

(19) 대한민국특허청(KR)  
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>  
C23C 16/00

(45) 공고일자 2002년08월08일  
(11) 등록번호 10-0320762  
(24) 등록일자 2002년01월03일

(21) 출원번호	10-1995-0703951	(65) 공개번호	특1996-0701235
(22) 출원일자	1995년09월18일	(43) 공개일자	1996년02월24일
번역문제출일자	1995년09월18일		
(86) 국제출원번호	PCT/US1994/02512	(87) 국제공개번호	WO 1994/21840
(86) 국제출원일자	1994년03월07일	(87) 국제공개일자	1994년09월29일
(81) 지정국	국내특허 : 캐나다 일본 대한민국 미국 EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 리히텐슈타인 사이프러스 독일 덴마크 스페인 핀란드 프랑스 영국 그리스 아일랜드 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투갈 스웨덴		

(30) 우선권 주장      08/032984    1993년03월18일    미국(US)  
                          08/178933    1994년01월07일    미국(US)

(73) 특허권자      어드밴스드 테크놀러지 머티리얼즈, 인코포레이티드

미국 코네티컷 06810 덴버리 코머스 드라이브 7

(72) 발명자

피터에스.컬린

미합중국, 코네티컷06801, 베델, #72킹즈우드드라이브11  
로빈에이.가디너

미합중국, 코네티컷06801, 베델, 놀우드드라이브23  
피터반버스커크

미합중국, 코네티컷06470, 뉴튼, 포버티홀로우로드 18

(74) 대리인

나영환, 이상섭

**심사관 : 김수성**

**(54) 증발가능액체또는비증기특성의원료시약을증발시키는장치및방법**

**요약**

본 발명은 액체 반응제 기화 및 공급 장치(300)를 구비하는 처리 시스템에 관한 것으로서, 상기 기화 및 공급 장치는 하우징 내측 벽면(320)에 근접한 다공성 기화부재(340)를 포함하는 기화 챔버 하우징(302)을 구비하여 액체 유동 채널(332, 324, 326, 328)을 형성한다. 그러한 시스템에는 공기 또는 수분에 민감한 액체를 펌프 공급하기 위한 펌프 조립체(10)가 이용되며, 그 펌프의 컷는 부분은 불활성 매기물 및/또는 처리 액체로 덮혀져 저 증기압 액체성분과 분리되어 효과적으로 부식 또는 입자형성 방지에 방지된다. 다른면으로 보면, 본 발명은, 기화기 부재에서 원반응제의 조기 분해 및 원반응체의 산화 분해에 의해 생성되는 막힘과 비효율적인 기화를 유발하는 고체 생성물 때문에, 원 반응제 기화기(17)에서 화학 증착(CVD)중에 발생하는 해로운 고체 누적을 방지하는 수단 및 방법에 관한 것으로서, 그 고체 누적은 기화기 부재를 주기적으로 세정하여 실시되며 그에 따라 그 기화기 부재의 일정성, 신뢰성 및 수명이 증대된다.

**대표도**

**도5**

**명세서**

발명의 분야

본 발명은 증기 형태의 시약, 예컨대 플래시 증발 가능한 액체 원료 시약(flash vaporizable liquid source reagents)을 증기 형태로 화학 증착(CVD)반응기 또는 다른 증기상(蒸氣相) 시약을 사용하는 장소에 급송하기 위하여 채용될 수 있는 액체 시약 증발 장치에 관한 것이다. 이러한 장치는 그 특별한 실시 형태에 있어서, 공기 또는 습기 민감성 액체를 계량하는 데 사용되는 펌프의 적셔진 부분들을 보호하여, 펌핑 이송되는 액체가 공기 또는 수분과 반응하여 고체 입자들을 형성하는 경우에 초래될 수 있는 부식 및 품질의 열화(劣化)로부터 그러한 펌프들을 보호하는 수단 및 방법을 포함한다. 그러한 장치는, 다른 특별한 양태에 있어서, 비휘발성 화합물의 퇴적 및 증발 장치의 원료 시약이 증발되는 구역에서의 흐름 방해를 방지하여, 막힘을 초래할 수 있는 고체 또는 액체 물질의 퇴적으로부터 증발 구역을 보호하는 수단 및 방법도 포함한다.

관련 기술의 설명

최근에, 많은 내화재들이 독특한 물성을 갖는 것으로 확인되었다. 최근에 발견된 고온 초전도(HTSC; high

temperature superconducting) 재료로는  $YBa_2Cu_3O_x$  ( $x$ 는 약 6 내지 7.3),  $BiSrCaCuO$  및  $TlBaCaCuO$  등이 있다. 바륨 티타네이트( $BaTiO_2$ ) 및 바륨 스트론튬 티타네이트( $Ba_xSr_{1-x}TiO_3$ )는 독특하고도 잠재적으로 매우 유용한 특성을 갖는 강유전성(強誘電性) 및 광자성(光子性)의 재료인 것으로 확인되었다.  $Ba_xSr_{1-x}Nb_2O_6$ 은 그 반사율이 전장(電場) 및 그것에 가해지는 광의 세기의 함수로서 변화하는 광자성 재료다. 납 지르코네이트 티타네이트( $PbZr_{1-x}Ti_xO_3$ )는 그 특성이 매우 흥미로운 강유전성 재료이다. 11족 금속의 불화물, 즉,  $BaF_2$ ,  $CaF_2$  및  $SrF_2$ 는 광섬유의 신타레이션 검출(scintillation detecting) 및 코팅에 유용한 재료다.  $Ta_2O_5$ 와 같은 내화 산화물은 마이크로 일렉트로닉스 산업에서 그 용도가 확대되고 있다.  $Ta_2O_5$ 는, 이용시 고밀도 기억 장치를 제조할 수도 있는 박막 커패시터 재료로서 기대되고 있다.

이들 재료의 많은 잠재적인 용도에 있어서, 이들 재료는 박막, 코팅 또는 층 형상으로서 사용할 필요가 있다. 이들 막 또는 층은 또한 이들이 형성되는 기판과 에피택셜적으로(epitaxially) 관련되는 것이 유리할 수도 있다. 내화재가 박막 또는 층의 형상으로 적층될 필요가 있을 수 있는 용례로는 집적 회로, 스위치, 방사선 검출기, 박막 커패시터, 홀로그램 저장 매체 및 다른 여러 가지 마이크로일렉트로닉스 장치 등이 있다.

화학 증착(CVD)은 생산 작업에 용이한 규모로 확대 적용되고 또 전자 산업에는 신규한 CVD 공정에 응용될 수 있는 CVD 기술의 이용과 관련하여 광범위한 경험 및 확립된 장치의 토대가 마련되어 있기 때문에, 이들 층을 형성함에 있어 특히 매력적인 방법이다. 일반적으로, 화학양론과 막 두께 및 광범위한 기하학적 형태의 기재 코팅과 같은 중요 변수를 CVD를 이용하여 제어할 수 있다. CVD에 의한 박막 형성은 현존하는 장치 생산 기술 중에 이들 재료를 일체화할 수 있게 해준다. 또한, CVD는 폐쇄 결정 구조(close crystal structure)를 갖는 기판과 에피택셜적으로 연관되는 내화재의 층을 형성할 수 있게 해준다.

CVD에서는, 원소 원료 시약은 기상(氣相)을 증착 반응기 안으로 이송할 수 있을 만큼 충분히 휘발성이 있을 필요가 있다. 상기 원소 원료 시약은 원하는 성장 온도에서 원하는 원소만을 증착하도록 반응기 내에서 분해되어야 한다. 입자 형성에 이르는 조기의 기상 반응은 발생하지 않아야 하고, 또한 원료 시약은 반응기의 증착실에 도달하기 전에 공정 라인에서 분해되지 말아야 한다. 화합물을 적층하고자 하는 경우, 최적의 성질을 얻는 데에는 시약이 제어 가능한 방식으로 반응기 안으로 급송되면 성취될 수 있는 화학양론의 미세한 제어를 필요로 한다. 아울러, 그 시약들은 적층실에서 반응되지 않을 정도로 화학적으로 안정적이어서는 안된다.

따라서, 바람직한 CVD 시약은 상당히 반응성이 있고 휘발성이 있다. 불행히도, 전술한 많은 내화재에 대해서, 휘발성 시약은 존재하지 않는다. 잠재적으로 매우 유용한 많은 내화재들은, 통상 그들 성분 중 1종 이상이 11족 금속인 바륨 칼슘 또는 스트론튬이거나 조기의 전이 금속인 지르코늄 또는 하프늄과 같은 원소이고, 이들에 대하여 CVD에 적합한 휘발성 화합물은 공지되어 있지 않다. 많은 경우에 있어서, 원료 시약은 승화 온도가 분해 온도에 매우 근접할 수 있는 고체이고, 이러한 경우에, 상기 시약은 반응기에 도달하기 전에 공정 라인에서 분해되기 시작할 수도 있으며, 적층되는 박막의 화학양론을 제어하는 것은 매우 어렵다.

다른 경우에 있어서, CVD 시약은 액체이지만, 시약을 기상으로 CVD 반응기에 급송하는 것은 조기 분해 또는 화학양론의 제어 문제 때문에 문제가 있는 것으로 판명되었다. 적층 반응기 안에 CVD 시약을 제어된 방식으로 급송하는 문제는, 본 명세서에서 참고로 인용하는 '증기 상태의 비휘발성 시약을 CVD 반응기에 급송하는 방법(Method for Delivering an Involatile Reagent in Vapor Form to a CVD Reactor)'이라는 명칭의 미국 특허 출원 번호 제07/549 389호의 계속 출원인 미국 특허 제07/807,807호의 발명자들에 의해 서 다루어졌고, '비휘발성 시약의 급송 장치 및 방법(Apparatus and Method for Delivery of Involatile Reagents)'이라는 명칭의 미국 특허 출원 번호 제07/927,134호에 보다 상세히 설명되어 있다.

이들 미국 특허 출원에서 개시되고 특허 청구된 바와 같이, 시약을 증기 형태로 적층실에 급송하는 것은 시약을 액체 상태로 그대로 또는 용액 상태로 제공하고, 그 시약 액체를 순간적으로 증발시킬 수 있을 만큼 충분한 온도까지 가열되는 플래시 증발 매트릭스 구조체 위로 상기 시약 액체를 흐르게 함으로써 달성된다. 캐리어 가스가 플래시 증발 매트릭스 구조체에 의해 선택적으로 유도되어, 플래시 증발된 시약 원료 액체를 함유하는 캐리어 가스 혼합물을 형성할 수도 있다.

시약 액체를 플래시 증발 매트릭스 상에 흐르게 하는 수단은 용적형 액체 펌프(positive displacement liquid pump)와 같이 임의의 적절한 액체 펌핑 수단이라도 좋다. 실제, 상기 액체를 펌핑하기 위해 선택되는 방법은 종종 피스톤 펌프를 이용하는 것이다.

적셔진 가동부가 있는 피스톤 펌프를 이용하여 공기 또는 수분 민감성 액체를 계량하는 경우, 펌프에서의 입자의 생성과 그에 따라 오리피스가 폐색되고 시일(seal)이 열화(劣化)되는 심각한 문제와 직면하게 된다. 예컨대, 계량 피스톤의 적셔진 표면이 공기에 노출되는 경우, 펌핑 이송되는 액체와 공기 또는 수분 사이의 반응으로 산화물 입자가 생성될 수 있다. 이들 입자는 피스톤의 시일을 부식시켜 펌프를 고장나게 한다.

관련된 문제로는 펌프 시일이 열화되는 문제가 있는데, 이는 펌핑 이송되는 시약이 비교적 휘발성인 액체 용매에 용해된 고체인 경우 초래될 수 있다. 용매는 증발하여, 시일을 마모시키는 고체가 뒤에 남게 된다.

박막이나 층의 적층 공정에서 원료 시약으로 이용되는 많은 반응성 액체는 펌핑시에 문제점을 야기한다. 이들 화합물 중 일부, 예컨대 탄탈륨 에톡사이드, 테트라에틸 오르토실리케이트(tetraethyl orthosilicate)(TEOS), 지르코늄 테트라-테르트-부톡사이드(zirconium tetra-tert-butoxide)와 같은 다른 금속 알콕사이드 화합물, 테트라키스(디알킬아미도) 티타늄 화합물은 공기 중의 수분에 의해 쉽게 가수분해된다.

이들 수분에 민감한 화합물은 반응하여 피스톤 시일 상에 특히 경질의 산화물 입자를 형성한다. 적층 공정에 이용되는 다른 화합물들은 공기에 매우 민감하다. 예컨대, 트리-이소부틸알루미늄 및 트리메틸아민

알란(가령, 헥산과 같은 알루미늄 시약에 대해 화학적으로 불활성인 용매의 용액에 이용될 수 있는 고체)과 같은 알루미늄 원료 시약, 트리메틸갈륨과 같은 다른 III족 시약 트리알킬안티몬 화합물과 같은 몇 가지의 V족 시약이 있다. 이러한 화합물은 산소와 반응하여, 마찬가지로 파괴성 산화물 입자를 생성한다.

예컨대, 이중 피스톤 계량 펌프를 사용하여 습기에 민감한 액체인 탄탈륨 펜타에톡사이드를 공급하는 경우에는, 10시간 후에 피스톤 상에 탄탈륨 산화물이 누적되어 그 피스톤 시일을 부식시키고 결국은 피스톤의 운동을 정지시킨다.

