

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4012181号
(P4012181)

(45) 発行日 平成19年11月21日(2007.11.21)

(24) 登録日 平成19年9月14日(2007.9.14)

(51) Int. Cl.

H 0 1 L 21/205 (2006.01)

F I

H 0 1 L 21/205

請求項の数 33 外国語出願 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2004-239630 (P2004-239630)	(73) 特許権者	591035368
(22) 出願日	平成16年8月19日(2004.8.19)		エア プロダクツ アンド ケミカルズ
(65) 公開番号	特開2005-101564 (P2005-101564A)		インコーポレイテッド
(43) 公開日	平成17年4月14日(2005.4.14)		AIR PRODUCTS AND CH
審査請求日	平成16年12月24日(2004.12.24)		EMICALS INCORPORATE
(31) 優先権主張番号	60/496187		D
(32) 優先日	平成15年8月19日(2003.8.19)		アメリカ合衆国 ペンシルヴェニア アレ
(33) 優先権主張国	米国(US)		ンタウン ハミルトン ブールヴァード
(31) 優先権主張番号	60/587295		7201
(32) 優先日	平成16年7月12日(2004.7.12)		7201 Hamilton Boule
(33) 優先権主張国	米国(US)		vard, Allentown, Pe
(31) 優先権主張番号	10/902778		nnsylvania 18195-15
(32) 優先日	平成16年8月2日(2004.8.2)		01, USA
(33) 優先権主張国	米国(US)	(74) 代理人	100099759
			弁理士 青木 篤
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 前駆体物質送給方法及び容器

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

前駆体物質から前駆体含有流体流を送給するための容器であって、
流体を介して連通する上方容積と下方容積とに分かれた内部容積、
流体入口、流体出口、随意的な充填口、及び内側凹部であり上記上方容積の少なくとも
一部がその中に存在する内側凹部を含む蓋、

この蓋と基部との間に挟まれた側壁、及び

上記下方容積中に延在する少なくとも1つの突出体であって、前駆体が当該少なくとも
1つの突出体と接触し、且つ、当該少なくとも1つの突出体が上記蓋、上記側壁、上記基
部、及びそれらの組み合わせから選ばれる少なくとも1つから延びている少なくとも1つ
の突出体、

を含む、前駆体物質から前駆体含有流体流を送給するための容器。

【請求項 2】

前記容器の前記内部容積に伝導する加熱源を更に含み、当該加熱源が前記前駆体を前記
流体流を作るのに十分な温度に加熱する、請求項1記載の容器。

【請求項 3】

前記加熱源が当該容器の少なくとも一部分を取り囲む熱伝導性のジャケットを含む、請
求項2記載の容器。

【請求項 4】

前記加熱源が複数の加熱カートリッジを含む、請求項2記載の容器。

10

20

- 【請求項 5】
前記加熱カートリッジが前記容器の前記基部に挿入されている、請求項 4 記載の容器。
- 【請求項 6】
前記流体出口の下流に位置するフィルターを更に含む、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 7】
前記流体出口の上流に位置するフィルターを更に含む、請求項 6 記載の容器。
- 【請求項 8】
前記基部が取り外し可能である、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 9】
前記基部と前記側壁が一体化されている、請求項 1 記載の容器。 10
- 【請求項 10】
前記基部が少なくとも 1 つの突出体を含む、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 11】
前記少なくとも 1 つの突出体が、収容される前記前駆体物質に対して非反応性である表面から構成される、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 12】
前記少なくとも 1 つの突出体がクローバーの葉のデザインを有する、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 13】
少なくとも 1 つの突出体が前記側壁から延びている、請求項 1 記載の容器。 20
- 【請求項 14】
前記流体入口が、キャリアガスの流れを前記上方容積中へ導きそして前記容器の前記側壁へぶつける管を更に含む、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 15】
前記管が T 字状である、請求項 14 記載の容器。
- 【請求項 16】
前記流体出口が、前記前駆体含有流体を前記容器外へ導く管を更に含む、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 17】
前記管が T 字状である、請求項 16 記載の容器。 30
- 【請求項 18】
前記蓋が取り外し可能である、請求項 1 記載の容器。
- 【請求項 19】
前駆体物質から前駆体含有流体流を送給するための容器であって、
流体を介して連通する上方容積と下方容積とに分かれた内部容積、
少なくとも 1 つのキャリアガスを当該容器の上記内部容積へ導く流体入口、流体出口、
及び内側凹部であって上記上方容積の少なくとも一部がその中に存在する内側凹部を含む蓋、
上記下方容積中へ延びる複数の突出体を有し且つ少なくとも一部分が上記蓋と接触する上方リップを有する側壁、及び 40
上記蓋と上記側壁との間に入れられたセパレータであって上記上方リップ内に存在しそして上記内部容積を上記上方容積と下方容積とに分けるセパレータ、
を含む、前駆体物質から前駆体含有流体流を送給するための容器。
- 【請求項 20】
前記容器の前記内部容積に伝導する加熱源を更に含み、当該加熱源が前記前駆体を前記流体流を作るのに十分な温度に加熱する、請求項 19 記載の容器。
- 【請求項 21】
前記加熱源が前記側壁の少なくとも一部分を取り囲む熱伝導性のジャケットを含む、請求項 20 記載の容器。
- 【請求項 22】 50

前記セパレータの少なくとも一部と接触するステンレス鋼のフリットを更に含む、請求項 19 記載の容器。

【請求項 23】

前記突出体の少なくとも一部が、接触する前駆体物質に対して非反応性である表面を含む、請求項 19 記載の容器。

【請求項 24】

前記突出体の少なくとも一部が熱伝導性の芯を含む、請求項 23 記載の容器。

【請求項 25】

前駆体物質から前駆体含有流体流を送給するための容器であって、

セパレータにより上方容積と下方容積とに分けられ、当該上方容積と当該下方容積とが流体を介して連通する内部容積、 10

少なくとも 1 つのキャリアガスを当該容器の上記内部容積へ T 字状の管を通して導く流体入口、流体出口、及び内側凹部であって上記上方容積の少なくとも一部がその中に存在する内側凹部を含む蓋、

