載體氣體入口304及蒸氣出口306。可在將複數個預成型件308放置於安瓿本體302內之後密封安瓿本體302。

【0067】 在圖3中所展示之實施例中，安瓿300包含一載體氣體入口304。載體氣體入口304包含調節載體氣體進入藉由安瓿本體302界定的內部空間之一流量的一閥314。載體氣體可為保持由固體昇華提供之前驅體蒸氣之完整性的任何合適氣體組合物。例如，載體氣體可為一惰性氣體。載體氣體之非限制性實例可包含氫氣、氮氣、氬氣、一氧化碳及類似者。載體氣體可為一氣體混合物。載體氣體入口304經構形以連接至一載體氣體源(未展示)，舉例而言，諸如來自氣相沈積工具之一管線或來自供應載體氣體之一槽或其他來源之一管線。載體氣體入口304可附接至藉由安瓿本體302界定的內部空間內之載體氣體管312或可延伸至載體氣體管312。可引入載體氣體以驅動蒸氣流動通過蒸氣出口306及/或促進固體昇華材料昇華以形成蒸氣。

【0068】 載體氣體管312將安瓿本體內之載體氣體輸送至其經釋放之處。在圖3中所展示之實施例中，載體氣體管312輸送載體氣體通過複數個預成型件308之所有者至藉由安瓿本體302界定的內部空間之與包含蒸氣出口306之端相對之一端。載體氣體管312穿過包含於複數個預成型件308之各者中之孔隙延伸通過複數個預成型件308。

【0069】 蒸氣出口306係一開口，包含經昇華固體昇華材料及視需要經由載體氣體入口304供應的載體氣體之蒸氣可通過該開口離開安瓿300且(例如)進入將蒸氣輸送至氣相沈積工具之一沈積腔室之一加熱管

中。蒸氣出口306可包含調節蒸氣通過蒸氣出口306離開安瓿300之流量的一閥316。蒸氣出口306可位於藉由安瓿本體302界定的內部空間之一頂部處，使得固體昇華材料之蒸氣朝向蒸氣出口上升。

【0070】 安瓿300容納複數個預成型件308。複數個預成型件308各可包含一孔隙310。複數個預成型件308之各者可為諸如圖1A至圖1C中所展示及上文所描述之預成型件100之一預成型件。孔隙310可容許載體氣體管312穿過複數個預成型件308之各者。複數個預成型件308之各者包含一固體昇華材料及一支撐相。例如，該固體昇華材料可為 AlCl_3 、氯化鎢或氯氧化物，或氯化鉬或氯氧化物，或其等之組合。該支撐相可為碳纖維、熱解碳、金屬(例如，一金屬發泡體)、一陶瓷或一玻璃。例如，如上文所描述，可基於與固體昇華材料之相容性來選擇支撐相。複數個預成型件308之各者包含自一第一表面穿過預成型件至與該第一表面相對之一第二表面之通道。複數個預成型件308各可包含相同固體昇華材料。在一實施例中，複數個預成型件308可在預成型件308之至少一些中包含不同固體昇華材料。複數個預成型件308之各者可包含形成於預成型件之頂側及底側之一或多者上之凹槽。在一實施例中，凹槽可在預成型件之各者之相對側上。在一實施例中，兩個相鄰預成型件之至少一者之凹槽可將蒸氣自一個預成型件之通道輸送至相鄰預成型件之通道。

【0071】 複數個預成型件可經配置使得通道(諸如複數個預成型件308中之相鄰預成型件之通道102)並不彼此對準。可藉由引用諸如對準線110之一對準線來確保複數個預成型件之配置，(例如)以確保相鄰預成型件308之對準線並不彼此對準。複數個預成型件308之對準可用以對載體氣體或蒸氣提供通過安瓿之一曲折路徑。蒸氣可沿著形成於預成型件之表

面中之凹槽(諸如上文所描述之凹槽104)行進，以自一個預成型件之通道穿過至相鄰預成型件之通道。該曲折路徑可改善具有經昇華固體昇華材料之蒸氣之飽和度。在一實施例中，可在預成型件上、下面或內部包含一金屬箔。在一實施例中，在預成型件之一或多個面上使用一金屬箔。該金屬箔可包含通孔。該等通孔可能並不對應於形成於預成型件中之所有通道。金屬箔可進一步促成用於蒸氣之曲折路徑。金屬箔可為預成型件之支撐相之部分。金屬箔可傳導熱量通過預成型件。

【0072】圖4展示用於製備一預成型件之一方法400之一流程圖。方法400包含：獲得一支撐相402；用一固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分404；及製備包含該支撐相及該固體昇華材料之一預成型件406，其中固體昇華材料圍繞支撐相之至少一部分。可視需要將該預成型件添加至一固體輸送安瓿408。

