

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5145193号
(P5145193)

(45) 発行日 平成25年2月13日(2013.2.13)

(24) 登録日 平成24年11月30日(2012.11.30)

(51) Int. Cl. F I
HO 1 L 21/304 (2006.01) HO 1 L 21/304 6 4 8 L
C 2 3 C 16/448 (2006.01) C 2 3 C 16/448
HO 1 L 21/205 (2006.01) HO 1 L 21/205

請求項の数 2 (全 19 頁)

(21) 出願番号	特願2008-282625 (P2008-282625)	(73) 特許権者	000155023 株式会社堀場製作所 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地
(22) 出願日	平成20年10月31日(2008.10.31)	(73) 特許権者	000127961 株式会社堀場エステック 京都府京都市南区上鳥羽鉾立町11番地5
(65) 公開番号	特開2010-109305 (P2010-109305A)	(74) 代理人	100121441 弁理士 西村 電平
(43) 公開日	平成22年5月13日(2010.5.13)	(74) 代理人	100113468 弁理士 佐藤 明子
審査請求日	平成23年9月1日(2011.9.1)	(74) 代理人	100154704 弁理士 齊藤 真大
		(72) 発明者	南 雅和 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場製作所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 材料ガス濃度制御システム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

材料を収容するタンクと、収容された材料を気化させるキャリアガスを前記タンクに導入する導入管と、材料が気化した材料ガス及び前記キャリアガスの混合ガスを前記タンクから導出する導出管とを具備した材料気化システムに用いられるものであって、前記導出管上に設けられた第1バルブと、前記タンク内の圧力を測定する圧力測定部を具備し、前記混合ガスにおける材料ガスの濃度を測定する濃度測定部と、前記タンク内の温度を測定する温度測定部と、前記濃度測定部で測定された材料ガスの測定濃度が、予め定めた設定濃度となるように前記第1バルブの開度を制御する濃度制御部とを具備し、前記濃度制御部が、前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出する全圧算出部と、前記設定濃度に変更された後の一定期間においては、設定圧力を前記全圧算出部で算出されたタンク内圧力とする一方、その他の期間においては、設定圧力を前記測定濃度と設定濃度との偏差が小さくなる向きに変更する設定圧力設定部と、前記圧力測定部で測定された測定圧力が前記設定圧力となるように前記第1バルブの開度を制御する第1バルブ制御部とを具備したことを特徴とする材料ガス濃度制御システム。

【請求項2】

前記全圧算出部が、前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、材料ガスの飽和蒸気圧を算出するものであり、その飽和蒸気圧に基づいて材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出する請求項1記載の材料ガス濃度制御システム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

この発明は、タンク内に收容されている材料にキャリアガスを導入し、材料を気化させる材料気化システムにおいて、その気化した材料ガスの濃度を制御するシステムに関するものである。

【背景技術】

【0002】

この種の材料気化システムにおける材料ガスの濃度制御システムシステムとしては、本出願人が同日に出願しているようなタンクから材料ガス及びキャリアガスを導出する導出管上に濃度を測定するための濃度測定部と、タンク内の全圧を制御するためのバルブとを設けたものが挙げられる。

【特許文献1】米国公開特許公報2007/0254093号

【特許文献2】特開2003-257871号公報

【0003】

しかしながら、図7のグラフに示すように、タンク内の材料液が減少してガスの体積が増大すると設定濃度を変更した際に、測定濃度が同じ値になるまでにかかる制御時間（整定時間）が長くなってしまふ。これは、タンク内のガス体積が増大したことからタンク内の全圧を変化させて濃度を所望の値にするのに必要なキャリアガスの流量が大きくなってしまふなどの原因によって、タンク内のガスが所望のガス濃度に置き換わるまでのガス置換時間が長くなるためであると考えられる。

【0004】

言い換えると、材料液が減少するとそれまで制御の対象としていた系から変化して、無駄時間が大きい系となってしまうので、設定濃度を変更するようなステップ入力を与えられると、出力である測定濃度は大きくオーバーシュートし、ハンチングを起こしてしまふ、整定時間が長くなってしまふ。

