

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号
特許第6352143号
(P6352143)

(45) 発行日 平成30年7月4日(2018.7.4)

(24) 登録日 平成30年6月15日(2018.6.15)

(51) Int.Cl.	F I	
HO 1 L 21/304 (2006.01)	HO 1 L 21/304	6 4 8 G
HO 1 L 21/306 (2006.01)	HO 1 L 21/306	J
BO 1 F 15/04 (2006.01)	BO 1 F 15/04	D
BO 1 F 15/02 (2006.01)	BO 1 F 15/02	A
	BO 1 F 15/02	C

請求項の数 11 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2014-205113 (P2014-205113)	(73) 特許権者	000219967
(22) 出願日	平成26年10月3日 (2014.10.3)		東京エレクトロン株式会社
(65) 公開番号	特開2015-119168 (P2015-119168A)		東京都港区赤坂五丁目3番1号
(43) 公開日	平成27年6月25日 (2015.6.25)	(74) 代理人	100091982
審査請求日	平成29年2月15日 (2017.2.15)		弁理士 永井 浩之
(31) 優先権主張番号	特願2013-235304 (P2013-235304)	(74) 代理人	100117787
(32) 優先日	平成25年11月13日 (2013.11.13)		弁理士 勝沼 宏仁
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(74) 代理人	100106655
			弁理士 森 秀行
		(72) 発明者	高 木 康 弘
			東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
			zタワー 東京エレクトロン株式会社内
		(72) 発明者	小 宮 洋 司
			東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
			zタワー 東京エレクトロン株式会社内
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 基板液処理装置及び基板液処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも2種類の原料液を混合してなる処理液を貯留するタンクと、
処理液が前記タンクから出て前記タンクに戻るように流れる循環ラインと、
前記タンク内の処理液を用いて基板に液処理を施す液処理部と、
前記少なくとも2種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を混合して処理液を生成する処理液生成機構と、
前記処理液生成機構で生成された処理液を前記タンクに供給する処理液供給ラインと、
前記循環ラインを流れる処理液の濃度及び前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度を測定する濃度測定装置と、
前記濃度測定装置により測定された処理液の濃度に基づいて、この処理液の濃度が予め定められた範囲内の濃度になるように前記処理液生成機構を制御する制御装置と、
前記循環ラインを流れる処理液を取り出して前記処理液供給ラインに送る濃度計測用の取出ラインと、を備え、
前記濃度測定装置は、前記処理液供給ラインに設けられており、前記処理液生成機構により生成された処理液の濃度と、前記循環ラインから前記取出ラインを介して前記処理液供給ラインに送られた処理液の濃度の両方を測定することが可能である、基板液処理装置。

【請求項 2】

前記制御装置は、前記濃度測定装置により測定された前記循環ラインを流れる処理液の

濃度に基づいて、この処理液の濃度を予め定められた範囲内の濃度とするために必要な濃度及び量の処理液が前記処理液供給ラインを介して前記タンクに供給されるように前記処理液生成機構を制御する、請求項 1 記載の基板液処理装置。

【請求項 3】

前記制御装置は、前記濃度測定装置により測定された前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度に基づいて、この処理液の濃度を予め定められた範囲内の濃度にするために必要な濃度及び量の処理液が、前記処理液供給ラインを介して前記タンクに供給されるように、前記処理液生成機構を制御する、請求項 1 または 2 記載の基板液処理装置。

【請求項 4】

前記制御装置は、処理液が前記処理液生成機構から前記処理液供給ラインを介して前記タンクに供給されているときに、前記濃度測定装置により測定された前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度に基づいて、前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度が前記予め定められた範囲内の濃度となるように、前記処理液生成機構における原料液の混合比を制御する、請求項 1 から 3 のうちのいずれか一項に記載の基板液処理装置。

【請求項 5】

少なくとも 2 種類の原料液を混合してなる処理液を貯留するタンクと、
処理液が前記タンクから出て前記タンクに戻るように流れる循環ラインと、
前記タンク内の処理液を用いて基板に液処理を施す液処理部と、
前記少なくとも 2 種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を混合して処理液を生成する処理液生成機構と、

前記処理液生成機構で生成された処理液を前記タンクに供給する処理液供給ラインと、
前記循環ラインを流れる処理液の濃度及び前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度を測定する濃度測定装置と、

前記濃度測定装置により測定された処理液の濃度に基づいて、この処理液の濃度が予め定められた範囲内の濃度になるように前記処理液生成機構を制御する制御装置と
を備え、

前記濃度測定装置は前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定し、

前記制御装置は、前記処理液生成機構により処理液の生成が開始された後、前記濃度測定装置により測定された瞬時濃度の積算平均値を算出するとともに当該積算平均値を監視し、さらに前記積算平均値が予め定められた許容範囲内に収まるように前記処理液生成機構を制御する、基板液処理装置。

【請求項 6】

前記処理液供給ラインから分岐する、前記処理液供給ラインから処理液を排出するためのドレンラインと、

前記処理液生成機構で生成された処理液が前記ドレンラインに流れるようにする第 1 状態と、前記処理液生成機構で生成された処理液が前記タンクに供給されるようにする第 2 状態との間で切り替えを行うことができる切替機構と、
をさらに備え、

前記制御装置は、前記積算平均値が予め定められた許容範囲内のときは、前記切替機構を第 2 状態とし、前記積算平均値が予め定められた許容範囲から外れたときは、前記切替機構を前記第 1 状態とするように制御することを特徴とする、請求項 5 記載の基板液処理装置。

【請求項 7】

前記濃度測定装置は、前記循環ラインを流れる処理液の濃度を測定する第 1 濃度測定部と、前記処理液供給ラインに設けられ前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度を測定する第 2 濃度測定部からなる、請求項 6 記載の基板液処理装置。

【請求項 8】

少なくとも 2 種類の原料液を混合してなる処理液を貯留するタンクと、処理液が前記タンクから出て前記タンクに戻るように流れる循環ラインと、前記タンク内の処理液を用いて基板に液処理を施す処理部と、を備えた基板液処理装置を用いる基板液処理方法におい

10

20

30

40

50

て、

前記循環ラインを流れる処理液の濃度を測定することと、

測定された処理液の前記濃度に基づいて、前記循環ライン及び前記タンク内に存在する処理液の濃度を所望の範囲内の濃度とするために前記タンクに追加すべき処理液の濃度及び量を求めることと、

求められた前記濃度及び前記量の処理液をタンクに供給することと、
を備え、

前記濃度及び前記量の処理液をタンクに供給することは、前記少なくとも２種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を処理液生成機構により混合して、処理液供給ラインを介して前記タンクに送ることと、前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度を前記処理液供給ラインに設けられた濃度測定装置により測定することと、測定された濃度に基づき、前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度が求められた前記濃度となるように前記処理液生成機構における原料液の混合比を調節することと、を有し、

前記循環ラインを流れる処理液の濃度を測定することは、濃度計測用の取出ラインにより前記循環ラインを流れる処理液を取り出して前記処理液供給ラインに送り、この送られた処理液の濃度を前記処理液供給ラインに設けられた前記濃度測定装置により測定することにより行われる、基板液処理方法。

【請求項 9】

基板液処理装置であって、

少なくとも２種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を混合して処理液を生成する処理液生成機構と、

前記処理液生成機構により生成された処理液を用いて基板に液処理を施す液処理部と、

前記処理液生成機構で生成された処理液を、前記液処理部または前記液処理部に接続された供給目的場所に供給する処理液供給ラインと、

前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定する濃度測定装置と、

前記処理液生成機構で混合される原料液の混合比を制御する制御装置と、を備え、

前記制御装置は、前記濃度測定装置により測定された瞬時濃度の積算平均値を逐次算出するとともに当該積算平均値を監視し、前記積算平均値が目標濃度に関する予め定められた許容範囲内に収まるように前記処理液生成機構を制御するように構成され、

前記基板液処理装置は、

前記処理液供給ライン上の分岐点において前記処理液供給ラインから分岐する、前記処理液供給ラインから処理液を排出するためのドレンラインと、

前記処理液生成機構で生成された処理液が前記ドレンラインに流れるようにする第１状態と、前記処理液生成機構で生成された処理液が前記液処理部または前記供給目的場所に供給されるようにする第２状態との間で切り替えを行うことができる切替機構と、

をさらに備え、

前記制御装置は、前記積算平均値が前記予め定められた許容範囲内のときは、前記切替機構を前記第２状態とし、前記積算平均値が前記予め定められた許容範囲から外れたときは、前記切替機構を前記第１状態とするように制御し、

前記制御装置は、前記切替機構が前記第１状態から前記第２状態に切り替えられた時に、その後算出される積算平均値の算出に用いられる瞬時濃度のデータから、前記切替機構が前記第１状態から前記第２状態に切り替えられる前に取得された瞬時濃度のデータの一部を除外する、基板液処理装置。