【0073】獲得一支撐相402。在一實施例中，該支撐相係複數個碳纖維。在一實施例中，支撐相係熱解碳。在一實施例中，支撐相係一金屬或陶瓷結構。在一實施例中，支撐相係一金屬發泡體，例如，一鎳發泡體或一鋁發泡體。在一實施例中，支撐相係基於與固體昇華材料之相容性來選擇之一材料。相容性可根據固體昇華材料與支撐相之間的內聚力。相容性可進一步受不會污染由固體昇華材料提供之蒸氣之材料限制。當 AlCl_3 係固體昇華材料時，用於支撐相之相容材料之非限制性實例包含鋁金屬、包含 Al_2O_3 之陶瓷。例如，包含 Al_2O_3 之陶瓷可在陶瓷中包含 Al_2O_3 或 Al_2O_3 可為支撐相上之一塗層。當固體昇華材料包含鹵化鎢及鹵氧化物時，用於支撐相之相容材料之非限制性實例包含熱解碳、鎳金屬、鎳基合金(諸如C22或C247鎳合金)、陶瓷或玻璃，或其等之組合。當固體昇華材

料包含鹵化鋁及鹵氧化物時，用於支撐相之相容材料之非限制性實例包含熱解碳、鎳金屬、鎳基合金(諸如C22或C247鎳合金)、陶瓷或玻璃，或其等之組合。在一實施例中，支撐相係基於高導熱率選擇之一材料。

【0074】 用一固體昇華材料圍繞支撐相404。該固體昇華材料可選自(例如) AlCl_3 、鹵化物或鹵氧化物，或鹵化鋁或鹵氧化物。在一實施例中，當支撐相係複數個碳纖維時，在404用固體昇華材料圍繞支撐相可包含使碳纖維與固體昇華材料之一粉末混合。在一實施例中，獲得一模具且碳纖維與粉末之該混合可在一模具內發生。在一實施例中，可將經混合之纖維與粉末放置於該模具中。在其中支撐相係一陶瓷或金屬片之一實施例中，在404用一固體昇華材料圍繞支撐相可包含在一模具之部分內用該固體昇華材料之一粉末圍繞支撐相。在其中支撐相係一陶瓷或金屬片之一實施例中，在404用一固體昇華材料圍繞支撐相可包含在一模具內用包含該固體昇華材料之一溶液圍繞支撐相。作為一非限制性實例，包含固體昇華材料之該溶液可包含作為固體昇華材料之 $\text{Ti}(\text{OCH}_3)_4$ ，且作為一非限制性實例，溶劑可包含己烷。在一實施例中，在404用一固體昇華材料圍繞支撐相可包含在高於 176°C 之一溫度下在支撐相上方澆注一熔融固體昇華材料(作為一非限制性實例，包含 MoO_2Cl_2)。在一實施例中，在404用一固體昇華材料圍繞支撐相可包含在支撐相周圍供應包含該固體昇華材料之一蒸氣。

【0075】 在406製備包含支撐相及固體昇華材料之一預成型件，其中固體昇華材料圍繞支撐相之至少一部分。在其中在404提供作為一粉末之固體昇華材料之一實施例中，可在406藉由閉合模具並施加壓力以在支撐相上形成固體昇華材料之一經壓製粉末來製備預成型件。壓製一粉末固

體昇華材料可藉由在壓製期間加熱模具及/或該粉末而在一高溫下執行。在一實施例中，使該粉末固體昇華材料之80%或超過80%或90%或超過90%軟化之一溫度係用於壓製粉末固體昇華材料。在一實施例中，可使粉末固體昇華材料在低於環境溫度下之壓力的壓力下更快地緻密化之一溫度係用於壓製粉末固體昇華材料。在其中在404提供作為一溶液之固體昇華材料之一實施例中，可在406藉由在該溶液及支撐相在一模具內時自溶液蒸發溶劑來製備預成型件。在其中在404提供呈熔融形式之固體之一實施例中，可在406藉由在一模具內冷卻熔融固體昇華材料來製備預成型件。在其中在404提供作為一蒸氣之固體之一實施例中，可在406藉由將蒸氣冷凝至支撐相上來製備預成型件。

