



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101479402 B

(45) 授权公告日 2011.05.18

(21) 申请号 200780024242.2

池田信一

(22) 申请日 2007.06.13

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司 72001

(30) 优先权数据

代理人 温大鹏

177113/2006 2006.06.27 JP

(85) PCT申请进入国家阶段日

(51) Int. Cl.

2008.12.26

C23C 16/455(2006.01)

H01L 21/205(2006.01)

(86) PCT申请的申请数据

PCT/JP2007/000628 2007.06.13

(87) PCT申请的公布数据

W02008/001483 JA 2008.01.03

(73) 专利权人 株式会社富士金

地址 日本大阪府

(72) 发明人 平田薰 永濑正明 日高敦志

松本笃咨 土肥亮介 西野功二

(56) 对比文件

CN 1458669 A, 2003.11.26, 全文.

JP 平 3-97692 A, 1991.04.23, 全文.

JP 平 2-255595 A, 1990.10.16, 全文.

JP 平 3-97693 A, 1991.04.23, 全文.

审查员 周文娟

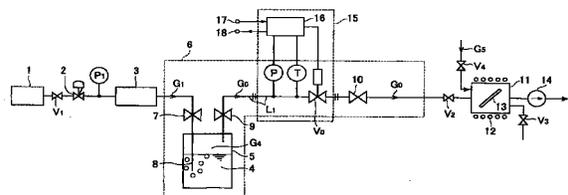
权利要求书 1 页 说明书 9 页 附图 9 页

(54) 发明名称

原料的气化供给装置以及用于其的自动压力调节装置

(57) 摘要

实现基于 MOCVD 法的用于半导体制造的原料气化供给装置的构造的简易化和小型化,并且高精度地控制原料向加工室的供给量,从而实现半导体的品质的稳定化和品质的提升。本发明的原料气体供给装置,具有:原料容器,贮留原料;流量控制装置,将来自载流气体供给源的一定流量的载流气体(G<sub>1</sub>)一边调整流量一边向上述原料容器的原料中供给;1次配管路,导出积存在原料容器的上部空间中的原料的蒸气(G<sub>4</sub>)与载流气体(G<sub>1</sub>)的混合气体(G<sub>0</sub>);自动压力调节装置,基于上述1次配管路的混合气体(G<sub>0</sub>)的压力以及温度的检测值来调节夹设在1次配管路的末端上的控制阀的开度,调节混合气体(G<sub>0</sub>)所流通的通路截面积,从而保持原料容器内的混合气体(G<sub>0</sub>)的压力为恒定值;恒温加热部,将上述原料容器以及自动压力调节装置的除了运算控制部的部分加热至设定温度,一边控制原料容器内的内压为期望的压力一边向加工室供给混合气体(G<sub>0</sub>)。



1. 一种原料的气化供给装置,其特征在于,具有:原料容器,贮留原料;流量控制装置,将来自载流气体供给源的一定流量的载流气体  $G_1$  一边进行流量调整一边向上述原料容器的原料中供给;1次配管路,导出积存在原料容器的上部空间中的原料的蒸气  $G_4$  与载流气体  $G_1$  的混合气体  $G_0$ ;自动压力调节装置,基于上述1次配管路的混合气体  $G_0$  的压力以及温度的检测值来调节夹设在1次配管路的末端上的控制阀的开度,调节混合气体  $G_0$  所流通的通路截面积,从而将原料容器内的混合气体  $G_0$  的压力保持为恒定值;恒温加热部,将上述原料容器以及自动压力调节装置的除了运算控制部之外的部分加热至设定温度;将原料容器内的内压控制为期望的压力,同时向加工室供给混合气体  $G_0$ 。

2. 如权利要求1所述的原料的气化供给装置,其特征在于,基于恒温加热部的加热温度的最高值为  $150^{\circ}\text{C}$ 。

3. 如权利要求1所述的原料的气化供给装置,其特征在于,令自动压力调节装置的控制阀为压电元件驱动型的常闭型金属膜片阀,并且令推压该金属膜片阀的膜片阀体的膜片推压部件为殷钢制。

4. 一种原料容器内压的自动压力调节装置,用于原料的气化供给装置,其特征在于,具有:压力检测器P,夹设在供给由原料气化供给装置的原料容器导出的载流气体  $G_1$  与原料的蒸气  $G_4$  的混合气体  $G_0$  的1次配管路上,检测混合气体  $G_0$  的内压;温度检测器T,检测混合气体  $G_0$  的温度;压电元件驱动金属膜片型控制阀,与1次配管路的末端直接连结;运算控制部,基于上述温度检测器T的检测值而进行上述压力检测器P的检测值的温度修正,计算混合气体  $G_0$  的压力,并且将预先设定的压力与上述计算压力进行对比,而输出向两者的差减小的方向开闭控制控制阀的控制信号Pd;加热器,加热上述压力检测器、温度检测器以及控制阀的阀体至既定温度;将原料容器内的混合气体的内压保持为既定值,从而高精度地控制原料的供给流量。

5. 如权利要求4所述的原料容器内压的自动压力调节装置,其特征在于,运算控制部构成为具有:对检测压力信号  $P_0$  进行温度修正而计算检测压力信号  $P_t$  的温度修正电路;设定输入信号  $P_s$  以及控制压力输出信号  $P_{ot}$  的输入输出电路;基准温度下的检测压力信号  $P_t$  与基准温度下的设定输入信号  $P_s$  的比较电路;输出使上述检测压力信号  $P_t$  与设定输入信号  $P_s$  的差信号变为零的方向的控制信号Pd的输出电路。

6. 如权利要求4所述的原料容器内压的自动压力调节装置,其特征在于,使阀体的最高加热温度为  $150^{\circ}\text{C}$ ,并且使控制阀的膜片推压件为殷钢制。

7. 如权利要求4所述的原料容器内压的自动压力调节装置,其特征在于,令控制阀为常闭型的控制阀,该常闭型的控制阀,壳体本体为设有多个开孔的开孔机壳,并且在压电元件驱动部的非动作时借助盘簧的弹性力经由膜片推压件而向下方推压膜片阀体而使膜片阀体与阀座抵接,此外在压电元件驱动部的动作时,借助压电元件的伸长而克服盘簧的弹性力而向上方提升膜片推压件,从而使膜片阀体从阀座离座。

8. 如权利要求4所述的原料容器内压的自动压力调节装置,其特征在于,在控制阀的膜片推压件和膜片的上表面侧的任意一方或者双方上进行镀银,防止由膜片推压件与膜片之间的滑动导致的烧结。

## 原料的气化供给装置以及用于其的自动压力调节装置

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种半导体制造装置的原料气化供给装置,基于所谓有机金属气相沉积法(以下,称为MOCVD法)而在基板上形成薄膜,特别是涉及一种原料的气化供给装置和用于其的自动压力调节装置,该原料的气化供给装置,高精度地控制原料容器内的内压,从而原料蒸气和载流气体的混合比一定,并且向加工室供给正确地控制流量为设定流量的混合气体,从而能够高效率地制造高品质的半导体。

### 背景技术

[0002] 在基于MOCVD法而形成原料的外延薄膜这样的半导体制造中,以往大多采用以下方法,如图9所示,向贮留在原料容器5中的原料4内导入 $H_2$ 等的载流气体 $G_1$ ,利用发泡来搅拌液态的原料4并且使原料4与载流气体 $G_1$ 接触而促进既定温度的原料4的饱和蒸气 $G_4$ 的生成,将该原料4的饱和蒸气 $G_4$ 与载流气体 $G_1$ 的混合气体 $G_0$ 导入至加工室11内。此外,在上述图9中,在原料容器5内贮留液体状原料(例如,有机金属化合物)4,但还广泛采用以下方法:在原料容器5内,填充使原料载持在多孔性的载持材料上而成的固体原料4,使用由该固体原料4升华的气体(原料的饱和蒸气 $G_4$ )。

[0003] 此外,在图9中, $G_1$ 是载流气体, $G_4$ 是原料的饱和蒸气, $G_0$ 是混合气体,1是氢等的载流气体源(容器),2是减压装置,3是质量流量控制装置,4是原料,5是原料容器,6是恒温槽,7是入口阀,8是导入管,9是出口阀,10是阀,11是加工室(结晶成长炉)。12是加热器,13是基板,14是真空泵。