【請求項 10】

前記供給目的場所が、前記液処理部に循環ラインを介して接続された処理液を貯留するためのタンクである、請求項 9 記載の基板液処理装置。

【請求項 11】

少なくとも２種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を混合して処理液を生成する処理液生成機構と、前記処理液生成機構により生成された処理液を用いて基板に液処理を施す液処理部と、前記処理液生成機構で生成された処理液を、前記液処理部ま

10

20

30

40

50

たは前記液処理部に接続された供給目的場所に供給する処理液供給ラインと、前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定する濃度測定装置と、前記処理液供給ライン上の分岐点において前記処理液供給ラインから分岐する、前記処理液供給ラインから処理液を排出するためのドレンラインと、前記処理液生成機構で生成された処理液が前記ドレンラインに流れるようにする第１状態と、前記処理液生成機構で生成された処理液が前記液処理部または前記供給目的場所に供給されるようにする第２状態との間で切り替えを行うことができる切替機構と、を備えた基板液処理装置を用いる基板液処理方法であって、

前記処理液生成機構で混合される原料液の混合比を制御しながら処理液を生成し、生成した処理液を前記処理液供給ラインに流すことと、

前記濃度測定装置により前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定することと、

前記濃度測定装置により測定された瞬時濃度の積算平均値を逐次算出するとともに当該積算平均値を監視することと、

監視している前記積算平均値が目標濃度に関する予め定められた許容範囲内のときは、前記切替機構を前記第２状態とし、前記積算平均値が前記予め定められた許容範囲から外れたときは、前記切替機構を前記第１状態とすることと、

前記切替機構が前記第１状態から前記第２状態に切り替えられた時に、その後に算出される積算平均値の算出に用いられる瞬時濃度のデータから、前記切替機構が前記第１状態から前記第２状態に切り替えられる前に取得された瞬時濃度のデータの一部を除外することと、

を備え、

前記原料液の混合比の制御は、前記積算平均値が前記目標濃度に関する予め定められた許容範囲内に収まるように前記処理液生成機構を制御することにより行われる、基板液処理方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【０００１】

本発明は、複数の原料液を所定の比率で混合した処理液を用いて基板に所定の液処理を施す基板液処理装置における処理液の濃度調節技術に関するものである。

【背景技術】

【０００２】

半導体装置の製造工程には、基板に処理液を供給することにより実行される洗浄、エッチング等の液処理が含まれる。このような液処理を行うために、例えば、特許文献１に記載されたような、複数の液処理ユニットを備えた液処理システムが用いられる。

【０００３】

特許文献１に記載された液処理システムは、処理液を貯留するタンクと、タンクに接続された循環ラインと、タンク内に貯留された処理液を循環ラインに循環させるポンプとを有している。循環ラインには複数の液処理ユニットがそれぞれ分岐ラインを介して接続されており、液処理ユニットは循環ライン内を循環している処理液を用いて基板に所定の液処理を施す。

【０００４】

液処理に用いられる処理液は、複数種類の原料液をそれぞれ独立した原料液供給ラインから所定量ずつタンクに供給し、これらをタンク内で混合することにより調整される。このようにタンク内混合により処理液を調整すると、タンク内で原料液同士が十分に混ざり合う前にタンクから流出し、不適当な濃度の処理液が液処理ユニットに供給されてしまうことがある。

【０００５】

また、各原料液供給ラインにはそれぞれ液体フローコントローラ（ＬＦＣ）が設けられ、それぞれのＬＦＣの設定流量及び供給時間により原料液がタンクへ供給されている。処理液の濃度を低濃度でかつ狭い許容範囲内で制御しなければならない場合には、それぞれ

10

20

30

40

50

の L F C の設定流量及び供給時間による供給量管理では不十分な場合もある。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

【特許文献1】特開2009-172459号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、精確な濃度の処理液を基板に供給することができる技術を提供することを目的としている。

10

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の好適な一実施形態において、少なくとも2種類の原料液を混合してなる処理液を貯留するタンクと、処理液が前記タンクから出て前記タンクに戻るように流れる循環ラインと、前記タンク内の処理液を用いて基板に液処理を施す処理部と、前記少なくとも2種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を制御された混合比で混合して処理液を生成する処理液生成機構と、前記処理液生成機構で生成された処理液を前記タンクに供給する処理液供給ラインと、前記循環ラインを流れる処理液の濃度及び前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度を測定する濃度測定装置と、前記濃度測定装置により測定された処理液の濃度に基づいて、この処理液の濃度が予め定められた範囲内の濃度となるように前記処理液生成機構を制御する制御装置とを備えた基板液処理装置が提供される。

20

【0009】

本発明の他の好適な一実施形態において、少なくとも2種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を混合して処理液を生成する処理液生成機構と、前記処理液生成機構により生成された処理液を用いて基板に液処理を施す液処理部と、前記処理液生成機構で生成された処理液を、前記液処理部または前記液処理部に接続された供給目的場所に供給する処理液供給ラインと、前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定する濃度測定装置と、前記処理液生成機構で混合される原料液の混合比を制御する制御装置と、を備え、前記制御装置は、前記濃度測定装置により測定された瞬時濃度の積算平均値を逐次算出するとともに当該積算平均値を監視し、前記積算平均値が目標濃度に関する予め定められた許容範囲内に収まるように前記処理液生成機構を制御する、基板液処理装置が提供される。

30

【0010】

本発明のさらに他の好適な一実施形態において、少なくとも2種類の原料液を混合してなる処理液を貯留するタンクと、処理液が前記タンクから出て前記タンクに戻るように流れる循環ラインと、前記タンク内の処理液を用いて基板に液処理を施す処理部と、を備えた基板液処理装置を用いる基板液処理方法において、前記循環ラインを流れる処理液の濃度を測定することと、測定された処理液の前記濃度に基づいて、前記循環ライン及び前記タンク内に存在する処理液の濃度を所望の範囲内の濃度とするために前記タンクに追加すべき処理液の濃度及び量を求めることと、求められた前記濃度及び前記量の処理液をタンクに供給することと、を備え、前記濃度及び前記量の処理液をタンクに供給することは、前記少なくとも2種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を処理液生成機構により混合して、処理液供給ラインを介して前記タンクに送ることと、前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度を測定することと、測定された濃度に基づき、前記処理液供給ラインを流れる処理液の濃度が求められた前記濃度となるように前記処理液生成機構における原料液の混合比を調節することと、を有している、基板液処理方法が提供される。

40

【0011】

本発明のさらに他の好適な一実施形態において、少なくとも2種類の原料液のそれぞれの供給源から供給される原料液を混合して処理液を生成する処理液生成機構と、前記処理液生成機構により生成された処理液を用いて基板に液処理を施す液処理部と、前記処理液

50

生成機構で生成された処理液を、前記液処理部または前記液処理部に接続された供給目的場所に供給する処理液供給ラインと、前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定する濃度測定装置と、を備えた基板液処理を用いる基板液処理方法において、前記処理液生成機構で混合される原料液の混合比を制御しながら処理液を生成し、生成した処理液を前記処理液供給ラインに流すことと、前記濃度測定装置により前記処理液供給ラインを流れる処理液の瞬時濃度を測定することと、前記濃度測定装置により測定された瞬時濃度の積算平均値を逐次算出するとともに当該積算平均値を監視することと、監視している前記積算平均値が目標濃度に関する予め定められた許容範囲内に収まった処理液を前記液処理部または前記供給目的場所に流すことと、を備え、前記原料液の混合比の制御は、前記積算平均値が前記目標濃度に関する予め定められた許容範囲内に収まるように前記処理液生成機構を制御することにより行われる、基板液処理方法が提供される。

10

【発明の効果】

【0012】

上記の本発明の好適な実施形態によれば、精確な濃度の処理液を基板に供給することができる。

【図面の簡単な説明】

【0013】

【図1】液処理装置の全体構成を概略的に示す回路図。

【図2】図1に示す液処理装置における薬液濃度管理に関連する構成について詳細に示した回路図。

20

【図3】図2の代替実施形態を示す回路図。

【図4】液流れ方向の濃度分布について説明するための図。

【図5】液流れ方向の濃度分布により濃度計の検出値が変動する様子を示すグラフ。

【図6】タンクへの処理液の供給可否判断手順について説明するためのグラフ。

【図7】タンクへの処理液の供給可否判断の手順及び当該判断に基づくタンクへの処理液の供給について説明するためのフローチャート。

【図8】積算平均算出の切り替えについて説明するチャート。

【図9】混合弁の下流側にインラインミキサを設けた変形実施形態について説明する図。

【図10】タンクを有しない液処理装置の全体構成を示す回路図。

【発明を実施するための形態】

30

【0014】

以下に図面を参照して発明の実施形態について説明する。

【0015】

図1に示すように、液処理装置は、基板に対して液処理を行う複数の処理ユニット（液処理ユニット）16と、処理ユニット16に処理液を供給する処理流体供給源70を有している。