当該蓋に取り付けられた側壁であってそこから上記下方容積中へ延びる複数の突出体を含み、当該複数の突出体の少なくとも 1 つがそれと接触する前駆体物質に対し非反応性の表面を持つ側壁、及び

当該容器の上記内部容積に伝導する加熱源であって前駆体を前駆体含有流体流を作るのに十分な温度に加熱する加熱源、

を含む、前駆体物質から前駆体含有流体流を送給するための容器。 20

【請求項 26】

前駆体の気相を含む前駆体含有流体流を送給するための方法であって、

セパレータにより分けられた下方容積と上方容積を含む内部容積を有する容器中へ前駆体を導入し、この容器は、基部、上記下方容積中へ延びる少なくとも 1 つの突出体であって当該前駆体がそれと接触する少なくとも 1 つの突出体、入口と出口とを含む圧力シール可能な蓋、及びこの蓋を上記基部と接続させる側壁を含むこと、

上記容器の上記内部容積に伝導する加熱源を設けること、

入っている前駆体の気相を作るのに十分なエネルギーを上記加熱源に加えること、

上記入口を通して上記容器へ少なくとも 1 つのキャリアガスを導入し、当該少なくとも 1 つのキャリアガスは下流方向に上記容器の側壁に接触して流れ、当該少なくとも 1 つのキャリアガスと前記前駆体の気相とが一緒になって上記流体流を形成すること、 30

そして当該流体流を上記出口を通し下流の堆積装置へ送給すること、を含む、前駆体の気相を含む前駆体含有流体流を送給するための方法。

【請求項 27】

前記前駆体含有流体流が流れるインラインフィルターを前記出口の下流に更に含む、請求項 26 記載の方法。

【請求項 28】

前記流体入口を形成する前記 T 字状の管が角度付きの端部を少なくとも 1 つ有する、請求項 15 又は 25 記載の容器。

【請求項 29】

前記流体出口を形成する前記 T 字状の管が角度付きの端部を少なくとも 1 つ有する、請求項 17 記載の容器。 40

【請求項 30】

前記流体入口が、角度付きの端部を少なくとも 1 つ有する T 字状の管である、請求項 19 記載の容器。

【請求項 31】

前記流体出口が、角度付きの端部を少なくとも 1 つ有する T 字状の管である、請求項 19 又は 25 記載の容器。

【請求項 32】

前記キャリアガスを、角度付きの端部を少なくとも 1 つ有する T 字状の入口管を通して 50

導入する、請求項 2 6 記載の方法。

【請求項 3 3】

前記流体流を、角度つきの端部を少なくとも 1 つ有する T 字状の出口管を通して送給する、請求項 2 6 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【背景技術】

【0001】

堆積法、例えば化学気相成長や原子層堆積法などは、半導体装置の製造の際基材の表面に 1 以上の膜又は被覆を形成するのに 1 以上の工程で使用される。代表的な CVD 又は ALD 法では、固相及び／又は液相であることのできる前駆体源を 1 以上の基材を収容した反応チャンバへ送って、前駆体はそこで温度又は圧力等の特定の条件下で反応して基材表面に被覆又は膜を形成する。

10

【0002】

CVD 又は ALD 法で固体前駆体物質を使用する場合、前駆体物質は一般に、オープンなどの別個のチャンバで、ガスを作るのに十分な温度に加熱され、次いでそれが、一般にはキャリアガスとともに、反応チャンバへ移送される。場合によっては、固体前駆体物質はその気相まで中間の液相を作らずに加熱される。固相前駆体物質の気化は、前駆体含有蒸気を発生させて反応チャンバへ送るのに問題を提起する。直面する典型的な問題には、容器、気化器及び／又は送給管路内の堆積物の蓄積や、容器、気化器及び／又は送給管路内での液相又は固相物質の凝縮や、容器内での「コールドスポット」の形成や、下流の反応チャンバへのむらのある蒸気流量が含まれるが、問題はそれらに限られない。これらの問題は、結果として液又は粒状物質を取り除くための生産機器の「停止時間」を引き延ばすことになりかねず、そしてまた比較的低品質の堆積膜を生じさせることもある。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0003】

当該技術分野の必要性のうちの、全部ではないが一部を満足する、前駆体物質の気相を含む前駆体含有流体流を製造し送給するための容器とそれを含む方法が、ここに開示される。

【課題を解決するための手段】

30

【0004】

具体的には、一つの側面において、前駆体から前駆体含有流体流を送給するための容器であって、流体を介して連通する上方容積と下方容積とに分かれた内部容積と、流体入口、流体出口、随意的な充填口、及び内側凹部であり上記上方容積の少なくとも一部がその中に存在する内側凹部を含む蓋と、この蓋と基部との間に挟まれた側壁と、上記下方容積中に延在する少なくとも 1 つの突出体であって、前駆体が当該少なくとも 1 つの突出体と接触し、且つ、当該少なくとも 1 つの突出体が上記蓋、上記側壁、上記基部、及びそれらの組み合わせから選ばれる少なくとも 1 つから延びている少なくとも 1 つの突出体とを含む、前駆体から前駆体含有流体流を送給するための容器が提供される。

【0005】

40

本発明の別の側面では、前駆体から前駆体含有流体流を送給するための容器であって、流体を介して連通する上方容積と下方容積とに分かれた内部容積と、少なくとも 1 つのキャリアガスを当該容器の上記内部容積へ導く流体入口、流体出口、及び内側凹部であって上記上方容積の少なくとも一部がその中に存在する内側凹部を含む蓋と、上記下方容積中へ延びる複数の突出体を有し且つ少なくとも一部分が上記蓋と接触する上方リップを有する側壁と、上記蓋と上記側壁との間に入れられたセパレータであって上記上方リップ内に存在しそして上記内部容積を上記上方容積と上記下方容積とに分けるセパレータとを含む、前駆体から前駆体含有流体流を送給するための容器が提供される。