[0004] 但是,在该图9的装置中,通过使恒温槽6的温度即原料4的饱和蒸气 $G_4$ 的压力控制与载流气体 $G_1$ 的流量控制重叠的方式,来控制向加工室11的作为外延原料的原料4的供给量,因此很难高精度地控制两种气体 $G_1$ 与 $G_4$ 的混合比及混合气体 $G_0$ 的供给流量。其结果,存在对于膜厚及膜组成容易产生偏差、制造的半导体的特性不稳定、不一致的难点。

[0005] 此外,在图9所示的构成的原料气化供给装置中,总是将原料容器5内的原料的饱和蒸气 $G_4$ 的压力保持为一定的设定值是为了实现混合气体 $G_0$ 的高精度的流量控制所必须的条件。但是,在以往的气化供给装置中,在向加工室11的混合气体供给系统中,仅仅设置有阀9、10而完全没有进行对于这些方面的考虑。其结果,混合气体 $G_0$ 的供给量的高精度的控制变得非常困难。

[0006] 因此,如图10所示,开发出下述控制方式并用于实际应用:完全地分离原料的饱和蒸气 $G_4$ 的供给系统和载流气体 $G_1$ 的供给系统,分别独立地进行原料的饱和蒸气 $G_4$ 的供给量的控制和载流气体 $G_1$ 的供给量的控制的原料供给量的控制方式。此外,图10中3a、3b是流量控制装置,12是加热器,17是空气式恒温槽,18是混合部。

[0007] 但是,该图10的控制方式中,由于使用多台质量流量控制器3a、3b,所以流量控制系统为两个系统,气化供给装置复杂且大型化,并且在混合部18中的载流气体 $G_1$ 与蒸气 $G_4$ 的均一的混合变得十分困难,其结果,在制造的半导体的特性的稳定性方面,认为与前者的图9的气化供给装置的情况相比没有显著的不同。

[0008] 进而,在近年的这种的原料气化供给装置中,为了实现气化供给装置的更加小型化和原料供给量的增大,而强烈期望提高原料的饱和蒸气  $G_4$  的压力,且能够更高精度地控制载流气体  $G_1$  与原料的饱和蒸气  $G_4$  的混合比及其供给量。

[0009] 但是,上述图 9 以及图 10 的原料的气化供给装置中,存在难以实现对于气化供给装置的小型化及蒸气供给量的增加、混合比及混合气体供给量的高精度控制的要求的问题。

[0010] 【专利文献 1】日本专利第 2611008 号公报

[0011] 【专利文献 2】日本专利第 2611009 号公报

[0012] 【专利文献 3】日本实用新案登录第 2600383 号公报

## 发明内容

[0013] 本发明要解决以往的 MOCVD 法中使用的原料的气化供给装置中的上述的问题,即不能够并行地同时地实现气化供给装置的小型化、原料的供给量的增大、原料的混合比及混合气体的供给量控制的高精度化的问题,提供一种原料的气化供给装置和用于该原料的气化供给装置的自动压力调节装置,以以往的发泡方式及固体原料方式的原料气化供给装置作为基础,实现混合气体系统的高温化,并且自动地将该原料容器的内压力总是保持为设定压力值,从而能够并行地同时地实现原料的供给量的增大、混合比以及混合气体供给量的控制的高精度化、以及气化供给装置的小型化。

[0014] 本发明者等,对上述图 9 的现有的发泡方式的气化供给装置反复进行探究,并且以发泡方式及固体燃料方式的原料气化供给装置为基础,就原料容器等的加热温度与原料 4 的蒸气压以及蒸气发生量的关系、加热温度与混合气体的混合比的关系、加热温度与混合气体  $G_0$  的供给量的控制精度的关系、原料容器内的内压变动与混合气体  $G_0$  的供给量的控制精度的关系等,反复进行各种的调查以及试验,由这些调查以及试验的结果得知,在以往的原料气化供给装置中,混合气体  $G_0$  的供给量由原料容器的温度以及压力和载流气体  $G_1$  的流量来决定,其中控制原料容器的内压的变动而将其保持为既定值这对于混合气体  $G_0$  的供给量的增大以及其流量控制的高精度化而言是不可缺少的条件,并且本发明者认为通过在向加工室的混合气体  $G_0$  的供给管线上设置实施高温对策的原料容器内压的自动调节装置,能够实现上述本发明的课题。

[0015] 本发明是基于本发明者的上述认知而作出的,本发明的基本构成是技术方案 1 的发明,具有:原料容器,贮留原料;流量控制装置,将来自载流气体供给源的一定流量的载流气体  $G_1$  一边进行流量调整一边向上述原料容器的原料中供给;1 次配管路,导出积存在原料容器的上部空间中的原料的饱和蒸气  $G_4$  与载流气体  $G_1$  的混合气体  $G_0$ ;自动压力调节装置,基于上述 1 次配管路的混合气体  $G_0$  的压力以及温度的检测值来调节夹设在 1 次配管路的末端上的控制阀的开度,调节混合气体  $G_0$  所流通的通路截面积,从而将原料容器内的混合气体  $G_0$  的压力保持为恒定值;恒温加热部,将上述原料容器以及自动压力调节装置的除了运算控制部之外的部分加热至设定温度,将原料容器内的内压控制为期望的压力,同时向加工室供给混合气体  $G_0$ 。

[0016] 技术方案 2 的发明在技术方案 1 的发明中,基于恒温加热部的加热温度的最高值为  $150^{\circ}\text{C}$ 。

[0017] 技术方案 3 的发明在技术方案 1 的发明中,令自动压力调节装置的控制阀为压电元件驱动型的常闭型金属膜片阀,并且令推压该金属膜片阀的膜片阀体的膜片推压部件为殷钢 (36% Ni-Fe) 制。

[0018] 本发明的基本构成是技术方案 4 的发明,具有:压力检测器 P,夹设在供给从原料气化供给装置的原料容器导出的原料的饱和蒸气  $G_4$  与载流气体  $G_1$  的混合气体  $G_0$  的 1 次配管路上,检测混合气体  $G_0$  的内压;温度检测器 T,检测混合气体  $G_0$  的温度;压电元件驱动金属膜片型控制阀,与 1 次配管路的末端直接连结;运算控制部,基于上述温度检测器 T 的检测值而进行上述压力检测器 P 的检测值的温度修正,运算混合气体  $G_0$  的压力,并且将预先设定的压力与上述运算压力进行对比,而输出向两者的差减小的方向开闭控制控制阀的控制信号 Pd;加热器,加热上述压力检测器、温度检测器以及控制阀的阀体至既定温度,将原料容器内的混合气体的内压保持为既定值,从而高精度地控制原料的供给流量。

[0019] 技术方案 5 的发明在技术方案 4 的发明中,运算控制部构成为具有:对检测压力信号  $P_0$  进行温度修正而计算检测压力信号  $P_t$  的温度修正电路;设定输入信号  $P_s$  以及控制压力输出信号  $P_{ot}$  的输入输出电路;检测压力信号  $P_t$  与设定输入信号  $P_s$  的比较电路;输出使上述检测压力信号  $P_t$  与设定输入信号  $P_s$  的差信号变为零的方向的控制信号 Pd 的输出电路。

[0020] 技术方案 6 的发明在技术方案 4 的发明中,使阀体的最高加热温度为  $150^{\circ}\text{C}$ ,并且使控制阀的膜片推压件为殷钢 (36% Ni-Fe) 制。

[0021] 技术方案 7 的发明在技术方案 4 的发明中,令控制阀为常闭型的控制阀,该常闭型的控制阀中,壳体本体为设有多个开孔的开孔机壳,并且在压电元件驱动部的非动作时借助盘簧的弹性力而经由膜片推压件向下方推压膜片阀体而使其与阀座抵接,此外在压电元件驱动部的动作时,借助压电元件的伸长而克服盘簧的弹性力而向上方提升膜片推压件,从而使膜片阀体从阀座离座。

[0022] 技术方案 8 的发明在技术方案 4 的发明中,在膜片推压件和膜片的上表面侧的任意一方或者双方上进行镀银,防止由膜片推压件与膜片之间的滑动导致的烧结。