【0016】

処理流体供給源70は、処理液を貯留するタンク102と、タンク102から出てタンク102に戻る循環ライン104とを有している。循環ライン104にはポンプ106が設けられている。ポンプ106は、タンク102から出て循環ライン104を通りタンク102に戻る循環流を形成する。ポンプ106の下流側において循環ライン104には、処理液に含まれるパーティクル等の汚染物質を除去するフィルタ108が設けられている。必要に応じて、循環ライン104に補機類（例えばヒータ等）をさらに設けてもよい。

40

【0017】

循環ライン104に設定された接続領域110に、1つまたは複数の分岐ライン112が接続されている。各分岐ライン112は、循環ライン104を流れる処理液に対応する処理ユニット16に供給する。各分岐ライン112には、必要に応じて、流量制御弁等の流量調整機構、フィルタ等を設けることができる。

【0018】

液処理装置は、タンク102に、処理液または処理液構成成分を補充するタンク液補充

50

部 1 1 6 を有している。タンク 1 0 2 には、タンク 1 0 2 内の処理液を廃棄するためのドレン部 1 1 8 が設けられている。

【 0 0 1 9 】

図 2 に示すように、液処理装置は、制御装置 4 を備える。制御装置 4 は、たとえばコンピュータであり、制御部 1 8 と記憶部 1 9 とを備える。記憶部 1 9 には、液処理装置において実行される各種の処理を制御するプログラムが格納される。制御部 1 8 は、記憶部 1 9 に記憶されたプログラムを読み出して実行することによって液処理装置の動作を制御する。

【 0 0 2 0 】

なお、かかるプログラムは、コンピュータによって読み取り可能な記憶媒体に記録されていたものであって、その記憶媒体から制御装置 4 の記憶部 1 9 にインストールされたものであってもよい。コンピュータによって読み取り可能な記憶媒体としては、たとえばハードディスク (H D) 、フレキシブルディスク (F D) 、コンパクトディスク (C D) 、マグネットオプティカルディスク (M O) 、メモリカードなどがある。

【 0 0 2 1 】

次に、図 1 に示したタンク液補充部 1 1 6 及びそれに関連する構成要素について、それらを詳細に示した図 2 を参照して説明する。図 2 では簡略化されているが、循環ライン 1 0 4 には図 1 と同様に接続領域 1 1 0 が設定され、そこに 1 つまたは複数の分岐ライン 1 1 2 が接続され、各分岐ライン 1 1 2 に液処理ユニット 1 6 が接続されている。なお、図 2 において、符号 1 0 9 は、循環ライン 1 0 4 を循環している処理液を加熱するためのヒータである。

【 0 0 2 2 】

タンク液補充部 1 1 6 は、薬液供給源 2 0 2 A から供給された第 1 原料液としての薬液 (本例ではフッ酸 (H F)) が流れる薬液ライン 2 0 4 A と、希釈液供給源 2 0 2 B から薬液を希釈するための第 2 原料液としての希釈液 (本例では純水 (D I W)) が流れる希釈液ライン 2 0 4 B とを有する。

【 0 0 2 3 】

薬液ライン 2 0 4 A 及び希釈液ライン 2 0 4 B にはそれぞれ、定圧弁 (減圧弁) 2 0 6 A , 2 0 6 B が介設されている。

【 0 0 2 4 】

定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B の下流側において、薬液ライン 2 0 4 A 及び希釈液ライン 2 0 4 B は混合弁 2 0 8 に接続されている。混合弁 2 0 8 は、その内部に、2 つの開閉機能付き可変絞り弁 2 0 8 A , 2 0 8 B を一体化したものに相当する構成を有している。薬液ライン 2 0 4 A 及び希釈液ライン 2 0 4 B を流れる液体は、所定開度に調節された可変絞り弁 2 0 8 A , 2 0 8 B により流量がそれぞれ制限され、その後、合流する。これにより、薬液と希釈液とを所定の比率で混合した処理液が生成される。すなわち、薬液ライン 2 0 4 A 及び希釈液ライン 2 0 4 B に設けられた定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B 及び混合弁 2 0 8 は、処理液生成機構を構成する。

【 0 0 2 5 】

定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B は、一次側圧力の変動に関わらず、二次側圧力を指定された一定圧力に維持するよう減圧制御を行う機能を有している。薬液供給源 2 0 2 A 及び希釈液供給源 2 0 2 B から供給される薬液は、通常は圧力変動を有している。このため精確な薬液と希釈液との混合比を得るためには、定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B の使用が好ましい。

【 0 0 2 6 】

本実施形態で使用している定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B は、パイロットポートに導入される加圧空気の圧力 (パイロット圧) を変化させることにより、二次側圧力の設定値を変化させることができる形式のものである。パイロット圧の調節は、電空レギュレータ (E P R) 2 0 9 A , 2 0 9 B により行われる。

【 0 0 2 7 】

本実施形態では、混合弁 2 0 8 に内蔵された可変絞り弁 2 0 8 A , 2 0 8 B の開度調節

10

20

30

40

50

機能は初期設定のみに利用し、運転中は可変絞り弁 208A, 208B は固定絞りとして用いている。薬液及び希釈液の流量調節は、定圧弁 206A, 206B の二次側圧力調節機能を用いて行う。定圧弁 206A, 206B の二次側圧力すなわち固定絞りとしての可変絞り弁 208A, 208B の一次側圧力を変化させることにより、薬液ライン 204A 及び希釈液ライン 204B を流れる液体の流量を調節することができる。可変絞り弁 208A, 208B は、流量調整よりも圧損バランス調整等の目的で用いられる。

【0028】

更に詳細に述べると、本実施形態では、薬液ライン 202A にある定圧弁 206A の設定二次側圧力は一定として、希釈液ライン 202B にある定圧弁 206B の設定二次側圧力を変化させることにより濃度調整を行っている。このように、相対的に小流量の薬液の流量を調整するよりも相対的に大流量の希釈液の流量を調整した方が、濃度を精密に調整することができるため好ましい。

10

【0029】

混合弁 208 には、混合弁 208 で調整された処理液をタンク 102 に供給するための処理液供給ライン 210 が接続されている。

【0030】

処理液供給ライン 210 には、処理液供給ライン 210 を流れる処理液の濃度（処理液中に含まれる薬液の濃度）を測定する濃度計 212 が付設されている。計測対象とする薬液の種類、あるいは必要とされる精度に応じて、任意の形式の濃度計 212、例えば、導電率に基づいて濃度測定を行うもの、超音波伝播速度に基づいて濃度測定を行うものなど、を用いることができる。

20

【0031】

濃度計 212 の検出信号は濃度コントローラ 214 に入力される。濃度コントローラ 214 は、制御装置 4 の一部であってもよい。濃度コントローラ 214 は、濃度計 212 からの検出信号に応じて、電空レギュレータ 209B から定圧弁 206B に送られるパイロット圧を調節することにより定圧弁 206B の二次側圧力を調節して、希釈液ライン 204B を流れる希釈液（DIW）の流量を変化させ、これにより混合弁 208 から流出する処理液の濃度が所望の濃度となるようにフィードバック制御を行う。なお、本実施形態では、前述したように、大流量の希釈液の流量だけを調整することによって処理液の濃度を調整しているので、電空レギュレータ 209A から定圧弁 206B に送られるパイロット圧は一定に維持される。

30

【0032】

処理液供給ライン 210 から、予備捨て用のドレンライン 216 が分岐し、ドレンライン 118 に合流している。ドレンライン 216 には開閉弁 216V が介設されている。ドレンライン 216 の分岐ポイントよりも下流側において、処理液ライン 210 にも開閉弁 210V が介設されている。

【0033】

循環ライン 104 から、濃度計測のために処理液を取り出す取出ライン 220 が分岐し、混合弁 208 と濃度計 212 との間の合流ポイントにおいて処理液供給ライン 210 に合流されている。取出ライン 220 には開閉弁 220V が介設されている。

40

【0034】

タンク 102 には、タンク 102 内の処理液の液位を検出する液位計 120 が付設されている。

【0035】

次に、上記の液処理装置の運用方法について説明する。以下の説明における各構成要素の動作は、制御装置 4 の制御の元で行われる。濃度コントローラ 214 は制御装置 4 により制御され、また、濃度コントローラ 214 が把握している濃度情報は制御装置 4 に伝達される。