【0006】

更に別の側面では、前駆体から前駆体含有流体流を送給するための容器であって、セパ

50

レータにより上方容積と下方容積とに分けられ、当該上方容積と当該下方容積とが流体を介して連通する内部容積と、少なくとも1つのキャリアガスを当該容器の上記内部容積へT字状の管を通して導く流体入口、流体出口、及び内側凹部であって上記上方容積の少なくとも一部がその中に存在する内側凹部を含む蓋と、当該蓋に取り付けられた側壁であってそこから上記下方容積中へ延びる複数の突出体を含み、当該複数の突出体の少なくとも1つがそれと接触する前駆体物質に対し非反応性の表面を持つ側壁と、当該容器の上記内部容積に伝導する加熱源であって前駆体を前駆体含有流体流を作るのに十分な温度に加熱する加熱源とを含む、前駆体から前駆体含有流体流を送給するための容器が提供される。

【0007】

もう一つの側面では、前駆体の気相を含む前駆体含有流体流を送給するための方法であって、前駆体を容器の内部容積中へ導入し、この容器は、上記内部容積中へ延びる少なくとも1つの突出体であって当該前駆体がそれと接触する少なくとも1つの突出体を含む基部と、入口、出口、及びこの出口の下流に位置する随意的なインラインフィルターを含む圧力シール可能な蓋と、この蓋を上記基部と接続する側壁と、当該容器の上記内部容積に伝導する加熱源とを含むこと、そこに入っている前駆体の気相を作るのに十分なエネルギーを当該加熱源に加えること、上記入口を通して上記容器へ少なくとも1つのキャリアガスを導入し、当該少なくとも1つのキャリアガスは下流方向に上記容器の側壁に接触して流れ、当該少なくとも1つのキャリアガスと前記前駆体の気相とが一緒になって上記流体流を形成すること、そして当該流体流を上記出口を通し下流の堆積装置へ送給すること、を含む前駆体の気相を含む前駆体含有流体流を送給するための方法が提供される。

【0008】

これら及びそのほかの側面は、以下の詳しい説明から明らかになるう。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

ここには、前駆体物質、特に固体前駆体の、気化のための容器と、それを含む方法が開示される。この容器は、一般に、前駆体物質を収容するための内部容積を画定する基部と蓋と側壁とを有する容器から構成される。熱を適用されると、前駆体物質は固相及び/又は液相からその気相へ変化することができる。前駆体物質は固体及び/又は液体であることができる。容器において使用することができる前駆体物質の例には、ジメチルヒドラジン、トリメチルアルミニウム(TMA)、塩化ハフニウム(HfCl_4)、塩化ジルコニウム(ZrCl_4)、三塩化インジウム、三塩化アルミニウム、ヨウ化チタン、タングステンカルボニル、 Ba(DPM)_2 、ビスジピバロイルメタナトストロンチウム(Sr(DPM)_2)、 TiO(DPM)_2 、テトラジピバロイルメタナトジルコニウム(Zr(DPM)_4)、デカボラン、ホウ素、マグネシウム、ガリウム、インジウム、アンチモン、銅、リン、ヒ素、リチウム、ナトリウムの各テトラフルオロボレート、アルキルアミジネート配位子を取り込んだ無機前駆体、ジルコニウムtert-ブトキシド(Zr(t-OBu)_4)、テトラキスジエチルアミノジルコニウム($\text{Zr(NEt}_2)_4$)、テトラキスジエチルアミノハフニウム($\text{Hf(NEt}_2)_4$)、テトラキス(ジメチルアミノ)チタン(TDMAT)、tert-ブチルイミノトリス(ジエチルアミノ)タンタル(TBTDET)、ペンタキス(ジメチルアミノ)タンタル(PDMAT)、ペンタキス(エチルメチルアミノ)タンタル(PEMAT)、テトラキスジメチルアミノジルコニウム($\text{Zr(NMe}_2)_4$)、及びハフニウムtert-ブトキシド(Hf(t-OBu)_4)等の有機金属前駆体、及びそれらの混合物が含まれるが、前駆体物質はそれらに限定はされない。

【0010】

一つの態様では、容器の基部、側壁及び/又は、蓋の内表面に、少なくとも1つの突出体があって、それは内部容積へ延びて前駆体物質と接触する。この少なくとも1つの突出体は、熱を直接前駆体物質へ移動させるのに役立つことができる。一つの態様においては、不活性キャリアガス、例えば窒素、水素、ヘリウム、アルゴンなど、あるいはその他のガスを、内部容積を通して流し、それは前駆体物質の気相と一緒に前駆体含有のガス流を提供する。もう一つの態様では、真空を、単独に又は不活性ガスとともに使用して

10

20

30

40

50

、容器から前駆体含有ガス流を抜き出すことができる。前駆体含有ガス流は、その後下流の生産機器、例えば堆積のための反応チャンバなどへ、送給することができる。容器は、そこに含まれる蒸気の凝縮に帰因する「コールドスポット」あるいはその他の問題を回避しながら、前駆体含有ガス流の連続流を提供することができる。容器はまた、一貫した再現性のある流量を提供することもでき、これは様々な製造プロセスにとって有利であろう。

【0011】

図1と2は、少なくとも1つの突出体が容器の基部から延びる本発明の容器の1つの態様の、それぞれ分解側面図及び断面図を提供する。図1と2において、容器は、蓋12、基部14、側壁16、及びそれぞれ蓋12と基部14の近くに位置する1対の封止材13と15を有する、容器10である。容器10は実質的に円筒状であるとして示されているが、容器は例えば中空の正方形又は長方形のチューブとして形作ってもよい。シール、リング、ガスケット、インサート等でよい封止材13を使用して、容器が真空又は一様の圧力を維持するようにすることができ、そしてそれは金属又はポリマー材料で製作することができる。あるいはまた、蓋12及び/又は基部14を側壁へそそえて、封止材13及び15の一方又は両方を必要とすることなく気密又は耐圧シールを形成してもよい。蓋12は、図1に示したようなねじ又はピンなどの1以上の留め具19により側壁16へ固定することができる。別の態様では、蓋12を側壁16（図示せず）へそそえそして固定するのを可能にする補完的な凹部に相当する溝により、蓋12を側壁16へ固定してもよい。更に別の態様では、蓋12を溶接、結合、接着剤、又はその他の手段により、側壁16へ固定してもよい。位置合わせ用のピン（図示せず）を使って、蓋と側壁との、及び/又は基部が取り外し可能である態様用に側壁と基部との、適切な位置あわせと組み立てを確実にしてもよい。