[0023] 在本技术方案 1 的发明中,构成为借助质量流量控制装置 3 将向原料容器 5 的载流气体  $G_1$  的流入流量高精度地控制为既定的流量,并且将原料容器等高温加热到最高  $150^{\circ}\text{C}$  的温度,从而促进原料容器内的原料的蒸发,进而借助自动压力调节装置将原料容器 5 内的载流气体  $G_1$  和原料的饱和蒸气  $G_4$  的混合物的压力高精度地控制为既定值,因此,使向加工室 11 内流入的混合气体  $G_0$  的流量以及混合气体  $G_0$  内的载流气体  $G_1$  和原料的饱和蒸气  $G_4$  的混合比总是保持为一定,总是稳定地向加工室供给期望量的原料 4。其结果为,能够大幅提升制造的半导体制品的品质和减少不良品。

[0024] 此外,在本技术方案 4 的自动压力调节装置中,构成为采用压电元件驱动型的金属膜片型控制阀,以该控制阀  $V_0$  的一次侧的压力检测值为基准而进行控制阀的开闭控制,并且加热阀本体到最高  $150^{\circ}\text{C}$  的高温,同时使膜片推压件为殷钢。其结果为,即便控制的原料容器内的混合气体的温度上升到最高  $150^{\circ}\text{C}$ ,也能够以极高的精度将原料容器内的混合气体压控制为既定值,由此,能够高精度地控制向加工室供给的混合气体  $G_0$  的流量、以及构成混合气体  $G_0$  的载流气体  $G_1$  与有机化合物的饱和蒸气  $G_4$  的混合比,大幅地向上提升半导体制品的品质的稳定性。

## 附图说明

[0025] 图 1 是表示本发明的原料的气化供给装置的要部的构成系统图。

[0026] 图 2 是原料容器内压的自动压力控制装置的构成框图。

[0027] 图 3 是控制阀  $V_0$  的截面概要图和切断了一部分的右侧面概要图。

[0028] 图 4 是图 3 的控制阀  $V_0$  的流量特性试验的实施说明图。

[0029] 图 5 是表示控制阀  $V_0$  的体温度发生变化时的压电电压与  $N_2$  流量的关系的线图, 图 5(a) 表示膜片推压件为殷钢 (36% Ni-Fe) 材料时的、图 5(b) 表示膜片推压件为 SUS316 材料时的、图 5(c) 表示膜片推压件为 VESPEL 树脂 (SP-1) 材料时的线图。

[0030] 图 6 是表示形成图 3 的控制阀  $V_0$  中的膜片推压件的材料的膨胀系数 (1/K) 与温度变化时的行程尺寸的变化量的关系的线图。

[0031] 图 7 是本发明的原料的气化供给装置的响应特性试验的实施说明图。

[0032] 图 8 是表示根据图 7 进行的响应特性试验的结果的一例的图, (a)、(b) 分别是表示控制容量 300cc ( $N_2$  流量 150SCCM) 时的响应特性、控制容量 530cc ( $N_2$  流量 150SCCM) 时的响应特性的图。

[0033] 图 9 是表示采用以往的 MOCVD 法的发泡方式的原料的气化供给装置的一例的说明图。

[0034] 图 10 是表示采用以往的 MOCVD 法的其他的气化供给装置的图, 是构成为分别计测载流气体和原料的流量之后进行混合供给的装置的说明图。

[0035] 附图标记说明

[0036] 1 载流气体

[0037] 2 减压装置

[0038] 3 质量流量控制装置

[0039] 4 原料

[0040] 5 原料容器 (容器)

[0041] 6 高温加热部

[0042] 7 入口阀

[0043] 8 导入管

[0044] 9 出口阀

[0045] 10 阀

[0046] 11 加工室 (结晶成长炉)

[0047] 12 加热器

[0048] 13 基板

[0049] 14 真空泵

[0050] 15 原料容器用自动压力调节装置

[0051] 16 运算控制部

[0052] 16a 温度修正电路

[0053] 16b 比较电路

[0054] 16c 输出输入电路

- [0055] 16d 输出电路
- [0056] 17 输入信号端子（设定输入信号）
- [0057] 18 输出信号端子（压力输出信号）
- [0058] G<sub>1</sub> 载流气体
- [0059] G<sub>4</sub> 原料的饱和蒸气
- [0060] G<sub>0</sub> 混合气体
- [0061] G<sub>5</sub> 薄膜形成用气体
- [0062] L<sub>1</sub> 一次配管路
- [0063] PG<sub>1</sub> 压力计
- [0064] P 压力检测器
- [0065] T 温度检测器
- [0066] Po 检测压力信号
- [0067] To 检测温度信号
- [0068] V<sub>0</sub> 控制阀
- [0069] V<sub>1</sub> ~ V<sub>4</sub> 阀
- [0070] Ps 设定压力的输入信号
- [0071] Pt 温度修正后的检测压力信号
- [0072] Pd 控制阀控制信号
- [0073] Pot 控制压力的输出信号（混合气体 G<sub>0</sub> 的温度修正后的压力检测信号）
- [0074] 19 阀体
- [0075] 19a 固定部件
- [0076] 20 压电元件驱动部
- [0077] 21 促动箱
- [0078] 21a 膜片推压件
- [0079] 22 盘簧
- [0080] 23 压力传感器
- [0081] 24 膜片阀体
- [0082] 25 阀座
- [0083] 26 流体通路
- [0084] 27 壳体本体（机壳）
- [0085] 28 垫圈
- [0086] 29 垫圈
- [0087] 30 热敏电阻
- [0088] 31 筒式加热器

### 具体实施方式

[0089] 以下，参照附图说明本发明的实施方式。

[0090] 图 1 是表示本发明的原料的气化供给装置的要部的构成系统图，图 1 中，1 是载流气体供给源，2 是减压装置，3 是质量流量控制装置，4 是原料（Al(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 等的液状原料或

Pb(dpm)<sub>2</sub> 等的载持升华型的固体原料), 5 是原料容器, 6 是高温加热部, 7、9、10 是阀, 8 是导入管, 11 是加工室, 14 是真空泵, 15 是原料容器内的自动压力调节装置, 16 是运算控制部, 17 是设定压力信号的输入端子, 18 是检测压力信号的输出端子, G<sub>1</sub> 是 H<sub>2</sub> 等的载流气体, G<sub>4</sub> 是原料的饱和蒸气, G<sub>0</sub> 是载流气体 G<sub>1</sub> 和原料蒸气 G<sub>4</sub> 的混合气体, P 是混合气体 G<sub>0</sub> 的压力检测器, T 是混合气体 G<sub>0</sub> 的温度检测器, V<sub>0</sub> 是压电元件驱动型的控制阀, G<sub>5</sub> 是用于与混合气体 G<sub>0</sub> 内的原料 (例如, Al(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub> 等) 结合而在基板 13 上形成结晶薄膜的其他原料气体 (PH<sub>3</sub> 等)。

[0091] 上述图 1 所示的原料气化供给装置中的源气体供给部以及加工室部, 除了源气体供给部的加热温度被设定为约 150 度的比较高的温度之外, 其他的与以往的图 9 所示的装置的情况大致相同。因此, 在此省略这些的详细说明。

[0092] 上述自动压力调节装置 15, 被设置在来自原料容器 5 的混合气体 G<sub>0</sub> 的出口侧附近, 用于将原料容器 5 内的混合气体 G<sub>0</sub> 的压力自动调节为既定设定值。即, 在流入侧的一次配管 L<sub>1</sub> 中, 检测混合气体 G<sub>0</sub> 的压力 P<sub>0</sub> 以及温度 T<sub>0</sub>, 并且使用该检测压力 P<sub>0</sub> 以及温度 T<sub>0</sub> 而在运算控制部 16 中进行温度修正, 从而进行修正为现实的高温混合气体 G<sub>0</sub> 的压力的运算, 进而, 将该运算的混合气体 G<sub>0</sub> 的压力值与来自设定输入端子 17 的设定压力值进行对比, 向两者的偏差变为零的方向控制控制阀 V<sub>0</sub> 的开闭。

