



# (12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106987824 B

(45)授权公告日 2019.09.03

(21)申请号 201611095814.3

(22)申请日 2016.12.02

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106987824 A

(43)申请公布日 2017.07.28

(30)优先权数据

2015-235846 2015.12.02 JP

(73)专利权人 东京毅力科创株式会社

地址 日本东京都

(72)发明人 八木宏宪 诸井政幸

(74)专利代理机构 北京尚诚知识产权代理有限公司

公司 11322

代理人 龙淳

(51)Int.Cl.

G23C 16/455(2006.01)

G23C 16/52(2006.01)

(56)对比文件

CN 103493181 A, 2014.01.01,

CN 103688339 A, 2014.03.26,

US 2005/0095859 A1, 2005.05.05,

审查员 闫晓慧

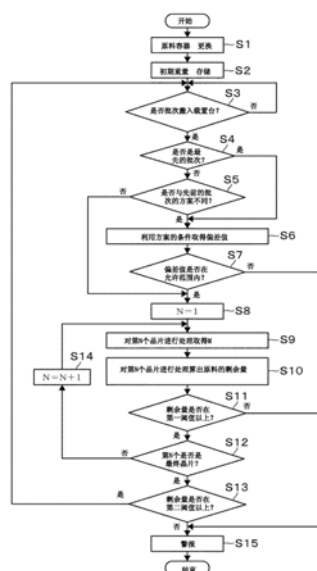
权利要求书3页 说明书11页 附图5页

## (54)发明名称

原料气体供给装置和原料气体供给方法

## (57)摘要

本发明在将包含收容于原料容器内的固体或液体原料气化后的气体的原料气体供给至成膜处理部时,能够以较高的精度对原料容器内的原料的剩余量进行测定。在用于向原料容器供给载气的载气供给通路设置有MFC1,在原料气体供给通路设置有MFM3。在用于向原料气体供给通路供给稀释气体的稀释气体供给通路设置MFC2。从MFM3的测定值减去MFC1测定值与MFC2的测定值的合计值,求取偏差值,从自MFM3的测定值减去MFC1的测定值与MFC2的测定值的合计值而得到的值减去偏差值,求取原料的流量的实测值,并求取原料的重量的实测值。从原料容器内的初期的填充量(新的原料容器的填充量)减去原料的流量的实测值的累计值,测定原料的剩余量。



1. 一种原料气体供给装置,其使原料容器内的固体或液体原料气化而与载气一起作为原料气体经由原料气体供给通路供给至对基板进行成膜处理的成膜处理部,所述原料气体供给装置的特征在于,包括:

用于对所述原料容器供给载气的载气供给通路;

从所述载气供给通路分支,绕过所述原料容器与原料气体供给通路连接的旁通流路;

与所述原料气体供给通路中的比所述旁通流路的连接部位靠下游侧的位置连接,用于使稀释气体与原料气体合流的稀释气体供给通路;

与所述载气供给通路和所述稀释气体供给通路分别连接的第一质量流量控制器和第二质量流量控制器;

设置于所述原料气体供给通路中的稀释气体供给通路的合流部位的下游侧的质量流量计;

将从所述载气供给通路至原料气体供给通路的载气流路在所述原料容器内与旁通流路之间进行切换的切换机构;和

控制部,其执行下述步骤:

在将所述载气流路切换至所述原料容器内的状态下,将原料气体与载气和稀释气体一起供给至所述成膜处理部内的基板的原料供给步骤;和

从新的原料容器内的原料的填充量减去包含基于所述原料供给步骤时的原料气体的实际流量所计算的原料的消耗量的累积消耗量,从而求取原料容器的剩余量的剩余量计算步骤,

在令所述第一质量流量控制器、第二质量流量控制器和质量流量计的流量的各测定值分别为 $m_1$ 、 $m_2$ 和 $m_3$ 时,利用以下的步骤求取所述原料气体的实际流量,所述步骤为:

在将所述载气流路切换至旁通流路侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取作为 $(m_3 - (m_1 + m_2))$ 的计算值的偏差值的步骤;和

在将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取 $(m_3 - (m_1 + m_2))$ 的计算值,从该计算值减去所述偏差值而求取原料的流量的实测值的步骤。

2. 如权利要求1所述的原料气体供给装置,其特征在于:

所述控制部实施:在对批次中的最先得的基板进行成膜处理之前,在将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下,将载气和稀释气体供给至成膜处理部的虚拟供给步骤,

所述剩余量计算步骤中的累积消耗量包含基于虚拟供给步骤中的原料气体的实际流量所计算出的原料的消耗量。

3. 如权利要求1或2所述的原料气体供给装置,其特征在于:

所述控制部实施:在对基板进行成膜处理之前,在将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下,将载气和稀释气体供给至成膜处理部,在成膜处理部的内表面形成使原料气体和反应气体发生反应而得到的反应生成物的层的预涂敷步骤,

所述剩余量计算步骤中的累积消耗量包含基于预涂敷步骤中的原料气体的实际流量所计算出的原料的消耗量。

4. 如权利要求1或2所述的原料气体供给装置,其特征在于:

在所述成膜处理部进行的成膜处理是对基板交替地供给原料气体和与原料气体反应的反应气体,在原料气体的供给与反应气体的供给之间供给置换用的气体而进行的成膜处

理,

将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的计算值的步骤中的测定值  $m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$ ,是令原料气体的供给、停止的周期为  $T$  时,  $n$  个周期的流量的积分值除以周期  $T$  而得到的值,其中,  $n$  为 1 以上的整数。

5. 如权利要求 4 所述的原料气体供给装置,其特征在于:

所述控制部在对基板的批次中的最先的基板进行处理之前,从该批次的处理方案读取原料气体的供给、停止的周期  $T$ ,

将所述载气流路切换至旁通流路侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取作为  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的计算值的偏差值的步骤中的测定值  $m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$  是  $n$  个周期的流量的积分值除以周期  $T$  而得到的值。

6. 一种原料气体供给方法,其使原料容器内的固体或液体原料气化而与载气一起作为原料气体经由原料气体供给通路供给至对基板进行成膜处理的成膜处理部,所述原料气体供给方法的特征在于:

所述原料气体供给方法所使用的原料气体供给装置包括:

用于对所述原料容器供给载气的载气供给通路;

从所述载气供给通路分支,绕过所述原料容器与原料气体供给通路连接的旁通流路;

与所述原料气体供给通路中的比所述旁通流路的连接部位靠下游侧的位置连接,用于使稀释气体与原料气体合流的稀释气体供给通路;

与所述载气供给通路和所述稀释气体供给通路分别连接的第一质量流量控制器和第二质量流量控制器;

设置于所述原料气体供给通路中的稀释气体供给通路的合流部位的下游侧的质量流量计;和

将从所述载气供给通路至原料气体供给通路的载气流路在所述原料容器内与旁通流路之间进行切换的切换机构,

所述原料气体供给方法包括:

在将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下,将原料气体与载气和稀释气体一起供给至所述成膜处理部内的基板的步骤;和

从新的原料容器内的原料的填充量减去包含基于将原料供给至成膜处理部内的基板时的原料的实际流量所计算出的原料的消耗量的累积消耗量,从而求取原料容器的剩余量的步骤,

在令所述第一质量流量控制器、第二质量流量控制器和质量流量计的流量的各测定值分别为  $m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$  时,利用以下的步骤求取所述实际流量,所述步骤为:

在将所述载气流路切换至旁通流路侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取作为  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的计算值的偏差值的步骤;和

在将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的计算值,从该计算值减去所述偏差值而求取原料的流量的实测值的步骤。

7. 如权利要求 6 所述的原料气体供给方法,其特征在于:

在所述成膜处理部进行的成膜处理是对基板交替地供给原料气体和与原料气体反应的反应气体,在原料气体的供给与反应气体的供给之间供给置换用的气体而进行的成膜处

理，

在将所述载气流路切换至原料容器侧的状态下，使载气和稀释气体流通而求取  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的计算值的步骤中的测定值  $m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$ ，是令原料气体的供给、停止的周期为  $T$  时， $n$  个周期的流量的积分值除以周期  $T$  而得到的值，其中， $n$  为 1 以上的整数。