【0012】

蓋12、基部14、そして側壁16は、前駆体物質を収容するための内部容積17を画定する。蓋12、基部14、及び側壁16は、容器10の運転温度に耐えることができる金属又はその他の材料で製作することができる。特定の態様では、蓋12、基部14及び側壁16の少なくとも一部は、そこに収容される前駆体物質に対して化学的に非反応性であることができる。これらあるいはそれとは別の態様において、蓋12、基部14及び側壁16の少なくとも一部は、熱伝導性であることができる。蓋12、基部14及び側壁16のための代表的な金属には、ドーブされた又はドーブされていない、ステンレス鋼、チタン、クロム、ジルコニウム、モネル、不浸透性グラファイト、モリブデン、コバルト、陽極酸化アルミニウム、アルミニウム合金、銀、銀合金、銅、銅合金、鉛、ニッケルクラッド鋼、グラファイト、セラミック材料、又はそれらの組み合わせが含まれる。一つの態様では、前駆体と接触する表面の少なくとも一部は、チタン、クロム、銀、タンタル、金、白金、チタンなどの種々の金属及びその他の材料でめっきしてもよく、上述のめっき材料は、表面の適合性を増加させるためにドーブしてもよくあるいはドーブしなくてもよい。これらの態様では、めっき材料はそこに収容される前駆体物質に対して非反応性であることができる。

【0013】

蓋12は、不活性キャリアガス又はその混合物が流れるための流体入口22と、前駆体含有流体流が流れるための流体出口24を含むことができる。入口22を通して容器10へ導入することができる代表的な不活性キャリアガスには、水素、ヘリウム、ネオン、窒素、アルゴン、キセノン、クリプトン、又はそれらの混合物が含まれるが、不活性キャリアガスはそれらには限定されない。一部の態様では、前駆体含有流体流を、キャリアガスの助けなしに真空、圧力差又はその他の手段で容器10から抜き出す。これらの態様では、入口22とこれに関係する弁類又は構造体は随意でよい。蓋12はまた、前駆体物質（図示せず）を内部容積17へ導入するための充填口26を持って描かれている。別態様では、前駆体物質を充填口26以外の入口22、基部14（特に基部14が取り外し可能である態様において）又はその他の手段を通して内部容積17へ導入することができる。図

1と2に示したような、一部の態様では、入口22と出口24は、容器10への及びそれからの流体の流量を制御するよう働く弁23及び25を含むことができる。弁23及び25は、手動式や、例えば空気式などのような自動式等でもよく、好ましくは、容器の運転温度で運転することができる。特定の態様では、弁23と25には、容器をプロセス管路から取り外すのを容易にするために接続をはずす継手が装備される。入口22及び出口24の配管の曲がりを最小限にするためのブラケット（図示せず）で、弁23及び25を支持してもよい。更に、入口及び出口の配管を、配管の2つの別の構成要素を接続するのに使われる標準的な気密性継手、例えばオハイオ州クリーブランドのSwagelok Company製のVCR（商標）継手など、に接続してもよい。態様によっては、出口24は、前駆体含有流体流から全ての不純物又は粒状物質を除去するため出口配管にインライン式に配置される1以上のフィルター30と32を有することができる。フィルター30と32は、前駆体含有流体流に対して化学的に非反応性の、及び/又は前駆体含有流体流中の全ての不純物又は粒状物質をそれが通過するときに捕捉するのに十分な粒子寸法の、多孔質材料（図示せず）から構成することができる。

10

【0014】

図1と2に示したような一部の態様では、入口22は更に、不活性ガスの流れを内部容積17へ下向きに、且つ側壁16の内表面に沿って導く、渦を発生する入口28を有することができる。渦を発生する入口は図1と2では内部容積17へ接線方向に延在しLの字に似る管として描かれているが、例えば側壁16から延びるフィン、J字状の管、又はT字状の管などのような、その他の形状も、不活性キャリアガスの層流を導くことができると考えられる。後者の態様では、T字状の管の一端又は両端に角度をつけてもよく、及び/又は大きな寸法にしてもよい。一部の態様では、出口24も、内部容積17へ延びてT字状の管又はその他の形状の管を有することができる。これらの態様では、出口24のT字状の管を、流体入口のT字状の管に加えて、又はその代わりに、使用してもよい。

20

【0015】

図1と2に示した態様では、容器10は、容器10の少なくとも一部を取り囲む熱伝導ジャケット18を更に含む。熱伝導ジャケットは、熱の均一な分配を可能にすることができる。容器10の内部容積17内に入っている前駆体物質への熱の伝導を向上させることができる。熱伝導ジャケットは、留め具及び/又は加熱によるジャケットの膨張を可能にする別の材料によって容器10の周囲に固定することができる。例えば、熱伝導ジャケット18はアルミニウムで構成することができ、それに対し容器10の側壁16はステンレス鋼で構成することができる。熱伝導ジャケット18は、容器とそれに収容された前駆体物質を加熱するときの熱膨張を吸収するためにスプリングを使用して側壁16の周りに固定してもよい。