반응성 액체를 펌핑 이송함에 있어 수반되는 이러한 문제는, 한정하는 것은 아니지만 상기 미국 특허 출원 번호 제07/807,807호 및 제07/927,134호에 개시된 형태를 비롯한 모든 종류의 액체 급송 시스템의 이용에 장애가 되어 왔다. 본 발명의 불활성 퍼지 블랭킷 시스템(inert purge blanket system)을 채용하지 않는 반응성 액체 펌핑 시스템에 있어서는 유지가 문제로 된다. 이러한 펌핑 시스템은 평균 수명이 짧으며 시일 교체와 같은 유지 단계를 위하여 빈번하게 작동을 중지하게 된다.

다른 시스템에서도 유사한 펌핑 문제에 부딪혀왔다. 대부분의 경우, 피스톤 시일 및 다른 적셔진 부분들에 대한 파괴 작용의 문제를 해소하기 위하여 제안된 해결책은, 이러한 부분에 예컨대, 테프론® 코팅 또는 다른 불활성 중합 물질로 이루어진 코팅과 같은 화학적으로 내성이 있는 코팅을 피복하는 것이다.

그러나, 이러한 해결책은 전술한 것과 같은 산화물 입자 생성에 의해 발생하는 문제를 해결하지 못한다. 펌프 부분들은 그러한 방식으로 화학적 파괴 작용으로 부터는 보호될 수도 있지만, 그 입자들이 여전히 가동 부분들을 물리적으로 마모시키고, 오리피스를 막으며, 화학적으로 내성이 있는 피막을 굽을 가능성이 있다.

미국 특허 제3,516,760호는 적어도 한가지 성분이 충전 박스(stuffing box)에 있는 물질을 부식시키지 않는 액상인 부식성 반응 혼합물을 이송하는 피스톤 펌프 보호 방법을 개시하고 있다. 적정량의 비부식성 액체가 충전 박스에 도달하는 것을 막을 정도로 충분한 압력 하에서, 그 액체를 상기 피스톤 둘레의 환형 간극 사이에 주입한다. 요소(尿素)의 제조시, 충전 물질은 액체 암모니아를 환형 간극에 주입함으로써 카르바산염 중간체(carbamate intermediate)에 의한 부식 작용으로부터 보호된다. 암모니아가 카르바산염 혼합물로 도입됨에 따라, 이러한 공정은 그 혼합물로부터 소실된 암모니아를 복귀시키는 수단을 제공하며 이에 따라 충전 박스의 충전을 유지하는 물론 카르바산염의 수율을 증가시킨다. 암모니아는 이러한 공정의 반응물 중 하나이기 때문에 유리기 포착제(scavenger)로서 작용한다. 이러한 접근법은 펌핑 이송되는 모든 공기 또는 수분 민감성 액체에 내식성 성분이 함유되지는 않고, 실제 펌핑 이송되는 액체 전부가 혼합물은 아니기 때문에 널리 적용될 수 없다.

CVD에 의해 증착되는 박막이 순수 원소가 아닌 바륨 티타네이트 또는 산화물 초전도체와 같은 다성분 물질인 경우, 바람직한 박막 성질을 얻기 위해서는 박막의 화학양론을 제어하는 것이 중요하다. 화학양론이 광범위한 박막을 생성할 수 있는 그러한 물질에 있어서, 공지된 비율의 원료 시약을 CVD 반응실 안에 제어된 방식으로 급송하는 것이 요구된다.

다른 경우에, CVD 시약은 액체이지만, 조기 분해 또는 화학양론의 제어 문제 때문에 그 CVD 시약을 기상의 형태로 CVD 반응기에 급송하는 것은 문제가 되는 것으로 입증되었다. 그 예로는, 액상 원료인 탄탈륨 에톡사이드로부터 탄탈륨 산화물을 적층하는 것과 비스(디알킬아미드) 티타늄 시약으로부터 티타늄 질화물을 적층하는 것이 있다.

원료 시약 액체 급송 시스템은 종래의 기술에 대해서 탁월한 장점을 제공하지만, 종종 전구 물질 화합물(precursor compound)의 일부가 휘발성이 매우 낮은 성분으로 분해되어 증발 구역에 잔류한다. 이러한 문제는, 승화에 필요한 조건에서 상당히 분해되는 열적으로 불안정한 고체 원료 전구 물질을 이용하는 CVD 공정에서는 중요한 문제점이다. 그러한 분해는, 증발 단계를 포함하는 모든 시약 급송 시스템, 즉 전술한 것과 같은 액체 급송 시스템의 증발기에서뿐만 아니라 캐리어 가스 없이 작동되는 가열된 용기와 발포기(bubbler)를 포함하는 통상의 시약 급송 시스템에서도 발생할 수 있다.

'이상적인' 조건에서 증발되는 양호한 CVD 전구 물질은 증발 구역에 적층물을 형성한다든지 잔류하지 않지만, 이러한 상태에서 벗어나는 것은 통상적이고, 몇 가지 범주로 구분될 수 있다.

- 1) 전구 물질 또는 캐리어 가스 안의 반응실 불순물은 증발기의 온도에서 분해된다.
- 2) 증발 구역에서 공간적, 순간적 온도 변화가 발생하여 몇몇 영역의 온도는 분해를 일으키기에 충분하다.
- 3) 승화 온도에서 열적으로 불안정한 CVD 전구 물질이 채용된다.

시약 급송 시스템의 증발기에서 이용되는 조건을 최적화하면, 증발 구역에서 분해되는(그리고 잔류하는) 급송된 전구 물질의 비율을 최소화 할 수 있지만 실제로 모든 고상 및 액상 전구 물질은, 비록 그러한 비율이 '양호한' 화합물에서는 무시할 수 있을 만큼 작지만, 기상으로 변환되도록 가열될 때 약간의 분해를 겪게 된다. 전구 물질의 가격이 합성의 복잡성에 크게 좌우되는 경우에는, 증발 온도 근처에서 분해되는 경향이 있는 전구 물질을 이용하는 것이, 유용성(즉, 이용 가능한 모든 선택의 최적의 성질을 갖고 있다)에 의해 또는 경제성에 의해 요구될 수 있다.

추가로, CVD 전구 물질은 종종 불순물을 함유하고 있고, 그들 불순물이 존재하면, 증발 구역에서 열적으로 활성화되는 바람직하지 않은 화학 반응이 초래되어, 결과적으로 그 위치에 불활성 고체 및 액체가 형성된다. 예컨대, 각종의 CVD 전구 물질(가령, 탄탈륨 펜타에톡사이드)은 물에 민감하고, 가수 분해가 가열된 증발기 구역에서 일어나, 성장하는 탄탈륨 산화물 박막에 침입하여 악영향을 끼치는 탄탈륨 산화물 입자를 형성할 수 있다.

액체 급송 방식의 장점(대부분의 액체 및 고체 CVD 전구 물질에 대해 개선된 정밀도 및 정확도, 그리고 비교적 높은 급송 속도를 포함함)에도 불구하고, 이러한 문제점은 그 기술 이용의 확산에 대한 심각한 장애가 된다.

따라서, 본 발명의 목적은 각종의 전구 물질을 CVD 반응기에 도입하는 데 이용되는 액체 급송 시스템 증발기의 유지 및 세정 사이클을 연장하는 수단 및 방법을 제공하는 것이다.

본 발명의 다른 목적은 공기 및 수분에 민감한 액체를 급송하는 데 이용되는 펌프의 가동부를 보호하는 수단 및 방법을 제공하여 전술한 장애 요인을 극복하는 것이다.

본 발명의 또 다른 목적은 개량된 액체 시약 증발 장치 및 방법을 제공하는 것이다.

본 발명의 다른 목적 및 장점은 후술하는 상세한 설명 및 첨부된 특허청구의 범위로부터 충분히 이해될 것이다.

#### 발명의 요약

본 발명의 한 가지 양태는 증발 가능한 액체를 증발시키는 장치에 관한 것으로서,

상부에 액체 유로(流路)가 형성되어 있는 에워싸는 내벽면에 의해 적어도 부분적으로 경계 지워지는 내부 체적을 포함하는, 즉(후술하고 또는 증발실의 상기 에워싸는 벽면에 형성되는 유동 채널이 있는 다공성 벽 부재에 대한 위치 관계에 의해) 상기 액체 유로를 경계지우는 벽면 부분을 제공하는 증발실과;

내외측 벽 부재면이 있는 적어도 하나의 다공성 벽 부재를 포함하고 상기 증발실 내에 배치되는 증발 요소로서, 상기 다공성 벽 부재는 그 외벽 부재면이 상기 액체 유로가 형성된 에워싸는 내벽면에 대하여 인접하고 바람직하게는 접촉하는 관계로 배치되어, 그 다공성 벽 부재의 외벽 부재면이 상기 유로 위에 놓이게 되고 다공성 벽 부재의 내벽 부재면은 상기 증발실의 내부 체적에 제공되도록 구성되는 그러한 증발 요소와;

상기 다공성 벽 부재를 상기 증발 가능한 액체의 증발 온도까지 가열하는 가열 수단과;

상기 증발 가능한 액체의 증발 온도까지 가열된 다공성 벽 부재와 접촉하도록 상기 증발 가능한 액체를 상기 액체 유로에 급송하여, 상기 접촉에 의해 형성된 증기가 상기 다공성 벽 부재를 통해 상기 증발실의 내부 체적까지 통과되도록 하는 액체 급송 수단과;

상기 증발실의 내부 체적으로부터 증기를 방출하는 방출 수단을 포함한다.

본 발명은 다른 양태에 있어서, 공기 또는 수분 민감성 액체를 펌핑하는 데 사용되는 펌프의 가동부(可動部)를 보호하는 방법에 관한 것으로서, 펌프의 적셔진 부분들을 불활성 매체로 덮는 것(blanketing)을 포함한다. 다른 양태에 있어서, 본 발명은 공기 또는 수분 민감성 액체를 펌핑하는 데 사용되는 펌프의 적셔진 가동부를 보호하는 장치에 관한 것이다. 이 장치는 맨틀(mantle)을 제공하는데, 이 맨틀 내에서 불활성 매체가 상기 적셔진 가동부 주위로 유동되어 그 부분으로부터 공기 또는 수분을 연속적으로 퍼지(purge)한다.

또 다른 양태에 있어서, 본 발명은 화학적 증착 반응기의 원료 시약 증발 구역에서 비휘발성 성분의 퇴적 및 그 후의 유동 폐색(flow blockage)을 방지하는 수단 및 방법에 관한 것이다. 본 발명의 이러한 양태는 액체 급송 시스템의 표면적이 가열된 큰 표면적의 구역 또는 캐리어 가스 없이 작동되는 발포기(bubblers) 또는 가열된 용기를 포함하는 종래의 다른 증기 공급원 내의 증발 구역을 제위치(현장)에서 세정하는 방법을 포함한다.

상기 세정 작업은 원료 증발 중에 생성된 분해 생성물을 용해하는 작업을 포함하며, 이는 CVD 전구 물질을 증발 구역으로 급송하거나 별개의 펌프관을 통해 상기 위치로 급송하는 데 통상적으로 사용되는 유체 펌프관의 다방향 밸브를 통해 특정 유체를 제어된 방식으로 상기 증발 구역에 급송함으로써 달성될 수도 있다. 유체는 다음과 같은 것을 비롯한 몇 개의 기준을 근거로 선택된다.

- 1) 유체는 CVD 원료 및 분해 생성물을 용해시켜야 하고, 또는 상기 원료 및 생성물과 반응하여 가용성 생성물을 생성해야 한다.
- 2) 공정의 완전성을 보호하기 위하여, 유체에는 입자가 포함되지 않아야 한다.
- 3) 유체는 증기압이 높아야 한다(실온에서 200 torr 보다 높아야 한다).

상기 현장에서의 세정용 유체는 각각의 적층이 진행된 후 또는 그보다 빈번하지 않게 주기적으로 상기 증발 구역에 펌핑된다. 세정을 수행하는 간격은 규칙적인 간격으로 설정될 수 있고, 또는 세정을 예컨대, 막히기 시작하는 증발기 구조 내의 배압 증가와 같은 모니터링되는 변수의 변화에 응답하여 행할 수도 있다.

분해 생성물 및 용매로 이루어지는 생성 용액은 증발 구역으로부터 유출되어, 후에 원료를 증발시키기 위한 세정 영역을 남겨 둔다. 다음에 사용된 세정 유체는 스크러버(scrubber), 즉 트랩 내에 수집되는데, 스크러버, 즉 트랩은 주기적으로 세정되거나 다른 새것으로 교체되며, 또는 별법으로서 세정 유체는 몇 번의 세정 사이클에 사용될 수 있도록 재순환된다.