[0093] 图 2 是表示上述自动压力调节装置 15 的构成的框图, 该运算控制部 16 包括温度修正电路 16a、比较电路 16b、输出输入电路 16c 以及输出电路 16d 等。

[0094] 即, 来自压力检测器 P 以及温度检测器 T 的检测值被变换为数字信号而被输入至温度修正电路 16a, 在此在检测压力 P<sub>0</sub> 被修正为检测压力 P<sub>t</sub> 之后, 被输入至比较电路 16b。此外, 设定压力的输入信号 P<sub>s</sub> 被从端子 17 输入, 在输出输入电路 16b 中被变换为数字值之后, 被输入至比较电路 16b, 在此, 与来自上述温度修正电路 16b 的进行了温度修正的检测压力信号 P<sub>t</sub> 进行比较。而且, 在设定压力输入信号 P<sub>s</sub> 比进行了温度修正的检测压力信号 P<sub>t</sub> 大时, 向控制阀 V<sub>0</sub> 的驱动部输出控制信号 P<sub>d</sub>。由此, 控制阀 V<sub>0</sub> 被向闭锁方向驱动, 在设定压力输入信号 P<sub>s</sub> 和温度修正后的检测压力 P<sub>t</sub> 的差 (P<sub>s</sub>-P<sub>t</sub>) 变为零之前向开阀方向被驱动。

[0095] 此外, 相反地, 在上述设定压力输入信号 P<sub>s</sub> 比进行了温度修正的检测压力信号 P<sub>t</sub> 小时, 向控制阀 V<sub>0</sub> 的驱动部输出控制信号 P<sub>d</sub>, 控制阀 V<sub>0</sub> 向开阀方向被驱动。从而, 在两者的差 P<sub>s</sub>-P<sub>t</sub> 变为零之前连续地向开阀方向被驱动。

[0096] 借助质量流量控制装置 3 将上述载流气体 G<sub>1</sub> 的供给量保持为设定值, 此外将原料容器 5 的温度保持为设定值, 进而将原料容器 5 的内部压力 (混合气体 G<sub>0</sub> 的压力) 保持为设定值, 从而, 通过控制阀 V<sub>0</sub> 而定混合比且定流量的混合气体 G<sub>0</sub> 一边借助上述质量流量控制器 3 而被高精度地控制为与设定的流量成比例的既定的流量值, 一边被供给向加工室 11。

[0097] 在本发明中, 首先借助减压装置 2 将供给向原料容器 5 内的载流气体 G<sub>1</sub> 的压力 P<sub>1</sub> 设定为既定压力值, 并且借助质量流量控制器 3 将其供给流量设定为既定值。

[0098] 此外, 借助恒温加热部 6 的动作, 将原料容器 5 以及原料容器用的自动压力调节装置 15 的除了运算控制部 16 之外的部分加热保持在约 150°C 的高温度中。

[0099] 此外, 将原料容器 5 及自动压力调节装置 15 的控制阀 V<sub>0</sub> 等加热保持在 150°C 的高温度中, 这是为了提高原料容器 5 内的原料 4 的饱和蒸气 G<sub>4</sub> 的压力 P<sub>0</sub> 而与向加工室 11 侧

的蒸气  $G_4$  的供给量的增加及混合气体  $G_0$  的高温化的要求相对应,并为了更完全地防止在混合气体  $G_0$  的供给管线中的蒸气  $G_4$  的凝缩。

[0100] 表 1 表示在本实施例中使用的原料容器用自动压力调节装置 15 的主要规格,最高使用温度是  $150^{\circ}\text{C}$ ,流量  $500\text{SCCM}(\text{N}_2)$  时的最大压力 (F. S. 压力) 是  $133.3\text{kpa abs}$ 。

[0101] 【表 1】

[0102] 自动压力调节装置的主要规格

[0103]

名称	逆动作压力控制器
压力范围 (F. S. 压力)	$133.3\text{kpa abs}$ ( $1000\text{Torr}$ ) 流量 : $500\text{SCCM}(\text{N}_2)$
二次侧压力	设定控制压力以下
耐压力	$0.35\text{MPa G}$
外部泄漏量	$1 \times 10^{-10}\text{Pam}^3/\text{sec}$ 以下
内部泄漏量	$1\%$ F. S. 以下 (供给压力 $300\text{kpa abs}$ . 时)
精度保证温度范围	$15^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$
能够使用温度范围	$0^{\circ}\text{C} \sim 160^{\circ}\text{C}$
环境温度	$15^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$
接气部材质	SUS316L、镍钴合金、哈斯特洛伊耐蚀耐热镍基合金 C??-22 (压力传感器)
安装姿态	能够全方向

[0104] 图 3 是在图 2 的自动压力调节装置 15 中使用的控制阀  $V_0$  的截面概要图和切断了一部分的左侧面概要图,由于使使用温度上升到  $150^{\circ}\text{C}$ ,所以使压电促动器及盘簧等的阀构成部件使用能够高温使用的部件,并且,考虑压电元件及阀的各构成部件的热膨胀,对膜片推压件使用殷钢,从而能够防止由压电元件驱动部的膨胀导致的流路闭塞。

[0105] 此外,令压电元件驱动部的收纳壳体为开孔机壳,令压电元件驱动部等为能够风冷的构造,从而实现压电阀的各构成部件的热膨胀的降低,并且,在控制阀  $V_0$  的体部上安装筒式加热器,将阀本体加热至既定温度 (最高  $150^{\circ}\text{C}$ )。

[0106] 进而,在膜片推压件的整个面上实施镀银,降低由与膜片的滑动导致的磨耗。

[0107] 此外,在本实施例中,只在膜片推压件一方实施镀银,但也可以只在膜片的上表面侧上实施镀银,或者也可在膜片推压件和膜片的上表面侧这两方实施镀银,可以降低由与膜片推压件之间的滑动导致的磨耗。

[0108] 此外,如图 3 所示的控制阀  $V_0$  的基本构成,除了上述各点外,其他全部为公知的构成。因此,在此省略其说明。

[0109] 此外,图 3 中 19 是阀体,19a 是固定部件,20 是压电元件驱动部,21 是促动箱,21a 是膜片推压件,22 是盘簧,23 是压力传感器,24 是膜片阀体,25 是阀座,26 是流体通路,27 是壳体本体 (机壳),28、29 是垫圈,30 是热敏电阻,31 是筒式加热器。

[0110] 参照图 3,在不向压电元件驱动部 20 供给驱动用电力时 (非动作时),借助盘簧 22 的弹性力,经由促动箱 21 以及固定在其下端的膜片推压件 21a,膜片阀体 24 被向下方推压,与阀座 25 抵接。由此,阀被保持为关闭状态。

[0111] 接着,若向压电元件驱动部 20 供给驱动用电力,则使压电元件伸长。但是,因为压电元件的下端部被固定部件 19a 支持固定,所以借助压电元件的伸长而上端部的位置上升,因此,促动箱 21 克服盘簧 22 的弹性力而被向上方提升。因此,膜片阀体 24 从阀座 25 离座,阀开放。

[0112] 图 4 是高温动作时的图 3 所示的控制阀  $V_0$  的流量特性试验的实施说明图,从  $N_2$  气体源,通过调节为 200KPaG 的减压装置 RG、最大刻度为 500SCCM 的质量流量控制器 MFC、设定压为 100Torr 的压力调节装置 TA、6.35mm  $\phi$   $\times$  200mm 长度的加热用配管 HP 以及本发明的自动压力调节装置 15 的控制阀  $V_0$ ,利用真空泵 14 进行抽真空,同时使  $N_2$  气体流通。并且,在膜片推压件 21 的材质为殷钢 (36% Ni-Fe) 材料、SUS316 材料、以及 VESPEL 树脂 (SP-1) 材料时,分别测定使阀体 19 的温度为常温 (RT 时) 以及 150°C 时的流量特性 (压电施加电压  $V$  和流量 SCCM 的关系)。

[0113] 图 5 的 (a) 表示膜片推压件 21 的材质为殷钢 (36% Ni-Fe) 材料、(b) 表示为 SUS316 材料时、(c) 表示为 VESPEL 树脂 (SP-1) 材料时的流量特性,认为膜片推压件采用殷钢 (36% Ni-Fe) 材料时,能够进一步减小高温时 (温度 150°C) 的流量变化。