30

【0016】

容器10とそれに収容された前駆体物質は、単独であるいは組み合わせて使用できるストリップヒーター、放射ヒーター、循環流体ヒーター、抵抗加熱装置、誘導加熱装置又は他の手段を含むが、それらに限定はされない種々の手段により、当該物質が気相にある温度まで、又は前駆体が固体材料である場合は昇華温度まで、加熱することができる。これらの加熱源は、容器との関係において外部にあっても内部にあってもよい。一部の態様では、容器10の全体をオープンに入れてもよい。その他の態様では、基部14がその中にカートリッジの1以上の加熱エレメントを含むことができる。図6は、加熱カートリッジ36が容器10の内部容積17にいろいろな箇所で挿入される態様を例示している。なお別の態様は、高周波電源により運転される1以上の誘導加熱コイルを利用することができる。更にほかの態様は、キャリアガス供給源と流体を介して連通しキャリアガスを容器10への導入前に所定の温度に加熱するヒーターを利用することができる。

40

【0017】

容器10は更に、容器10とそれに入っている前駆体の温度を監視することができる1以上の熱電対、サーミスタ、又は他の感温装置を有することができる。1以上の熱電対は、容器の基部、蓋、内部容積及び/又はその他の領域に位置することができる。1以上の

50

熱電対又は他の感温装置を、加熱源と電気通信する制御装置又はコンピュータに接続して容器の内部容積内とそれに入っている化学物質を均一な温度に維持してもよい。

【0018】

容器10は更に、内部容積17へ延びる1以上の突出体34を有することができる。図1、2、5は、複数の「スパイク状」突出体34を採用する態様を説明するものである。突出体34は、熱伝導性材料又はその複合材料から構成することができる。図2に例示したような一部の態様では、突出体34を、銅34aなどのような熱伝導性の芯と、前駆体物質と接触するステンレス鋼34bなどのような非反応性表面とから構成することができる。図5に示した態様では、基部14は、クリーニングと修理を容易にするよう側壁16から取り外すことができる。これらの図では突出体34は基部14から延びてはいるが、突出体34は側壁16、蓋12、基部14、又はそれらの組み合わせから内部容積17へ延びることもできると考えられる。突出体34は、収容された前駆体物質と接触して熱移動をよくする。突出体34は、突出体の間及び収容された前駆体物質の間をガスが妨げられることなく流動するように配列される。更に、突出体34は前駆体物質が凝集しないようにすることもできる。

10

【0019】

図3と4は、基部14'から延びる「クローバーの葉」型の突出体34'を示している。基部14'と側壁16'は、一体化した組立体として示されているが、基部14は取り外し可能であってもよい。クローバーの葉型の突出体34'は、内部容積17'を、この容積内のキャリアガスの妨げるもののない流動を可能にする、別々であるが相互につながる領域に分割する。

20

【0020】

図7と図7A~7Gは、少なくとも1つの突出体101が「フィン状」であり容器100の側壁104（これは一体化した側壁と基部の組立体である）から延びる、ここに開示された容器100の態様の例を提示している。図示した態様では、フィン状突出体101は流体入口組立体及び流体出口組立体110及び112に対して実質的に垂直である。もう一度図7を参照すると、容器100は、蓋102、側壁104、内部リップ106、不活性キャリアガス又はその混合物の流動を可能にする流体入口組立体110、前駆体含有流体流の流動を可能にする流体出口組立体112、及び前駆体物質を容器100の内部容積113へ導入するための充填口108からなる。一部の態様では、充填口108をレベル検出口として用いることができる。これらの態様では、充填口は例えば、窓、センサー、プローブ、及び/又は容器内の前駆体の存在を検出するための他の手段を有することができる。

30

【0021】

図7A~7Cは、容器100の蓋102の各種の詳細図を提示している。図7Aと7Bに示したように、容器100は、110の組立体を通して容器100の内部容積113へ入ってくるキャリアガスの流動を容易にするT字状の管114を有する。これらの態様において、T字状の管114は、入ってくるキャリアガスの層流を減らして、それにより出ていく前駆体含有流体流で昇華していない前駆体を運ぶ可能性を最小限にすることができる。蓋102は更に、1以上の位置あわせ用のピン111を使用して、蓋102を側壁116に適切に取り付けるのと位置あわせするのを容易にすることができる。

40

【0022】

図7Dは、組み立てた蓋102の詳細側面図を提供し、これは入ってくるキャリアガスの流れを導くのを助けることができる蓋102の内側凹部116を図示している。図7Dが図示するように、内側凹部116は上方容積117の少なくとも一部を含み、そして入ってくるキャリアガスの流れを昇華していない前駆体から離して導くことができる。

【0023】

一部の態様では、容器に随意的なセパレータ118を加えて、昇華していない前駆物質が出て行く前駆体含有流体流と混合するのを防ぐことができる。図7E~7Gは、容器の内部容積113を、入れ物の下方本体と蓋との間において上方容積117と下方容積11

50

9 とに分割する役割を果たすセパレータ 118 を例示している。セパレータ 118 は、蓋 102 (これは入口及び出口組立体 110 及び 112 と充填口 108 なしで示されている) と基部 104 とを切り離している。

【0024】

前駆体によっては、出ていく前駆体含有流体流に固形分が同伴するのを止めるのが必要なことがある。これらの態様では、容器 10 と 100 は、昇華していない前駆体が出ていく前駆体含有流体流に入り込むのを防止することができる随意的なステンレス鋼のフリット 120 を更に含むことができる。この随意的なステンレス鋼のフリットは 0.1 ~ 100 ミクロンの範囲の気孔寸法を持つことができる。この随意的なフリットは、内部容積 113 及び / 又は出ていく前駆体含有流体の流体通路内のどこに取り付けてもよい。図 7F 10 に示したような 1 つの特定の態様では、1 以上のフリットを内側凹部 122 又はセパレータ 118 に取り付けることができる。

【0025】

1 つの態様では、容器 10 と 100 は更に、内部容積 17 内の含有量を測定する位置に配置される窓 (図中には示していない) を含むことができる。好適な材料には、例えばダイヤモンド、サファイア、炭化ケイ素、透明セラミック材料等を含めて、窓に蒸気が凝縮及び付着するのを最小限にするのに十分な熱伝導度を有する透明材料が含まれる。