이와 같은 세정 시스템 배치의 특정 장치 양태에 있어서, 증발기 플래쉬 장치(vaporizer flushing apparatus)가 제공되는데, 세정 액체(들) 또는 가스(들)를 증발기에 도입하기 위한 유체 공급원과 함께 CVD 전구 물질을 가스 또는 고체 형태로부터 기상으로 전환시키고, 가열될 수도 있는 증발기와, 세정 유체 또는 CVD 전구 물질을 증발 구역에 도입할 수 있게 해주는 다방향 밸브와, CVD 반응기로의 기상 전구 물질의 흐름을 조절하는 밸브(온 또는 오프)와, 기상 전구 물질이 잔류 화학물 트랩 쪽으로 직접 흐르는 흐름을 조절하는 밸브(온 또는 오프)와, 기상의 반응물 가스가 화학 반응하여 기재 상에 막을 형성하는 CVD 반응기와, CVD 반응기로부터 상기 트랩 쪽으로 흐르는 기상 전구 물질의 흐름을 조절하는 밸브(온 또는 오프)와, 가스 흐름을 응축하거나, 비휘발성의 고형물 및 잔류 액체로 이루어진 액체를 상기 증발기로부터 수집함으로써 수집되는 잔류 화학물용 트랩 및 대기압 이하에서 장치를 작동하는 데 요구되는 진공 펌프를 포함한다.

다른 양태에 있어서, 본 발명은 전술한 본 발명의 특정 양태를 포괄하는 화학적 증착 시스템에 관한 것

로서,

A) 상부에 액체 유료가 형성된 에워싸는 내벽면에 의해 적어도 부분적으로 경계 지워지는 내부 체적을 포함하는 증발실과;

내외측 벽 부재면이 있는 적어도 하나의 다공성 벽 부재를 포함하고 상기 증발실 내에 배치되는 증발 요소로서, 상기 다공성 벽 부재는 그 외측 벽 부재면이 상기 액체 유료가 형성되어 있는 에워싸는 내벽면에 인접하고 바람직하게는 접촉하는 관계로 배치되어, 그 다공성 벽 부재의 외벽 부재면이 상기 액체 유로 위에 놓이고 다공성 벽 부재의 내벽 부재면은 상기 증발실의 내부 체적에 제공되도록 구성되는 그러한 증발 요소와;

상기 다공성 벽 부재를 상기 증발 가능한 액체의 증발 온도까지 가열하는 가열 수단과;

상기 증발 가능한 액체의 증발 온도까지 가열된 다공성 벽 부재와 접촉하도록 상기 증발 가능한 액체를 액체 유로에 급송하여, 상기 접촉에 의해 형성된 증기가 상기 투과성 벽 부재를 통해 증발실의 내부 체적까지 통과되도록 하는 액체 급송 수단과;

상기 증발실의 내부 체적으로부터 증기를 배출하는 배출 수단을 포함하는 증발 가능한 액체의 증발 장치와,

B) 상기 증발 가능한 액체를 액체 유로에 급송하는 수단에 상기 액체를 급송하는 펌프 조립체로서,

내부에 펌핑 공동이 있는 펌프 블록과;

상기 펌핑 공동 내에서 왕복 운동 가능하게 배치되는 피스톤과;

i) 상기 공동 내에서 피스톤이 왕복 운동하는 중에 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하기 위해, ii) 펌핑 공동의 내부 액체 펌핑 체적을 제한하도록, 상기 펌핑 공동 내에 장착되고 상기 피스톤의 둘레에 배치되는 제1 액체 시일와 ;

상기 공동 내에서 피스톤이 왕복 운동하는 중에 상기 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하도록 상기 펌핑 공동 내에 장착되고 상기 피스톤 둘레에 배치되며, 상기 제1 액체 시일와의 사이에 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적(intraseal volume)을 형성하도록 상기 제1 액체 시일과 공간적으로 이격된 관계에 있는 제2 유체 시일와;

상기 내측 액체 펌핑 체적에 결합되어 공급 액체를 도입하는 액체 유입 통로와;

상기 내측 액체 펌핑 체적에 결합되어 압축 액체를 배출하는 액체 유출 통로와;

상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적에 결합되어 퍼지 가스 또는 퍼지 액체를 도입하는 유체 유입 통로와;

상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적에 결합되어 퍼지 가스 또는 퍼지 액체를 배출하는 유체 배출 통로를 포함하며,

그것에 의해 상기 피스톤의 일부는 피스톤의 왕복 운동 중에 상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적과 펌핑 공동의 액체 펌핑 체적 사이에서 병진 이동되는, 펌프 조립체와,

C) 상기 증발 요소와 하우징의 내표면과 접촉하도록, 상기 증발 요소와 하우징의 내표면으로부터 증발 적층물을 적어도 부분적으로 제거하는 데 효과적인 세정 유체를 상기 내부 체적에 선택적으로 공급하는 수단을 포함한다.

본 발명의 다른 양태 및 특징은 이하의 상세한 설명과 첨부한 특허 청구 범위로부터 보다 명확해질 것이다.

제1A도는 불활성 블랭킷 퍼지를 채용하는 이중 피스톤 계량 펌프를 개략적으로 나타내는 도면으로서, 상기 피스톤이 완전히 삽입된 위치에 있는 것을 나타낸다.

제1B도는 불활성 블랭킷 퍼지를 채용하는 이중 피스톤 계량 펌프를 개략적으로 나타내는 도면으로서, 상기 피스톤이 완전히 후퇴된 위치에 있는 것을 나타낸다.

제2도는 불활성 블랭킷 퍼지를 채용하는 이중 피스톤 계량 펌프의 개략적인 분해도이다.

제3도는 본 발명의 증발기 플러쉬 장치를 포함하는 화학적 증착 시스템의 개략도이다.

제4a도 내지 제4c도는 본 발명의 세정용 서브조립체를 채용하는 증발기 조립체를 연속하여 90° 회전시켜 3방향으로부터 본 절취도로서, 제4b도는 제4a도를 수직 축선 둘레로 90° 회전시킨 도면이고, 제4c도는 제4a도를 수직 축선 둘레로 180° 회전시킨 도면이다.

제5도는 본 발명의 한 가지 실시 형태에 따른 액체 시일 증발 시스템의 개략도이다.

본 발명의 일부를 형성하는 펌프 퍼지 구성과 관련하여, 본 발명의 이와 같은 양태는 공기 또는 수분 민감 액체를 펌핑하는 데 사용되는 펌프의 적셔진 가동부가 공기 또는 수분에의 노출로부터 보호된다면, 펌프의 사용 수명은 현저하게 연장될 수 있을 것이라는 관찰에 기초하고 있다. 산화물 입자가 누적되는 것을 방지 또는 최소화할 수 있고, 파국적인 시일 파손을 방지하는 데 요구되는, 운전 정지 사이의 간격의 증가 및 펌프 성능의 향상이 수반된다.

불활성 매체는 펌프의 적셔진 가동부를 둘러싸는 챔버를 통해 퍼지 처리된다. 불활성 매체는 펌프의 적셔진 가동부를 둘러싸는 분위기가 산소 또는 수분과 같은 반응종이 실질적으로 없게 유지되어야 한다는 조건하에서 챔버를 통해 연속적으로 또는 간헐적으로 유동될 수 있다.

불활성 매체는 펌핑되는 화학물과 반응하지 않아야 한다는 것을 기준으로 선택된 유체이다. 불활성 유체는 가스 또는 액체일 수 있다. 아르곤, 질소 또는 헬륨 같은 건성의 불활성 가스가 바람직한 불활성 매체

이지만, 초건성(ultra-dry) 공기가 적합할 수 있는 경우도 있다. 네온, 크립톤 또는 수소와 같은 다른 건성의 불활성 가스도 사용될 수 있다. 방법으로서는, 상기 액체는 기밀하게 밀봉된 순환 시스템에서 상기 펌프의 적셔진 부분을 퍼지하는 불활성 유체로서 사용될 수 있다.

펌핑되는 시약이 비교적 휘발성인 액체 용매에 용해되어 있는 고체인 경우 펌프의 시일이 열화될 수 있다. 용매는 증발하고, 시일을 마모시키는 고체를 뒤에 남겨 둔다. 이러한 경우에, 증기압이 낮은 액체를 시약 용액에 첨가하면 용액이 펌프 시일에서 건조해지는 것을 방지함으로써 상기 문제를 해소한다. 본 명세서에서 사용되는 저증기압 액체는 끓는점이 약 150°C 이상인 액체를 지칭한다. 또한, 시약 용액에 첨가된 저증기압 액체는 (1) 증기압이 낮아야 하고, (2) 비교적 휘발성인 액체 시약에 적어도 적정 정도로 용해될 수 있어야 하며, (3) 고체 시약이 용해될 수 있는 액체이어야 한다.

본 명세서에 참조로 통합하는 '증기 형태의 비휘발성 시약을 CVD 반응기에 이송하는 방법'이라는 명칭의 미국 특허 출원 번호 제07/807,807호에 기재되어 있는 것과 같은 고체 시약은 통상, 저비등점의 알코올, 또는 이소프로판올 또는 테트라하이드로퓨란과 같은 에테르 용매 또는 이소프로판올/테트라하이드로퓨란 혼합물에 용해된다. 첨가된 저휘발성 액체는 유리하게는, 테트라글리미(테트라에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 끓는점 275°C) 또는 트리글리미(트리에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 끓는점 216°C)와 같은 폴리에테르이다. 테트라에틸렌에펜타민(끓는점 340°C) 또는 트리에틸렌에테트라민(끓는점 266°C~267°C)과 같은 폴리아민도 선택할 수 있다. 이들 저휘발성 액체는 알코올 또는 에테르 용매에 용해될 수 있고, 또한 고체 시약을 용해시킨다. 예컨대, 용매가 이소프로판올 또는 이소프로판올/네트라 하이드로퓨란 혼합물이고, 고체 시약이 금속성 베타-디케토네이트 복합물일 경우, 저휘발성 액체로서 테트라글리미가 효과적임을 알았다. 전형적인 용액은 9:1의 이소프로판올:테트라글리미에 용해된 0.1M의 바륨(thd)<sub>2</sub> (bis(2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵탄에디오네이트)바륨)에 의해 예시된다.

상기 펌프의 적셔진 부분을 둘러싸는 챔버는 가스 또는 액체가 챔버를 통하여 유동되어 펌프의 적셔진 모든 가동부를 완전히 덮을 수 있다는 조건하에서, 적절한 크기 및 형상으로 될 수 있다.

제1A도는 불활성 블랭킷 퍼지를 채용한 이중 피스톤 계량 펌프(10)의 개략도로서, 상기 피스톤이 완전히 삽입된 위치에 있는 것을 나타내며, 제1B도는 상기 피스톤이 완전히 후퇴된 위치에 있는 것을 나타낸다. 펌프 블록(11)에는 내부 펌핑 공동(12)과, 이 공동 내에 왕복 운동 가능하게 배치되는 피스톤(13)이 마련된다.

(i) 상기 피스톤이 상기 공동 내에서 왕복 운동하는 중에 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하도록, (2) 펌핑 공동의 내측 액체 펌핑 체적(22)과 경계를 이루도록 제1 액체 시일(14)이 펌핑 공동 내에 장착되고 피스톤 둘레에 원주식으로 배치된다.

상기 피스톤이 상기 공동 내에서 왕복 운동하는 중에 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하도록 제2 가스 시일(15)이 상기 펌핑 공동 내에 장착되고 피스톤 둘레에 원주식으로 배치되며, 그 제2 가스 시일은 제1 액체 시일(14)과의 사이에 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적(23)을 형성하도록 제1 액체 시일(14)과 공간적으로 떨어진 관계로 배치된다.

액체 유입 통로(16)가 내측 액체 펌핑 체적(22)에 결합되어 그곳에 공급 액체를 도입하며, 액체 유출 통로(17)가 내측 액체 펌핑 체적에 결합되어 그로부터 압축 액체를 배출한다. 가스 유입 통로(18)가 상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적(23)에 결합되어 그곳에 퍼지 가스를 도입하며, 가스 유출 통로(19)가 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적에 결합되어 그로부터 퍼지 가스를 배출한다.

이와 같이 하여, 상기 피스톤의 일부는 피스톤의 왕복 운동 중에 펌핑 공동의 액체 펌핑 체적(22)과 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적(23) 사이에서 병진 이동된다.

불활성 가스 흐름은 펌프의 작동 중에 적절한 유량, 예컨대 0.2~5 l/min 으로 유지된다. 피스톤(13)이 완전히 삽입된 위치(제1A도)에 있을 때, 압축 액체는 펌프 블록(11)으로부터 액체 유출 통로(17)를 통해 배출된다. 피스톤(13)이 완전히 후퇴된 위치(1B)에 있을 때 액체는 액체 유입 통로(16)를 통해 펌핑 공동으로 흐른다. 상기 피스톤의 적셔진 표면(20)은 퍼지 처리된 공간[내측 밀봉 체적(23)]에 남아 있고, 따라서 둘러싸는 주변 분위기의 물 또는 산소와 같은 반응종과 접촉하는 것이 방지된다.

제2도는 불활성 블랭킷 퍼지를 채용하는 이중 피스톤 계량 펌프(30)의 분해도이다. 펌프 블록(31)에는 내측 펌핑 공동(32)과, 사용 중에 왕복 운동 가능하게 상기 펌핑 공동 내에 배치되는 피스톤(33)이 마련된다.

상기 피스톤이 펌핑 공동 내에서 왕복 운동하는 중에 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하도록, 그리고 상기 펌핑 공동의 내측 액체 펌핑 체적을 경계 지우도록, 제1 액체 시일(34)이 피스톤 시일 홀더(45)와 함께 상기 펌핑 공동 내에 장착된다.