【0005】

また、濃度測定部が様々な測定環境の変化によって応答速度が低下することにより、無駄時間が大きくなることによっても前述したような整定時間が長くなる問題が発生する。

【0006】

このような問題に対して、キャリアガスの流量を増大させてガス置換時間を短くし、整定時間を短くすることも考えられるが、材料ガスの流量や全流量も変化してしまふので、一定流量に保つことができなくなってしまう。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、前述したような問題を鑑みてなされたものであり、タンク内の材料液が減少した場合や濃度測定部の応答速度が遅い場合などにおいて、設定濃度を変更したとしても、短時間で測定濃度を設定濃度に安定させることができる材料ガス濃度制御システムを提供することを目的とするものである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

すなわち本発明の材料ガス濃度制御システムは、材料を收容するタンクと、收容された材料を気化させるキャリアガスを前記タンクに導入する導入管と、材料が気化した材料ガス及び前記キャリアガスの混合ガスを前記タンクから導出する導出管とを具備した材料気化システムに用いられるものであって、前記導出管上に設けられた第1バルブと、前記混合ガスにおける材料ガスの濃度を測定する濃度測定部と、前記タンク内の圧力を測定す

10

20

30

40

50

る圧力測定部と、前記タンク内の温度を測定する温度測定部と、前記濃度測定部で測定された材料ガスの測定濃度が、予め定めた設定濃度となるように前記第1バルブの開度を制御する濃度制御部とを具備し、前記濃度制御部が、前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出する全圧算出部と、前記設定濃度が変更された後の一定期間においては、設定圧力を前記全圧算出部で算出されたタンク内圧力とする一方、その他の期間においては、設定圧力を前記測定濃度と設定濃度との偏差が小さくなる向きに変更する設定圧力設定部と、前記圧力測定部で測定された測定圧力が前記設定圧力となるように前記第1バルブの開度を制御する第1バルブ制御部とを具備したことを特徴とする。

【0009】

ここで、タンク内の圧力とは、本明細書ではタンク内の圧力そのものとともに、前記第1バルブよりも上流の導出管における混合ガスの圧力を含む概念である。

【0010】

このようなものであれば、前記全圧算出部が、前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出し、前記設定圧力設定部が、設定濃度が変更された後の一定期間においては、設定圧力を前記全圧算出部で算出されたタンク内圧力とするので、前記濃度測定部によって測定される測定濃度に関わりなく前記第1バルブの開度が制御される。このようにすると、測定濃度の変動に応じて第1バルブが制御され、その第1バルブの制御の結果がタンク内の全圧に遅れて現れるために測定濃度が安定せず、ハンチングが起こるのを防ぐことができる。また、タンク内の温度に基づいて設定圧力を設定するので、測定濃度が設定濃度に一定に保たれている場合の圧力に近い値に設定圧力を設定することができ、一定期間が終了した後に測定濃度が設定濃度と近い値になるようにすることができる。

【0011】

また、その他の期間においては、設定圧力設定部は設定圧力を測定濃度と設定濃度との偏差が小さくなる向きになるようにするので、一定期間終了後に残っていた測定濃度と設定濃度のわずかな偏差を補正するように制御できる。

【0012】

従って、材料液が少なくなるなどしてタンク内の全圧の制御が遅れることに起因する測定濃度のハンチングを防ぐことができ、測定濃度と設定濃度の偏差が小さい状態から濃度制御を行うようにすることができるので、測定濃度が設定濃度と一致して安定するのにかかる時間を短くすることができる。

【0013】

一定期間終了後に、測定濃度と設定濃度の偏差ができる限り小さくしておき、その後の濃度制御によって測定濃度が一定に安定するまでの時間を短くするには前記全圧算出部が、前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、材料ガスの飽和蒸気圧を算出するものであり、その飽和蒸気圧に基づいて材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出するものであればよい。

【発明の効果】

【0014】

このように、本発明の材料ガス濃度制御システムによれば、設定濃度を変更した一定期間においては、全圧算出部がタンク内の温度に基づいて算出した設定圧力で第1バルブを制御するようにしているので、タンク内の材料液が減少するなどして制御遅れが発生し、設定濃度を変更した場合にハンチングなどが生じることによって一定値に安定するまでの時間が長くなるのを防ぎ、プロセスのスループットを良くすることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