8. 如权利要求 7 所述的原料气体供给方法，其特征在于：

在将所述载气流路切换至旁通流路侧的状态下，使载气和稀释气体流通而求取作为  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的计算值的偏差值的步骤中的测定值  $m_1$ 、 $m_2$  和  $m_3$ ，是  $n$  个周期的流量的积分值除以周期  $T$  而得到的值。

## 原料气体供给装置和原料气体供给方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及使原料容器内的固体原料或液体原料气化而与载气一起供给至成膜处理部的技术。

### 背景技术

[0002] 作为半导体制造工艺之一的成膜处理,存在交替地供给原料气体和使原料气体例如发生氧化、氮化或者还原的反应气体的ALD(Atomic Layer Deposition)、使原料气体在气相中分解或者与反应气体发生反应的CVD(Chemical Vapor Deposition)等。作为这样的成膜处理所使用的原料气体,为了提高成膜后的结晶的致密度并且尽量减少进入基板的杂质的量,有时使用使原料升华后的气体,例如被用于利用ALD形成高电介质膜的成膜装置。

[0003] 然而,近年来,伴随着在半导体晶片(以下称为“晶片”)上形成的配线图案的微细化,迫切希望实现膜厚和膜质的稳定性的方法,要求原料的流量的稳定化。在将原料容器内气化的原料与载气一起供给至成膜处理部时,原料的气化量会因原料容器内的原料的填充量而发生变化,原料的流量变得不同。因此,需要准确地掌握原料容器内的原料的剩余量,并使原料的供给量稳定。

[0004] 另外,更换原料容器需要较长的时间,为了在批次的晶片的处理中原料容器内不会变空,优选确立晶片的处理计划,例如与成膜装置的维护一起进行原料容器的更换。此时,为了避免批次的处理中成膜装置停止,需要在原料容器内变空之前进行原料容器的更换,但在不能准确地掌握原料容器内的原料的剩余量的情况下,需要使余量变大,更换原料容器时废弃的原料变多。

[0005] 在对原料容器的原料的剩余量进行测定时,已知有不从装置卸下原料容器而利用负载传感器等进行测定的方法。然而,在使固体原料气化作为原料气体使用时,原料气体容易因温度下降而再次固化,因此需要利用加热装置对配管和原料容器进行加热。因此,难以采用将原料容器固定在原料气体供给装置中,利用负载传感器进行重量测定的方法。

[0006] 专利文献1记载了,在液体原料中,对向原料容器供给的载气的流量进行调整,对原料容器内的压力进行调整,使原料气体中的原料浓度为一定,根据原料气体的原料浓度和在原料气体供给通路中流动的原料气体的总流量,对从原料容器取出的原料的量进行测定的技术。此时,可以根据在原料气体供给通路中流动的总流量和载气的流量求取原料的量,但存在对总流量进行控制的流量控制部与对载气的流量进行控制的流量控制部的装置间的误差。因此,在通过对取出量进行累计而测定原料的剩余量时,因装置间的误差而导致的测定值的误差就成为问题。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:日本特开2012-234860号公报

## 发明内容

[0010] 发明想要解决的技术问题

[0011] 本发明是在这样的情况下完成的发明,其目的在于:提供在将包含收容在原料容器内的固体或液体原料气化后的气体的原料气体供给至成膜处理部时,能够以较高的精度对原料容器内的原料的剩余量进行测定的技术。

[0012] 用于解决技术问题的技术方案

[0013] 本发明的原料气体供给装置,其使原料容器内的固体或液体原料气化而与载气一起作为原料气体经由原料气体供给通路供给至对基板进行成膜处理的成膜处理部,上述原料气体供给装置的特征在于,包括:

[0014] 用于对上述原料容器供给载气的载气供给通路;

[0015] 从上述载气供给通路分支,绕过上述原料容器与原料气体供给通路连接的旁通通路;

[0016] 与上述原料气体供给通路中的比上述旁通流路的连接部位靠下游侧的位置连接,用于使稀释气体与原料气体合流的稀释气体供给通路;

[0017] 与上述载气供给通路和上述稀释气体供给通路分别连接的第一质量流量控制器和第二质量流量控制器;

[0018] 设置于上述原料气体供给通路中的稀释气体供给通路的合流部位的下游侧的质量流量计;

[0019] 将从上述载气供给通路至原料气体供给通路的载气流路在上述原料容器内与旁通流路之间进行切换的切换机构;和

[0020] 控制部,其执行下述步骤:

[0021] 在将上述载气流路切换至上述原料容器内的状态下,将原料气体与载气和稀释气体一起供给至上述成膜处理部内的基板的原料供给步骤;和

[0022] 从新的原料容器内的原料的填充量减去包含基于上述原料供给步骤时的原料气体的实际流量所计算的原料的消耗量的累积消耗量,从而求取原料容器的剩余量的剩余量计算步骤,

[0023] 在令上述第一质量流量控制器、第二质量流量控制器和质量流量计的流量的各测定值分别为 $m_1$ 、 $m_2$ 和 $m_3$ 时,利用以下的步骤求取上述原料气体的实际流量,上述步骤为:

[0024] 在将上述载气流路切换至旁通流路侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取作为 $(m_3 - (m_1 + m_2))$ 的计算值的偏差值的步骤;和

[0025] 在将上述载气流路切换至原料容器侧的状态下,使载气和稀释气体流通而求取 $(m_3 - (m_1 + m_2))$ 的运算值,从该运算值减去上述偏差值而求取原料的流量的实测值的步骤。

[0026] 本发明的原料气体供给方法,其使原料容器内的固体或液体原料气化而与载气一起作为原料气体经由原料气体供给通路供给至对基板进行成膜处理的成膜处理部,上述原料气体供给方法的特征在于:

[0027] 上述原料气体供给方法所使用的原料气体供给装置包括:

[0028] 用于对上述原料容器供给载气的载气供给通路;

[0029] 从上述载气供给通路分支,绕过上述原料容器与原料气体供给通路连接的旁通通路;

[0030] 与上述原料气体供给通路中的比上述旁通流路的连接部位靠下游侧的位置连接，用于使稀释气体与原料气体合流的稀释气体供给通路；

[0031] 与上述载气供给通路和上述稀释气体供给通路分别连接的第一质量流量控制器和第二质量流量控制器；

[0032] 设置于上述原料气体供给通路中的稀释气体供给通路的合流部位的下游侧的质量流量计；和

[0033] 将从上述载气供给通路至原料气体供给通路的载气流路在上述原料容器内与旁通流路之间进行切换的切换机构，

[0034] 上述原料气体供给方法包括：

[0035] 在将上述载气流路切换至原料容器侧的状态下，将原料气体与载气和稀释气体一起供给至上述成膜处理部内的基板的步骤；和

[0036] 从新的原料容器内的原料的填充量减去包含基于将原料供给至成膜处理部内的基板时的原料的实际流量所计算出的原料的消耗量的累积消耗量，从而求取原料容器的剩余量的步骤，

[0037] 在令上述第一质量流量控制器、第二质量流量控制器和质量流量计的流量的各测定值分别为 $m_1$ 、 $m_2$ 和 $m_3$ 时，利用以下的步骤求取上述实际流量，上述步骤为：

[0038] 在将上述载气流路切换至旁通流路侧的状态下，使载气和稀释气体流通而求取作为 $(m_3 - (m_1 + m_2))$ 的计算值的偏差值的步骤；和

[0039] 在将上述载气流路切换至原料容器侧的状态下，使载气和稀释气体流通而求取 $(m_3 - (m_1 + m_2))$ 的计算值，从该计算值减去上述偏差值而求取原料的流量的实测值的步骤。

[0040] 本发明的存储介质，存储有原料气体供给装置所使用的计算机程序，该原料气体供给装置使原料容器内的固体或液体原料气化而与载气一起作为原料气体经由原料气体供给通路供给对基板进行成膜处理的成膜处理部，上述存储介质的特征在于：

[0041] 上述计算机程序以实施上述的原料气体供给方法的方式组成步骤组。

[0042] 发明效果

[0043] 本发明在使原料容器内的固体或液体原料气化而与载气一起作为原料气体经由原料气体供给通路供给至成膜处理部时，在载气供给通路和原料气体供给通路中分别设置第一质量流量控制器和质量流量计。并且，在用于向原料气体供给通路供给稀释气体的稀释气体供给通路设置第二质量流量控制器。然后，从质量流量计的测定值减去第一质量流量控制器的测定值与第二质量流量控制器的测定值的合计值，求取偏差值。并且，在向成膜处理部供给原料气体时，从质量流量计的测定值减去第一质量流量控制器的测定值与第二质量流量控制器的测定值的合计值，从得到的值减去偏差值，求取原料的流量的实测值。然后，从原料容器内的初期的填充量(新的原料容器的填充量)减去原料的流量的实测值的累计值，测定原料的剩余量。因此，由于各测定仪器的个体误差被消除，能够以较高的精度对原料的剩余量进行测定。