【0036】

まず、タンク液補充部 116 により所望の濃度の処理液をタンク 102 に供給する基本

50

的な手順について説明する。

【 0 0 3 7 】

所望の濃度の処理液を得るのに適した混合弁 2 0 8 の可変絞り 2 0 8 A , 2 0 8 B の開度は試験運転により求められており、そのような開度に可変絞り 2 0 8 A , 2 0 8 B の開度が予めセットされている。また、同様に、所望の濃度の処理液を得るのに適した定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B のパイロット圧も試験運転により求められており、その値は濃度コントローラ 2 1 4 に制御基準値としてメモリされている。

【 0 0 3 8 】

まず、定圧弁 2 0 6 A , 2 0 6 B のパイロットポートに所定のパイロット圧を与え、ドレンライン 2 1 6 の開閉弁 2 1 6 V を開き、処理液供給ライン 2 1 0 の開閉弁 2 1 0 V を閉じた状態にする。また、混合弁 2 0 8 の可変絞り 2 0 8 A , 2 0 8 B を所定開度の開状態とする。なお、取出ライン 2 2 0 の開閉弁 2 2 0 V は閉状態である。

10

【 0 0 3 9 】

すると、薬液ライン 2 0 4 A 及び希釈液ライン 2 0 4 B からそれぞれ混合弁 2 0 8 に所定の流量で薬液及び希釈液が流入し、当該流量比に対応する混合比で薬液及び希釈液が混合弁 2 0 8 内で混合され、処理液供給ライン 2 1 0 に流出し、ドレンライン 2 1 6 に流出する。すなわち、最初は、調整した処理液をタンク 1 0 2 に供給するのではなく廃棄する予備捨て操作を行う。通常、薬液及び希釈液の流量が安定するまである程度の時間が必要なため、このような予備捨て操作を行うことが好ましい。

【 0 0 4 0 】

20

予備捨て操作中、濃度計 2 1 2 により処理液の濃度が監視され、処理液の濃度が所望の濃度となるように濃度コントローラ 2 1 4 が前述したフィードバック制御を行う。濃度計 2 1 2 により測定される濃度が許容範囲内で安定したら、ドレンライン 2 1 6 の開閉弁 2 1 6 V を閉じ、処理液供給ライン 2 1 0 V を開き、タンク 1 0 2 内に処理液を供給する。

【 0 0 4 1 】

処理液供給ライン 2 1 0 からタンク 1 0 2 内に処理液が供給されている間も、処理液供給ライン 2 1 0 に処理液を流している間は、濃度計 2 1 2 により濃度が継続的に監視される。濃度コントローラ 2 1 4 は、処理液の濃度が目標値よりも高い（低い）場合には、電空レギュレータ 2 0 9 B から定圧弁 2 0 6 B に供給されるパイロット圧を変化させ、希釈液の流量を増加（減少）させ、これによりタンク 1 0 2 内に供給される処理液の濃度が許容範囲内に維持されるようにする。

30

【 0 0 4 2 】

この制御は、設定値 S V（目標濃度）に対する測定値 P V（濃度計 2 1 2 の検出値）の偏差に基づいて操作量 M V（パイロット圧力すなわち定圧弁 2 0 6 A の開度）を修正するというフィードバック制御により行われる。すなわち、この制御には流量検出というステップが介在していないので、高価な高精度の流量検出器あるいは流量検出器内蔵型の流量調整器（液体フローコントローラのようなもの）が必要ない。

【 0 0 4 3 】

ところで、通常、濃度計 2 1 2 は、処理液供給ライン 2 1 0 を流れる処理液の濃度を、所定のサンプリング周期（例えば 0 . 1 ~ 0 . 2 m s 程度）で測定している。以下、本明細書において、各サンプリング時点での処理液濃度を「瞬時濃度」と呼ぶこともある。上記の予備捨て操作中における濃度計 2 1 2 により処理液の濃度監視は、各サンプリング時点での瞬時濃度値と許容濃度範囲との比較に基づいて行うことができる。また、各サンプリング時点での瞬時濃度値を測定値 P V とし、濃度目標値を設定値 S V としてフィードバック制御を行うことができる。

40

【 0 0 4 4 】

なお、濃度計 2 1 2 により測定される瞬時濃度は、時間経過とともに所定の範囲内である程度振動するので（その理由は後述する）、過度に敏感な監視及び制御を避けて装置の動作を安定させるため、個々の瞬時濃度値に代えて瞬時濃度の移動平均値に基づき上記の監視及びフィードバック制御を行ってもよい。

50

【 0 0 4 5 】

タンク液補充部 1 1 6 から空のタンク 1 0 2 (液処理装置の設置直後、タンク内の処理液の全交換時等) に処理液を供給する場合には、以下の手順が実行される。

【 0 0 4 6 】

前述した基本的手順に従い、予備捨て操作が所定時間行われた後、所定の濃度に調整された処理液が、処理液供給ライン 2 1 0 からタンク 1 0 2 内に処理液が供給される。このとき、ドレンライン 1 1 8 の開閉弁 1 1 8 V 及び取出ライン 2 2 0 の開閉弁 2 2 0 V はともに閉状態である。

【 0 0 4 7 】

タンク 1 0 2 内にある程度の量の処理液が貯まったら、タンク 1 0 2 内の処理液の液位が所定高さになるまでの間タンク 1 0 2 内への処理液の供給を継続しつつ、ポンプ 1 0 6 を動作させて循環ライン 1 0 4 内で処理液を循環させる。

【 0 0 4 8 】

タンク 1 0 2 内に所定量の処理液が貯まったら、処理ユニット 1 6 で基板の処理を開始する。すなわち、タンク 1 0 2 内に貯留した処理液を循環ライン 1 0 4 に循環させている状態で、必要に応じて (処理スケジュールに応じて) 、分岐ライン 1 1 2 に設けた図示しない開閉弁、流量調整弁等を操作し、循環ライン 1 0 4 から分岐ライン 1 1 2 を介して処理ユニット 1 6 に処理液を送る。この処理液を用いて処理ユニット 1 6 内で基板に所定の処理が施される。

【 0 0 4 9 】

なお、処理液の全交換を行う場合に、タンクに処理液を貯める前にタンク及び循環ラインを含む循環系をフラッシング液 (例えば純水) により洗浄してもよい。この場合、フラッシング液が循環系に残り処理液による共洗いでも完全に除去されないという懸念があるならば、処理の開始前に後述の濃度監視の手順に従って循環系内にある処理液の濃度を確認し、異常があったならば後述の濃度補正の手順に従って処理液の濃度補正を行ってもよい。

【 0 0 5 0 】

タンク 1 0 2 内の処理液は、処理ユニット 1 6 で行われる液処理により消費されることにより、時間経過とともに量が減る。そのため、処理液が所定量減ったら、タンク液補充部 1 1 6 よりタンク 1 0 2 内に処理液を補充する。処理液を補充している間も液処理は継続している。また、タンク 1 0 2 及び循環ライン 1 0 4 からなる循環系に含まれる処理液は、溶媒 (希釈液) の蒸発、分解等により時間とともに濃度が変化する。例えば処理液が高温の D H F (希フッ酸) の場合には、D H F 中の H F 濃度は時間の経過とともに徐々に低下してゆくことがある。

【 0 0 5 1 】

このため、処理液の補充を行う際に、タンク 1 0 2 及び循環ライン 1 0 4 からなる循環系に含まれる処理液の濃度補正が行われる。例えば、測定された処理液の濃度が目標値より低かったならば、目標値よりも高濃度の処理液をタンク 1 0 2 に補充することにより、循環系に存在する処理液の濃度を目標値に近づけるようにする。

【 0 0 5 2 】

濃度補正を行うタイミングは、装置の運転状況、処理液が経時変化しやすいものであるか否か、「処理許容濃度範囲 (後述) 」の広さ等を総合的に勘案して定めればよいが、例えば以下のように設定することができる。

(1) 液位計 1 2 0 により検出されるタンク 1 0 2 内の液位が或る閾値まで低下したときに、処理液の補充を行い、このときに、濃度補正を行う (定期的な濃度補正) 。

(2) 常時または定期的に (あるいは装置の長期停止の後等の濃度変化の懸念があるときに) 循環系内の処理液の濃度を監視し、濃度が「補正基準濃度範囲 (後述) 」を外れたときに、濃度補正を行う (監視に基づく濃度補正) 。

【 0 0 5 3 】

なお、「補正基準濃度範囲」は以下のように定義される。「補正基準濃度範囲」を設定

10

20

30

40

50

する前提として「処理許容濃度範囲」がある。「処理許容濃度範囲」とは、当該範囲を外れた濃度の処理液により基板の処理を行った場合に許容できない問題が生じうるような範囲を意味する。なお、「処理許容濃度範囲」を外れた場合には、液処理装置は即時非常停止される。「補正開始濃度範囲」は、「処理許容濃度範囲」よりも狭い濃度範囲であり、当該範囲を外れた状態である程度の時間液処理装置の運転を継続しても容易に「処理許容濃度範囲」を外れることが無いような安全マージンを有して設定される。なお、濃度の「目標値」とは例えば、「補正開始濃度範囲」の中央値である。