以下、本発明の一実施形態を図面を参照して説明する。

【0016】

本発明に係る材料ガス濃度制御システム100は、例えば、半導体製造プロセスに使用

10

20

30

40

50

されるウエハ洗浄装置の乾燥処理槽内のIPA濃度を安定供給するために用いられる。より具体的には、IPA材料液Lを気化させて乾燥処理槽内に供給するバブリングシステム1に用いられるものである。なお、IPA材料液Lが請求項での材料に対応し、バブリングシステム1が請求項での材料気化システムに対応する。ここで、材料は固体材料であっても本発明は同様の効果を奏し得る。また、本発明は、IPA材料液Lが気化した材料ガスの濃度制御に限られるものではない。例えば、CVD製膜装置やMOCVD製膜装置などにおいて、濃度制御を行うために用いることもできる。

【0017】

図1に示すように、前記バブリングシステム1は、材料液Lを貯留するタンク13と、前記タンク13に貯留された材料液L中にキャリアガスを導入してバブリングさせる導入管11と、前記タンク13に貯留された材料液Lの上方空間Nから材料液Lが気化した材料ガス及び前記キャリアガスの混合ガスを導出する導出管12とを具備したものである。前記タンク13にはタンク13内の温度を測定するための温度センサTが取り付けられている。

10

【0018】

材料ガス濃度制御システム100は、前記導入管11に設けてあり、キャリアガスの流量制御を行うためのマスフローコントローラ3（流量制御器）と、前記導出管12に設けてあり、混合ガス中の材料ガスの濃度制御を行うためのコンクコントローラ2（濃度制御器）と、から構成してあるものである。本実施形態のコンクコントローラ2は、混合ガスの全圧を制御することによって濃度制御を行うものである。

20

【0019】

まず、図1及び図2を参照しながら各機器について詳述する。

【0020】

前記コンクコントローラ2は、前記混合ガス中の材料ガスの濃度を測定する濃度測定部CSと、前記タンク13内の圧力である混合ガスの圧力（全圧）を測定する圧力測定部たる圧力計22と、弁体の開度によって混合ガスの全圧を制御するための第1バルブ23とをこの順に上流から設けてあるものであり、さらに、コンクコントローラ制御部24を具備したものである。ここで、混合ガス中の材料ガスの濃度を制御するためには、圧力計22は第1バルブ23よりも上流に設けておく必要がある。これは、タンク13内の全圧を正確に測定し、混合ガス中の材料ガスの濃度を正確に算出して、材料液Lの気化状態の変化に合わせることができるようにするためである。

30

【0021】

前記濃度測定部CSは、非分散式赤外線吸収方式によって材料ガスの分圧を測定する分圧測定センサ21と、前記分圧測定センサ21によって測定される材料ガスの分圧と、前記圧力計22によって測定される測定圧力たる全圧に基づいて、混合ガス中の材料ガスの濃度を算出する濃度算出部241とを具備したものである。ここで、混合ガス中の材料ガスの濃度は、気体の状態方程式から導出される分圧/全圧によって算出される。

【0022】

前記コンクコントローラ制御部24は、前述した濃度算出部241と、濃度制御部CCと、前記タンク13内の材料液Lの量を推定するための材料液量推定部43から構成してある。濃度制御部CCは、前記濃度測定部CSによって測定された測定濃度が予め定めた設定濃度と結果としてなるように第1バルブ23を制御するものであり、第1バルブ制御部242と、前記第1バルブ制御部242に設定圧力を設定する設定圧力設定部243と、設定濃度に変更された後の一定期間において、前記設定圧力設定部243が前記第1バルブ制御部242に対して設定する設定圧力を算出するための全圧算出部244から構成してあるものである。

40

【0023】

第1バルブ制御部242は、前記圧力計22で測定された圧力（全圧）が設定圧力設定部243によって設定された圧力である設定圧力になるように前記第1バルブ23の開度を制御するものである。

50

【 0 0 2 4 】

設定圧力設定部 2 4 3 は、設定濃度が変更された後の一定期間においては、設定圧力を後述する全圧算出部 2 4 4 で算出されたタンク内圧力である仮設定圧力とする一方、その他の期間においては、予め定めた設定圧力を、濃度測定部 C S によって測定された測定濃度と設定濃度との偏差が小さくなる向きに変更するものである。

【 0 0 2 5 】

より具体的には、設定濃度が変更された後の一定期間においては、測定される材料ガスの分圧や混合ガスの全圧が変動しているとしても、第 1 バルブ制御部 2 4 2 に対して設定圧力を変更せずに、全圧算出部 2 4 4 で算出された仮設定圧力を設定圧力として設定した状態を維持する。ここで、一定期間とは測定される濃度が所望の濃度に達する、あるいは、その偏差が十分に小さくなるために必要な時間であって、実験的に求めておいても良いし、適宜その時間を設定するようにしてもよい。