## 附图说明

[0044] 图1是表示适用本发明的原料气体供给装置的成膜装置的整体结构图。

[0045] 图2是设置于原料气体供给部的控制部的结构图。

- [0046] 图3是表示原料气体供给部中的原料的剩余量的测定步骤的流程图。
- [0047] 图4是表示MFM的测定值与第一MFC设定值和第二MFC设定值的合计值的差的特性图。
- [0048] 图5是表示阀的开闭和从原料气体供给部供给的原料的流量的时间变化的时序图。
- [0049] 图6是表示利用MFM测定的测定值的例子的特性图。
- [0050] 附图标记说明
- |        |       |          |
|--------|-------|----------|
| [0051] | 1     | MFM      |
| [0052] | 2、3   | MFC      |
| [0053] | 7     | 旁通流路     |
| [0054] | 9     | 控制部      |
| [0055] | 12    | 载气供给通路   |
| [0056] | 14    | 原料容器     |
| [0057] | 22    | 稀释气体供给通路 |
| [0058] | 32    | 气体供给通路   |
| [0059] | 40    | 真空处理部    |
| [0060] | 44    | 真空排气部    |
| [0061] | 47    | 压力调整阀    |
| [0062] | 48    | 阀        |
| [0063] | 100   | 晶片       |
| [0064] | V1~V7 | 阀。       |

### 具体实施方式

[0065] 以下,参照附图对本发明的实施方式进行说明。

[0066] 对本发明的原料气体供给装置适用于成膜装置的结构例进行说明。如图1所示,成膜装置具有用于对作为基板的晶片100进行利用ALD法的成膜处理的成膜处理部40,为了向该成膜处理部40供给原料气体,具有由原料气体供给装置构成的原料气体供给部10。其中,在说明书中,将混合了载气和与载气一起流动的(升华的)原料的气体作为原料气体。

[0067] 原料气体供给部10具有收容液体或固体原料、例如固体原料的 $WCl_6$ 的原料容器14。原料容器14是常温下收容固体的 $WCl_6$ 的容器,被具有电阻发热体的夹套状的加热部13覆盖。该原料容器14构成为根据未图示的温度检测部所检测的原料容器14内的气相部分的温度,通过对从未图示的供电部供给的供电量进行增减,能够对原料容器14内的温度进行调节。加热部13的设定温度设定为使固体原料升华并且 $WCl_6$ 不会分解的范围的温度、例如 $160^{\circ}C$ 。

[0068] 在原料容器14内的固体原料的上方侧的气相部分例如插入有载气供给通路12的下游端部和原料气体供给通路32的上游端部。在载气供给通路12的上游端设置有作为载气、例如 $N_2$ 气体的供给源的载气供给源11,在载气供给通路12从上游侧依次设置有第一质量流量控制器(MFC)1、阀V3、阀V2。

[0069] 另一方面,在原料气体供给通路32从上游侧设置有阀V4、阀V5、作为流量测定部的



质量流量计 (MFM) 3和阀V1。图中8是用于对从原料气体供给通路32供给的气体的压力进行测定的压力计。由于也流过后述的反应气体和置换气体,因此将原料气体供给通路32的下游端附近表示为气体供给通路45。另外,供给稀释气体的稀释气体供给通路22的下游侧端部与原料气体供给通路32中的MFM3的上游侧合流。在稀释气体供给通路22的上游侧端部设置有作为稀释气体、例如 $N_2$ 气体的供给源的稀释气体供给源21。在稀释气体供给通路22从上游侧设置有第二质量流量控制器 (MFC) 2和阀V6。载气供给通路12中的阀V2与阀V3之间和原料气体供给通路32中的阀V4与阀V5之间通过具有阀V7的旁通流路7连接。阀V2、V4和V7相当于切换机构。载气供给通路12、原料气体供给通路32、旁通流路7和阀V2~5、V7例如由具有电阻发热体的夹套状的覆套式电阻加热器覆盖。

[0070] 接着,对成膜处理部40进行说明。成膜处理部40例如具有将晶片100水平保持在真空容器41内并且具有未图示的加热器的载置台42和将原料气体等导入真空容器41内的气体导入部43。气体供给通路45与气体导入部43连接,将从原料气体供给部10供给的气体经由气体导入部被供给真空容器41内。另外,真空排气部44经由排气管46与真空容器41连接。在排气管46上设置有构成对成膜处理部40内的压力进行调整的压力调整部94的压力调整阀47和阀48。

[0071] 另外,在气体供给通路45中,供给与原料气体反应的反应气体的反应气体供给管50和供给置换气体的置换气体供给管56合流。反应气体供给管50的另一端侧分支为与反应气体例如氢( $H_2$ )气体的供给源52连接的 $H_2$ 气体供给管54和与不活泼气体例如氮( $N_2$ )气体的供给源53连接的不活泼气体供给管51。另外,置换气体供给管56的另一端侧与置换气体、例如 $N_2$ 气体的供给源55连接。图中的V50、V51、V54和V56是分别设置于反应气体供给管50、不活泼气体供给管51、 $H_2$ 气体供给管54和置换气体供给管56的阀。

[0072] 如后所述,在利用成膜处理部40进行W(钨)膜的成膜时,交替地重复供给包含 $WC1_6$ 的原料气体和作为反应气体的 $H_2$ 气体,并且在供给这些原料气体和反应气体期间,为了对真空容器41内的气氛进行置换而供给置换气体。这样,原料气体在供给期间、停止期间交替反复地间断供给至成膜处理部40,该原料气体的供给控制通过对阀V1进行打开、关闭控制而实施。该阀V1以利用后述的控制部9进行打开和关闭控制的方式构成,所谓“打开”,是打开阀V1的状态,所谓“关闭”,是关闭阀V1的状态。

[0073] 在原料气体供给部10设置有控制部9。如图2所示,控制部9具有CPU91、程序存储部92和存储器93。其中,图中90是总线。另外,控制部9连接有各阀组V1~V7、MFC1、MFC2、MFM3以及与成膜处理部40连接的壓力调整部94。另外,控制部9与上位计算机99连接。从上位计算机99例如发送对搬入成膜装置的晶片100进行批次成膜处理的处理方案,然后存储于存储器93中。另外,在控制部9中,设置有工作存储器95,存储原料容器14内的原料的剩余量。另外,控制部9具有输入部97,如后所述,在进行原料容器14的更换时,例如将由制造商告知的向原料容器14内填充的原料的填充量写入工作存储器95。另外,警报发生部96与控制部9连接。并且,控制部9还与未图示的监视器等输出部连接,将存储于工作存储器95的原料的剩余量和有无警报的发生等显示在监视器中。

[0074] 处理方案是将各个批次所设定的晶片100的成膜处理的顺序与处理条件一起制作而成的信息。作为处理条件,能够列举工艺压力、ALD法的供给至成膜处理部40的气体的供给、停止时机和原料气体的流量等。对ALD法进行简单地说明,首先,供给作为原料气体的

WC1<sub>6</sub>气体例如1秒,关闭阀V1,使WC1<sub>6</sub>吸附于晶片100表面。接着,将置换气体(N<sub>2</sub>气体)供给至真空容器41,对真空容器41内进行置换。接着,将反应气体(H<sub>2</sub>气体)与稀释气体(N<sub>2</sub>气体)一起供给真空容器41时,利用水解和脱盐反应在晶片100的表面形成W(钨)膜的原子膜。之后,将置换气体供给至真空容器41,对真空容器41进行置换。这样,通过在真空容器41内多次重复供给包含WC1<sub>6</sub>的原料气体→置换气体→反应气体→置换气体的循环,进行W膜的成膜。