【0076】 圖5A至圖5C係固體預成型件之氣化之一實例。參考圖5A，預成型件之固體材料包含揮發性相與非揮發性相之一組合。預成型件之頂表面及底表面兩者可具有容許蒸氣以及載體氣體自揮發性相橫向運輸之紋理。在某些實施例中，取決於安瓿，特定通孔亦可容許蒸氣以及載體氣體自揮發性相垂直運輸。參考圖5B，底部橫截面及側壁展示與揮發性相混合且撞擊於一通孔上之一非揮發性相。透過圖5C中所描繪之不同相，載體氣體與預成型件之揮發性相之蒸發表面之間具有緊密接觸。因此，揮發性相經蒸發，而非揮發性相保持載體路徑分散以維持載體氣體與揮發性相之蒸發表面之間的緊密接觸。預成型件之一個非限制例示性優點在於，在不存在非揮發性相之情況下，隨著揮發性相經氣化，在載體氣體與揮發性相之間的接觸減少之情況下存在載體氣體之通道效應(channeling)。

【0077】 在一實施例中，模具可包含導致預成型件具有穿過預成型

件之通道及/或在預成型件之一或多個表面(諸如上平坦表面及下平坦表面)上之凹槽之特徵。在一實施例中，模具之形成通道之部分可具有一錐形以促進模具之操作及成品預成型件之移除。在一實施例中，在406製備預成型件可進一步包含在壓製粉末或蒸發溶液之後在預成型件上形成通道及/或凹槽。在一實施例中，可藉由鑽孔來形成通道。在一實施例中，可將凹槽銑削至預成型件之一或多個表面中。在一實施例中，可(例如)經由銑削、標記用於形成預成型件之模具之一特徵，或用於在預成型件之一外表面(諸如預成型件之一圓周表面)上包含對準之一可見指示物的任何其他合適方法來在預成型件上提供一對準線。

【0078】 在408可視需要將預成型件添加至一固體輸送安瓿。可將預成型件放置於該固體輸送安瓿之一本體內之一預成型件堆疊中。可對準預成型件使得穿過一個預成型件之通道與任何相鄰預成型件之通道未對準。可藉由形成於各預成型件之表面中之一或多條對準線來促進預成型件在一堆疊內之此定向。在一實施例中，可在一惰性氣體大氣下執行在408之放置於安瓿中。

【0079】 替代性地，當省略選用步驟408時，預成型件可用作獨立於一安瓿的一蒸氣源。

【0080】 態樣：

【0081】 應理解，態樣1至11中任一項可與態樣12至15或16至25中任一項組合。應理解，態樣12至15中任一項可與態樣16至25中任一項組合。

【0082】

態樣1. 一種用於昇華之預成型件，其包括：

一支撐相；及

一固體昇華材料，

其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分，且

該預成型件包含穿過該預成型件之複數個通道。

【0083】 態樣2. 如態樣1之預成型件，其中該固體昇華材料係經壓製粉末。

【0084】 態樣3. 如態樣1至2中任一項之預成型件，其中該支撐相包含一金屬發泡體、固體金屬之一晶格、一或多條金屬導線或一金屬棉。

【0085】 態樣4. 如態樣1至3中任一項之預成型件，其中該支撐相包括碳纖維或陶瓷纖維。

【0086】 態樣5. 如態樣1至4中任一項之預成型件，其進一步包括在該預成型件之一頂表面或該預成型件之一底表面之一者處的一箔。

【0087】 態樣6. 如態樣1至5中任一項之預成型件，其進一步包括在該預成型件之一側表面處的一箔。

【0088】 態樣7. 如態樣1至6中任一項之預成型件，其中該固體昇華材料係氯化鋁。

【0089】 態樣8. 如態樣7之預成型件，其中該支撐相包括鋁。

【0090】 態樣9. 如態樣1至6中任一項之預成型件，其中該固體昇華材料包括Mo或W。

【0091】 態樣10. 如態樣9之預成型件，其中該支撐相包括鎳。

【0092】 態樣11. 如態樣1至10中任一項之預成型件，其中該預成型件包括在該預成型件之一表面上之複數個凹槽。

【0093】

態樣12. 一種用於輸送一蒸氣之安瓿，其包括：

一安瓿本體，其具有一蒸氣出口埠，該安瓿本體界定容納一或多個昇華預成型件之一內部空間，其中各昇華預成型件包括：

一支撐相；及

一固體昇華材料，

其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分，且

該預成型件包含穿過或圍繞該預成型件之複數個通道。

【0094】 態樣13. 如態樣12之安瓿，其中該安瓿本體進一步包括一載體氣體入口。

【0095】 態樣14. 如態樣12至13中任一項之安瓿，其中該一或多個昇華預成型件之各者包含相同固體昇華材料。

【0096】 態樣15. 如態樣12至14中任一項之安瓿，其中該安瓿本體容納複數個昇華預成型件，且該等昇華預成型件經配置使得各昇華預成型件之該等通道並不與相鄰昇華預成型件之通道對準。