10

【 0 0 2 6 】

前述した一定期間が経過した後のその他の期間、つまり通常運転時には、設定圧力設定部 2 4 3 は、測定される材料ガスの分圧や混合ガスの全圧が変動に応じて前記第 1 バルブ制御部 2 4 2 に対して測定濃度と設定濃度との偏差が小さくなる向きに設定圧力の変更を行う。具体的には、測定された測定濃度が設定濃度よりも高い場合には、濃度は分圧 / 全圧で表されることから、全圧を大きくすることによって濃度を下げることができる。従って、測定濃度が設定濃度よりも高い場合には、設定圧力設定部 2 4 3 は、前記第 1 バルブ制御部 2 4 2 に対して全圧を大きくするように設定圧力を変更する。その結果、前記第 1

20

【 0 0 2 7 】

このように測定濃度と設定濃度の偏差が小さくなる向きに設定圧力の変更を行うとは、測定濃度が設定濃度が高い場合には、設定圧力をより高く変更し、測定濃度が設定濃度よりも低い場合には、設定圧力をより低く変更することを言う。

【 0 0 2 8 】

前記全圧算出部 2 4 4 は、前記温度センサ T によって測定された測定温度において、材料ガスが設定濃度となるためのタンク内圧力を算出して仮設定圧力とするものである。ここで、算出されたタンク内圧力は前記設定圧力設定部 2 4 3 に伝達され、起動時や設定濃度変更時の後の一定期間において、前記設定圧力設定部 2 4 3 が前記第 1 バルブ制御部 2 4 2 に対して設定する設定圧力として用いられるものである。

30

【 0 0 2 9 】

前記全圧算出部 2 4 4 のタンク内圧力の算出について具体的に説明すると、全圧算出部 2 4 4 は、タンク 1 3 内の温度からその温度における材料ガスの飽和蒸気圧を算出する。そして、タンク 1 3 内では飽和蒸気圧で材料液 L の気化が生じているとの仮定のもとに材料ガスが新しく設定された設定濃度となるためのタンク内圧力すなわち全圧を算出する。ここで、濃度は分圧 / 全圧で表されるので、前記タンク内圧力は (測定された温度における材料ガスの飽和蒸気圧) / (新しく設定された設定濃度) で求められる。

【 0 0 3 0 】

前記材料液量推定部 4 3 は、前記温度センサ T によって測定された測定温度におけるタンク 1 3 内の材料ガスの飽和蒸気圧を算出し、その飽和蒸気圧と、前記分圧測定センサ 2 1 によって測定される材料ガスの測定分圧とを比較することによってタンク 1 3 内の材料液 L の量を推定するものである。具体的には、材料液 L が少なくなると、キャリアガスの気泡が材料液 L に接する時間が短くなるなどの状態の変化によって十分に気化しないようになり、材料ガスの分圧は飽和蒸気圧に比べて小さい圧力にしか達しないようになる。材料液量推定部 4 3 は、例えば、測定される材料ガスの分圧が飽和蒸気圧に対して所定の割合よりも小さい場合には材料液 L の貯留量が規定量に対して少なくなっていると推定する。そして、この材料推定部によって材料液 L の貯留量が少なくなっていると推定されると、その旨が表示され、材料液 L の補充が促されるようにしてある。

40

50

【 0 0 3 1 】

なお、コンクコントローラ制御部 2 4 はコンピュータを利用したものであり、内部バス、CPU、メモリ、I/Oチャネル、A/Dコンバータ、D/Aコンバータ等を備えている。そして、メモリに予め記憶させた所定プログラムにしたがって前記CPUや周辺機器が動作することにより、第1バルブ制御部 2 4 2、前記濃度算出部 2 4 1、前記設定圧力設定部 2 4 3、前記全圧算出部 2 4 4、前記材料液量推定部 2 4 5としての機能を発揮するようにしてある。ここで、第1バルブ制御部 2 4 2のみが独立した1チップマイコン等の制御回路により構成されて、設定圧力を受け付けるようにしてあり、前記圧力計 2 2及び前記第1バルブ 2 3を1ユニットとして設定圧力を入力するだけで容易に圧力制御を行うことができるように構成してある。このような制御部の構成であれば、従来から圧力制御用に開発された制御回路やソフトウェアを濃度制御のために使うことができるので、設計や開発コストの増大を防ぐことができる。