[0075] ALD法多次实施将原料气体、置换气体、反应气体、置换气体按该顺序供给的循环,因此可以利用规定该循环的方案决定打开信号、关闭信号的时机。例如,为了利用阀V1进行原料气体的供给/中断,阀V1的从打开信号至关闭信号的期间是原料气体的供给时间,阀V1的从关闭信号至打开信号的期间是原料气体的停止期间。这样,在MFC1、MFC2和MFM3中求取原料的流量的测定值时,在进行ALD法的情况下,由于间歇性地供给原料气体,其供给时间短,因此流量测定值上升而在稳定之前下降,因此有不稳定的危险。因此,关于MFC1、MFC2、MFM3的各测定值,在该例子中,如在以后详细叙述的那样,使用(评价)阀V1的打开、关闭的1个周期的流量的测定值的积分值除以1个周期的时间而得到的值作为测定输出值(指示值)。

[0076] 存储于程序存储部92的程序包括用于实施原料气体供给部10的动作用的步骤组和用于实施对原料容器14内的剩余量进行监视的动作用的步骤组。其中,程序这样的术语也作为包含工艺方案等的软件的意义而使用。在用于实施对原料容器14内的剩余量进行监视的动作用的步骤组中,包括对MFC1、MFC2和MFM3的各流量的测定输出在供给时间的区间内进行积分,并将其积分值作为供给期间的流量值进行处理而运算的步骤。其中,对于积分的运算处理,也可以使用采用时间常数回路的硬性结构。将程序例如存储于硬盘、光盘、磁光盘、存储卡等存储介质中,安装在计算机中。

[0077] 使用图3所示的流程图对本发明的实施方式的作用进行说明。如现步骤S1所示,将原料容器14更换为填充有原料的新的原料容器14,与载气供给通路12和原料气体供给通路32连接时,操作人员将该原料容器14内的填充量(初期重量)作为原料的剩余量的初期值R<sub>0</sub>,通过输入部97存储于存储器93中(步骤S2)。新的原料容器14的填充量例如可以使用由原料的制造商报告的值。其中,所谓新的原料容器14,表示进行了原料的填充处理的原料容器14,包括再次填充了原料的原料容器14。

[0078] 接着,将收容有最先的批次的晶片100例如25块的载体运入载置台。在这种情况下,经由步骤S3、步骤S4进入步骤S6,利用最先的批次的处理方案的条件取得偏差值。

[0079] 在此,对偏差值进行说明。图4表示在使用原料气体供给部10、从载气供给源11和稀释气体供给源21分别供给载气和稀释气体并通过MFM3后,从向成膜处理部40供给气体时的MFM3的测定值m<sub>3</sub>减去MFC1的测定值m<sub>1</sub>与MFC2的测定值m<sub>2</sub>的合计值而得到的值。从时刻t<sub>0</sub>至t<sub>100</sub>表示将载气不通过原料容器14而经由旁通流路7供给原料气体供给通路32时的(m<sub>3</sub>-(m<sub>1</sub>+m<sub>2</sub>))的值。

[0080] 在从时刻t<sub>0</sub>至t<sub>100</sub>的期间,通过MFM3的气体成为混合了从载气供给通路12供给的载气和从稀释气体供给通路22供给的稀释气体的气体。然而,如图4所示,MFM3的测定值m<sub>3</sub>与MFC1的测定值m<sub>1</sub>和MFC2的测定值m<sub>2</sub>的合计值(m<sub>1</sub>+m<sub>2</sub>)的差不为0而产生误差。该误差部分的值相当于偏差值。该误差部分因MFM3与MFC1和MFC2的各仪器的个体误差而产生。

[0081] 接着,对取得偏差值的步骤进行说明。将MFC1和MFC2的设定值设定为写入处理方

案的、根据原料气体的流量的目标值决定的载气的流量值和稀释气体的流量值,进行求取偏差值的操作。还可以设定为利用与处理方案中的向成膜处理部40供给的原料气体的供给、停止的周期内的阀V1的开闭的时间表相同的时间表进行阀V1的开闭,将取得偏差值的步骤中的压力设定为利用处理方案所决定的压力而进行操作。另外,除了成膜处理部40的温度调整需要时间以外,还存在气化的原料附着在低温的部位并固化的可能性。因此,将成膜处理部40的温度例如预先设定为作为成膜处理的温度的170℃。

[0082] 该MFC1的设定值例如在未使用原料的新的原料容器14的状态下,根据能够供给目标值的流量的原料的载气的流量而决定,将原料的流量的增减量与载气的流量的增减量的关系例如存储在存储器93中。另外,利用压力调整部94将成膜处理部40的压力设定为处理方案中的设定压力。

[0083] 关于稀释气体的流量的设定,由于原料的流量小,例如在将利用稀释气体稀释的原料气体的总流量规定为载气和稀释气体的合计流量的情况下,能够规定为从总流量减去载气的流量设定值而得到的值。另外,在原料的流量也包含在总流量中的情况下,将原料的供给量的目标值例如作为每单位时间的重量而进行处理,因此可以根据工艺压力和原料的供给量的目标值,求取总流量和用于供给原料的载气的流量。因此,从总流量减去原料的供给量与载气的流量的合计值而得到的值成为稀释气体的流量的设定值。

[0084] 接着,打开阀V3、V5、V6、V7,在时刻 $t_0$ 以后,在与处理方案中的阀V1的开闭的时机相同的周期内进行阀V1的开闭。其中,例如在从时刻 $t_0$ 至时刻 $t_{100}$ 的期间,重复100次将阀V1打开1秒、关闭1秒的动作。另外,对真空容器41内已经进行了真空排气。由此,可以从载气供给源11使载气以与MFC1的设定值相对应的流量、按照载气供给通路12、旁通流路7的顺序流动,并流入原料气体供给通路32。之后,在原料气体供给通路32中,与从稀释气体供给通路22供给的稀释气体混合,流过MFM3,这样,载气与稀释气体的混合气体间歇性地流入成膜处理部40。

[0085] 然后,求取 $t_0 \sim t_{100}$ 的MFC1、MFC2和MFM3的各自的流量的测定值。图5的(a)表示进行原料气体的供给、中断的阀V1的状态,打开的时间段相当于原料气体的供给期间,关闭的时间段相当于原料气体的停止期间。图5的(b)表示在时刻 $t_0 \sim t_{100}$ 的期间、利用MFM3计量的原料气体的流量的测定输出(指示值)的推移。这样,由于打开阀V1的时间短,利用MFM3计量的原料气体的流量的测定输出成为在阀V1的打开指令之后急剧地上升而在阀V1的关闭指令之后立即下降的图案。其中,图5的(a)中的供给期间与停止期间的比率是为了方便起见而表示的。

[0086] 因此,可以利用控制部9在各原料气体的供给、停止的1个周期的区间对MFM3、MFC1和MFC2的各流量测定输出进行积分,将该积分值除以1个周期的时间 $T$ 而得到的值作为流量的测定值。其中,根据图5的(a)所示的阀V1的打开指令,例如在时刻 $t_0$ 开始气体的流量的积分动作,在接下来的输出阀V1的打开指令的时刻 $t_1$ 结束该积分动作。将从该 $t_0$ 至 $t_1$ 作为1个周期。

[0087] 然后,将MFC1、MFC2和MFM3的每一个中对从 $t_0$ 至 $t_1$ 的流量进行积分后的积分值除以1个周期的时间 $T$ 、即从时刻 $t_0$ 至 $t_1$ 的时间 $(t_1 - t_0)$ 的值(积分值/ $(t_1 - t_0)$ )分别作为从时刻 $t_0$ 至 $t_1$ 的MFC1的测定值 $m_1$ 、MFC2的测定值 $m_2$ 和MFM的测定值 $m_3$ 。

[0088] 这样,可以在从 $t_0$ 至 $t_1$ 、从 $t_1$ 至 $t_2 \cdots$ 的各周期内,求取 $m_1$ 、 $m_2$ 和 $m_3$ 的各值,如图6所

示,求取各周期内的  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的值。然后,例如从  $t_0$  开始将100个周期内的  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的值的平均值作为偏差值。

[0089] 返回图3,在步骤S6中取得偏差值后,该偏差值在允许范围内时,在步骤S7中成为“是”,进入步骤S8并设定为  $N=1$ 。接着,在步骤S9中,向成膜处理部40搬入晶片100,开始对第1个晶片100进行处理。