【0097】

態樣16. 一種製備固體昇華材料之方法，其包括：

獲得一支撐相；

用一固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分；及

製備包含該支撐相及該固體昇華材料之一預成型件，其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分。

【0098】 態樣17. 如態樣16之方法，其中該固體昇華材料係以一粉末之一形式提供，且製備該預成型件包括壓製該粉末及該支撐相。

【0099】 態樣18. 如態樣17之方法，其中壓製該粉末及該支撐相包

含加熱該粉末。

【0100】 態樣19. 如態樣16之方法，其中該固體昇華材料係以包含該固體昇華材料及一溶劑之一溶液之一形式提供，且製備該預成型件包括自該溶液移除該溶劑。

【0101】 態樣20. 如態樣16之方法，其中該固體昇華材料經提供為一蒸氣，且製備該預成型件包括在該支撐相上方冷凝該固體昇華材料之該蒸氣。

【0102】 態樣21. 如態樣16之方法，其中該固體昇華材料係以一熔融形式提供，且製備該預成型件包括冷卻該熔融固體昇華材料。

【0103】 態樣22. 如態樣16至21中任一項之方法，其進一步包括將該預成型件放置於一固體輸送安瓿中。

【0104】 態樣23. 如態樣16至21中任一項之方法，其中在經構形以形成穿過該預成型件之複數個通道及形成沿著該預成型件之至少一表面之複數個凹槽之一模具中執行製備該預成型件。

【0105】 態樣24. 如態樣16至23中任一項之方法，其進一步包含在該預成型件中鑽一或多個通道及沿著該預成型件之至少一表面切割複數個凹槽。

【0106】 態樣25. 如態樣16至24中任一項之方法，其中製備該預成型件包含使該固體昇華材料及該支撐相之至少一者與一箔接觸。

【0107】 本申請案中所揭示之實例及圖應在所有方面被視為闡釋性而非限制性。本發明之範疇係藉由隨附發明申請專利範圍而非藉由前文描述及圖指示；且在發明申請專利範圍之等效含義及範圍內之所有變化皆意欲包含於其中。