10

【 0 0 3 2 】

このように、コンクコントローラ 2 は、混合ガスの濃度制御を単体で行っているものである。

【 0 0 3 3 】

前記マスフローコントローラ 3 は、前記導入管 1 1 に流入するキャリアガスの質量流量を測定する流量測定部たるサーマル式流量計 3 1と、弁体の開度によってキャリアガスの流量を調節する第2バルブ 3 2とをこの順に上流から設けてあるものであり、さらに、マスフローコントローラ制御部 3 3を具備したものである。流量測定部は差圧式のものを用いてもよい。

20

【 0 0 3 4 】

前記マスフローコントローラ制御部 3 3 は、前記差圧式流量計 3 1からの信号に基づいてキャリアガスの流量を算出するキャリアガス流量算出部 3 3 1と、前記材料ガスの測定濃度及び前記キャリアガスの測定流量に基づいて、前記導出管 1 2を流れる材料ガス又は混合ガスの流量を算出し、その算出流量が予め定めた設定流量となるように第2バルブ 3 2の開度を制御する流量制御部 FCとから構成してある。

【 0 0 3 5 】

前記流量制御部 FC は、第2バルブ制御部 3 3 2と、前記第2バルブ制御部 3 3 2に設定流量を設定する設定キャリアガス流量設定部 3 3 3とを具備したものである。

30

【 0 0 3 6 】

前記第2バルブ制御部 3 3 2 は、測定された測定キャリアガス流量を設定キャリアガス流量設定部 3 3 3によって設定された設定キャリアガス流量となるように前記第2バルブ 3 2の開度を制御するものである。

【 0 0 3 7 】

前記設定キャリアガス流量設定部 3 3 3 は、前記算出流量と設定された設定流量との偏差が小さくなる向きに予め定めた設定キャリアガス流量を変更するものである。前記算出流量と設定された設定流量との偏差を小さくすることについて、具体的に説明すると、材料ガス又は混合ガスの算出流量が材料ガス又は混合ガスの設定流量よりも多い場合には、前記濃度制御部 CCによって濃度が一定に保たれていると仮定して、流入するキャリアガスの流量を少なくするように前記第2バルブ制御部 3 3 2に対して設定キャリアガス流量を変更することになる。算出された算出流量が設定流量よりも少ない場合にはこの逆を行うこととなる。これは、濃度が分圧/全圧で表されることから、(材料ガスの質量流量) / (全質量流量 = 材料ガスの質量流量 + キャリアガスの質量流量)でも表せるので、濃度が一定に保たれているならば、キャリアガスの質量流量の増減がそのまま材料ガスの質量流量及び全流量の増減させることができるからである。なお、算出流量が設定流量よりも少ない場合には、多い場合とは逆の動作を行うことになる。

40

【 0 0 3 8 】

なお、キャリアガス流量算出部 3 3 1及び第2バルブ制御部 3 3 2は、CPU、メモリ、I/Oチャネル、A/Dコンバータ、D/Aコンバータ等を備えた制御回路BFなどに

50

よって機能するものである。この制御回路BFは、流量制御用に特化したものであり、マスフローコントローラ3が制御すべき流量の値である流量設定値の信号や前記サーマル式流量計31からの信号を受け付けるように構成されているものである。また、前記設定キャリアガス流量設定部333は、汎用の1チップマイコンなどによってその機能を実現されるものである。

【0039】

このように、マスフローコントローラ3は、導入管11におけるキャリアガスの流量制御のみを行い、結果として材料ガス又は混合ガスの流量制御をおこなっているものである。

【0040】

次に、混合ガス中の材料ガス濃度の制御動作及び混合ガス及び材料ガスの流量の制御動作について図3、図4のフローチャートを参照しながら説明する。

【0041】

まず、設定された設定濃度になるように第1バルブ23の開度を制御することによって濃度制御を行うときの動作について図2を参照しながら説明する。

【0042】

前記分圧測定センサ21によって測定された材料ガスの分圧と、前記圧力計22によって測定される混合ガスの全圧とによって、濃度算出部241は、混合ガスにおける材料ガスの濃度を式(1)によって算出する。