[0090] 另外,在步骤S7中判断偏差值是否在允许范围内,但如上所述,偏差值表示因仪器间的测定输出的差而产生的误差。因此,当偏差值太大时,存在产生因MFM3与MFC1和MFC2的个体误差以外的主要因素而导致的误差的可能性。所以,在取得偏差值时,在偏差值偏离允许范围内的情况下,在步骤S7中成为“否”,进入步骤S30,利用警报发生部96鸣响警报后,结束并进行维护。

[0091] 预先打开原料容器14的加热部13,将原料容器14例如加热至  $160^{\circ}\text{C}$ ,使固体原料升华,将原料容器14内的原料的浓度升高至接近饱和浓度的浓度。然后,向成膜处理部40搬入晶片100,根据处理方案对晶片100进行处理,取得后述的原料的流量的实测值  $m$ 。即,设定为写入处理方案的载气的流量值和稀释气体的流量值,再将成膜处理部40的压力设定为处理方案所决定的压力,在时刻  $t_a$  关闭阀V7并打开阀V2和V4。由此,从载气供给通路12向原料容器14以由MFC1设定的流量供给载气,使原料容器14内气化的原料与载气一起流向原料气体供给通路32。然后,与从稀释气体供给通路22流入原料气体供给通路32的稀释气体合流。然后,从时刻  $t_a$  开始在处理方案中的阀V1的开闭的周期内进行阀V1的开闭。其中,重复将阀V1打开1秒、关闭1秒的动作。由此,与稀释气体混合的原料气体被送往成膜处理部40。因此,将载气的流量值和稀释气体的流量值、成膜处理部40的压力、阀V1的开闭的周期作为与取得偏差值的步骤相同的设定值,将载气供给原料容器14,将原料气体供给至成膜处理部40。

[0092] 其结果是,如图5的(c)所示,成为原料气体在阀V1的打开指令之后急剧地上升并上升至比从时刻  $t_0$  至  $t_{100}$  的测定值大的值,在阀V1的关闭指令之后立即下降的图案。

[0093] 然后,在第1个晶片100的处理中,与从时刻  $t_0$  至  $t_{100}$  同样,算出MFC1、MFC2和MFM3的每一个中对从  $t_a$  至  $t_{a+1}$  的流量进行积分而得到的积分值除以1个周期的时间  $T$ 、即从时刻  $t_a$  至  $t_{a+1}$  的时间  $(t_{a+1} - t_a)$  的值(积分值 /  $(t_{a+1} - t_a)$ ),分别作为从时刻  $t_a$  至  $t_{a+1}$  的MFC1的测定值  $m_1$ 、MFC2的测定值  $m_2$  和MFM3的测定值  $m_3$ 。并且,在气体的供给周期的每1个周期内,从MFM3的测定值  $m_3$  减去MFC1的测定值  $m_1$  与MFC2的测定值  $m_2$  的合计值,求取各周期的  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的值。如图4所示,时刻  $t_a$  以后的各周期的  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的值应该成为从利用稀释气体稀释的、供给至成膜处理部40的原料气体的总流量减去载气的流量与稀释气体的流量的合计值而得到的值、即原料的流量。

[0094] 然而,如上所述,在MFM3的测定值与MFC1的测定值  $m_1$  和MFC2的测定值  $m_2$  的合计值之间,包括了因MFM3与MFC1和MFC2的仪器间的测定输出的差而产生的误差。由于相当于该误差部分的值是上述的偏差值,因此通过求取图4和图5的(c)中所示的时刻  $t_a$  以后的原料气体供给的各周期的  $(m_3 - (m_1 + m_2))$  的值的平均值,并减去从时刻  $t_0$  至  $t_{100}$  的偏差值,可以求取供给至成膜处理部40的原料的流量的实测值  $m$  (实际流量)。利用下述的(1)式将实测值  $m$  换算为原料(mg/分钟)的值。

[0095] 原料(mg/分钟) = 原料的流量(sccm)  $\times 0.2$  (Conversion Factor) /  $22400 \times$  原料的分子量( $\text{WC16:} 396.6$ )  $\times 1000 \cdots (1)$

[0096] 其中,使原料气体的供给、停止的一个周期的流量的累计值平均化而作为原料的流量。因此,原料的供给时间例如在第1个晶片100的处理中,成为从最初打开阀V1的时刻 $t_a$ 至结束第1个晶片100的处理并关闭阀V1的时间。通过将该原料的供给时间与利用(1)式对原料的流量的实测值 $m$ 进行换算后的值相乘,可以算出从原料容器14供给的原料的重量的实测值 $M$ 。

[0097] 接着,在步骤S10中,从对第1个晶片100进行处理前的原料的剩余量减去作为原料的消耗量的原料的重量的实测值 $M$ 。由此,可以求取结束第1个晶片100的处理后的原料容器14内的原料的剩余量。在该例子中,启动新的原料容器14后,由于是初次进行的成膜处理,因此对第1个晶片100进行处理前的原料的剩余量是已述的初期重量 $R_0$ 。接着,在步骤S11中,对原料容器14内的原料的剩余量是否是第一阈值以上的量进行判定。将第一阈值例如设定为连续对一个晶片100进行成膜处理时在晶片100的处理期间原料容器14内的原料不会变空的值。因此,预先对一个晶片100的处理所需要的量的原料的重量进行测定,算出将成为余量的量的原料的量与该原料的重量相加后的量,设定相当于包含余量的原料的量的值作为第一阈值。

[0098] 原料容器14内的原料的剩余量在第一阈值以上时,进入步骤S12,因第1个晶片100不是最终晶片100而成为“否”,在步骤S14中,设定为 $N=2$ ,返回步骤S9。然后,在步骤S9中,进行第2个晶片100的成膜处理,取得原料的流量的实测值 $m$ ,取得从原料容器14供给的、即原料的重量的实测值 $M$ 。然后,在步骤S10中,从结束第2个晶片100的成膜处理之前的原料容器14内的原料的剩余量减去该晶片100的成膜处理所消耗的原料的重量(实测值 $M$ ),算出结束该晶片的成膜处理后的原料容器14内的原料的剩余量。

[0099] 这样,从步骤S9开始重复步骤S12和步骤S14的步骤,对批次的全部晶片100依次进行处理,在各晶片100的每次成膜处理中,从原料容器14内的初期重量 $R_0$ 减去由晶片100的成膜处理所消耗的原料的累积消耗量(累积使用量),算出原料容器14内的原料的剩余量。然后,在最后的晶片100、此处为第25个晶片100中,在步骤S12中成为“是”,进入步骤S13。

[0100] 另外,对批次的晶片100进行处理时,在原料容器14内的原料的剩余量低于第一阈值的情况下,在步骤S11中成为“否”,进入步骤S15,利用警报发生部96发出警报后,结束。如上所述,根据使1个晶片100的处理所需要的量的原料的重量与成为余量的量的原料的量相加而得到的量,算出第一阈值。因此,在低于第一阈值时进行原料容器14的更换而在不低于第一阈值的状态下进行成膜处理,能够防止接下来的晶片100的处理中的原料的枯竭。

[0101] 结束最终的晶片100的成膜处理,结束该批次处理后,在步骤S13中,判断原料容器14内的原料的剩余量是否在第二阈值以上。将第二阈值例如设定为能够对1个批次的最大数量(25个)的晶片100进行处理的原料的剩余量。因此,可以使1个晶片100的处理所需要的原料的重量与晶片100的最大数量相乘,将使其乘法值与余量相乘而得到的值作为第二阈值。

[0102] 在原料的剩余量在第二阈值以上时,接着返回步骤S3,将后续的批次搬入载置台时,经由步骤S3进入步骤S4。因现在的批次不是最先的批次而在步骤S4中成为“否”,进入步骤S5。然后,在步骤S5中,对与后续的批次的晶片100相对应的处理方案是否与先前的批次(前1个的批次)的处理方案不同进行判定。具体而言,例如对处理方案中的原料的流量(原料的流量的目标值)、成膜处理部40的设定压力和成膜处理中的原料气体的供给、停止的周

期的3个项目是否相同进行判定,至少一个项目不同时,成为“是”,进入步骤S6。然后,在步骤S6中,根据与现在的批次(该后续的批次)的晶片100相对应的处理方案,设定原料的流量的目标值、成膜处理部40的设定压力和成膜处理中的原料气体的供给、停止的周期。然后,与先前的批次同样取得偏差值,接着进行步骤S7以后的步骤。