【符號說明】

【0108】

100:預成型件

102:通道

104:凹槽

106:頂表面

108:底表面

110:對準線

112:圓周表面

114:金屬箔

200:安瓿

202:安瓿本體

204:蒸氣出口

206:蒸氣出口閥

208:預成型件

300:安瓿

302:安瓿本體

304:載體氣體入口

306:蒸氣出口

308:預成型件

310:孔隙

312:載體氣體管

314:閥

316:閥

400:方法

402:步驟

404:步驟

406:步驟

408:步驟

【發明申請專利範圍】

【請求項1】

一種用於昇華之預成型件，其包括：

一支撐相；及

一固體昇華材料，

其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分，且該固體昇華材料為係經壓製粉末。

【請求項2】

如請求項1之預成型件，其中該預成型件包括穿過該預成型件之複數個通道。

【請求項3】

如請求項1之預成型件，進一步包括在該預成型件之一頂表面或該預成型件之一底表面之一者處的一箔。

【請求項4】

如請求項1之預成型件，其中該支撐相包括碳纖維或陶瓷纖維。

【請求項5】

如請求項1之預成型件，其中該預成型件包括一定位標記。

【請求項6】

一種用於輸送一蒸氣之安瓿，其包括：

一安瓿本體，其具有一蒸氣出口埠，該安瓿本體界定容納複數個昇華預成型件之一內部空間，其中各昇華預成型件包括：

一支撐相；及

一固體昇華材料，

其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分，且
該固體昇華材料為係經壓製粉末。

【請求項7】

如請求項6之安瓿，其中各昇華預成型件包括穿過該昇華預成型件之
複數個通道且不與相鄰昇華預成型件上之通道對準。

【請求項8】

如請求項6之安瓿，其中各昇華預成型在與相鄰昇華預成型件接觸之
表面上包括凹槽。

【請求項9】

一種製備固體昇華材料之方法，其包括

獲得一支撐相；

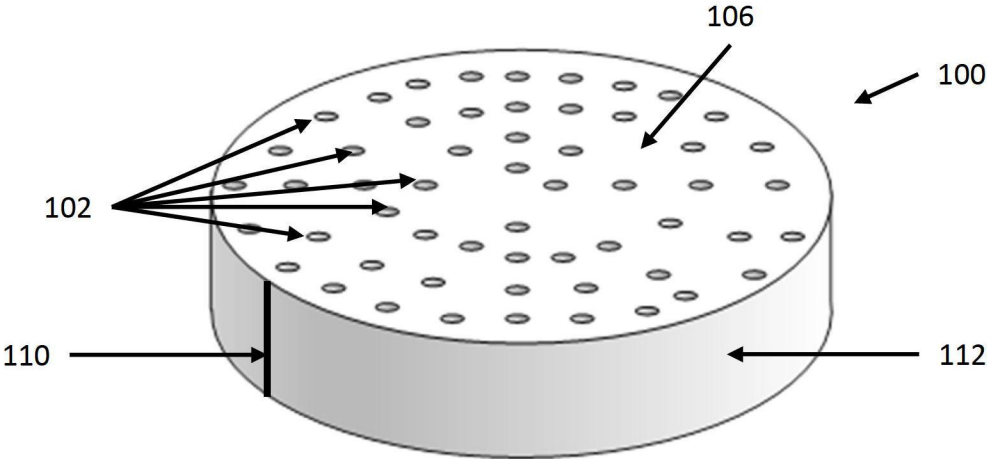
用一固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分；及