【0043】

$$C = P_z / P_t \quad (1)$$

【0044】

ここで、Cは濃度、 P_z は材料ガスの分圧、 P_t は混合ガスの全圧。

【0045】

設定濃度が初めて設定される起動時や変更された時には、まず前記全圧算出部244は、温度センサTによって測定された温度に基づいて材料ガスの飽和蒸気圧を算出する。そして、材料ガスの分圧がその飽和蒸気圧である時に、設定濃度になるようなタンク13内の圧力すなわち混合ガスの全圧 P_{ts} (仮設定圧力)を設定濃度と算出された分圧を用いて式(1)により算出する(ステップS1)。

【0046】

前記設定圧力設定部243は、前記全圧 P_{ts} (仮設定圧力)を設定圧力として前記第1バルブ制御部242に設定し、設定濃度変更後から所定時間の間は材料ガスの分圧などが変動したとしても変更を行わない(ステップS2)。第1バルブ制御部242は、所定時間の間は、設定圧力 P_{ts} によって第1バルブ23の開度を制御しており、結果として前記濃度測定部CSによって測定される濃度は設定された設定濃度又はそれに近い値に制御される(ステップS3)。

【0047】

設定濃度を変更した時から所定時間経過した後の通常運転時においては、濃度測定部によって測定された濃度が、設定圧力設定部243に設定された設定濃度と異なっている場合には、前記分圧測定センサ21によって測定された材料ガスの分圧 P_z と設定濃度 C_0 に基づいて式(2)によって、設定圧力設定部243は次のように設定圧力 P_{t0} を変更する(ステップS4)。

【0048】

$$P_{t0} = P_z / C_0 \quad (2)$$

【0049】

ここで、 P_z は前記分圧測定センサ21によって常に測定されている値であり、 C_0 は設定されている濃度であるので既知である。

【0050】

前記第1バルブ制御部242は、設定圧力が P_{t0} に変更されると、前記圧力計22が測定する圧力(全圧) P_t と設定圧力 P_{t0} の偏差が小さくなるように第1バルブ23の

10

20

30

40

50

開度を制御する（ステップ S 5）。

【 0 0 5 1 】

前記測定圧力 P_t を設定圧力 P_{t0} に追従させている間に材料ガスの分圧 P_z が変動しなければ最終的に測定される混合ガス中の材料ガスの濃度は設定濃度 C_0 となる。

【 0 0 5 2 】

追従中に、材料ガスの分圧 P_z が変動した場合には設定圧力設定部 2 4 3 は、式 (2) によって再び設定圧力 P_{t0} を変更しなおし、設定濃度 C_0 となるようにする。

【 0 0 5 3 】

次に導出管 1 2 における材料ガス又は全流量の流量制御について図 3 を参照しながら説明する。なお、前述したコンクコントローラ 2 の濃度制御に関わりなく、マスフローコントローラ 3 は材料ガスの流量の制御をおこなっている。

10

【 0 0 5 4 】

材料ガスの設定流量 Q_{z0} が設定キャリアガス流量設定部 3 3 3 に設定されているとする。まず、流量と濃度との間には以下の式 (3) のような関係がある。

【 0 0 5 5 】

$$C = P_z / P_t = Q_z / Q_t = Q_z / (Q_c + Q_z) \quad (3)$$

【 0 0 5 6 】

ここで Q_z は材料の質量流量、 Q_t は全質量流量、 Q_c はキャリアガスの質量流量。

【 0 0 5 7 】

前記設定キャリアガス流量設定部 3 3 3 は、式 (3) を変形した以下の式 (4) により設定キャリアガス流量 Q_{c0} を設定する（ステップ S T 1）。

20

【 0 0 5 8 】

$$Q_{c0} = Q_{z0} (1 - C) / C \quad (4)$$

【 0 0 5 9 】

ここで、濃度 C は濃度測定部 C S によって常に測定されている値であり、 Q_{z0} も設定されている値であるので既知である。

【 0 0 6 0 】

前記第 2 バルブ制御部 3 3 2 は、設定キャリアガス流量が Q_{c0} に変更されると、前記流量測定部で測定されたキャリアガス流量 Q_c と設定キャリアガス流量 Q_{c0} の偏差が小さくなるように第 2 バルブ 3 2 の開度を制御する（ステップ S T 2）。