상기 피스톤이 상기 공동 내에서 왕복 운동하는 중에 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하도록 제2 가스 시일(35)이 상기 펌핑 공동 내에 장착되고 그 제2 가스 시일은 제1 액체 시일과의 사이에 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적을 형성하도록 제1 액체 시일(34)과 떨어져 있는 관계로 배치된다.

액체 유입 통로(36)가 상기 내측 액체 펌핑 체적에 결합되어 그곳에 공급 액체를 도입하고, 액체 유출 통로(37)가 내측 액체 펌핑 체적에 결합되어 그로부터 압축 액체를 배출한다.

가스 유입 통로(38)가 상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적에 결합되어 그곳에 퍼지 가스를 도입하고, 가스 유출 통로(39)가 상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적에 결합되어 그로부터 퍼지 가스를 배출한다. 이들 통로는 O링(46)과 피스톤 시일 덮개(47)에 의해 적소에 유지된다. 이와 같이 하여, 상기 피스톤의 일부는 피스톤의 왕복 운동 중에 펌핑 공동의 액체 펌핑 체적과 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적 사이에서 병진 이동된다.

본 발명의 자가 세정 장치 양태와 관련하여, 본 발명의 이와 같은 양태는 어떤 조건 하에서, 비휘발성 잔류물이 화학 증착 공정용 시약 급송 시스템에 사용되는 증발기 내에 집속될 수 있다는 관찰에 기초하고

있다. 이들 분해 생성물이 축적되어 증발 과정을 정지시키는 데 걸리는 평균 시간은 증발 구역이 서브 시스템인 액체 급송 시스템의 고장 전의 평균 시간(MTBF)을 결정한다.

분해 생성물의 축적이 일어남에 따라, 이들 분해 생성물은 화학적 오염 및 입자 오염의 원인이 될 수 있다. 이들 문제점이 명확해지면, 증발 구역을 세정하는 것이 필요하다. 보수 빈도는 평균 수리 시간(mean time to repair : MTR)을 결정한다. 시스템의 MTR과 후속되는 MTBF는 이러한 기술을 이용하는 이용자에 있어서 매우 중요하다. 효과적인 방식으로 분해 생성물을 제거함으로써, 이들 분해 생성물과 관련되는 오염 경향이 감소되어 MTBF가 증가된다.

본 발명은 적절한 세정액을 사용하여 분해 생성물의 고표면적 증발 영역을 주기적으로 세정하는 방법을 의도한다. 그후, 세정의 결과로 생기는 용액은, 처분하기 위해 분리되거나 재사용을 위해 재생하도록 접속될 수 있는 용기 내로 흘러들린다.

제3도에는 본 발명에 따른 증발기 플러쉬를 채용하는 화학 증착 시스템(101)이 개략적으로 도시되어 있다. 막(膜)의 화학 증착 중에, 적절한 용매에 용해된 액체 원료 시약 또는 고상 원료 시약은 시약 원료 저장조(111)로부터 유체 도관(112)을 통해 개방 위치에 있는 3방향 밸브(113) 내로 흐른다. 상기 시약 액체는 도관(116)을 통해 증발기(117) 내로 흐르는데, 이 증발기는 본 명세서에서 참고로 통합하는 '증기상의 비휘발성 시약을 CVD 반응기에 급송하는 방법'이라는 명칭의 미국 특허 제5,204,314호에 개시된 형태의 것일 수 있다.

상기 증발된 원료 시약은 도관(118)과, 개방 위치에 있는 온오프 밸브(119)와, 도관(120)을 통해, 원료 시약의 분해가 일어나서 막이 기관(121) 상에 증착되는 화학 증착 반응기 챔버(122) 쪽으로 흐른다. 이러한 분해는 열 방식, 광화학 방식, 플라즈마-유도 방식 또는 다른 실행 가능한 방식의 화학적 증착일 수 있다. 미반응 원료 시약을 포함하는 CVD 반응기로부터의 폐가스는 반응기 챔버(122)로부터 도관(128)과 개방 위치에 있는 온오프 밸브(129)를 통해, 고체 및 액체를 담고 있는 트랩, 즉 스크루버(130) 쪽으로 흐른다. 트랩은 도관(131)에 의해 진공펌프(132)에 연결되어 있다. 스크루버, 즉 트랩(130)은 냉각 트랩 또는 당업계에 공지된 형태의 각종 스크루버 유형일 수 있다. 상기 스크루버, 즉 트랩은 진공 펌프를 보호한다.

세정 유체는 세정 유체 저장조(115)에 저장되며, 이 저장조는 액체 세정용 유체의 경우에는 액체 용기/펌프 조합체이거나 가스 세정용 유체의 경우에는 가스 실린더일 수 있다. 세정 사이클 중에 증발기가 플러쉬되는 경우, 세정 유체는 저장조(115)로부터 도관(114)을 통해 개방 위치의 3방향 밸브(113) 쪽으로 흐르고, 증발기(117) 쪽으로 흐르는데, 상기 증발기에서는 증발 구조를 잠기게 하여 축적된 고체 또는 액체를 상기 구조체로부터 제거한다.

세정 공정 중에 밸브(124)는 세정 공정에 요구되는 소정의 압력과 유동 조건에 따라, 그리고 축적물을 용해하기 위해 세정 유체에 대해 접촉 시간을 연장시킬 필요성에 따라 개방 또는 폐쇄될 수 있다.

세정 유체가 증발기 구조 상의 어떤 축적물을 용해할 수 있도록 밸브(124)가 적절한 시간 동안 폐쇄되어 있다면, 이어서 그 밸브는 개방되고, 사용된 세정 유체는 증발기로부터 도관(123)과, 이제 개방 위치에 있는 개폐 밸브(124)와, 도관(125)을 통해 유출된다.

별법으로서, 세정 유체가 증발기(117)에 도입되는 전체 시간 동안 밸브(124)가 개방된 채로 남아 있고, 사용된 세정 유체는 세정 공정 중에 도관(123)과 밸브(124)를 통해 도관(125) 내로 계속해서 흐른다.

세정 사이클 중에, 온오프 밸브(119)는 세정 부산물이 CVD 반응 용기(122) 쪽으로 흐르는 것을 방지하도록 폐쇄 위치에 있다. 온오프 밸브(129)는 CVD 챔버(122) 내에서 진행되는 모든 병렬 공정(parallel process)의 특성에 따라 개방 또는 폐쇄될 수 있다. 증기는 계속해서 도관(133)을 통해 스크루버 즉 트랩(130) 내로 흐르지만, 액체는 중력에 의해 도관(126)과, 개방 위치에 있는 온 오프 밸브(134)를 통해 액체 수집 저장조(127) 내로 흐른다.

바이패스 도관(133)의 목적은, 주로 소비된 세정 용액으로 이루어진 액체가 스크루버 즉, 트랩으로 유입되기 전에 그 액체를 접속함으로써, 스크루버 즉 트랩(130)의 변경 또는 재생 사이에 소요되는 시간을 연장하거나 수명을 증대시키는 것이다. 온오프 밸브(134)에 의해 액체 집속 저장조(127)의 배출 및 액출을 용이하게 할 수 있다.

제4a도 내지 제4c도는 본 발명의 세정용 서브조립체를 통합하는 증발기 조립체(200)를 90° 씩 순차적으로 회전시킨 후 3방향의 각도에서 본 단면도이다. 즉, 제4b도는 제4a도로부터 수직 축선을 중심으로 90° 돌려서 바라본 단면도이다. 제4c도는 제4a도로부터 수직 축선을 중심으로 180° 돌려서 바라본 단면도이다. 이들 도면은 자가 세정 능력을 지닌 기능성 증발기 조립체를 구성하는 데에 사용된다. 상기 조립체는 케이싱(201) 내에 장착된다.

막 증착 모드에 있어서, 개폐 밸브(219)는 개방되고, 개폐 밸브(224)는 폐쇄되며, 3방향 밸브(213)는 시약이 증발기 쪽으로 흐르도록 개방되고, 세정 액체가 증발기 쪽으로 흐르도록 폐쇄된다.

원료 시약 액체 또는 용액은 라인(211)을 통해 증발기 요소 하우징(212, 215)을 경유하여 증발 영역(216) 쪽으로 유동한다. 캐리어 가스는 밸브 끼움부(valve fittings)(222, 223), 체크 밸브(225), 도관(208) 및 입자 필터(210)를 통해 유동하며, 상기 필터는 또한 유리하게도, 고표면적 때문에 가스 예열 영역으로서 사용될 수 있다.

다음에, 상기 여과된 캐리어 가스류는 도관(248)을 통해 유동하며 증발 영역(216)으로 도입되는데, 여기서 원료 시약과 혼합된다. 증발 영역(216)의 하류측에서는, 증기상의 원료 시약과 혼합된 캐리어 가스가 개방된 밸브(219)를 통해 반응기 내로 유동한다.

증발기의 세정 모드에서, 3방향 밸브(213)는 세정 유체가 증발기 쪽으로 유동하도록 개방되고, 시약이 유동하도록 폐쇄된다. 온오프 밸브(219)는 폐쇄되어 CVD 반응기를 증발기 세정 공정으로부터 차단한다.

세정 작업 중에, 온오프 밸브(224)는 개방되거나 또는 초기에 폐쇄될 수도 있으며, 다음에 세정 공정에

요구되는 유동 및 압력 조건에 따라 사용된 세정 유체가 유체 집속 저장조 혹은 트랩(도시 생략) 쪽으로 유동하도록 개방된다.

세정 유체는 세정 유체 포트(221)를 경유하여, 라인(211)을 통과하고, 증발기 요소 하우징(212, 215)을 경유하여 증발 구역(216) 쪽으로 흐른다. 사용된 세정 유체는 상기 증발 구역으로부터 밸브(224), 끼움부(207), 도관(245)을 통과하여 유체 집속 저장조 또는 가스 트랩(도시 생략) 쪽으로 흐른다.

증착 및 세정 모드 중에, 증발기 조립체의 온도는 제어된다. 전원 플러그와 열전대 접촉부가 가열기 블랭킷(209)에 전원을 공급하는 커넥터(202)를 통해 제공된다. 가열은 4군데의 영역에서 제어되는데, 이들 영역은 열전대(228)[증발 영역(216)의 온도를 측정], 열전대(229)[시스템 계통/통기 접촉부(218)의 온도를 측정], 열전대(230)[통기 밸브(224)의 온도를 측정], 열전대(231)[반응기 챔버에 이르는 밸브(219) 온도를 측정]에 의해 모니터링된다.

상기 도시된 장치에 있어서, 상기 밸브들은 수동 혹은 전자 기계식과 같이 다른 제어 모드도 가능하지만 공기압식으로 제어된다. 공기압 제어 연결부(232, 233, 234, 235)와, 밸브(219, 224, 225, 213) 각각에 대한 공기압 밸브 액추에이터(242, 243, 244, 245)가 설치된다. 밸브 상태 표시기(226, 227)는 밸브(219, 224) 위치를 각각 나타낸다. 밸브 제어는 수동, 타이머에 의할 수 있고, 또는 공정 가변 센서에서 나오는 신호에 응답할 수 있는 프로그램 가능한 로직 기구에 의해 구동될 수 있다.

또한, 본 발명은 화학 증착 시약 저장조 [또는 '발포기'] 가 증발기 자체인 종래의 증발기에도 적용할 수 있으므로, 비휘발성 복합물의 생성 및 축적은 공정에서 필요에 따라 펌프로 원격 급송되는 전술한 화학물용 증발기와 동일한 기구에 의해 처리된다.

추가로, 본 발명은 세정 사이클의 빈도를 결정하는 감지 수단 또는 타이머기구를 포함할 수도 있다. 이러한 감지 기구는 상기 증발기에 걸친 압력 차이, 증발기를 통한 유체 도전율(fluid conductance), 고형물의 적층에 의해 변형될 수 있는 증발기 구조로부터의 광반사율(light reflectance), 증발기의 반경 방향 열도전율, 또는 성장막의 특성으로부터의 피드백을 검출할 수 있다. 이러한 모든 측정가능한 특성들은 증발기의 성능이 저하되는지 또는 세정이 필요한지의 여부를 나타내는 데에 사용될 수 있다. 별법으로서, 충분히 특정화된 증착 시스템에서, 상기 세정 사이클은 타이머에 의해 기동될 수 있다. 이러한 접근법은 단순성 및 예측가능성에서 이점이 있다.

본 발명의 증발기 세정 방법은 제3도에 도시한 바와 같이 선택적으로 액체 집속 저장조를 포함할 수도 있다. 이러한 액체 집속 저장조는 많은 실질적인 장점을 제공한다. 스크루버나 냉각 트랩의 교체 또는 재생 사이의 시간 또는 수명은 연장될 수도 있다.

별법으로서, 접촉되는 액체는 세정액으로서 재사용 및 재순환되거나, 또는 원료 시약이 증발기 상에 미리 증착되는 고가의 고체 화학물인 경우 그것은 재정제되고 재사용될 수 있다. 만일 원료 시약이 예컨대, 바륨이나 탈륨 화학물같이 독성이 있다면, 독성 물질에 의해 오염된 상기 수집 액체는 처분의 목적을 위해, 소비된 스크루버 보다 더 농축되고 보다 쉽게 다룰 수 있는 유해 폐기물의 형태로 제공할 수 있다거나 또는 만약 유체가 스크루버 즉, 트랩(132) 내로 흐를 수 있다면, 보다 희석된 트랩 잔류물로 할 수 있다.