製備包含該支撐相及該固體昇華材料之一預成型件，

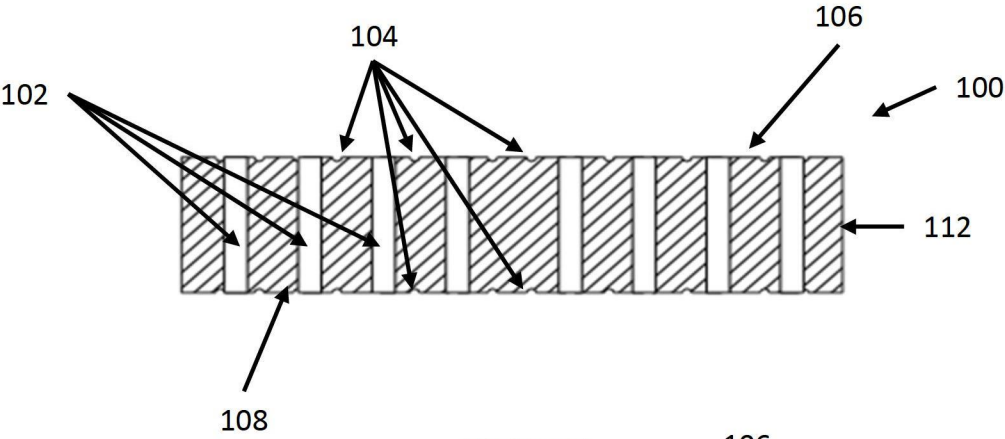
其中該固體昇華材料圍繞該支撐相之至少一部分，

該固體昇華材料係以一粉末之一形式提供，且製備該預成型件包
括壓製該粉末及該支撐相。

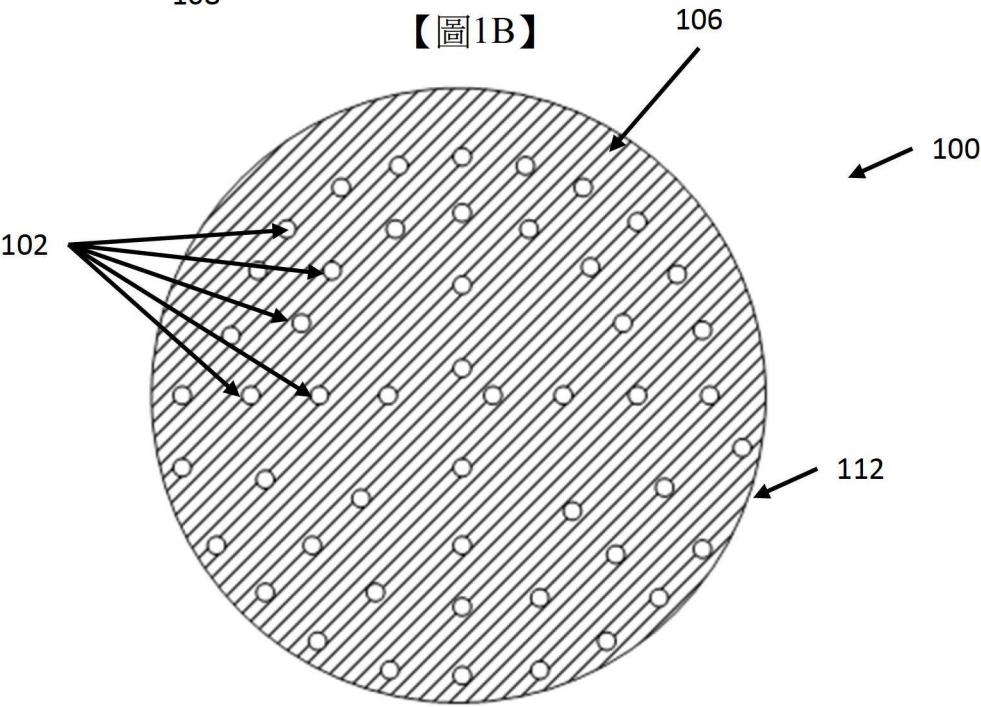
【發明圖式】



【圖1A】

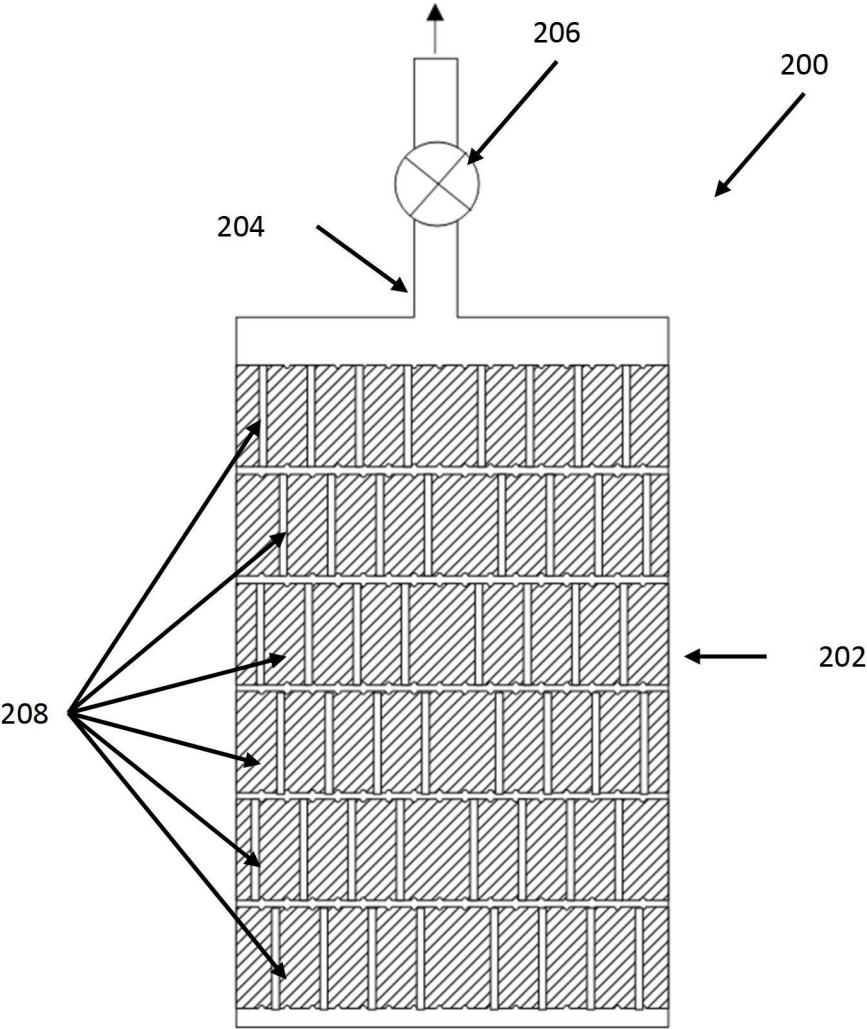