30

【 0 0 6 1 】

前記測定キャリアガス流量 Q_c を設定キャリアガス流量 Q_{c0} に追従させている間に濃度 C が変動しなければ最終的に測定される測定キャリアガスの流量は設定キャリアガス流量 Q_{c0} となる。

【 0 0 6 2 】

追従中に、濃度 C が変動した場合には式 (4) により、設定キャリアガス流量設定部 3 3 3 は再び設定キャリアガス流量 Q_{c0} を設定しなおし、所定の材料ガス流量 Q_{z0} となるようにする。

【 0 0 6 3 】

次に、材料液 L が減少した状態において、前述したような材料ガスの濃度制御を行った場合の結果の一例を図 6 に示す。設定濃度に変更された一定期間においては全圧算出部 2 4 4 によりタンク内の温度から算出された材料ガスの飽和蒸気圧において設定濃度となるタンク内圧力を設定圧力として保持してある。この一定期間は、例えば 1 0 秒程度のものであってもよいし、タンクの容量などに合わせて実験的に決めるようにすればよい。例えば、測定濃度のオーバーシュートが設定濃度に対して数パーセントであるなどの基準を設けて保持する時間を決めることなどが挙げられる。この測定結果では、設定圧力を一定期間保持しているため、測定圧力も略設定圧力に近い値に制御される。

40

【 0 0 6 4 】

このため、測定濃度も設定濃度に対して大きくオーバーシュートしていない。また、一定期間終了後のその他の期間において再び測定濃度を用いて設定圧力を変更しながら濃度

50

制御を行うことによって、設定濃度と測定濃度に残っていた偏差もなくすように制御されていることがわかる。これらの結果、測定濃度が設定濃度と略同じ値になり安定するまでにかかる時間が大幅に短縮されていることがわかる。

【0065】

このように本実施形態に係る材料ガス濃度制御システム100によれば、前記設定圧力設定部243が設定圧力の変更後一定期間においては、全圧算出部244でタンク13内の温度に基づいて算出されたタンク内圧力を設定圧力として保持し、その他の期間においては、測定濃度に基づいて設定圧力を変更することによって濃度制御を行うようにしているので、材料液Lが減少している場合において設定濃度が変更された場合においても、短時間で測定濃度を設定濃度の値に一致させて安定させることができる。

10

【0066】

従って、所望の濃度の混合ガスを短時間で供給することが可能となるので、プロセスのスループットをあげることができる。

【0067】

その他の実施形態について説明する。以下の説明では前記実施形態に対応する部材には同じ符号を付すこととしている。

【0068】

前記実施形態では、混合ガスの全圧が設定圧力になるように第1バルブ23を制御することによって混合ガス中の材料ガスの濃度を制御していたが、濃度測定部CSによって測定された濃度を制御変数として、設定濃度となるように第1バルブ23を制御してもかまわ

20

われない。

【0069】

前記実施形態では、材料ガスの濃度だけでなく、その流出流量も併せて制御するようにしていたが、濃度だけを制御すればよいのであれば、マスフローコントローラ3を設けずに、コンクコントローラ2のみによって制御を行うようにしてもかまわ

ない。

【0070】

前記濃度測定部CSは、分圧と全圧によって濃度を算出するものであったが、直接濃度を測定するようなものであってもかまわ

30

ない。

【0071】

材料ガスの流量制御を行うのは、設定された設定流量と、測定される濃度と測定されるキャリアガス流量に基づいて算出される材料ガスの算出流量との偏差が小さくなるように第2バルブ32を制御するようにしてもかまわ

ない。

【0072】

混合ガス中の材料ガスの濃度のみを精度よく制御すればよく、流量はあるきまった値ではなくとも安定して流れるだけでよい場合には、図5に示すようにコンクコントローラ2からマスフローコントローラ3へ測定濃度をフィードバックせずに、流量制御を行うようにしてもかまわ

40

ない。

【0073】

コンクコントローラ2に温度センサを設けておき、温度変化による圧力や分圧の測定結果の変化を補償するようにしても構わ

50

ない。

このようにすれば、より精度よく濃度制御をおこなうことができるようになる。また、分圧測定部からの光源の劣化状態を示す信号を取得するようにしておいても構わ

ない。例えば、光源に流れる電流の経時変化によって、光源の寿命を把握するようにしておき、測定結果に重大な影響が出るようになる前に交換するように促す旨の表示を行うようにコンクコントローラ制御部を構成すればよい。