취급이 위험할 수 있는 독성 반응물에 의해 액체가 오염되는 경우, 반응기의 작동에 있어서 작동자의 안전성을 증가시키기 위해 다공질의 고체 화학 흡착제 같은 소거 매체(scavenging medium)를 액체 집속 저장조에 포함시키는 것이 바람직할 수 있다. 만일 세정액이 강산인 경우에는, 다시 안전성을 증가시키는 목적을 위해 현장에서 유체를 고정화 또는 중화시키는 것이 바람직하다. 또한, 액체 저장조가 어느 정도 냉각 트랩으로서 작동할 수 있도록 액체 저장조의 온도를 제어하는 것도 바람직할 수 있다.

상기 세정액은 다음의 내용을 비롯한 여러 기준을 기초로 하여 선택된다.

- 1) 상기 유체는 CVD원(源) 및 분해 생성물을 용해시키거나, 그것과 반응하여 용해 가능한 생성물을 형성하여야 한다.
- 2) 공정의 완전성을 보호하기 위해 유체에는 입자가 없어야 한다.
- 3) 유체의 증기압은 커야 한다(실온에서 200 torr이상)

적당한 유체를 선정하는 지침으로서, 많은 경우에 있어서 증발기 상에서 발생하는 적층물은 공정 중에 성장되는 막과 화학적으로 매우 유사할 것이라는 것을 명심하여야 한다. 만일 티타늄산 바륨(barium titanate)이 성장한다면, 증발기상에 티타늄산 바륨이 주로 적층될 것이다. 따라서, 적절한 유체는 티타늄산 바륨에 대해 양호한 에칭제(etchant)가 되는 것에 기초하여 선택할 수 있다. 반면에, 원료 시약이  $Ba(thd)_2$ 와 같이 비휘발성이 강한 경우에, 적층물은 대부분 비반응 원료 시약일 것이며 반응물이 용해되는 유기 용매가 세정 유체로서 양호한 선택이다.

본 명세서에 참고로 통합되는 '증기 상태의 비휘발성 시약을 CVD 반응기에 급송하는 방법'이라는 명칭의 미국 특허 출원 번호 제07/807,807호에 개시된 것과 같은 고체 반응물은 통상, 이소프로판올 또는 테트라하이드로퓨란 또는 이소프로판올/테트라하이드로퓨란 혼합물과 같은 에테르 용매나 끓는점이 낮은 알콜에 용해된다. 첨가된 저휘발성 액체는 테트라글리미(테트라에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 비등점~275°C) 또는 트리글리미(트리에틸렌 글리콜 디메틸 에테르, 비등점~216°C)와 같은 폴리에테르인 것이 유리할 수 있다. 테트라에틸렌펜타민(비등점 340°C) 또는 트리에틸렌테트라민(비등점 266~267°C)과 같은 폴리아민도 선택할 수 있다. 이러한 저휘발성 액체는 알콜 또는 에테르 용매에 용해되며 또한 고체 반응물을 용해시킨다. 예를 들면, 용매가 이소프로판올 또는 이소프로판올/테트라하이드로퓨란 혼합물이고 고체 반응물은 금속성 베타-디케토네이트 복합물인 경우, 테트라글리미가 저휘발성 액체로서 효과적이라고 보여진다. 전형적인 용액은 9:1의 이소프로판올:테트라글리미에 용해된 0.1M의  $barium(thd)_2(bis(2,2,6,6-테트라메틸-3,5-헵타네디오나토)바륨)$ 을 예로 들 수 있다.

경우에 따라서는, 상기 세정 유체는 탄탈륨 산화물과 같은 적층 산화물을 제거하기 위해 불화 수소(HF)를 사용하는 것과 같이 증기이다. 어떤 상황에서는 증발 구조 위로 하나 이상의 세정 유체를 흐르게 할 수

있는 능력을 보유하는 것이 필요할 수 있다. 이러한 조건은 하나 이상의 부가적인 세정 유체 저장조와 더불어 연관된 도관 및 밸브를 포함시키는 것을 필요로 한다. 상승된 압력 또는 감소된 압력에서 세정 유체를 흐르게 할 수 있는 능력을 포함시키는 것도 바람직할 수 있다. 증발 구조로부터 용해되는 적층 물질이 재침전될 것 같으면, 증발기로부터 액체 집속 저장조까지의 도관을 가열하는 것이 필요할 수도 있다.

세정 사이클의 일부로서, 고체 적층물의 용해를 돕기 위해 증발기를 상승 온도까지 가열하는 하나 이상의 단계가 결합될 수도 있다.

연속 공정을 실시하기 위해, 하나의 증발기를 세정하여 다시 열평형 상태로 되게 하고 다른 하나의 증발기를 사용하여 CVD를 수행하도록, 자동 스위치가 장착된 2개의 증발기를 제공하여 병렬 운전할 수 있다.

물리적 보조 수단은 공정의 완전성에 함치되게 세정 공정에 제공될 수 있다. 최소의 입자들이 생성되어 CVD 반응기 내로 전달되는 한, 증발기로부터 고체 축적물을 제거하는 세정 유체의 능력을 증가시키기 위해 플라즈마 또는 초음파가 사용될 수도 있다.

증발기, 연관된 파이프 및 밸브 구성 재료는 입자 생성 및 다른 오염 문제에 대한 공정의 요구 사항에 부합되어야 하며, 세정 유체로서 또는 고체 원 반응물용 용매로서 사용되는 액체 및/또는 증기에 의한 부식에 대해 저항성이 있어야 한다. 스테인레스강이 바람직하다.

파이프 및 밸브의 가능한 여러 구성은 본 발명을 달성하는 데 사용될 수 있으며, 실제 여러 가지 세정 유체가 선택될 수 있다.

제5도는 본 발명의 다른 실시예에 따른 증발 장치(300)의 개략도이다.

증발 시스템(300)은 사용 위치에 기체 형태로 급송할 필요가 있는 각종의 액체 시약의 증발, 특히 플래쉬 증발(flash vaporization)에 유용하게 사용될 수 있다.

상기 장치는 도시된 바와 같이 전체적으로 세장형(細長形)의 원통 형태 일수 있는 하우징(302)을 포함한다. 하우징(302)은 각 상단부(304) 및 하단부(306)가 마련된 증발실을 형성한다.

이와 같이 하여, 상기 증발실은 하우징의 에워싸는 내벽면(320)에 의해 적어도 부분적으로 경계가 이루어지는 내부 체적(308)을 포함한다.

내벽면(320)은 그 안에 증방향으로 이격된 일련의 채널 또는 홈(322, 324, 326, 328)을 특징으로 하는데, 각 채널 또는 홈은 하우징과 이 하우징은 포함하는 증발실의 종축(L-L)에 실질적으로 수직하다. 각 채널 또는 홈(322, 324, 326, 328)은 침으로 홈을 내거나, 그렇지 않으면 내벽면(320)에 오목하고 뒤엎힌 부분을 형성하여 적절히 형성할 수 있다. 이와 같이 하여, 각 채널 또는 홈은 액체 흐름 연통식으로 매니폴드 채널(350)과 결합되는 분기형 액체 유로를 제공한다. 도시된 바와 같이 매니폴드 채널(350)은 하우징과 증발실의 종축(L-L)과 관련하여 실질적으로 평행하게 배향될 수 있다. 따라서, 매니폴드 채널(350)은 도관(352)에 의해 증발실에 급송되는 액체에 대한 공급 트러프(feed trough) 역할을 한다. 도관(352)의 최외측 단부에는 원료 용기(301)로부터 액체 원료 시약을 공급하는 액체 공급 라인에 결합하기 위한 연결 끼움부(354)가 마련된다. 따라서, 상기 액체 원료 시약은 화살표 A로 지시되는 방향으로 흘러 도관(352) 내로 흐르는데, 상기 도관은 액체 흐름 연통식으로 매니폴드 채널(350)과 연결되어 있고, 그 채널로부터 각 분기 채널(322, 324, 326, 328)에 액체가 분배된다. 이러한 방식으로, 액체는 소결 금속 재료, 다공성 세라믹 매체, 또는 다른 적당한 구성 재료로 형성될 수 있는 다공성 증발 요소(340)의 인접면(303) 위로 분배된다. 따라서, 이러한 실시예에서 증발 요소는 증발실 내에 배치되며, 그 증발 요소에는 하우징의 에워싸는 내벽면(320)에 인접하는 관계의 외벽면(303)이 있다. 다공성 증발 요소(340)에는 증발실의 내부 체적(308)에 제공되는 내벽면(305)이 있다.

이러한 구성에 의해, 분기형 채널 내로 공급된 액체는 다공성 증발 요소(340)의 외벽면(303)과 접촉하는데, 상기 증발 요소는 액상 원료 시약의 증발에 적합한 온도까지 가열되어, 그 액상 원료 시약은 증발된다. 그 증발에 의해 발생하는 증기는 상기 증발 요소의 다공성 벽을 통해 증발실의 내면으로 유동하고, 이로부터 내부 체적(308) 내로 들어가 화살표 C로 나타난 방향을 따라 챔버의 유출 하단부(306)에서 배출되어, 처리 시스템의 하류측 서브시스템에 운반된다. 하류측의 사용 장소는 예컨대 증발 장치에서 배출된 증기로부터 유도된 물질로 기판이 적층되는 화학 증착 반응기로 구성될 수도 있다.

제5도에 도시된 시스템의 몇몇 실시예에서, 증발실의 내부 체적(308)에 적절한 캐리어 가스를 도입하는 것이 바람직할 수 있으며, 이러한 목적을 위해 증발실의 상측 단부(304)에는 화살표 B로 나타난 방향으로 캐리어 가스가 유입될 수 있는 도입 도관(360)이 마련되고, 그 캐리어 가스는 증발 요소(340)의 다공성 벽 부재를 통과하여 내부 체적(308)으로 들어오는 증발된 시약과 혼합된다.

몇몇 용례에 있어서, 캐리어 가스나 다른 가스 또는 시약과 혼합된 증기 성분이 없는 증발된 시약만을 증발실로부터 배출되는 것이 바람직하며, 이 경우 장치에는 캐리어 가스 공급 도관(360)을 장치로부터 생략하거나, 그렇지 않으면 그 도관에 적당한 밸브나 다른 유동 구속 수단을 마련하여, 캐리어 가스 공급 도입에 대해 챔버의 내부 체적을 폐쇄할 수도 있다라는 것을 이해할 수 있을 것이다.

제5도로부터, 다공성 증발 요소(340)에는 외벽면이 있는 다공성 벽 부재를 포함하는데, 그 외벽면은 증발실 벽의 홈 또는 채널과 함께, 증발 요소의 외벽면 위로 액상 원료 시약을 분배하는 유동 채널 구성을 제공한다라는 것을 볼 수 있다. 상기 유동 채널 구성은 다양하게 변형될 수도 있고, 경우에 따라서는 증발실의 중심축(L-L)과 평행하고, 증발실의 내벽면의 외주 둘레에 원주 방향으로 이격되며, 제5도를 도시된 실시예의 채널(326)과 같이 하나 이상의 연결 공급 트러프에 의해 연결되는 일련의 홈 또는 채널을 마련하는 것이 바람직할 수도 있다는 것을 이해할 것이다.

증발실의 내벽면과 접촉하는 다공성 증발 요소와 관련하여, 증발실의 내벽면을 거칠게 함으로써, 모세관 작용, 중력에 의한 유동, 및/또는 다른 유체 역학적 현상을 통해 액체가 증발 벽 부재면에 분산되도록 하여 증발 작용이 가장 효과적으로 실행될 수 있도록 하는 것도 가능하다.

마찬가지로, 다공성 벽 부재(340)는 그 자체를 각종의 형태로 형성 할 수 있는데, 예컨대 액체를 증발시

키기 위해 액체 분포에 적합하도록, 증발실 벽에 형성되는 채널과 협동하는 파상(波狀) 표면 또는 홈이 형성된 표면으로 형성할 수도 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.

또한, 증발실 벽면에 채널 또는 통로 수단이 없고, 상기 다공성 벽 부재 또는 다른 증발 요소는 인접하는 하우스징과 협동 관계로 액체 채널을 형성하도록 구성되게 상기 증발 장치를 제작할 수 있다는 것도 이해할 수 있을 것이다.

경우에 따라서, 담겨진 액체 분배 체적을 제공하는 칼라(collar) 또는 스페이서(spacer)와 같은 것에 의해 다공성 벽 부재를 증발실 벽면과 관련하여 일정 간격을 두게 함으로써, 상기 액체가 다공성 벽 부재의 외면과 증발실 하우스징의 내벽면 사이의 플f넘(plenum) 공간으로 들어가 쉽게 증발될 수 있게 하는 것도 가능하다.

따라서, 상기 증발실 및 이와 관련된 증발 요소의 구성은 본 발명의 범위 내에서 다양하게 변화될 수 있다는 것을 이해하여야 한다.

이하의 비제한적인 예들은 본 발명의 사용 양태를 설명하는 것들이다.