【 0 0 5 4 】

上記（１）の場合においても、処理液の補充前に少なくとも１回は循環系内の処理液の濃度を監視する必要がある。補充する処理液の量及び濃度を決定するためである。

10

【 0 0 5 5 】

循環系内の処理液濃度の監視を行う際には、ポンプ１０６を動作させたままで、開閉機能を用いて混合弁２０８の可変絞り弁２０８Ａ，２０８Ｂを閉状態とし、取出ライン２２０の開閉弁２２０Ｖを開き、処理液供給ライン２１０の開閉弁２１０Ｖを開く。なお、ドレンライン２１６の開閉弁２１６は閉じておく。すると、循環ライン１０４の接続領域１１０よりもやや上流を流れる処理液の一部が、取出ライン２２０を通して、処理液供給ライン２１０に流入し、タンク１０２に流れるようになる。従って、処理液供給ライン２１０に付設した濃度計２１２により循環ライン１０４を流れる処理液の濃度を計測することができる。

【 0 0 5 6 】

20

上記の「（１）定期的な濃度補正」の場合には、タンク１０２内の液位が或る閾値まで低下したときに処理液の補充を行うので、処理液の補充を開始する時点における循環系内に存在する処理液の総量は既知であり、従ってタンク１０２内の処理液の液位を通常上限高さにするために補充すべき処理液量はわかる。従って、補充前に循環系内に存在する処理液の濃度がわかっていれば、補充後に循環系内に存在する処理液の濃度を目標値にするために必要となる補充する処理液の濃度は計算により容易に求めることができる。このような計算は、制御部４により行うことができる。補充すべき濃度がわかれば、上記の基本的手順に基づいて、その濃度の処理液をタンク液補充部１１６からタンク１０２に供給すればよい。

【 0 0 5 7 】

30

上記の「（２）監視に基づく濃度補正」の場合には、ドレンライン１１８の開閉弁１１８Ｖを開き、液位計１２０によりタンク１０２の処理液の液位をモニタしながら、液位が所定高さになるまでタンク１０２内の処理液を排液する。その後は、「（１）定期的な濃度補正」と同様の手順を実行すればよい。

【 0 0 5 8 】

上記実施形態によれば、タンク１０２に所定濃度に調整された処理液が供給されるので、タンク１０２から循環ライン１０４に流出する処理液の濃度が安定し、プロセスの安定性を向上させることができる。タンク１０２に複数種の原料液を別々に供給すると、これらの原料液がタンク１０２内で十分に混ざり合う前に循環ライン１０４に流出し、それが処理ユニットで基板に供給されてしまう可能性がありうるが、上記実施形態ではそのようなことはない。

40

【 0 0 5 9 】

また、上記実施形態によれば、処理液濃度の制御は、処理液供給ライン２０１に付設された濃度計２１２の検出値に基づく弁開度（定圧弁２０６Ｂの開度）のフィードバック制御により行われるので、原料液の混合液である処理液の濃度を原料液の流量制御により間接的に制御する場合と比較して、処理液濃度をより素早く、かつより精確に制御することができる。また、濃度計２１２の検出値に基づいてＬＦＣ（液体フローコントローラ）を制御する場合に必要な、濃度から必要流量の演算といった面倒な計算を省略することができる。

【 0 0 6 0 】

50

上記実施形態によれば、タンク液補充部 116 からタンク 102 に供給される処理液の濃度と、循環ライン 104 を流れる処理液の濃度の両方が、共通の 1 つの濃度計 212 からなる濃度測定装置により測定できるようになっているため、高価な濃度計の数を削減することができ、液処理装置のコストを低減することができる。

【0061】

しかしながら、濃度測定装置を 2 つの濃度計から構成してもよい。具体的には、例えば図 3 に示すように、循環ライン 104 を流れる処理液の濃度を測定するための濃度計 212' を、タンク液補充部 116 からタンク 102 に供給される処理液の濃度を測定するための濃度計 212 と別個に設けてもよい。図 3 に示す代替実施形態においては、取出ライン 220' が循環ライン 104 から分岐してタンク 102 内まで延びており、この取出ライン 220' に濃度計 212' が付設されている。なお、取出ライン 220' を設けることなく循環ライン 104 に濃度計 212' を直接取り付けすることも可能である。なお、図 3 において、図 2 に示した部材と同一の部材には同一の参照符号が付けられている。

10

【0062】

図 3 に示す代替実施形態によれば、循環ライン 104 内を流れる処理液の濃度とタンク液補充部 116 から供給される処理液の濃度とを同時に測定することが可能であるため、処理液の濃度変動に対して迅速に対処することが可能となり、また、精確な濃度制御が可能となる。

【0063】

次に、濃度計 212 を用いて、処理液供給ライン 210 からタンク 102 内に供給される（あるいはドレンライン 216 に廃棄される）処理液の濃度を監視し、かつ制御する方法の他の好適な実施形態について以下に詳細に説明する。

20

【0064】

図 4 に混合弁 208 内の薬液ライン 204 A と希釈液ライン 204 B との合流部分の構成の一例を示す。この例では、希釈液である DIW の直線的な流れに対して、この流れと概ね直角な方向に薬液である HF を注入している。液体（DIW 及び HF）はいずれもポンプにより送られているため、液流れには不可避免的にいくらかの圧力変動が生じる。すなわち、液の流速を定点観測すると、圧力変動と連動して液の流速が（微視的に見ると）変動していることになる。このため、図 4 に模式的に示すような液流れ方向の薬液濃度分布（ハッチング部分が濃い）が生じる。なお、実際には DIW 及び HF の両方に上記の圧力変動があるので、実際の薬液濃度分布はさらに複雑である。

30

【0065】

濃度計 212 は処理液供給ライン 210 を流れる処理液の濃度を、所定のサンプリング周期（例えば 0.1 ~ 0.2 ms 程度）で測定している。上記の液流れ方向の薬液濃度分布に起因して、濃度計 212 の測定値は、例えば図 5 のグラフに示されるように激しく振動する。図 5 のグラフにおいて、縦軸は処理液（HF + DIW）中の HF 濃度であり、横軸は時間経過である。ここでは、HF 濃度の目標値は 0.0023 % であり、この目標値が、グラフ中において実線の水平線で示される。また、HF 濃度の目標値に対する変動の許容範囲は 0.2 % であり、この許容範囲は 2 本の破線の水平線で示される。

【0066】

40

図 5 のグラフに示したような濃度計 212 の測定値の振動は、処理液供給ライン 210 を流れる処理液のタンク 102 への供給可否を判断（濃度監視）する上で、障害となる。また、混合比のフィードバック制御も不安定となる。前述したように検出値の変動は不可避の圧力変動により生じているので、濃度計 212 の測定値が安定して許容範囲内に収まることはないからである。前述した実施形態では、濃度監視及びフィードバック制御を瞬時濃度値または瞬時濃度値の移動平均に基づいて行うこととした。しかしながら、濃度目標値に対して処理液をより精確な濃度で基板に供給する場合には、瞬時濃度値の移動平均を用いた監視及び制御では十分ではなく、更なる改善の余地があった。

【0067】

本実施形態では、微視的な濃度の変動は処理結果に何ら悪影響を及ぼすものではないこ

50

とに着目して、処理液の濃度の平均値（ここでは後述するように積算平均値）に基づいて、混合比のフィードバック制御を行うとともに、処理液のタンク 102 への供給可否を判断することとしている。以下に、判断手順及び当該判断に基づく処理液の供給について図 6 のグラフ及び図 7 のフローチャートを参照して説明する。

【0068】

図 6 のグラフにおいて、縦軸は処理液（HF + DIW）中の HF 濃度であり、横軸は時間経過である。高さ方向中央にある水平な実線 CT が濃度目標値であり、これは図 5 の実線の水平線に対応する。2 本の水平な一点鎖線 C1H, C1L で挟まれた領域が、積算濃度監視開始基準範囲（プラスマイナス 1%）である 2 本の水平な破線 C2H, C2L で挟まれた領域が、濃度許容範囲（タンク 102 に流すことが許されている処理液の濃度範囲）（プラスマイナス 0.2%）であり、これは図 5 の破線の水平線に対応する。なお、図 6 では、濃度計 212 により検出される濃度の変動波形が単純な鋸型であるが、これは図面の簡略化のためであり、実際の濃度変化は図 5 に示したようなものである。