[0103] 另外,后续的批次的处理方案是先前的批次的(前1个的批次)的处理方案时,具体而言,例如处理方案中的原料的流量(原料的流量的目标值)、成膜处理部40的设定压力和成膜处理中的原料气体的供给、停止的周期的3个项目相同时,在步骤S5中成为“否”,进入步骤S8,使用先前的批次所使用的偏差值,接着进行步骤S8以后的步骤。

[0104] 在后续的批次的处理中,将对刚刚之前的批次的最后的晶片100进行处理后的原料的剩余量存储在存储器93中。因此,在进入步骤S8并设定为 $N=1$ 后,关于步骤S9以后的处理,从对刚刚之前的批次的最后的晶片100进行处理后的原料的剩余量依次减去每1个晶片100的原料的消耗量,进行剩余量的计算。

[0105] 另外,在对各批次的最终晶片100进行处理后,原料容器14内的原料的剩余量低于第二阈值时,在步骤S13中成为“否”,进入步骤S15,利用警报发生部96发出警报后,结束。根据使1个批次的最大个数的晶片100的处理所需要的量的原料的重量与成为余量的量的原料的量相加而得到的量,算出第二阈值。因此,在低于第二阈值时停止装置并进行原料容器14的更换,在不低于第二阈值的状态下进行成膜处理,由此能够防止接下来的批次的处理中的原料的枯竭。

[0106] 另外,只要在第二阈值以上,就能够对接下来的批次的晶片100进行成膜处理,但在步骤S11中,通过对是否残留了第一阈值以上的原料进行确认,因任一个装置发生不良状况而结束批次的全部的晶片100的处理前,即使是原料枯竭的情况,也能够更加确实地防止晶片100的处理中的原料的枯竭。

[0107] 另外,有时例如在成膜装置中对真空容器41内进行清洗处理之后,向真空容器41供给成膜气体,在成膜处理部41的内壁形成成为成膜的对象薄膜,进行调整真空容器41的条件状态的预涂敷。在这种情况下,为了进行预涂敷,同样求取供给至成膜处理部40的原料的重量的实测值 $M$ ,在从原料的初期重量 $R_0$ 减去的原料的重量的实测值 $M$ 的累积值中加入预涂敷时的原料的消耗量。

[0108] 另外,在对第1个晶片100进行处理之前,在进行向没有搬入晶片100的成膜处理部400供给原料而进行的虚拟处理的情况下,同样求取供给至成膜处理部40的原料的重量的实测值 $M$ ,在从原料的初期重量 $R_0$ 减去的原料的重量的实测值 $M$ 的累积值中加入虚拟处理时的原料的消耗量。

[0109] 在上述的实施方式中,将载气供给原料容器14,使气化的原料与载气一起从原料容器14流出,再利用稀释气体稀释后,向成膜处理部40供给时,对于从气化的原料、载气和稀释气体的各流量的合计的测定值减去载气和稀释气体的各流量的测定值的合计而得到的差值,再减去基于各测定仪器的个体间的误差的偏差值,作为原料的流量的实测值进行处理。然后,根据原料的流量的实测值和原料的供给时间求取所供给的原料的重量的实测值,从收容于原料容器14内的原料的量减去原料的重量的实测值 $M$ ,求取原料容器14内的原料的剩余量。因此,能够抵消各测定仪器的个体间的误差部分,正确地求取原料的剩余量。

[0110] 另外,在实施ALD法时,由于在各测定仪器中,将原料气体的供给、停止的1个周期

内的测定输出的积分值作为流量测定值进行处理,因此能够避免因短时间内的气体的流量的上升、下降而导致的测定的不稳定性,并能够稳定求取气体流量的测定值。

[0111] 另外,在计算流量测定值时,也可以利用控制部9对MFM3、MFC1和MFC2的各流量测定输出在各原料气体的供给、停止的周期 $n$  (2以上) 的周期的区间内进行积分,将其积分值除以 $n$ 个周期的时间 $nT$ 而得到的值作为流量的测定值 $m1$ 、 $m2$ 和 $m3$ 。

[0112] 另外,使用在步骤S9中取得的原料的流量,在原料的流量与原料的目标值之间产生误差时,可以对载气的流量进行调整,对原料的供给量进行调整,在原料的流量与原料的目标值的误差大时,还可以鸣响警报而结束。从在步骤S9中取得的原料的流量减去偏差值。因此,能够抵消各测定仪器的个体间的误差部分,并求取原料的量的正确的实测值,通过根据实测值对载气的供给量进行调整,能够使每个晶片100的原料的供给量稳定。

[0113] 另外,例如在利用ALD法对晶片100进行处理时,作为对原料的供给、中断进行100次循环、进行成膜处理,有时采用前半部分的50次循环中的原料的流量和原料气体的供给时间与前半部分的50次循环中的原料的流量和原料气体的供给时间不同的处理方案。在这种情况下,在步骤S6的取得偏差值的步骤中,取得前半部分的50次循环中的前半部分的偏差值和后半部分的50次循环中的后半部分的偏差值。

[0114] 然后,在步骤S9中,取得从原料容器14供给的原料的重量的实测值 $M$ 时,在各晶片100的成膜处理中,在前半部分的50次循环中的成膜处理中,使用前半部分的偏差值,求取前半部分的原料的流量的实测值 $m$ 。然后,通过乘以前半部分的50次循环中的原料的供给时间,可以取得前半部分的50次循环中的原料的重量的实测值 $M1$ 。接着,在后半部分的50次循环中的成膜处理中,使用后半部分的偏差值,取得后半部分的50次循环中的原料的重量的实测值 $M2$ 。然后,通过将前半部分的50次循环中的原料的重量的实测值 $M1$ 和后半部分的50次循环中的原料的重量的实测值 $M2$ 相加,可以作为从原料容器14供给的原料的重量的实测值 $M$ 。

[0115] 本发明也可以用于利用CVD法进行成膜处理的成膜装置。在CVD法中,将原料气体连续地供给至成膜处理部40,同时供给反应气体,对晶片100进行成膜。在CVD法中,也可以将原料气体的流量稳定的状态下的MFM3、MFC1和MFC2的各流量测定输出分别作为MFM3、MFC1和MFC2的测定值 $m1$ 、 $m2$ 和 $m3$ 。