[0114] 表 2、表 3 以及表 4,表示对上述图 5 的 (a)、(b) 以及 (c) 中的使压电施加电压为 115V 时的阀行程的尺寸变化。

[0115] 【表 2】

[0116] 加热前后的行程尺寸变化

[0117]

①150°C加热时 (压电电压 115V 施加时)	: 8.3 $\mu$ m
②RT 时 (压电电压 115V 施加时)	: 9.5 $\mu$ m
③行程尺寸变化 (①-②)	: -1.2 $\mu$ m

[0118] 【表 3】

[0119] 加热前后的行程尺寸变化

[0120]

①150°C加热时 (压电电压 115V 施加时)	: 6.5 $\mu$ m
②RT 时 (压电电压 115V 施加时)	: 11.9 $\mu$ m
③行程尺寸变化 (①-②)	: -5.4 $\mu$ m

[0121] 【表 4】

[0122] 加热前后的行程尺寸变化

[0123]

①150°C加热时 (压电电压 115V 施加时)	: 1.6 $\mu$ m
②RT 时 (压电电压 115V 施加时)	: 14.2 $\mu$ m
③行程尺寸变化 (①-②)	: -12.6 $\mu$ m

[0124] 此外,上述表 2、表 3 以及表 4 中的各个阀行程尺寸,是采用下述的 (1)、(2) 以及 (3) 式算出的。

$$[0125] \quad C_v = Qg / (203P_1) \times (Gg \times T)^{1/2} \dots (1)$$

$$[0126] \quad 17 \times C_v = \alpha \times A \dots (2)$$

$$[0127] \quad h = (1000 \times A) / (\pi \times d) \dots (3)$$

[0128] 其中,  $C_v$  = 表示流体的流动容易程度的值,  $P_1$  是上游侧的绝对压力 (kgf/

$\text{cm}^2 \cdot \text{abs}$ ),  $Q_g$  = 标准状态中的气体流量 ( $\text{Nm}^3/\text{h}$ ),  $G_g$  = 流体的比重 (空气 = 1),  $T$  = 流体温度 (K),  $\alpha$  = 修正系数 (采用 0.8),  $A$  = 流体通路的有效截面积 ( $\text{mm}^2$ ),  $\pi$  = 圆周率,  $d$  = 阀座的直径 (mm),  $h$  = 行程尺寸 ( $\mu\text{m}$ )。

[0129] 此外,图 6 是将上述表 1、表 2、表 3 所示的温度变化时的行程尺寸的变化量与膜片推压件材料的热膨胀系数 (殷钢 (36% Ni-Fe) =  $2.0 \times 10^{-6}$ 、SUS316 =  $16 \times 10^{-6}$ 、VESPEL 树脂 (SP-1) =  $41 \times 10^{-6}$ ) (1/K) 的关系图像化的图,在图 3 所示的构造的控制阀  $V_0$  中,认为该膜片推压件 21a 的材质的热膨胀系数和温度变化时的阀行程尺寸的变化量成比例关系。

[0130] 即,在如图 3 那样构成的控制阀  $V_0$  中,作为高温化对策,作为膜片推压件 21a 采用热膨胀系数更小的材质例如殷钢 (36% Ni-Fe),这是最优选的构成。

[0131] 图 7 是本发明的有机金属气化供给装置的响应特性试验的实施说明图,借助减压装置 2 将来自载流气体源 1 的  $\text{N}_2$  减压至 200kPaG 之后,通过最大刻度为 500SCCM 的质量流量控制装置 3 而供给向假想的原料容器 (容量 1000cc、内压 100 ~ 500Torr) 5,一边借助自动压力调节装置 15 将原料容器 5 内的压力控制为 100 ~ 500Torr 的既定值,一边使 150SCCM 的  $\text{N}_2$  向被真空泵 14 抽真空为 20 ~ 50Torr 的管路内流通,此时,实测向输入信号端子 17 施加的设定压输入信号  $P_s$  与来自输出信号端子 18 的控制压力输出信号 (原料容器 5 的内压)  $P_{ot}$  的关系,如从图 8(a) 以及 (b) 得知的那样,在设定压输入信号  $P_s$  与控制压力输出信号之间产生较大时间的延迟,这表示能够将原料容器 5 的内压  $P_{ot}$  控制为既定值。

[0132] 本发明不仅仅作为用于 MOCVD 法的原料气化供给装置,在半导体制造装置及化学品制造装置等中,能够适用于从加压贮留源向加工室供给气体的构成的全部气体供给装置。

[0133] 同样的,本发明的自动压力调节装置,不仅仅是用于 MOCVD 法的原料气化供给装置用,作为一次侧的流体供给源的自动压力调节装置,能够广泛适用于半导体制造装置及化学品制造装置等的流体供给电路。