【圖1B】

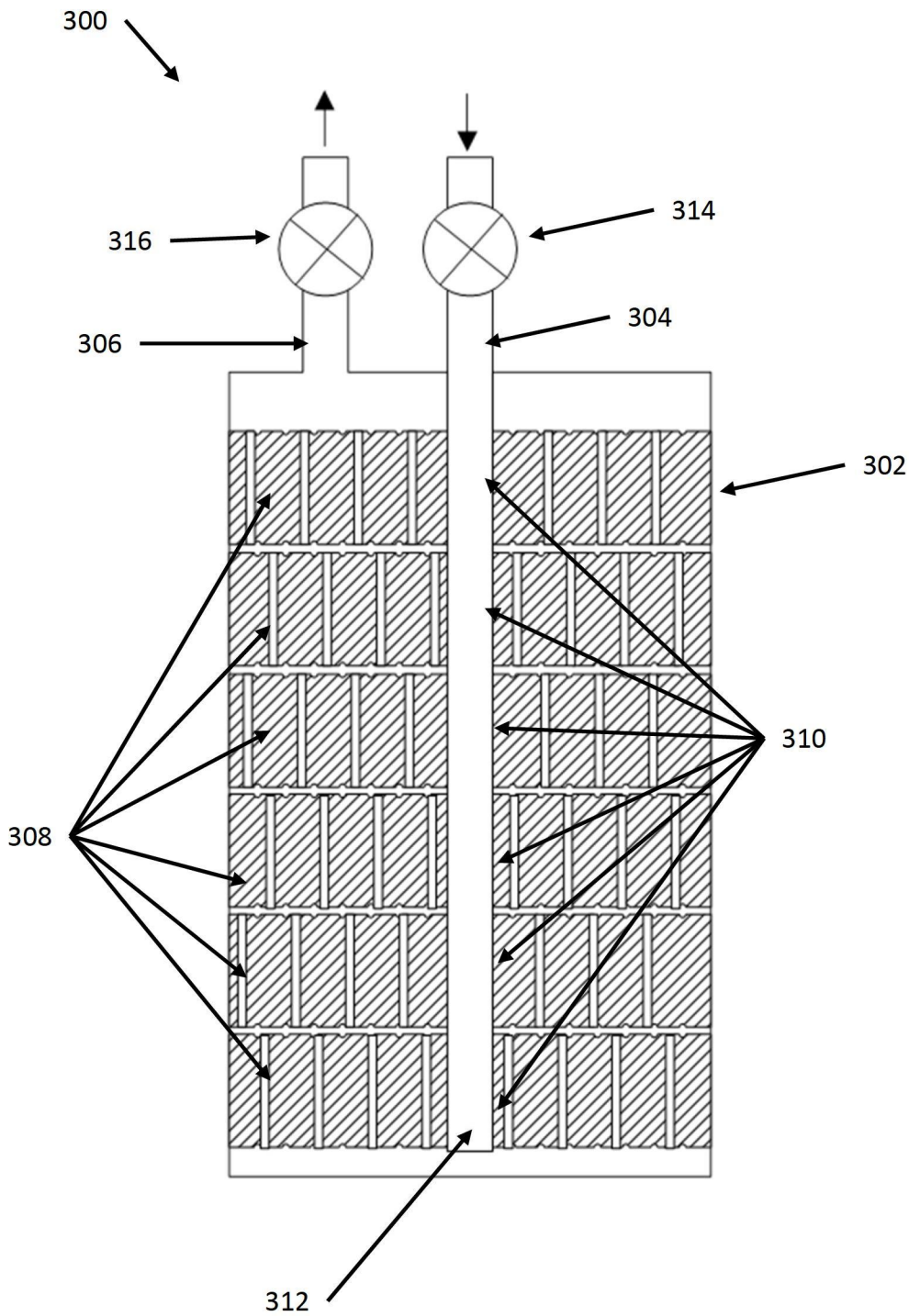


【圖1C】

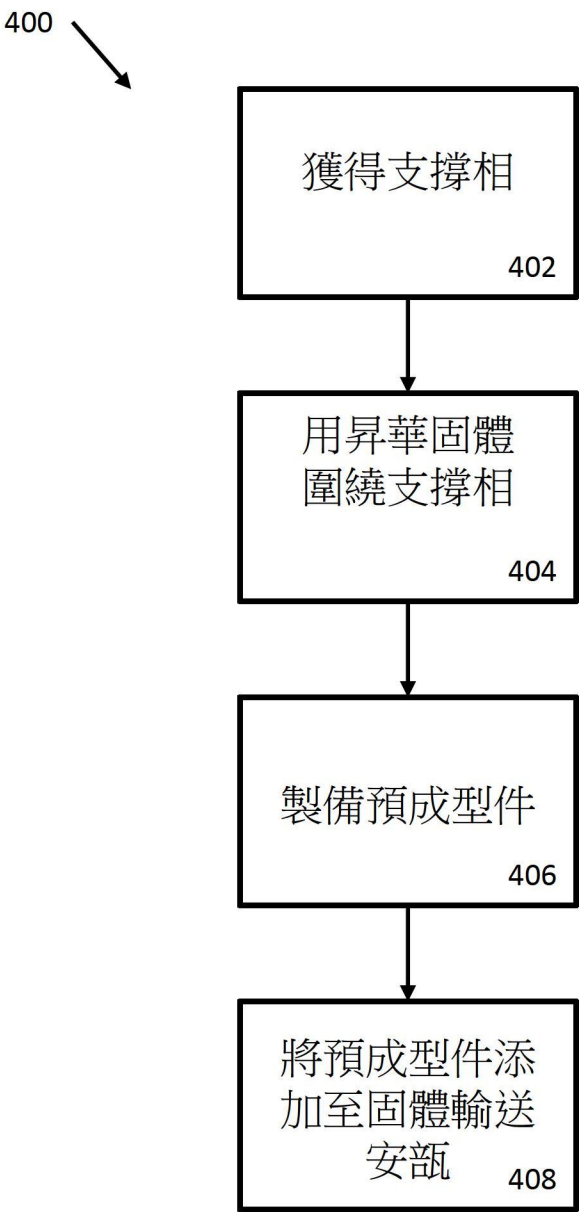
【圖1D】



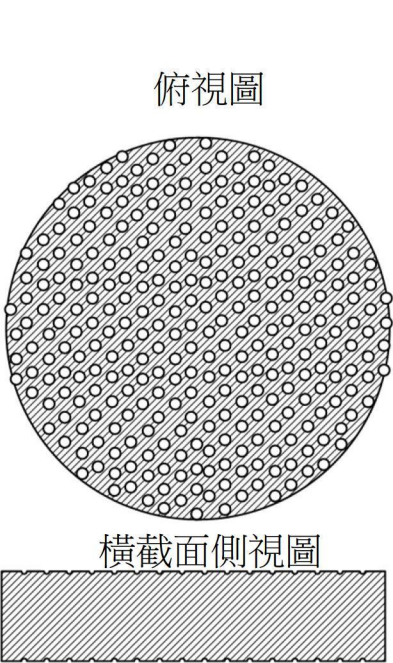
【圖2】



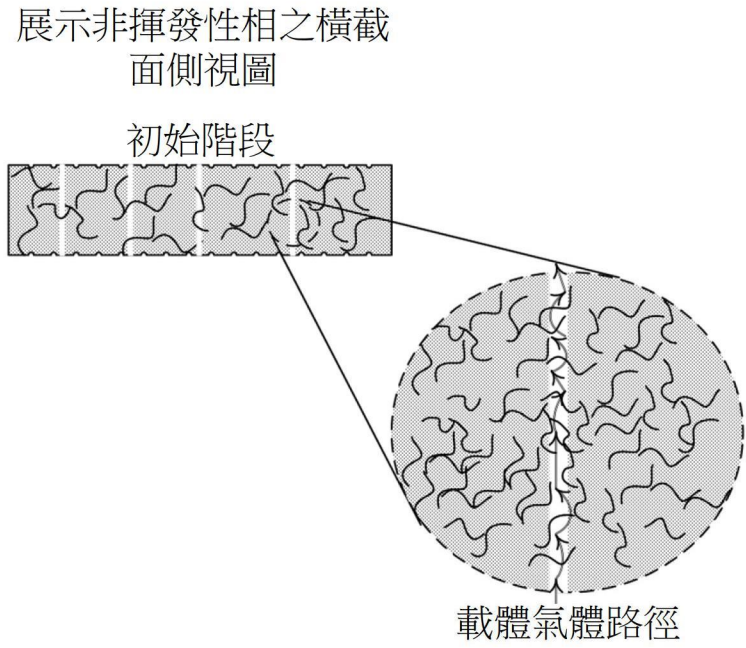
【圖3】