#### 예 1

시약 탄탈륨 펜타에톡사이드와 수분에 민감한 액체를 급송하기 위해 첨부 도면에 도시된 2중 피스톤 계량 펌프를 이용하면 10시간 후에 피스톤에 탄탈륨옥사이드가 축적되어, 피스톤 시일이 마모되고 결국 피스톤의 운동이 정지하였다. 펌프의 적셔진 부분 주위를 건성 질소로 퍼지 처리하였을 때, 10시간 후에도 탄탈륨 옥사이드가 축적되지 않았으며, 펌프는 계속하여 완만하게 작동되었다.

#### 예 2

퍼지 기구가 장착된 2중 피스톤 계량 펌프를 사용하여 54ml(50.2g)의 테트라키스(다이메틸라미도) 티타늄 시약을 급송하였다. 이러한 티타늄 시약은 공기 및 수분에 극히 민감하여, 공기 중에서 몇 분만 있으면 디메틸라민과 고상의 티타늄 옥사이드 및/또는 하이드록사이드로 분해된다. 퍼지 처리된 2중 피스톤 펌프에 테트라키스(다이메틸라미도) 티타늄을 7주간 적재하고 시약을 20시간 이상 공급하였지만 펌프 시일의 열화 및 상기 적셔진 부분에 고상의 분해물이 누적되는 것을 발견할 수 없었다.

본 발명에 따라, 불활성(퍼지 블랭킷) 매체와 챔버 및 펌프 부품들의 구성 물질을 다양하게 변화시킬 수 있다는 것을 이해할 수 있을 것이다.

#### 예 3

마이크로 전자 집적 회로(IC's)에서 커패시터로서 사용하기 위한  $Ba_{0.70} Sr_{0.30} TiO_3$  막을 적층하기 위한 화학 증착 공정에 본 발명의 현장 세정 방법을 이용하였다. 실험에서,  $Ba(thd)_2(0.14M)$ ,  $Sr(thd)_2(0.06M)$  및  $Ti(O-Pr)_2(thd)_2(0.15M)$ 을 9:1(체적비)의 이소프로판올과 테트라그림(tetraglyme) 혼합물을 구성하는 용매에 용해시키고 12.5 시간 동안 4ml/hr 속도로 증발기(230°C)에 급송하였다.

증착 후에, 갈색 액체 및 고체 잔류물이 증발 구역 부근에서 관찰되었고, 증발기에 도입된 Ba의 약 13%가 발견되었다. Sr 및 Ti는 어느 정도 효율적으로 반응기에 급송되었고, 이들 원소중의 9% 및 15%가 비휘발성 잔류물로서 증발기 부근에 남아 있었다.

이러한 문제를 해결하기 위해, 제3도에 도시된 것과 같은 장치를 사용하여 증발기를 플래쉬 처리하였다. 증발기의 유입 파이프로부터 메탈오가닉 함유 잔류 액을 용해(및 후속하여 증발)시키는 데 효과적이고, 중력에 의해 유동하는 액체 또는 가스 상태로 트랩 내로 유동하게 증발기 내에서 잔류 메탈오가닉 화합물을 재배하는 데 효과적인 용제(이 경우 이소프로판올)를 사용하였다.

#### 예 4

탄탈륨 옥사이드( $Ta_2O_5$ )는, 축소 메모리 셀(scaled down memory cell) 기 저장 커패시터용으로 양호한 유전체로서 그리고, 금속 산화물 반도체 장치에서 게이트 절연체(gate insulator)로서 마이크로 전자 산업계에서 널리 사용되고 있다.  $Ta_2O_5$ 의 화학 증착을 위해 양호한 전구 물질로는 탄탈륨 에톡사이드,  $[Ta(OCH_2CH_3)_5]$ 와 증기압이 150°C에서 0.1 torr인 액체가 있다.

액체 시약의 기체로의 변환은 '증기 형태의 비휘발성 시약을 CVD 반응기로 하는 방법(Method For Delivering an Involatile Reagent in Vapor m to a CVD Reactor)'이라는 명칭의 미국 특허 제5,204,314호에 기재된 방법에 의해 실시하였다.

2중 피스톤 계량 펌프를 사용하여 탄탈륨 에톡사이드를 0.01 내지 0.20 ml/min의 유량으로 증발 영역에 급송하였다. 증발 온도는 165°C에서 185°C까지 변환시키고 캐리어 가스 유량은 50sccm으로 하였다. 증발 영역 내의 압력은 0.1 내지 10 torr 이었다. 몇 십분 후에, 탄탈륨 옥사이드 또는 아(亞)산화물이 증발면상에 축적되는 것이 관찰되었다.

이러한 문제의 해결을 위해, 상기 산화물은 수성 불화수소산에 용해시켜 증발면으로부터 제거된다. 그 산은, 제3도에 도시된 바와 같이 3방향 밸브(113)를 경유하여 탄탈륨 에톡사이드 경로를 따라 도입된다. 탄탈륨 시약 분해 생성물을 함유하는 용액은 중력에 의해 액체 집속 저장조 내로 공급된다. 증발기의 표면은 다른 탄탈륨 에톡사이드가 도입되기 전에, 불활성 기류에 의해 건조된다.

#### 예 5

티타늄 나이트라이드(TiN)는 실리콘 전자 소자에서 확산 장벽층으로서 관심이 있는 물질이다. TiN의 MOCVD에 유용한 전구 물질은 테트라키스(다이메틸라미도)티타늄  $[Ti(N(CH_2CH_3)_2)_4]$ 이다.

액체 시약의 기체로의 변환은 '증기 형태의 비휘발성 시약을 CVD 반응기로 급송하는 방법'이라는 명칭의

미국 특허 제5,204,314호에 개시된 방법에 의해 실시하였다.

이중 피스톤 계량 펌프를 사용하여 54ml(50.2g)의 TiN 시약을 급송하였다. 시약은 150 내지 165℃에서 증발되었고, 그 증발된 증기는 재응축되고 집속되었다. 51ml(47.4g)의 시약이 집속되었고, 잔류 물질은 열분해에 의해 또는 증발 영역 내의 대기 불순물과 반응하여 증발 영역 내에서 분해되었다. 티타늄 시약은 공기와 수분에 극히 민감하여, 공기 중에서 몇 분만에 다메틸라민과 고상 티타늄 옥사이드 및/또는 하이드록사이드로 분해된다.

증발 구조 상에 축적된 티타늄 옥사이드를 처리하기 위해, 수성의 불화수소산을 증발 영역에 도입하여 증발 요소의 표면 위를 통과하게 한다. 티타늄 분해 생성물의 산에서의 용해도는 그 표면을 세정할 수 있도록 해주고 분해 생성물 용액이 액체로서 집속되게 해준다. 다음에, 세정된 영역을 진공 하에서 100℃ 이상으로 가열하여 잔류 수분을 제거한다. 그후에, 티타늄 나트라이드 원료 시약이 세정된 증발 영역에 도입되고 증기 상태로 CVD 반응실에 급송된다.

세정 시스템의 많은 부품들의 세세한 부분들은 다양하게 변화시킬 수 있다는 것을 이해할 것이다. 이러한 구성 부품들로는 세정 액체 펌프와, 다방향 밸브와, 증발기 구조(액체 및 가스의 유입과 배출을 위한 포트 포함)와, 증발기 하류측의 밸브와, 액체 트랩 및 고체 트랩 등이 있으며, 이 부품들은 제3도에서 단일체로서 도시되어 있다.

본 발명을 특징의 양태와 특징 및 실시예를 참조로 설명하였지만, 다른 변형에 및 수정예가 가능하다는 것은 명백하며, 그러한 변형, 수정 및 실시예들은 본 발명의 사상 및 범위 내에 있는 것으로 간주된다.

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1

사용 현장에 운반하기 위한 증기를 생성하기 위하여, 비증기 특성의 원료 시약을 증발시키기 위한 증발 장치(101)로서,

에워싸인 내부의 증발 체적을 형성하는 하우징을 포함하는 증발실(117)과;

상기 하우징의 내부 체적에 원료 시약을 공급하는 공급 수단(111, 112, 113, 116)과,

상기 하우징의 내부 체적 내에 상기 공급 수단과 수용 관계로, 배치되어, 원료 시약을 수용하고 그 시약을 증발시키는 증발 수단과,

증발 적층물을 상기 증발 수단 및 하우징의 내면으로부터 적어도 부분적으로 세정 제거하는 데에 효과적인 세정 유체를 상기 증발 수단 및 상기 하우징의 내면과 접촉하도록 상기 내부 체적에 선택적으로 공급하는 수단(115, 114, 113)

을 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 하우징은 증발된 시약 흐름 관계로 하류측의 증착 챔버(122)에 결합되고, 상기 세정 유체, 시약 원료, 증발된 시약의 흐름은 선택적으로 작동 가능한 특징의 흐름 제어 수단(113, 119)에 의해 선택적으로 제어되는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 3

제2항에 있어서, 상기 흐름 제어 수단(113, 119)은 사이클 타이머 수단과 상호 연결되어, 원료 시약의 증발 과정이 개시되고 그 원료 시약은 사이클의 미리 정해진 제1 사이클 중에 상기 하류측 증착 챔버(122) 쪽으로 급송되며, 이어서 원료 시약 및 증발된 시약의 흐름이 중지되고, 세정을 위해 증발실(117) 내로 세정 유체가 흐르는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 4

제3항에 있어서, 상기 사이클 타이머 수단은 상기 증발기에 걸친 압력의 차이, 증발기를 통과하는 유체 도전을, 고형 축적물에 의해 바뀌게 되는 상기 증발기 구조로부터의 광반사율, 증발기의 반경 방향으로의 열전도율, 성장막의 특성으로부터의 피드백으로 이루어지는 그룹에서 선택되는 시스템 변수를 감지하는 수단을 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 5

제1항에 있어서, 상기 증발실(117)은 액체 유로(322, 324, 326, 328, 350)가 형성되어 있는 에워싸는 내벽면(302)에 의해 적어도 부분적으로 경계가 이루어지고,

상기 증발 수단은,

내외측 벽 부재면(305, 303)이 있는 적어도 하나의 다공성 벽 부재를 포함하고 상기 증발실 내에 배치되는 증발 요소(340)로서, 상기 다공성 벽 부재는 그 외측벽 부재면이 상기 액체 유로가 형성된 에워싸는 내벽면(302)에 대하여 인접하는 관계로 배치되어, 그 다공성 벽 부재의 외벽 부재면(303)이 상기 유로(322, 324, 326, 328, 350) 위에 놓이게 되고 다공성 벽 부재의 내측벽 부재면(305)은 상기 증발실의 내부 체적에 제공되도록 구성되는 그러한 증발 요소(340)와,

상기 다공성 벽 부재를 증발 가능한 액체의 증발 온도까지 가열하는 가열 수단을 포함하며,

상기 원료 시약을 내부 체적(308)에 공급하는 수단은, 상기 증발 가능한 액체의 증발 온도까지 가열된 다공성 벽 부재와 접촉하도록 증발 가능한 액체를 상기 액체 유로(322, 324, 326, 328, 350)에 급송하여, 그러한 접촉에 의해 형성된 증기가 상기 다공성 벽 부재를 통과하여 상기 증발실의 내부 체적(308)으로

통과하게 하는 수단(301, 354, 352)

을 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치.

#### 청구항 6

제1항에 있어서, 상기 증발실(117)은 원통 형태인 것을 특징으로 하는 증발장치(101).