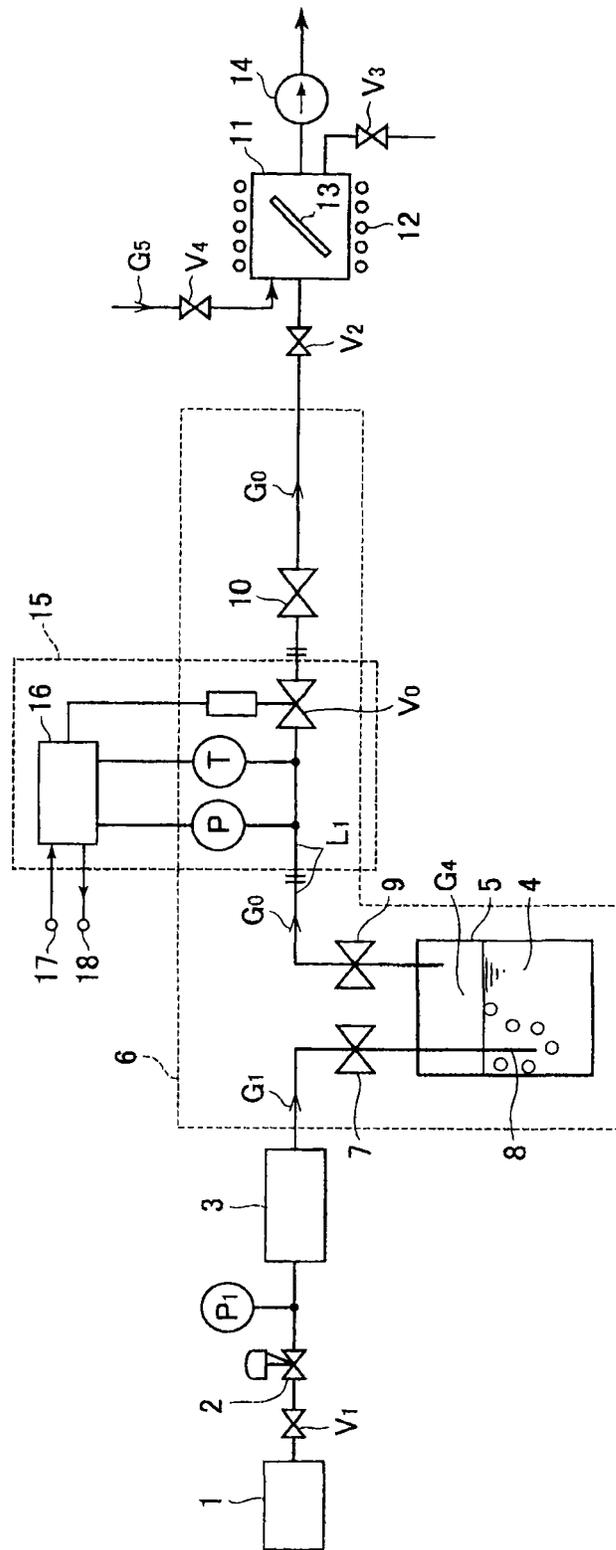


图 1



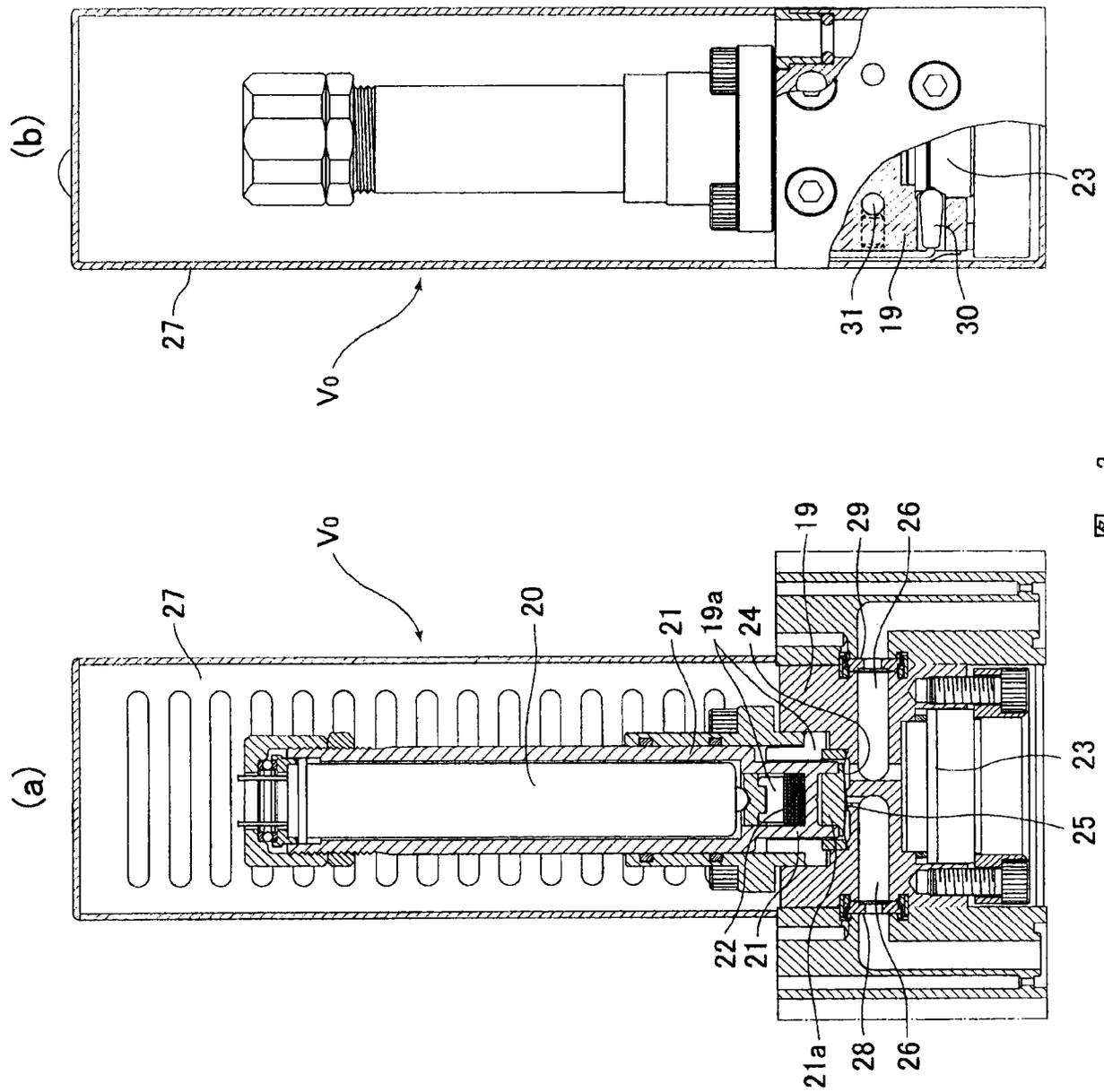


图 3

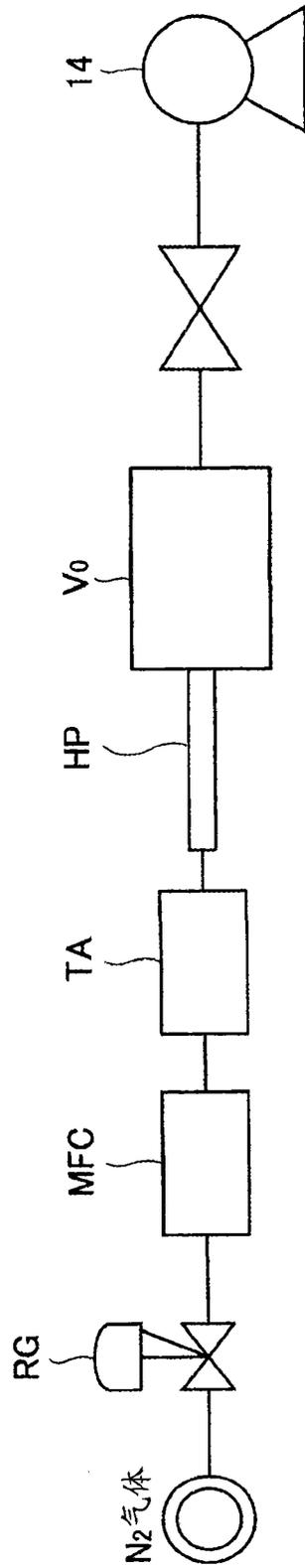
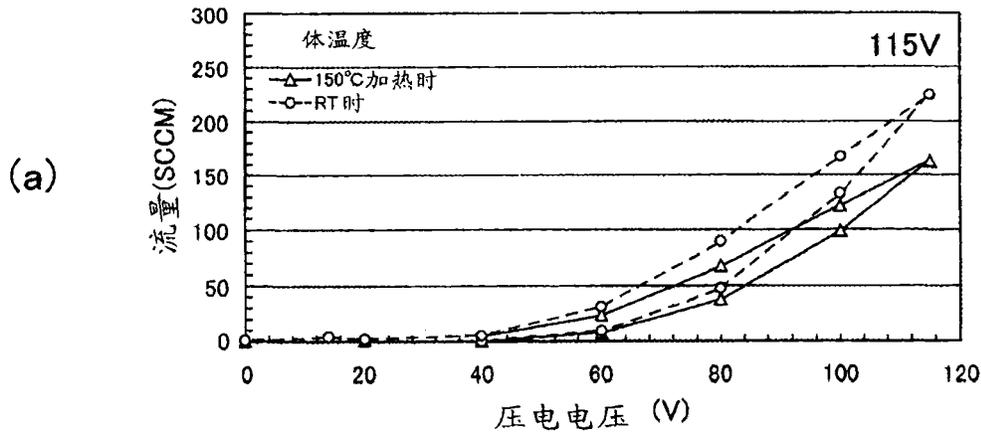


图 4

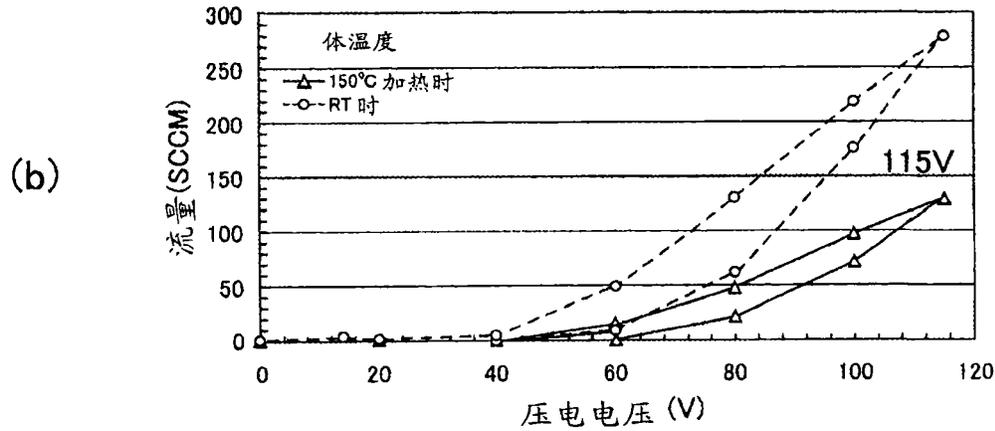
压电电压 - N<sub>2</sub>流量特性

(使用气体: N<sub>2</sub>, 阀座直径: φ6, 膜片推压件: 殷钢 36% (有镀银))