【0026】

容器の運転温度は、それに入っている前駆物質に応じて様々でよいが、一般には約 25 ~ 約 500 の範囲、又は約 100 ~ 300 の範囲でよい。容器の運転圧力は、約 10⁻² ~ 約 1,000 torr、又は約 0.1 ~ 約 200 torr の範囲でよい。 20

【0027】

1 つの態様において、ここに開示された容器を使用する方法は、固形前駆体物質などのような前駆体物質を、充填口 26 を通して容器 10 の内部容積 17 へ導入することを含み、固形前駆体物質はそこで、内部容積 17 中へ延びる 1 以上の突出体 34 と接触する。前駆体物質は、それが少なくとも 1 つの突出体の少なくとも一部と連続的に接触し且つ内部容積 17 の当該少なくとも 1 つの突出体を収容する領域を越えて広がらない場所に充填されるのが好ましい。蓋 12、基部 14、及び側壁 16 は、圧密又は耐圧シールを提供するよう固定される。不活性キャリアガスが渦を発生させる管 28 を通って内部容積 17 へ流れるのを可能にするよう、弁 23 を開ける。加熱カートリッジなどのような加熱源を使用 30 して、前駆体物質を昇華温度にし前駆体ガスを生じさせる。不活性キャリアガスが前駆体ガスと一緒に前駆体含有流体流を形成する。この前駆体含有流体流は出口 24 を通り抜け、インラインフィルター 30 と 32 を通り抜けて、薄膜の堆積に用いられる反応チャンバなどのような下流の生産装置へ進む。

【0029】

更に別の態様では、方法は、固形前駆体物質などのような前駆体物質を充填口 108 を通して容器 100 の内部容積 113 へ導入することを含み、固形前駆体物質はそこで、下方容積 119 へ延びる 1 以上の突出体 101 と接触する。前駆体物質は、少なくとも 1 つの突出体 101 の少なくとも一部と連続的に接触し下方容積 119 の当該少なくとも 1 つの突出体 101 を収容する領域を越えて広がらない場所に充填されるのが好ましい。蓋 102 と本体 104 は、耐圧又は気密シールを提供するよう固定される。不活性キャリアガスが T 字状の管 114 を通り内部容積 113 へ流れるのを可能にするよう、弁 110 を開ける。加熱カートリッジなどのような加熱源を使用して、前駆体物質を昇華温度にし前駆体ガスを生じさせる。不活性キャリアガスが前駆体ガスと一緒に前駆体含有流体流を形成する。この前駆体含有流体流はセパレータ 118、随意的なステンレス鋼のフリット 120、そして流体出口 112 を通り抜け、薄膜の堆積に用いられる反応チャンバなどのような下流の生産装置へ進む。 40

【0030】

以下の例を参照して容器と方法をより詳しく説明するが、本発明はそれに限定されるものでないことを理解すべきである。

【実施例】

【0031】

固形前駆体の塩化ハフニウム (HfCl_4) を、ここに記載された容器へ導入して、昇華するまで加熱した。キャリアガスの窒素を、1,000 sccm の流量で容器へ導入した。同様の量の前駆体を従来技術の石英コンテナへ導入した。この従来技術の石英コンテナには、前駆体物質と接触する突出体がなかった。図8と9では、5秒のパルスと0.5リットル/分 (LPM) の流量を用いて、80g の量の前駆体物質をそれぞれ160 と180 に加熱した。図10では、ダイヤ形、正方形、三角形のデータ点が、180、5秒パルス、及び0.5 LPM と、160、2秒パルス、及び1 LPM と、160、5秒パルス、及び0.5 LPM の条件にそれぞれ加熱した500g の充填量を使って得られたデータを表している。

10

【0032】

本発明を詳しく、その具体的な例を参照して説明したが、それにはその精神と範囲から逸脱することなしに様々な変更や改変を行うことができることは当業者にとって明らかであろう。

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】ここに開示された容器の1つの態様の分解側面図である。

【図2】内部容積を説明する図1の容器の組み立て側面図である。

【図3】ここに開示された容器のもう1つの態様の一体化した側壁及び基部組立体の等角図である。

20

【図4】図2の一体化した側壁及び基部組立体の上面図である。

【図5】複数の突出体を有する本発明の1つの態様の取り外し可能な基部の等角図である。

【図6】容器へ挿入されるヒーターカートリッジを有するここに開示された容器の1つの態様の分解等角図である。

【図7】突出体が「フィン状」であって側壁から延びるここに開示されたもう1つの容器の分解等角図である。

【図7A】図7の容器の蓋の分解等角図である。

【図7B】図7の容器の蓋の組立等角図である。

30

【図7C】図7の容器の蓋の上面図である。

【図7D】図7の容器の蓋の複合正面断面図である。

【図7E】図7の容器の本体の分解等角図である。

【図7F】図7の容器のセパレータと本体との関係を示す分解等角図である。

【図7G】図7の容器本体と蓋（図示せず）との間に挿入されるセパレータを説明する上面図である。

【図8】80g の前駆体の充填量と160 の温度とを使用するここに開示された容器と従来技術の容器について残存する充填物の割合に対する相対送給速度を説明するグラフである。

【図9】80g の前駆体の充填量と180 の温度とを使用するここに開示された容器と従来技術の容器について残存する充填物の割合に対する相対送給速度を説明するグラフである。