#### 청구항 7

제6항에 있어서, 상기 증발실(117)은 원통 형태이고, 증발 요소(340)도 원통 형태이며, 상기 다공성 벽 부재의 외측벽 부재면(303)은 그 부재면 전체 영역에 걸쳐 상기 증발실의 에워싸는 내벽면(320)과 인접하는 관계에 있는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 8

제6항에 있어서, 상기 다공성 벽 부재는 소결 금속 재료 및 다공성의 세라믹 재료로 이루어지는 군에서 선택되는 재료로 형성되는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 9

제6항에 있어서, 상기 에워싸는 내벽면의 액체 유로(322, 324, 326, 328, 350)는 복수 개의 액체 유로(322, 324, 326, 328)와 액체 흐름 연통식으로 연결되는 적어도 하나의 매니폴드 액체 유로(350)를 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 10

제8항에 있어서, 상기 에워싸는 내벽면 액체 유로(322, 324, 326, 328, 350)는 복수 개의 액체 유로(322, 324, 326, 328)와 액체 흐름 연통식으로 연결되는 적어도 하나의 매니폴드 액체 유로(350)를 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 11

제6항에 있어서, 상기 증발실(117)과 증발 요소(340)는 서로 동축 관계이고, 공통의 증방향 중앙축이 있는 세장형이며, 상기 매니폴드 액체 유로(350)는 상기 증방향 중앙축에 직선으로 평행하게 연장되고, 상기 복수 개의 액체 유로(322, 324, 326, 328)는 상기 증방향 중앙축에 수직인 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 12

제1항에 있어서, 상기 증발실(117)의 내부 체적에 캐리어 가스를 도입하여 상기 증발 장치의 작동 중에 상기 캐리어 가스와 증기를 포함하는 가스 혼합물을 형성하는 수단을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 13

제1항에 있어서, 상기 캐리어 가스를 상기 증발실(117)의 내부 체적(308)에 도입하는 수단은 상기 내부 체적 내에 상기 증발실의 캐리어 가스 외부의 공급원과 가스 흐름 연통식으로 결합된 세장형의 천공된 가스 급송 튜브를 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 14

제1항에 있어서, 상기 원료 시약을 상기 증발실(117)에 펌핑하기 위한 펌프(10)를 더 포함하고, 상기 펌프는,

내부 펌핑 공동(12)이 있는 펌프 블록(11)과;

(i) 상기 피스톤이 상기 공동 내에서 왕복 운동하는 중에 상기 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하고,  
(ii) 상기 펌핑 공동의 내부 펌핑 체적(22)의 경계를 지우기 위하여, 상기 펌핑 공동(12) 내에 장착되고 상기 피스톤 둘레에 원주 방향으로 배열되는 제1 액체 시일(14)과;

상기 피스톤이 상기 공동 내에서 왕복 운동하는 중에 상기 피스톤과 펌핑 공동 사이를 밀봉하도록, 상기 펌핑 공동(12) 내에 장착되고 상기 피스톤(13) 둘레에 원주 방향으로 배열되며, 상기 제1 액체 시일과의 사이에 상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적(23)을 형성하도록 제1 액체 시일(14)과 이격된 관계에 있는 제2 유체 시일(15)과;

상기 내측 액체 펌핑 체적(22)에 연결되어 그곳에 공급 액체를 도입하는 액체 유입 통로(16)와;

상기 내측 액체 펌핑 체적(22)에 연결되어 압축 액체를 그곳으로부터 배출하는 액체 유출 통로(17)와;

상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적(23)에 연결되어 퍼지 가스 또는 액체를 그곳에 도입하는 유체 유입 통로(18)와;

상기 펌핑 공동의 내측 밀봉 체적에 연결되어 퍼지 가스 또는 액체를 그곳으로부터 배출하는 유체 유출 통로(19)를 포함하며, 이와 같은 구성에 의해 상기 피스톤이 왕복 운동하는 중에 그 피스톤(13)의 일부는 상기 펌핑 공동의 액체 펌핑 체적(22)과 내측 밀봉 체적(23) 사이에서 병진 이동되는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 15

제15항에 있어서, 상기 액체 유입 통로(16)에 액체 공급 관계로 결합되는 공급 액체 공급 수단을 더 포함

하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 16

제15항에 있어서, 상기 유체 유입 통로(18)와 유체 공급 관계로 연결되는 퍼지 유체 공급 수단을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 17

제15항에 있어서, 상기 펌프 블록(11)은 단일의 기계 가공된 금속 블록을 포함하는 것을 특징으로 하는 증발 장치(101).

#### 청구항 18

비증기 원료 시약을 증발하고, 이러한 증발에 따른 증착 부산물을 적어도 부분적으로 제거하는 방법으로,

사용 현장에 운반하기 위한 증기를 생성하기 위하여, 비증기 특성의 원료 시약을 증발시키기 위한 증발 장치(101)로서,

에워싸인 내부의 증발 체적을 형성하는 하우징을 포함하는 증발실(117)과;

상기 하우징의 내부 체적에 원료 시약을 공급하는 공급 수단(111, 112, 113, 116)과,

상기 하우징(302)의 내부 체적 내에 상기 공급 수단과 수용 관계로 배치되어, 원료 시약을 수용하고 그 시약을 증발시키는 증발 수단(340)과,

증발 적층물을 상기 증발 수단 및 하우징의 내면으로부터 적어도 부분적으로 세정 제거하는 데에 효과적인 세정 유체를 상기 증발 수단 및 상기 하우징의 내면과 접촉하도록 상기 내부 체적에 선택적으로 공급하는 수단(115, 114, 113)을 포함하는 그러한 증발 장치(101)를 제공하는 단계와,

상기 하우징 내의 원료 시약을 미리 정해진 시간 동안 증발시키고, 그 증발된 시약을 하우징으로부터 흘러 나가게 하는 단계와,

상기 미리 정해진 시간 후에, 상기 원료 시약 및 증발된 시약의 흐름을 중단시키고, 상기 증발에 의해 생성되는 적층물을 적어도 부분적으로 세정 제거하는 데에 효과적인 세정 유체를 상기 하우징 내로 흐르게 하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 19

제19항에 있어서, 상기 원료 시약을 상기 증발실(117)의 하우징의 내부 체적(308)에 공급하는 수단은, 부식 및 입자 형성이라는 적어도 하나의 역효과를 야기하는, 산소 및 다른 대기 가스 중 적어도 하나가 존재하는 액체를 펌핑하도록 적합하게 되어 있는 왕복 피스톤 펌프(10)를 포함하고 왕복 피스톤은 펌프의 액체 펌핑 챔버(22) 내의 제1 연장된 위치와 액체 펌핑 챔버 외부의 제2 후퇴된 위치 사이에서 왕복 운동 가능하여, 왕복 피스톤의 활동 펌핑부가 순차적으로 그리고 반복적으로 상기 액체 펌핑 챔버의 액체와 접촉하고, 다음에 액체 펌핑 챔버의 외부로 후퇴되며, 상기 방법은 상기 액체 펌핑 챔버 외부의 왕복 피스톤의 활동 펌핑부를 불활성 유체로 덮어, 그 피스톤의 활동 펌핑부가 산소 또는 다른 대기 가스와 접촉되는 것을 방지하는, 상기 왕복 피스톤 펌프 내의 부식 또는 입자 형성을 방지하는 과정을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 20

제20항에 있어서, 상기 불활성 유체는 아르곤, 질소, 헬륨 및 수소로부터 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 21

제19항에 있어서, 상기 원료 시약을 상기 증발실(117)의 하우징의 내부 체적(308)에 공급하는 수단은, 부식 및 입자 형성이라는 적어도 하나의 역효과를 야기하는, 산소 및 다른 대기 가스 중 적어도 하나가 존재하는 액체를 펌핑하도록 적합하게 되어 있는 왕복 피스톤 펌프(10)를 포함하고, 왕복 피스톤은 펌프의 액체 펌핑 챔버(22) 내의 제1 연장된 위치와 액체 펌핑 챔버 외부의 제2 후퇴된 위치 사이에서 왕복 운동 가능하여, 왕복 피스톤의 활동 펌핑부가 순차적으로 그리고 반복적으로 상기 액체 펌핑 챔버의 액체와 접촉하고, 다음에 액체 펌핑 챔버의 외부로 후퇴되며, 상기 방법은 상기 액체를 부식 또는 입자 형성 방지에 용매식으로 효과적인 저증기압 액체 성분과 상기 방지에 효과적인 양으로 혼합함으로써, 상기 왕복 피스톤 펌프 내의 부식 또는 입자 형성을 방지하는 과정을 더 포함하는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 22

제22항에 있어서, 상기 저증기압 액체는 폴리에테르, 폴리아민, 방향성 아민으로 이루어지는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

#### 청구항 23

제22항에 있어서, 상기 저증기압 액체는 테트라글리미, 트리글리미, 디글리미, 테트라에틸렌펜타민, 트리에틸렌테트라아민으로 이루어지는 군에서 선택되는 것을 특징으로 하는 방법.

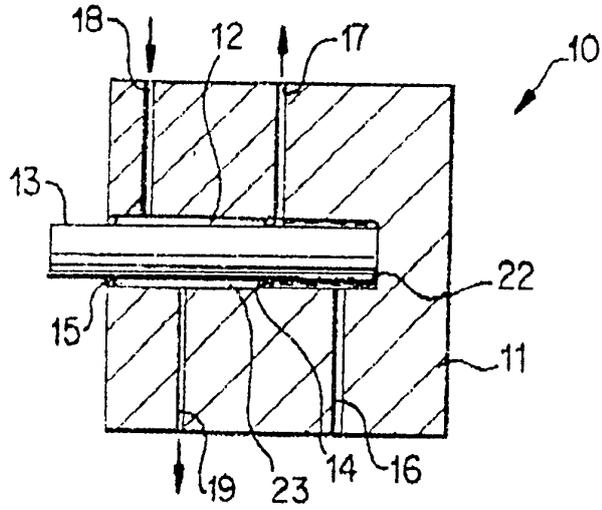
#### 청구항 24

제22항에 있어서, 상기 산소 등이 존재하는 액체는 끓는점이 낮은 용매 내의 금속 베타-디케토네이트 복합물 용액이고, 상기 저증기압 액체는 테트라글리미, 트리글리미 또는 디글리미로 이루어지는 군에서 선

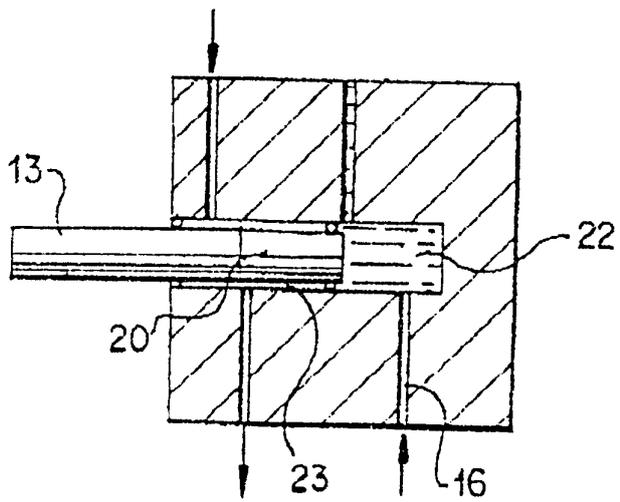
택되는 것을 특징으로 하는 방법.