压电电压 - N<sub>2</sub>流量特性

(使用气体: N<sub>2</sub>, 阀座直径: φ6 膜片推压件: SUS316)



压电电压 - N<sub>2</sub>流量特性

(使用气体: N<sub>2</sub>, 阀座直径: φ6 膜片推压件: VESPEL树脂 (SP-1))

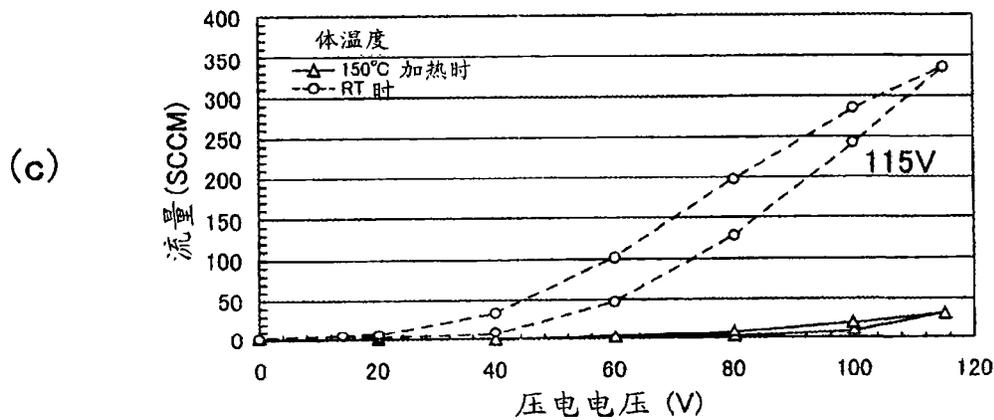


图 5

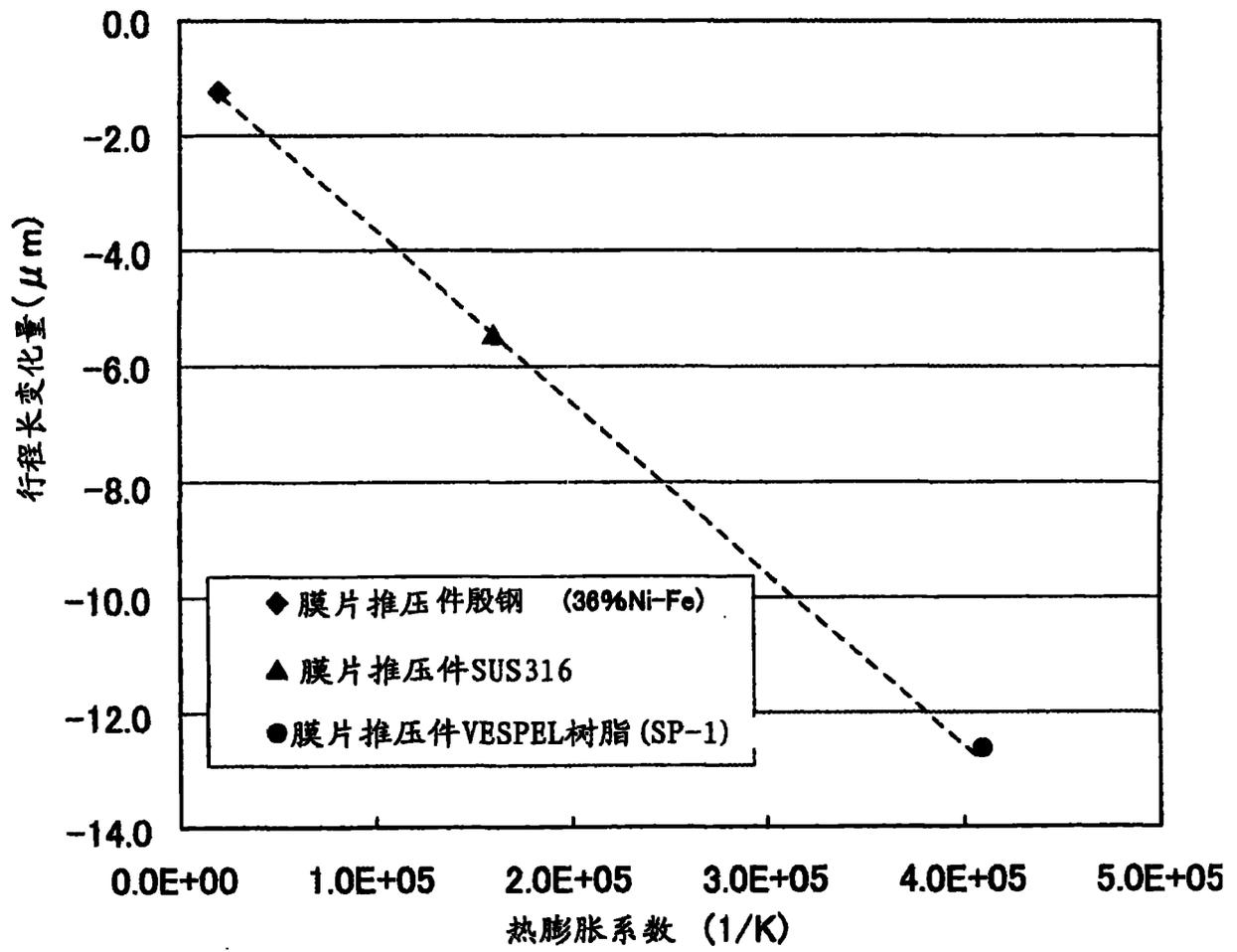


图 6

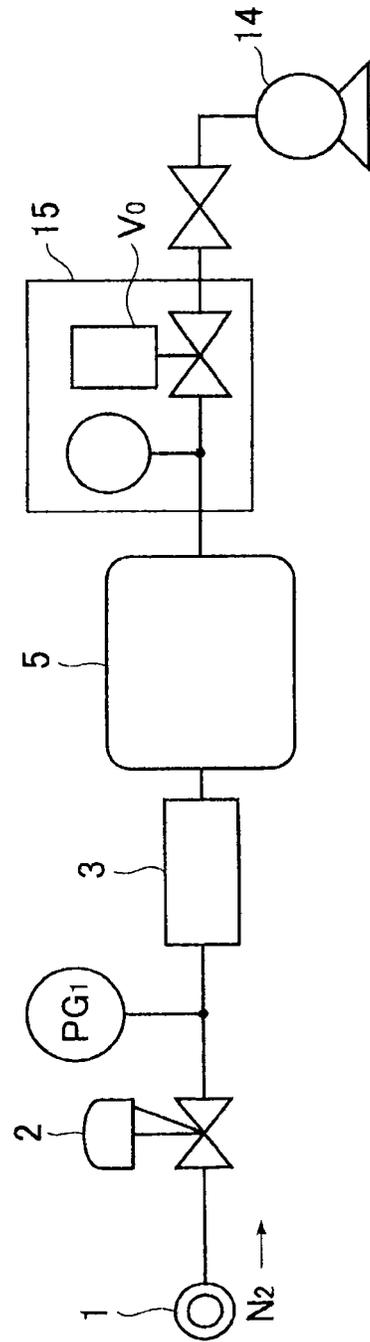
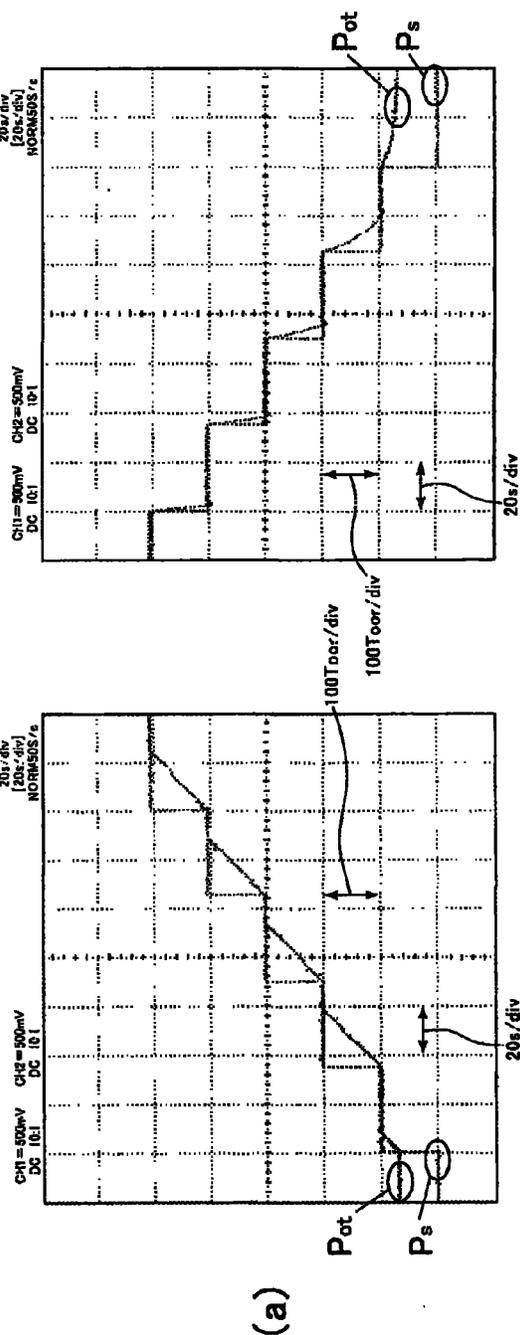