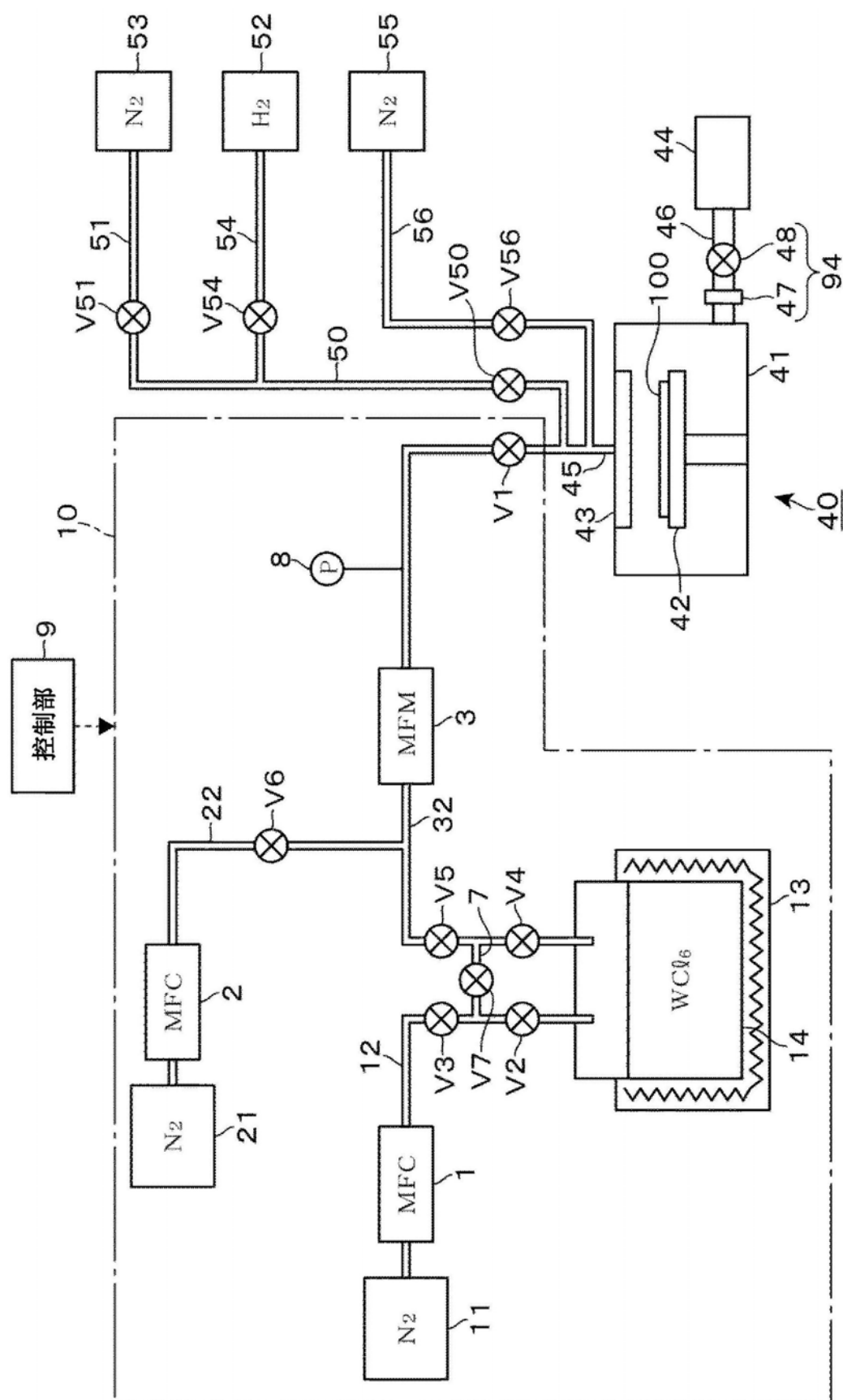


图1



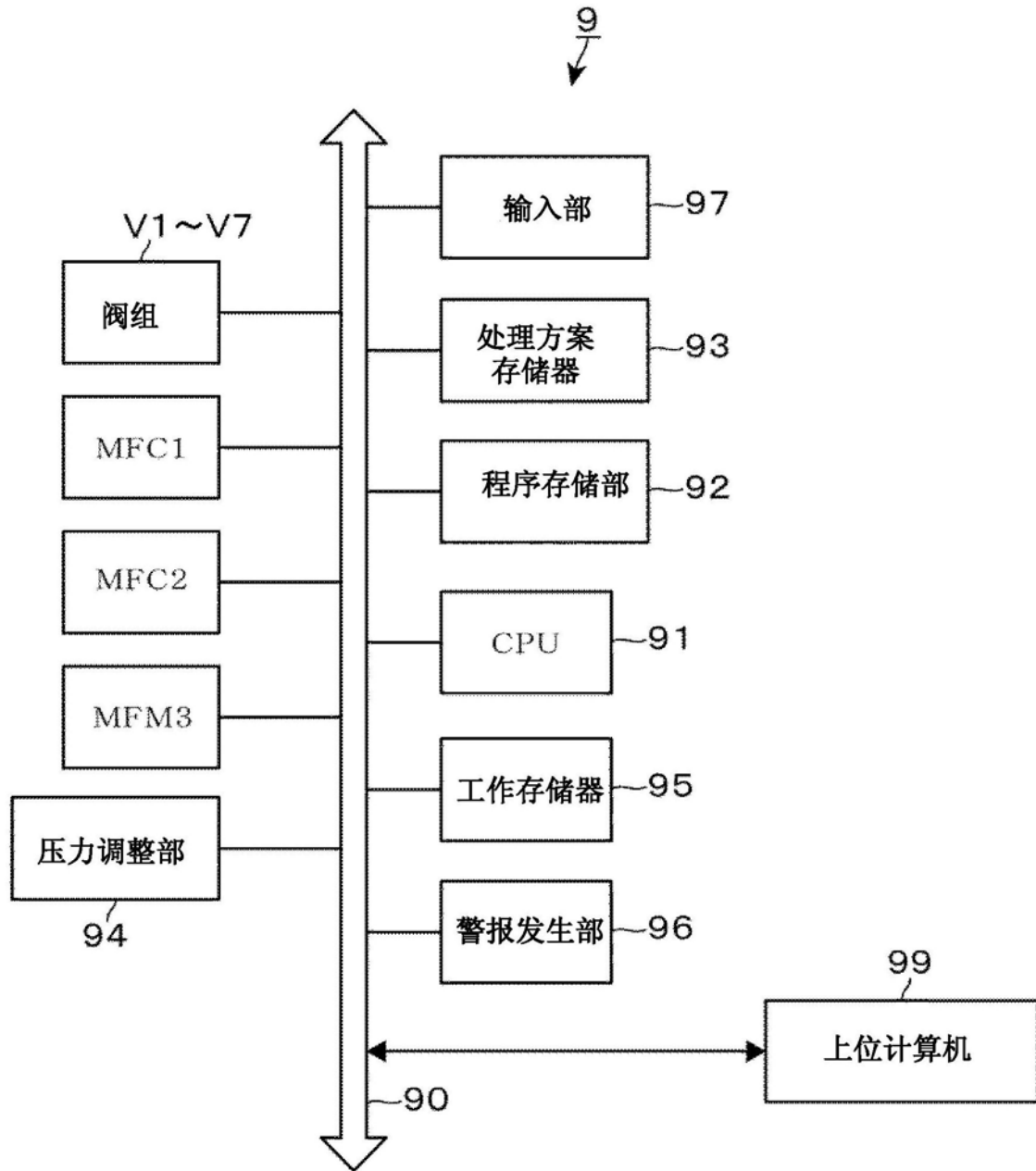


图2

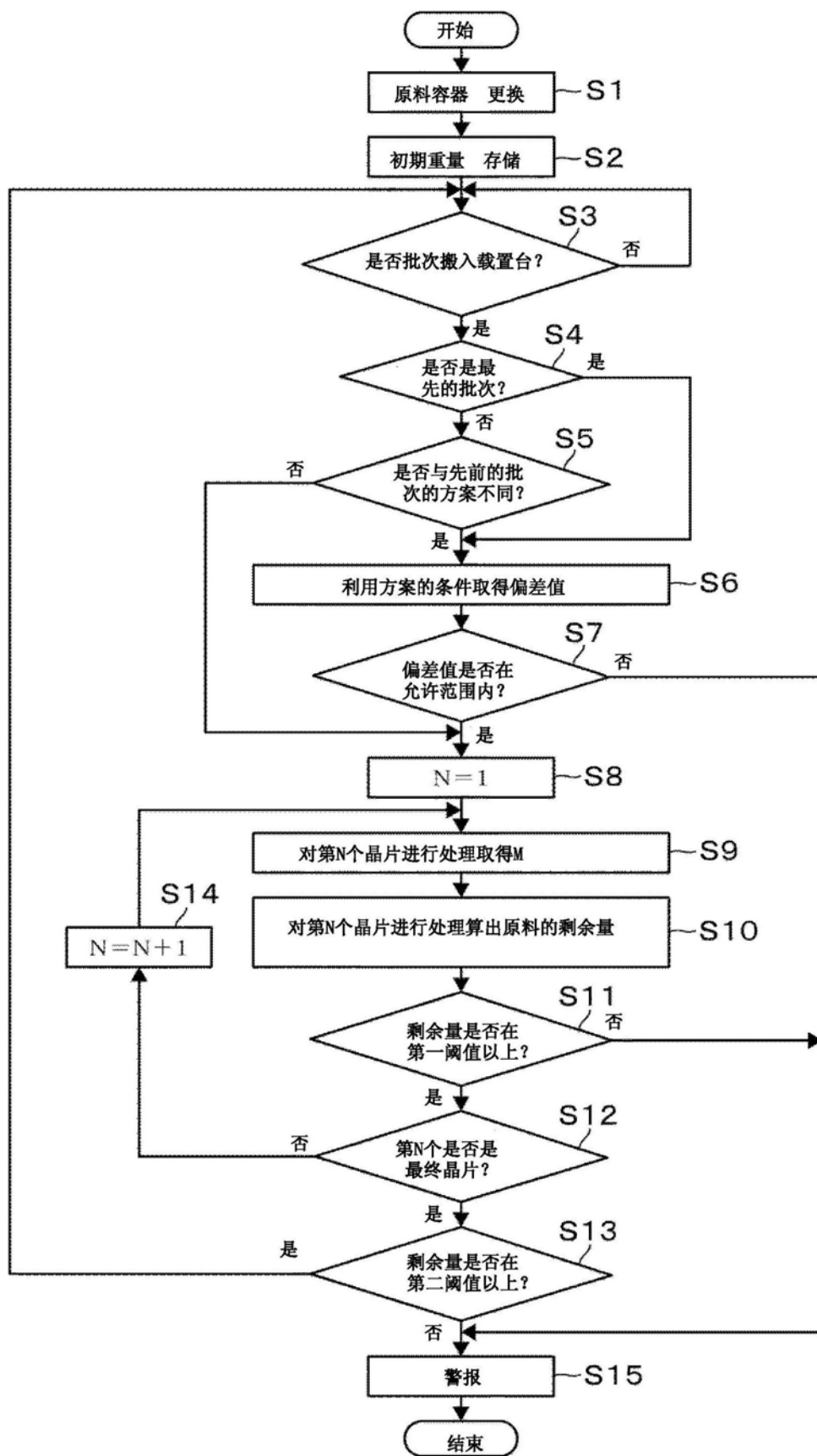