【圖4】

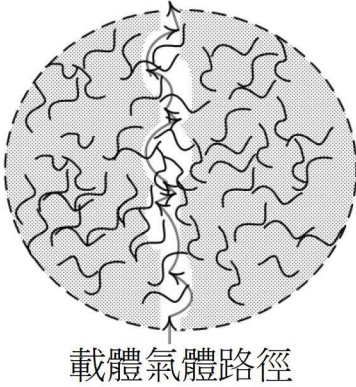


【圖5A】

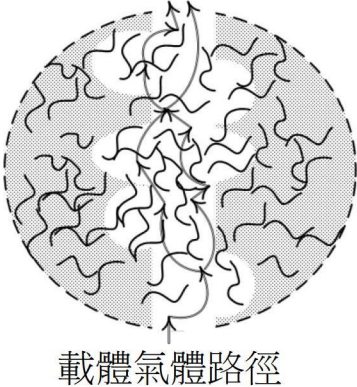


【圖5B】

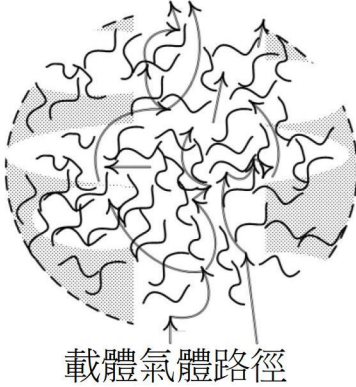
展示非揮發性相之橫
截面側視圖
階段1



展示非揮發性相之橫
截面側視圖
階段2



展示非揮發性相之橫
截面側視圖
結束階段



【圖5C】