40

【図10】500g の前駆体の充填量を使用するここに開示された容器について容器寿命割合に対する相対送給速度を説明するグラフである。

【符号の説明】

【0034】

10 容器

12 蓋

14、14' 基部

16、16' 側壁

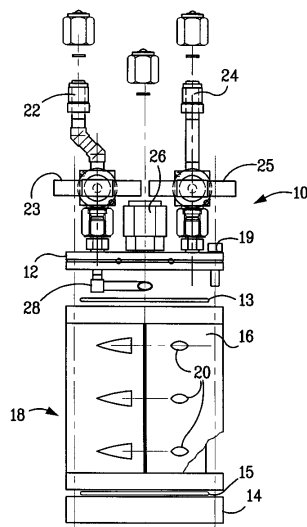
50

- 17、17' 内部容積
- 18 熱伝導ジャケット
- 22 流体入口
- 24 流体出口
- 26 充填口
- 34、34' 突出体
- 100 容器
- 101 フィン状突出体
- 102 蓋
- 104 側壁
- 106 内部リップ
- 108 充填口
- 110 流体入口組立体
- 112 流体出口組立体
- 114 T字状の管
- 116 内側凹部
- 117 上方容積
- 118 セパレータ
- 119 下方容積

10

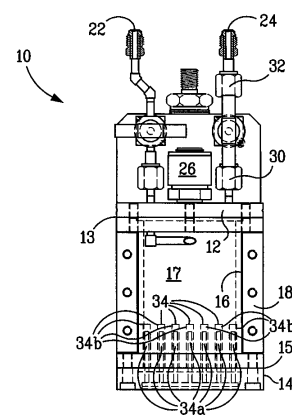
【図1】

図1

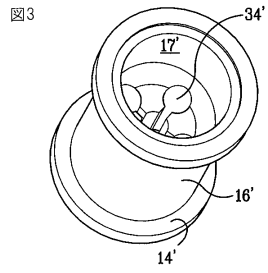


【図2】

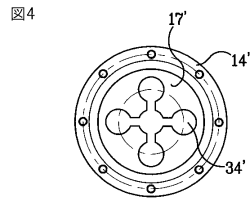
図2



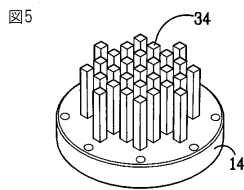
【 図 3 】



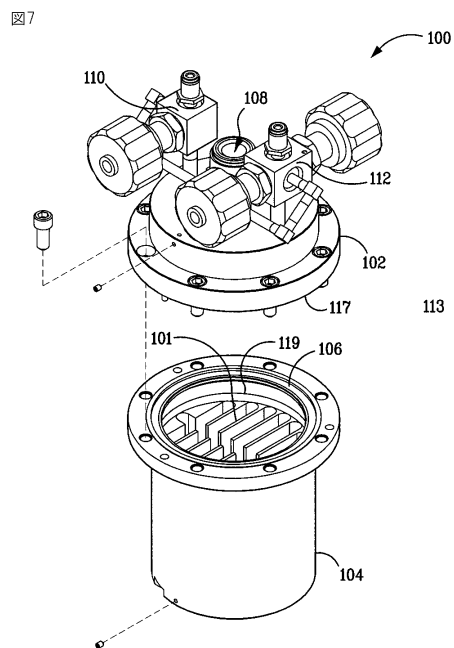
【 図 4 】



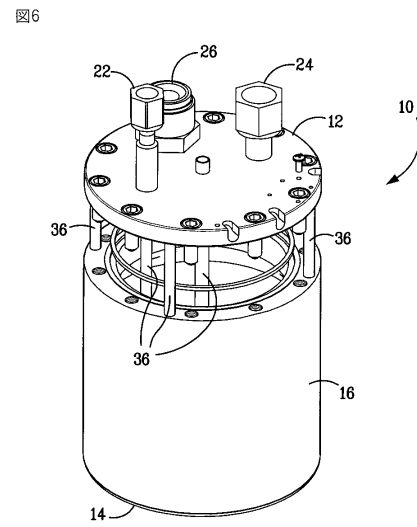
【 図 5 】



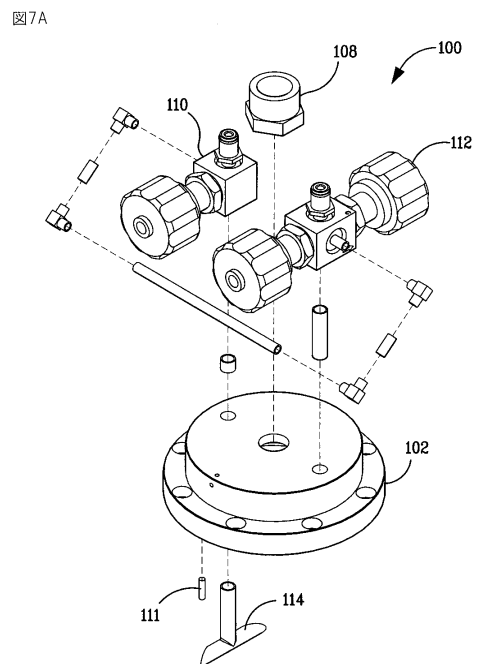
【 図 7 】



【 図 6 】

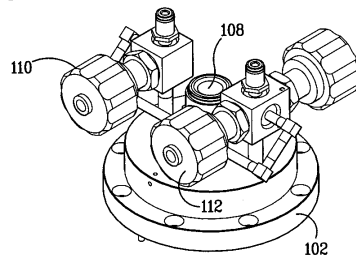


【 図 7 A 】



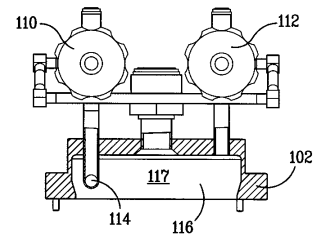
【図 7 B】

図7B



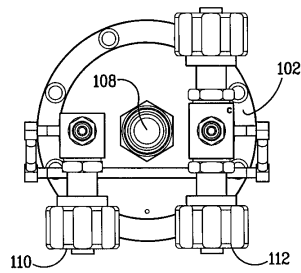
【図 7 D】

図7D



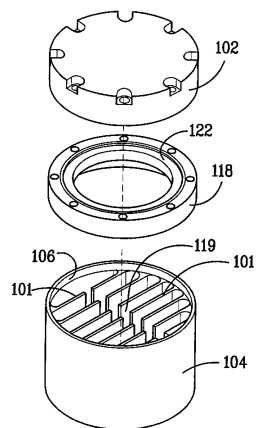