도면

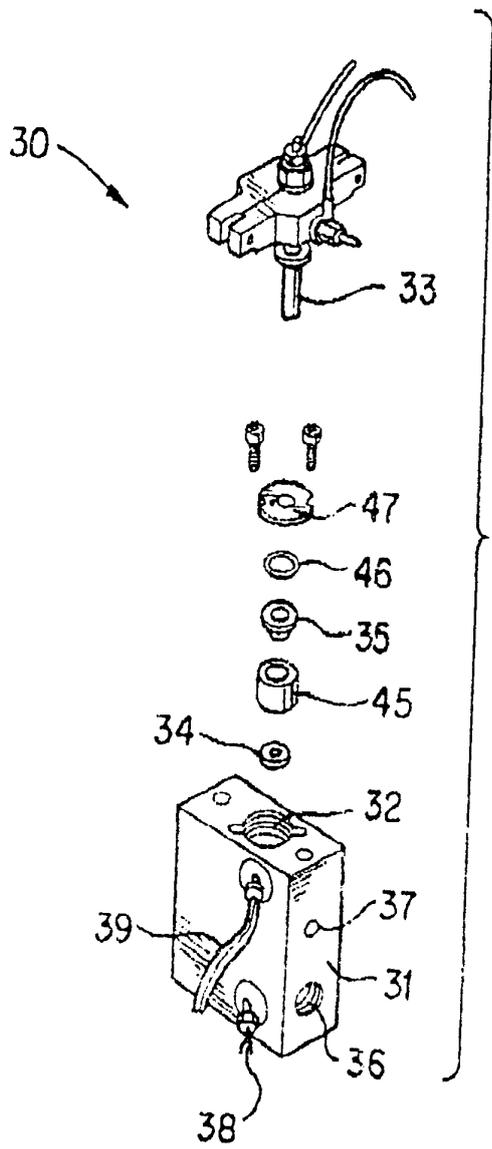
도면 1a



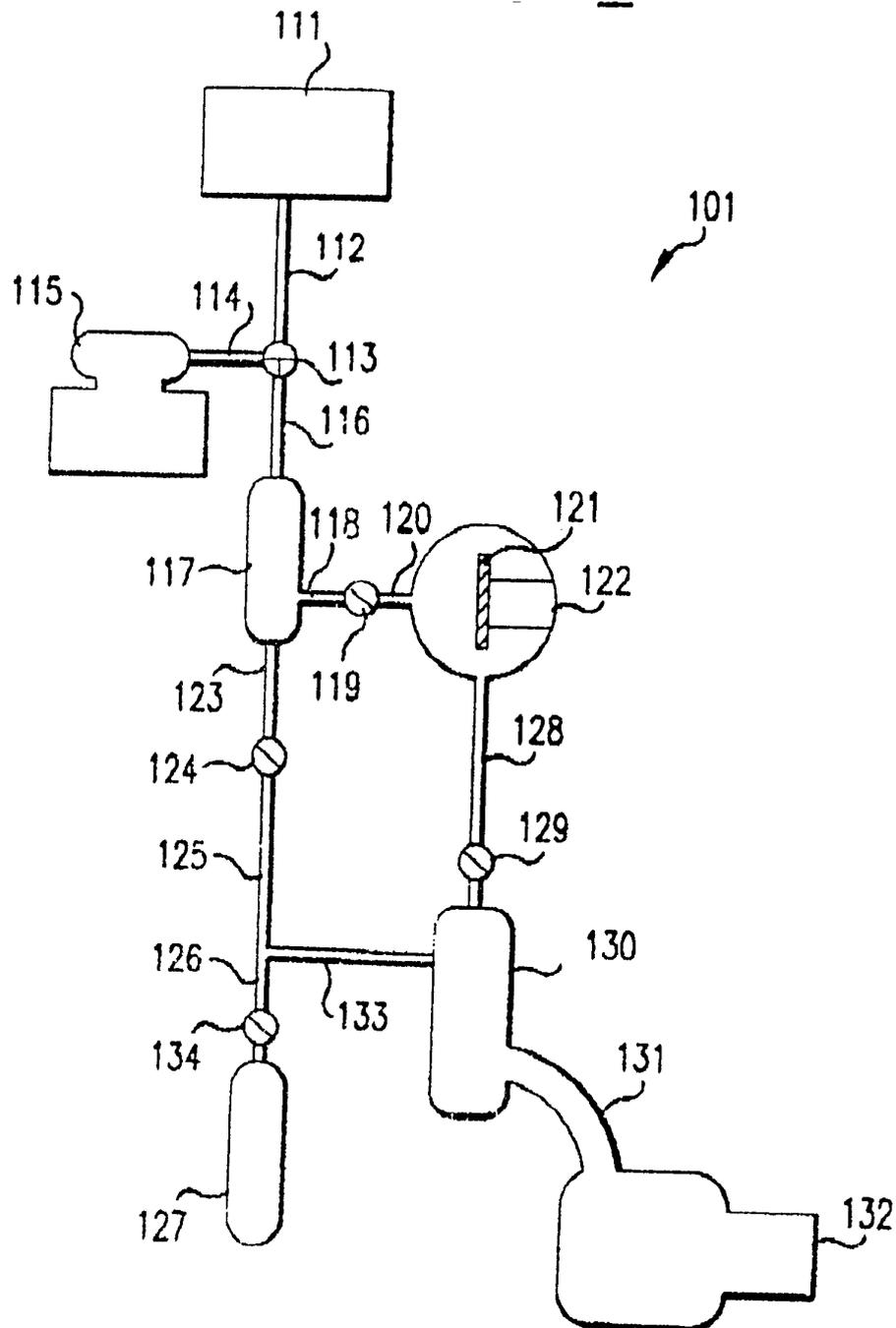
도면 1b



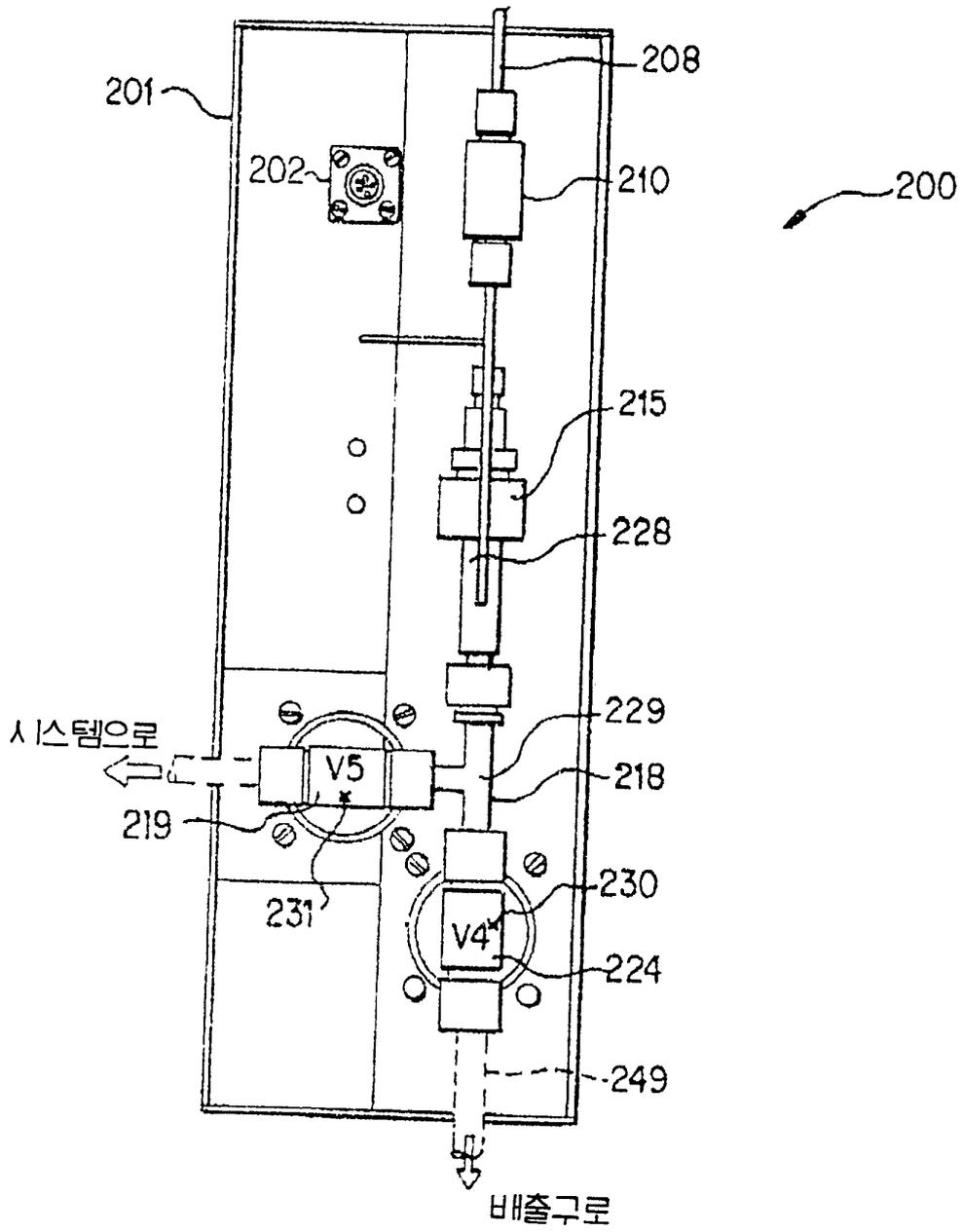
도면2



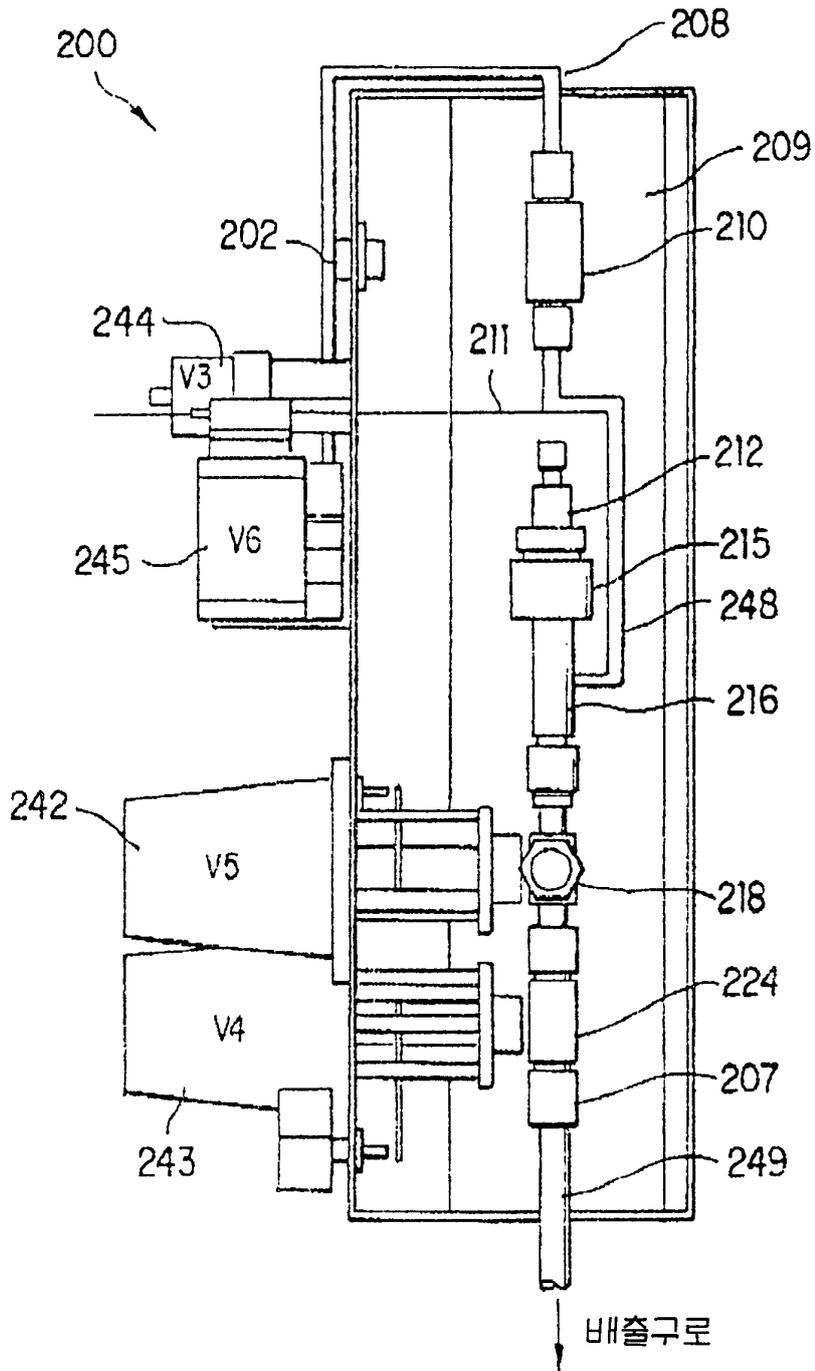
도면3



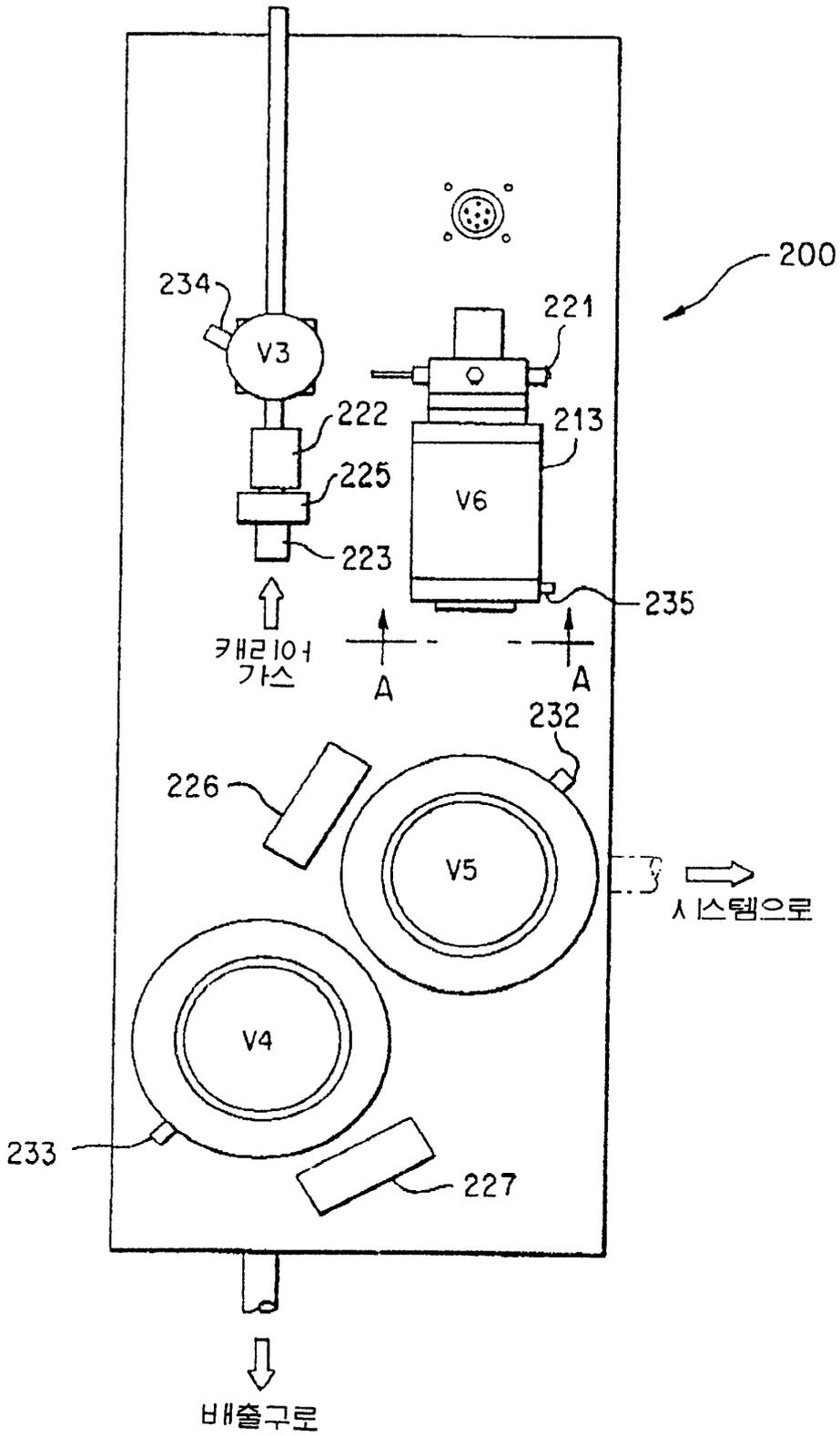
도면4a



도면4b



도면4c



도면5