10

【0069】

先にも説明したように、まず、薬液ライン 204A 及び希釈液ライン 204B からそれぞれ混合弁 208 に濃度コントローラ 214 により制御された流量で薬液及び希釈液が流入し、当該流量比に対応する混合比で薬液及び希釈液が混合弁 208 内で混合され、処理液（混合液）の生成が開始される。処理液の生成の開始直後から、生成された処理液（希釈薬液）をドレンライン 216 に流出させる予備捨て操作が行われる。この予備捨て操作の開始時点が、図 6 のグラフにおける時点 T0 に対応し、図 7 のフローチャートにおけるステップ S1 の開始時点に対応する。すなわち、時点 T0 から瞬時濃度（濃度計 212 により測定された処理液の濃度の個々の生データ）の監視が開始される（ステップ S1）。

20

【0070】

図 6 の例では、予備捨て操作開始時点における希釈薬液（HF + DIW = DHF）すなわち処理液の濃度が目標値 CT より高くなっている（もちろん低い場合もありうる）。この条件下で濃度コントローラ 214 による濃度制御が開始されると、希釈液ライン 204B を流れる希釈液の流量が増加してゆき、その結果、希釈薬液の濃度が、目標値 CT に近づいてゆく。このときも、前述した理由により、濃度計 212 により検出される瞬時濃度値は、激しく振動している。

【0071】

瞬時濃度値が水平線 C1H（第 1 上限値に対応）、C1L（第 1 下限値に対応）で挟まれた積算平均監視開始基準範囲に収まったら（図 6 の時点 T1、図 7 のステップ S2 の Yes）、瞬時濃度の積算平均の演算処理及積算平均値の監視が開始される（図 6 の時点 T1、図 7 のステップ S3）。例えば、連続する複数個（例えば 10 個程度）の瞬時濃度値（データ）が積算平均監視開始基準範囲内にあることをもって、あるいは瞬時濃度値が積算平均監視開始基準範囲内に一旦入った後に所定時間の間、積算平均監視開始基準範囲を外れなかったことをもってして、「瞬時濃度が積算平均監視開始基準範囲に収まった」とものと判断することができる。図 6 のグラフの例では、時点 T1 において、連続する 3 つの瞬時濃度値（データ）が積算平均監視開始基準範囲内に収まっている。

30

【0072】

この明細書において用語「積算平均」とは、平均値算出のために最初に（すなわちここでは時点 T1 に）取得したデータ X_1 から最後に取得したデータ X_n までの全てのデータの相加平均（ $(X_1 + X_2 + \dots + X_n) / n$ ）を意味している。従って、時間的に後から算出されたもののほど、より多くのデータの平均値となる。上記の点において、「積算平均」は、平均算出の対象となるデータの数に常に同じであり、かつ、平均算出の対象となるデータ取得期間が徐々に時間的に遅い側にシフトしてゆく「移動平均」とは異なる。

40

【0073】

積算平均値の算出及び算出結果に基づく処理液の供給制御のため、制御装置 4 は、濃度計 212 から送られてくる瞬時濃度データを蓄積するメモリを有している。

【0074】

50

濃度制御が正常に行われていれば、積算平均値は目標値に収束してゆく。積算平均値が2本の水平な破線C A 1, C A 2で挟まれた濃度許容範囲内に収まったら(図6の時点T 2、図7のステップS 4のY e s)、制御装置4は、開閉弁2 1 6 Vを閉じ、開閉弁2 1 0 Vを開く。これにより、処理液(希釈薬液)の予備捨てが終了し、処理液供給ライン2 1 0からタンク1 0 2内への処理液(希釈薬液)の供給が開始される(図7のステップS 5)。例えば連続する複数個(n)(例えば1 0個程度)の積算平均値が濃度許容範囲内にあることをもってして、あるいは、積算平均値が濃度許容範囲内に一旦入った後に所定時間(t)積算平均許容範囲から外れないことをもってして、「積算平均値が濃度許容範囲内に収まった」ものと判断することができる。

【0 0 7 5】

10

タンク1 0 2内への処理液の供給が開始されると同時に(時点T 2)、制御装置4は、新しい積算平均値の算出を開始する。ここで図8を参照して、新しい積算平均値の算出方法について説明する。図8において、時点T 2では1 0 0番目の瞬時濃度データが取得され、時点T 2における(古い)積算平均値は $(X_1 + X_2 + \dots + X_{100}) / 100$ である。新しい積算平均値を式 $(X_{100} + X_{101} + \dots + X_N) / (N - 100 + 1)$ により算出することも可能ではあるが、このようにすると、時点T 2の直後の短時間に得られる新しい積算平均値が激しく振動する可能性が高く、これを判断基準として用いることは、判断の安定性上好ましくない。

【0 0 7 6】

そこで、本実施形態では、新しい積算平均値の算定を、時点T 2から所定時間だけ遡った時点T 2'に取得された瞬時濃度データ、ここでは瞬時濃度データ X_{96} を、新しい積算平均値を算出するための最初の瞬時濃度データとする。すなわち、新しい積算平均値は式 $(X_{96} + X_{97} + \dots + X_N) / (N - 100 + 5)$ に基づいて算出する。すなわち、制御装置4は、時点T 2の後に算出される積算平均値の算出に用いられる瞬時濃度のデータから、時点T 2より前に取得された瞬時濃度のデータの一部(時点T 1から、時点T 2'の直前の時点までに取得したデータ)を除外して引き続き積算平均を計算している、ものと見なすこともできる。なお、時点T 2'においては、連続する複数個(上記nよりも少ない適当な数、例えば5個程度)の積算平均値がすでに濃度許容範囲内にあること、あるいは、積算平均値が濃度許容範囲内に一旦入った後に所定時間(上記tより小さい適当な時間)濃度許容範囲から外れていないことが望ましい。

20

【0 0 7 7】

時点T 2の後、制御装置4は、新しい積算平均値を継続的に監視し、積算平均値が上述した積算平均許容範囲を外れたら(図7のステップS 6のY e s)直ちに、開閉弁2 1 6 Vを開き開閉弁2 1 0 Vを閉じる。これにより、タンク1 0 2内への処理液の供給が停止され、再びドレンライン2 1 6への処理液の予備捨てが行われるようになる(図7のステップS 9)。

【0 0 7 8】

この再度の予備捨ての開始後、ステップS 1に戻ってもよい。このとき、ステップS 2の判断がN oの状態が続くか、あるいはステップS 4の判断がN oの状態が続くのであれば、いずれかの構成機器に異常があるものと推定されるため、制御装置4は予め設定された時間を経過した後にアラームを発生させる。

40

【0 0 7 9】

図7のステップS 6の判断がN oとなっている状態が維持されているのであれば、必要な量の処理液がタンク1 0 2に貯留されるまで、タンク1 0 2への処理液の供給が継続される(図7のステップS 7, S 8)。

【0 0 8 0】

また、瞬時濃度値が水平線C 1 H(第1上限値に対応)、C 1 L(第1下限値に対応)で挟まれた積算平均監視開始基準範囲に収まったら(図6の時点T 1、図7のステップS 2のY e sに対応)、収まった時点から予め定められた時間(例えば1秒)が経過した後に、混合比のフィードバック制御における測定値P Vが、濃度の積算平均値に切り替えら

50

れ、フィードバック制御が目標濃度値（設定値SV）に対する瞬時濃度値の積算平均値の偏差に基づいて行われるようになる。切替前におけるフィードバック制御における測定値PVとしては、例えば瞬時濃度値の移動平均を用いることができる（設定値SVは同じく目標濃度値でよい）。このようにすることにより、安定した制御を行うことができる。また、タンク102内への処理液の供給が開始されると同時に（時点T2）、フィードバック制御における測定値PVが、上述したものと同一新しい積算平均値に切り替えられる。

【0081】

上述のように積算平均を用いて処理液の濃度の制御及び監視を行うことにより、装置の濃度制御の不安定さを回避しつつ、タンク102により精確な濃度の処理液を供給することができる。実際のところ、発明者の試験によれば、タンク102に供給された後に循環ライン104を流れて十分に均質化された後の処理液の濃度を測定したところ、処理液の濃度許容範囲内に入っていた。瞬時濃度値またはその移動平均に基づき混合比の制御及びタンク102への処理液の供給開始の可否を判断することも可能である。しかしながら、処理液供給の可否判断に比較的複雑なロジックを用いることが必要となり、また、判断に長い時間がかかる場合もある。また、制御が不安定となり処理液の濃度が許容範囲内で安定するまでに非常に時間がかかる場合もある。判断及び濃度の安定までに長時間を要すると、液処理装置の稼働効率が低下し、また、予備捨てで捨てられる処理液の量が増えるので経済的ではない。これに対して、積算平均を用いることにより、判断を非常に単純なロジックに基づいて行うことができ、タンク102への処理液の供給開始の可否の判断を短時間で行うことができる。したがって、基板に精確な濃度の処理液を短時間で供給することが