图 7

控制容量: 300cc(N<sub>2</sub>流量: 150SCCM) 下的响应特性



控制容量: 530cc(N<sub>2</sub>流量: 150SCCM) 下的响应特性

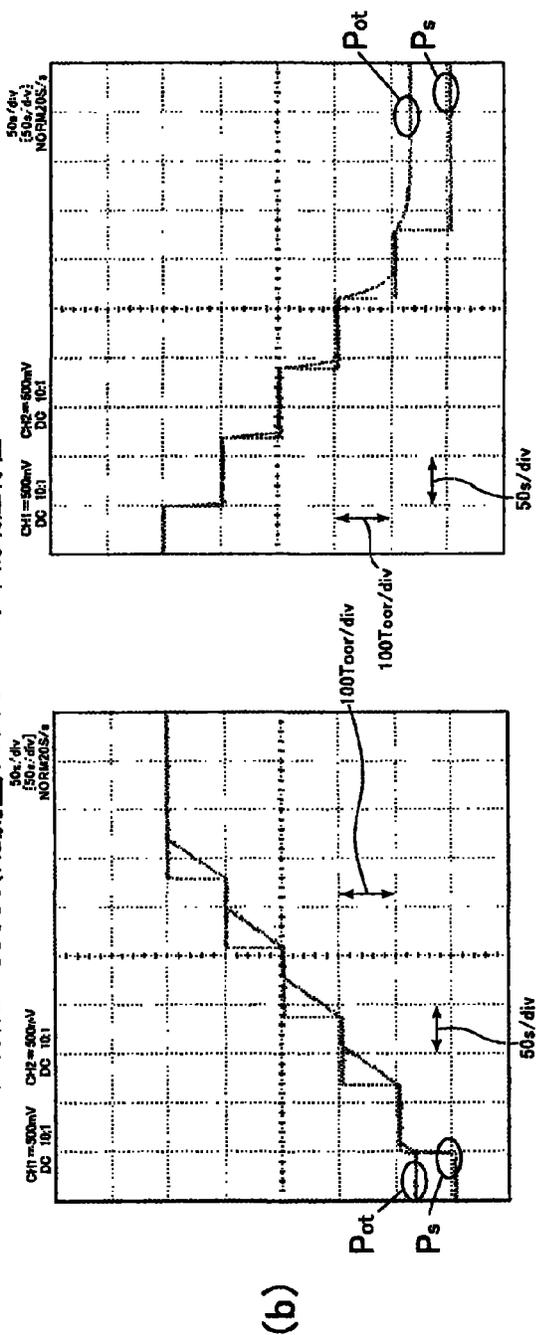


图 8

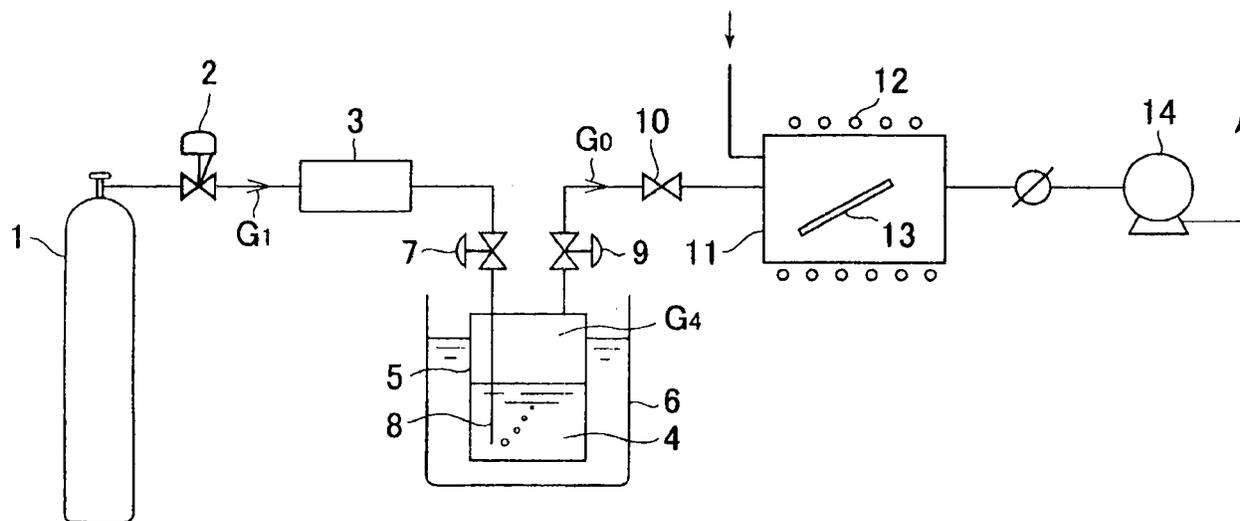


图 9

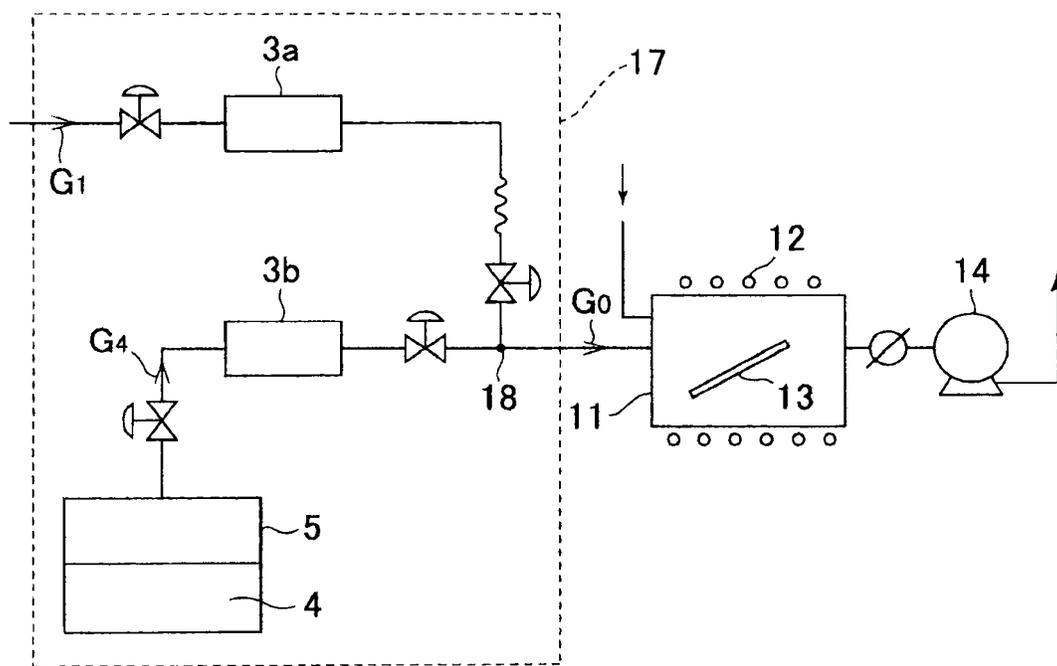


图 10