【図 7 C】

図7C



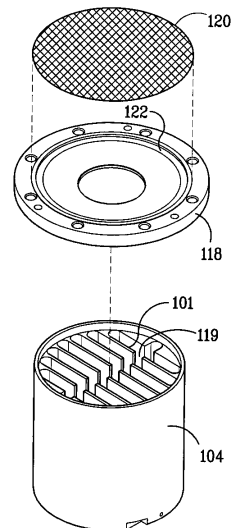
【図 7 E】

図7E



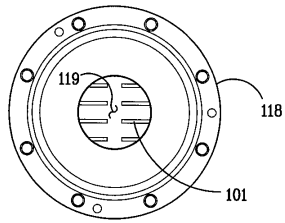
【図 7 F】

図7F



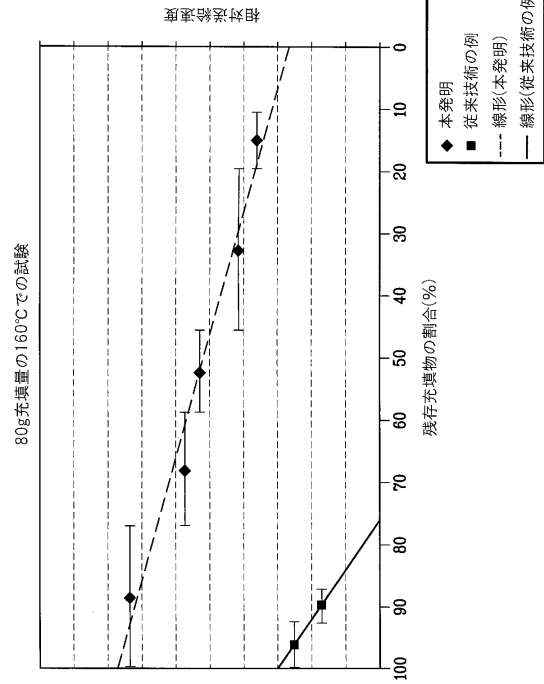
【図 7 G】

図7G



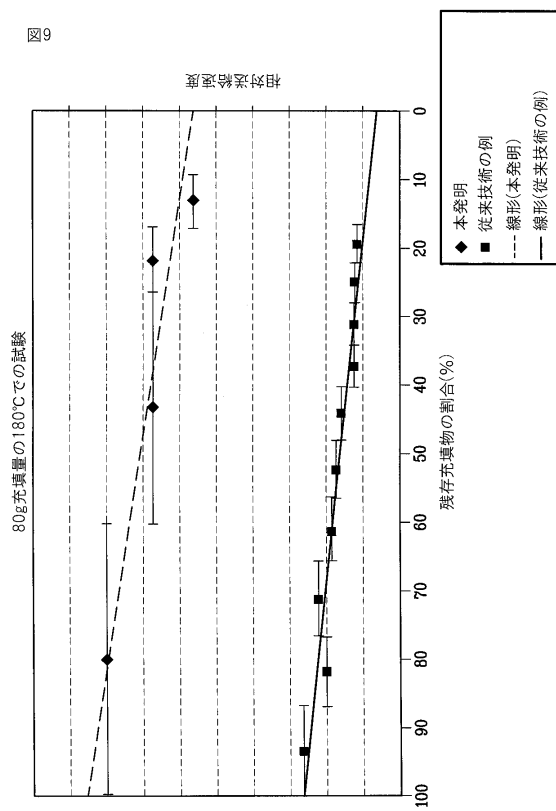
【図 8】

図8



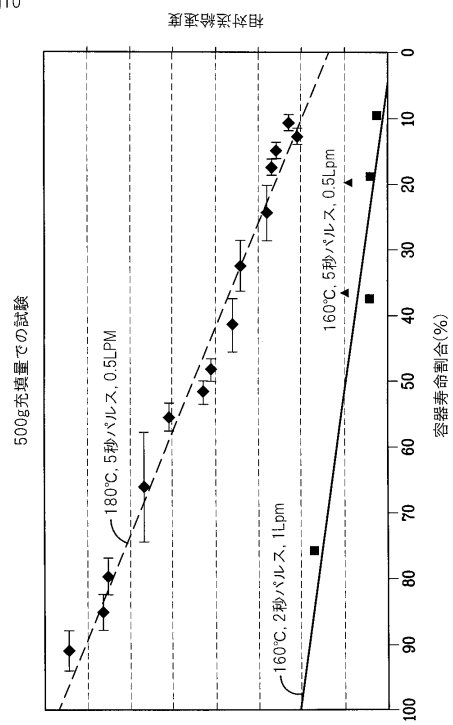
【図 9】

図9



【図 10】

図10



フロントページの続き

- (74)代理人 100077517
弁理士 石田 敬
- (74)代理人 100087413
弁理士 古賀 哲次
- (74)代理人 100111903
弁理士 永坂 友康
- (74)代理人 100082898
弁理士 西山 雅也
- (72)発明者 チャールズ マイケル バーチャー
アメリカ合衆国, カリフォルニア 92082, バレー センター, ローリング ヒルズ ドライブ 30653
- (72)発明者 リチャード ジェイ・ダニング
アメリカ合衆国, カリフォルニア 92028, フォールブルック, サウス マーセデス ロード 141
- (72)発明者 ロバート ダニエル クラーク
アメリカ合衆国, カリフォルニア 92078, サン マーコス, ポピー ロード 784
- (72)発明者 アーサー ケネス ホクバーク
アメリカ合衆国, カリフォルニア 92075, ソラナ ビーチ, サンタ クエタ 1037
- (72)発明者 トーマス アンドリュー ステイドル
アメリカ合衆国, カリフォルニア 92025, エスコンディード, アナハイム ストリート 2928

審査官 田代 吉成

- (56)参考文献 特開2002-173778(JP, A)
特開2002-155365(JP, A)
特開2003-229424(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H01L 21/205