【0082】

次に、タンク102及び循環ライン104を含む循環系内にある処理液を全て入れ替えに際して、タンク102に処理液を貯める前にタンク及び循環ラインを含む循環系をフラッシング液（例えば純水）により洗浄した後に、タンク102に処理液を供給する好適な実施形態について説明する。この場合、ある程度の量のフラッシング液が循環系に不可避免に残留するため、精確な濃度の処理液がタンク102に貯留されるようにすることは一般的に困難である。

【0083】

この実施形態では、1回でタンク102に処理液を満液状態となるまで供給するのではなく、少なくとも2回に分けてタンク102に処理液を供給する。1回目には、タンク102の定格容量の概ね半分の量の処理液を供給する。タンク102への処理液の供給量は、液位計120の検出値に基づいて制御する。図2には詳細に記載していないが、液位計120は、例えば、複数の液位センサ（図示せず）、例えば下限液位LL、低液位L、高液位H、上限液位HHをそれぞれ検出する4つの液位センサを備えて構成されている。高液位Hというのは、タンク102の定格容量の処理液がタンク102内にあるときの液位であり、低液位Lというのは、処理液の消費により当該低液位Lよりも液位が低くなった場合に処理液の補充が求められる液位である。この実施形態では、第1回目の処理液供給により、タンク102に低液位Lまで処理液を供給し、第2回目の処理液供給により高液位Lまで処理液を供給するものとする。

【0084】

第1回目の処理液供給にあたって、まず、タンク102に貯留すべき処理液の目標濃度を濃度コントローラ214の制御目標値としてセットする。この制御目標値としての濃度は、タンク102に貯留すべき処理液の目標濃度と完全に等しくてもよいが、フラッシングの後に循環系に残留しているフラッシング液（ここでは希釈液と同じ純水）の量を考慮してタンク102に貯留すべき処理液の濃度よりもやや高い濃度に設定してもよい。この状態で、図7のフローチャートに記載したステップS1～S8の手順を実行する。ステップS5でタンク102に処理液の供給を開始した後、タンク102内にある程度の処理液が溜まったら（例えば下限液位LLを超えたら）、ポンプ106を動作させ、循環ライン104内に処理液を循環させる。ステップS7における「処理液を必要量タンクに供給し

た？」は、「タンク１０２内の処理液の液位が低液位Ｌとなった？」と読み替えればよい。

【００８５】

ステップＳ１の予備捨て操作を行う際に、希釈液ライン２０４Ｂに希釈液を流し始めてから所定の遅れ時間の経過後に、薬液ライン２０４Ａに薬液を流し始めることが好ましい。遅れ時間の間に、例えば濃度計２１２の健全性確認を行うことができる。

【００８６】

第１回目の処理液供給のステップＳ８が終了したら、開閉機能を利用して可変絞り弁２０８Ａ、２０８Ｂを閉じ、開閉弁２２０Ｖを開き、取出ライン２２０を介して循環ライン１０４内を流れている処理液を処理液供給ライン２１０に流し、濃度計２１２によりタンク１０２及び循環ライン１０４を含む循環系内にある処理液の濃度を測定する（図２の構成が採用されている場合）。測定終了後、適当なタイミングで、開閉機能を利用して可変絞り弁２０８Ａ、２０８Ｂを開き、開閉弁２２０Ｖを閉じる。

10

【００８７】

濃度測定結果に基づいて、第２回目の処理液供給のための濃度コントローラ２１４の制御目標値を決定する。すなわち、測定された濃度がタンク１０２に貯留すべき処理液の目標濃度よりも低い（高い）のであれば、当該目標濃度よりも高い（低い）濃度を濃度コントローラ２１４の制御目標値としてセットする。濃度目標値の設定は、現時点で循環系に存在している処理液の量と、第２回目の処理液供給により供給される処理液の比率が既知であるので、容易に算出することができる。この制御目標値の演算は、制御装置４に格納された演算プログラムにより実行することができる。

20

【００８８】

図７のフローチャートに記載したステップＳ１～Ｓ８の手順を再び実行する。遅くともステップＳ５の開始時点では循環ライン１０４内に処理液が循環していることが好ましい。ステップＳ７における「処理液を必要量タンクに供給した？」は、「タンク１０２内の処理液の液位が高液位Ｌとなった？」と読み替えればよい。

【００８９】

第２回目の処理液供給が終了したら、第１回目の処理液供給後と同様にして、濃度計２１２によりタンク１０２及び循環ライン１０４を含む循環系内にある処理液の濃度を測定する。測定された濃度が目標濃度に対する許容範囲内に入っていれば、タンク１０２への処理液の供給操作が完了する。その後、任意の時期に、処理液を処理ユニット１６に供給して基板の処理を行うことができる。

30

【００９０】

例えば、フラッシングの後に循環系に残留しているフラッシング液の量が予想よりかなり多く、このため、第１回目の処理液供給後に測定された循環系内の処理液の濃度が、目標濃度より大幅に低い場合が考えられる。この場合、第２回目の処理液供給において供給する処理液の濃度（制御目標値）を大幅に高くし、２回目の処理液供給後における循環系内の処理液の濃度を目標濃度に対する許容範囲内に入れることも考えられる。

【００９１】

しかしながら、目標濃度から大きく外れた処理液を生成しようとすることは、濃度制御精度の観点から好ましくない。従って、制御目標値の許容範囲（上限値及び下限値）を設け、第２回目（３回目以降も）の処理液供給時における濃度コントローラ２１４の制御目標値を許容範囲内で設定する。そうすると、第２回目の処理液供給が終了した後においてもなお、循環系内にある処理液の濃度目標濃度に対する許容範囲内に入らないこともある。

40

【００９２】

この場合、第２回目の処理液供給の完了後に、開閉弁１１８Ｖを開き、タンク１０２から所定量の処理液を排出し（例えばタンク１０２内の液位が低液位Ｌになるまで排出する）、その後、第３回目の処理液供給を行う。

【００９３】

50

第2回目の処理液供給後の循環系内の処理液の濃度測定を行った後、第2回目と同様にして第3回目の処理液供給のための濃度コントローラ214の制御目標値を決定し、図7のフローチャートに記載したステップS1～S8の手順を再び実行する。液処理装置の運転効率を向上させる観点から、ステップS5までの手順を、第2回目の処理液供給後のタンク102からの処理液の排出と並行して行うことが好ましい。なお、第3回目の処理液供給が終了した後においてもなお、循環系内にある処理液の濃度目標濃度に対する許容範囲内に入らないときには、第3回目と同様の手順により、第4回目あるいはさらにそれ以降の処理液供給を行ってもよい。

【0094】

図2及び図3に示す実施形態において、図9に示すように、混合弁208の下流側に、
(詳細には薬液ライン204A及び希釈液ライン204Bの合流点と処理液供給ライン210への濃度計212の接続点との間の位置に、少なくとも1つのインラインミキサ241, 242を設けることが好ましい。少なくとも1つのインラインミキサは、(通常の)スタティックミキサ241と、時間差式ミキサ242との組み合わせとすることができる。好ましくはスタティックミキサ241が上流側に設けられ、時間分割式ミキサ242は下流側に設けられる。ここで「時間差式ミキサ」という用語は、ミキサ内に流入してきた流体を流路長の異なる複数の流路に分岐させて流してその後再び合流させる形式のものを意味する。「(通常の)スタティックミキサ」という用語は、上記の「時間差式ミキサ」の構成を有していないもので、ミキサ内に流入してきた流体を分割、転換、反転させる形式のものを意味する。スタティックミキサは管断面方向の濃度均一性に優れた混合を実現しやすい傾向にあり、時間分割式ミキサは管軸線方向の濃度均一性に優れた混合を実現しやすい傾向にある。このような長所を有するミキサを組み合わせることにより、管断面方向及び管軸線方向の濃度均一性の高い希釈薬液を生成することができる。このようなインラインミキサを設けることにより、図5及び図6に示したような濃度計212の検出値の振動が緩和され、処理液の供給可否の判断をより速い時点で行うことができる。