图3

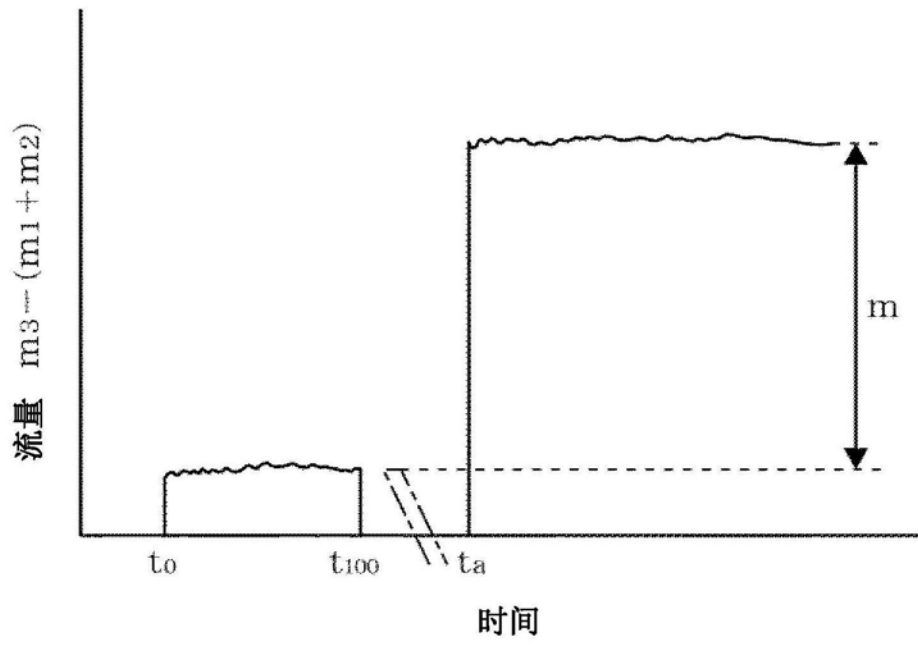


图4

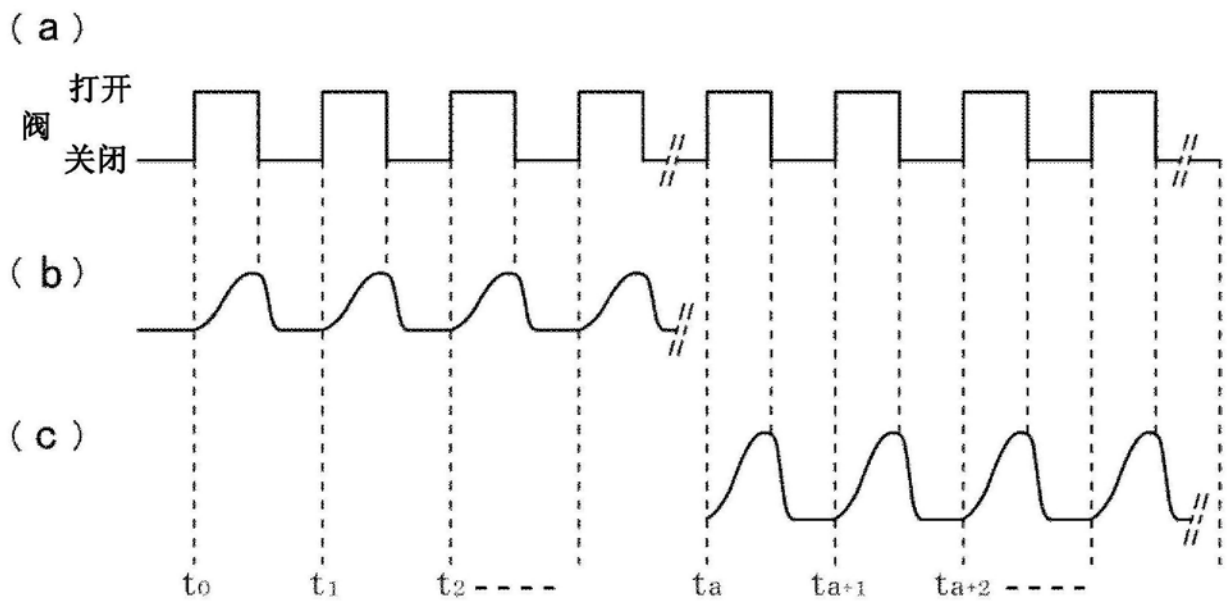


图5

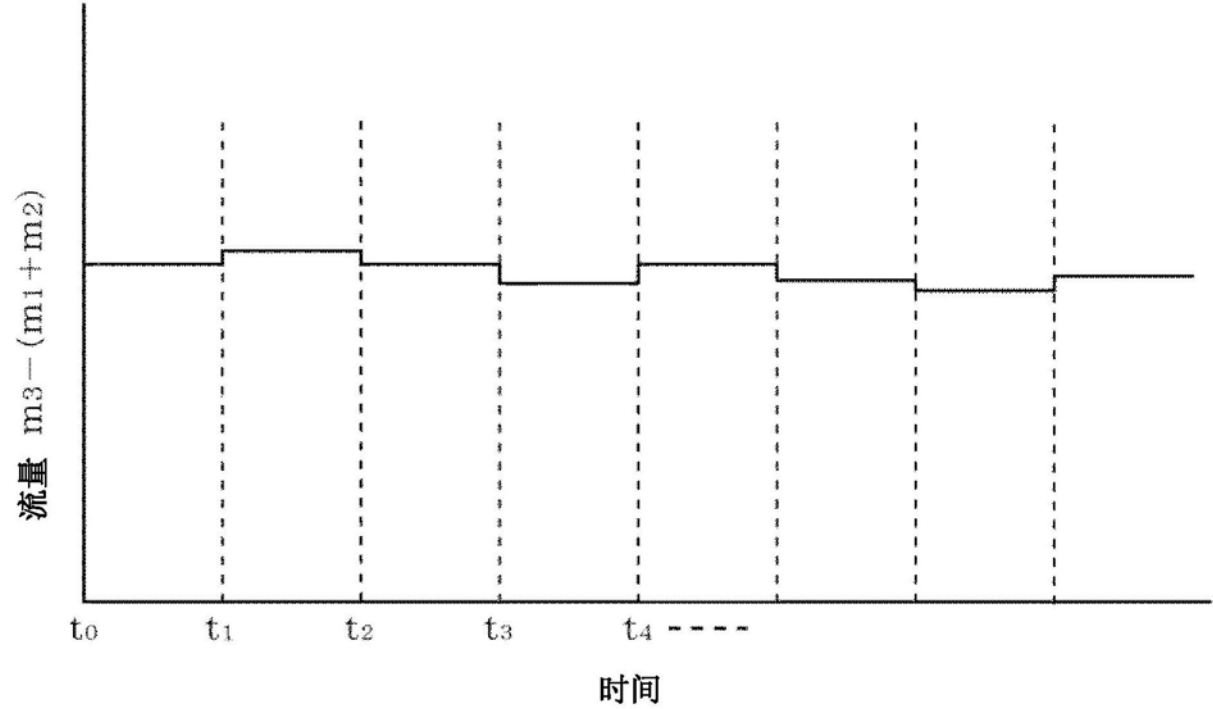


图6