【0095】

以上、本発明の好適な実施形態について説明してきたが、本発明は上記の実施形態に限定されるものではない。

【0096】

上記の実施形態では、タンク液供給部116が、循環ライン104を介して処理ユニット16に接続されたタンク102に処理液を供給している(すなわち処理液生成機構(206A, 206B, 208)が生成した処理液の供給目的場所がタンク102である)が、これには限定されない。例えば、図10に示すように、タンク液供給部116と同一構成の処理液供給部116'が、タンクを介さずに処理ユニット16に処理液を供給してもよい。図10の実施形態では、処理液供給ライン210の接続領域110'に分岐ライン112を介して一つまたは複数の処理ユニット16が接続されている。処理液供給部116'による処理液の供給手順は、タンク液供給部116による処理液の供給手順と同じである。すなわち、例えば図7のフローチャートに記載された手順が実行され、ステップS4における判断結果がYesとなったら、開閉弁216Vを閉じて開閉弁210Vを開くことにより、ドレンライン216を介した予備捨て操作を終了して処理ユニット16への処理液の供給を開始する。これらの複数の処理ユニット16に順次基板を投入し、基板に処理液を供給するときには、各処理ユニット16の処理スケジュールに応じて、開閉弁112Vを開くことにより対応する処理ユニット16に処理液を供給する。この場合、例えば、接続領域110'内の圧力の安定化のため、接続領域110'より下流側の処理液供給ライン210の末端部分210'にリリーフ弁300を設けてもよい。予備捨て操作は、接続領域110'より下流側の処理液供給ライン210の末端部分210'を介して行ってもよいが(この場合、図10に示したリリーフ弁300は設けないか、末端部分210'から分岐するドレンラインを設ける)、本実施形態のように供給目的場所よりも上流側にあるドレンライン216を介して行うことにより、予備捨てする処理液の量を減らすことができ、短時間で基板に処理液を供給することができる。

【 0 0 9 7 】

また例えば、濃度計 2 1 2 が設けられている位置よりも上流側に設けられるデバイス（すなわち処理液生成機構を構成するデバイス）は、図 2 及び図 3 に示した定圧弁と可変絞り弁の組合せに限定されるものではなく、濃度計 2 1 2 の検出値に基づいて所望の精度で濃度調節を行うことができるものであれば、任意である。例えば、定圧弁と可変絞り弁の組合せに代えて、L F C 等の流量制御器を設けてもよい。

【 0 0 9 8 】

また例えば、定圧弁と可変絞り弁の組合せにおいて、定圧弁の設定を固定して（二次側圧力を変化させない）、可変絞り弁の開度調節により、混合部に流れ込む原料液の流れを制御してもよい。

10

【 0 0 9 9 】

また例えば、大流量の原料液（D I W）の流れを調節することに代えて、小流量の原料液（H F）の流れを調節することにより、処理液の濃度を調節してもよい。

【 0 1 0 0 】

上記の実施形態において、処理ユニット 1 6 で処理される基板は、半導体ウエハ、L C D 用のガラス基板、セラミック基板等、半導体装置製造の技術分野で用いられる任意の基板とすることができる。

【 符号の説明 】

【 0 1 0 1 】

4 制御装置

20

1 6 液処理部（処理ユニット）

1 0 2 タンク

1 0 4 循環ライン

1 1 2 分岐ライン

2 0 6 A , 2 0 6 B 定圧弁（処理液生成機構）

2 0 8 混合弁（処理液生成機構）

2 1 0 処理液供給ライン

2 1 0 V , 2 1 6 V 切替機構

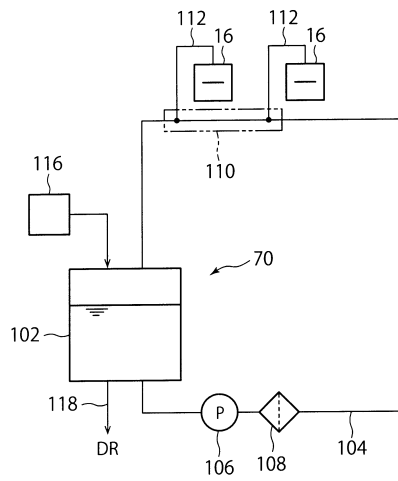
2 1 2 濃度測定装置

2 1 2 , 2 1 2 ' 濃度測定装置（第 1 濃度測定部、第 2 濃度測定部）

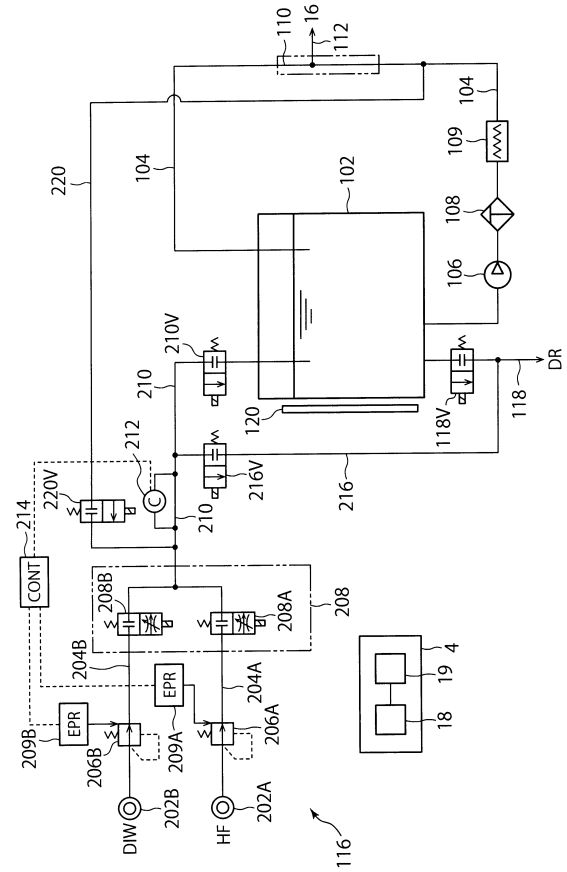
30

2 1 6 ドレンライン

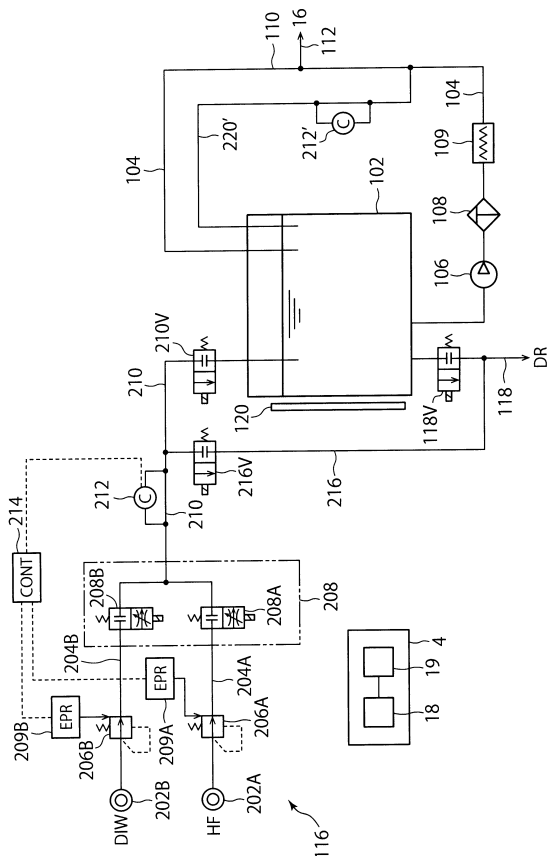
【図 1】



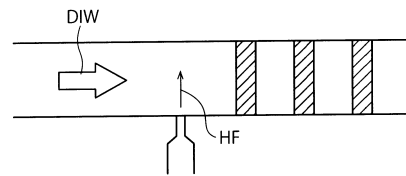
【図 2】



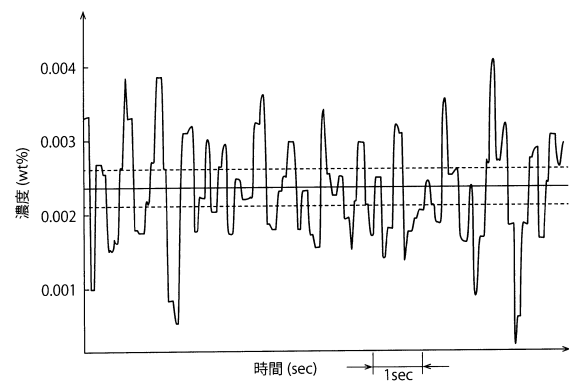
【図 3】



【図 4】



【図 5】



フロントページの続き

- (72)発明者 信 國 力
東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i zタワー 東京エレクトロン株式会社内
- (72)発明者 佐 竹 圭 吾
東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i zタワー 東京エレクトロン株式会社内
- (72)発明者 穴 本 篤 史
東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i zタワー 東京エレクトロン株式会社内

審査官 棚田 一也

- (56)参考文献 特開2010-232520(JP,A)
特開2013-071034(JP,A)
特開2003-158111(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- | | |
|------|--------|
| H01L | 21/304 |
| B01F | 15/02 |
| B01F | 15/04 |
| H01L | 21/306 |