【0074】

前記実施形態では、前記全圧算出部244は材料ガスの飽和蒸気圧から設定濃度におけるタンク内圧力を算出するものであったが、例えば、飽和蒸気圧近傍の値を用いて算出するものであっても構わない。このようにすれば、設定圧力の変更による材料液Lの急激な気化状態の変化に対して、ある程度の余裕を考慮した設定にすることができる。

【0075】

材料ガス濃度制御システムが、前記導出管上に設けられた第1バルブと、前記混合ガスにおける材料ガスの濃度を測定する濃度測定部と、前記タンク内の圧力を測定する圧力測定部と、前記タンク内の温度を測定する温度測定部と、前記濃度測定部で測定された材料ガスの測定濃度が予め定めた設定濃度となるように前記第1バルブの開度を制御する濃度制御部とを具備し、前記濃度制御部が前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、前記温度測定部で測定された測定温度に基づいて、材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出する全圧算出部と、前記設定濃度に変更された後の一定期間においては、前記タンク内圧力と前記圧力測定部で測定された測定圧力との偏差が小さくなるように前記第1バルブの開度を制御する一方、その他の期間においては、前記濃度測定部によって測定された測定濃度と設定濃度の偏差が小さくなるように前記第1バルブの開度を制御する第1バルブ制御部とを具備したことを特徴とするものであっても構わない。

10

【0076】

このようなものであれば、前記全圧算出部が、設定濃度の変更した一定期間においては測定されたタンク内の温度に基づいて、材料ガスが前記設定濃度となるためのタンク内圧力を算出し、前記第1バルブ制御部が設定濃度に変更された後の一定期間においては、濃度測定部によって測定される測定濃度と関わりなく、算出されたタンク内圧力と圧力測定部によって測定された圧力の偏差が小さくなるよう、圧力値を基準とした濃度制御を行うことができる。従って、前記実施形態と同様に設定濃度の変更時から一定期間においては、タンク内の材料の気化の状態に応じたバルブの開度に制御し、立ち上がり時間を短くしたり、大きくオーバーシュートしないようにしたりすることができる。そして、一定期間後には、測定濃度が設定濃度に近くなった状態から前記第1バルブ制御部は、設定濃度と測定濃度との偏差が小さくなるように再び濃度の値を基準として濃度制御を行うことができるので、ハンチングを起こすことなくその静定時間を短くすることができる。

20

【0077】

従って、材料液の減少などによって、設定濃度変更時に起きるハンチングや静定時間が長くなるという問題を防ぐことができる。

30

【0078】

なお、前記実施形態では、濃度測定部が混合ガスの全圧を測定する圧力計と分圧測定センサを備えたものであったが、濃度測定部が超音波濃度計等のように単体で濃度を測定するものであっても構わない。また、濃度を測定するための圧力計と、第1バルブを制御するために用いる圧力計を共通して使用していたが、それぞれが、別々に設けてあるものであっても構わないし、濃度測定部が前述のように全圧を用いないものであっても構わない。

【0079】

その他、本発明の趣旨に反しない範囲において、種々の変形を行うことが可能である。

40

【図面の簡単な説明】

【0080】

【図1】本発明の一実施形態に係る材料ガス濃度制御システムの模式的機器構成図。

【図2】同実施形態における機能ブロック図。

【図3】同実施形態における材料ガス濃度制御の動作を示すフローチャート。

【図4】同実施形態におけるキャリアガス流量の制御動作を示すフローチャート。

【図5】同実施形態における濃度制御結果の一例を示す模式的グラフ。

【図6】本発明の別の実施形態にかかる材料ガス濃度制御システムの模式的機器構成図。

【図7】従来の材料ガス濃度制御システムによる設定濃度変更時の濃度制御結果を示す模

50

式的グラフ。

【符号の説明】

【 0 0 8 1 】

1 0 0 . . . 材料ガス濃度制御システム

1 . . . 材料気化システム

1 1 . . . 導入管

1 2 . . . 導出管

1 3 . . . タンク

C S . . . 濃度測定部

2 1 . . . 分圧測定センサ

2 2 . . . 圧力測定部

2 3 . . . 第 1 バルブ

C C . . . 濃度制御部

2 4 2 . . . 第 1 バルブ制御部

2 4 3 . . . 設定圧力設定部

F S . . . 流量測定部

F C . . . 流量制御部

3 2 . . . 第 2 バルブ

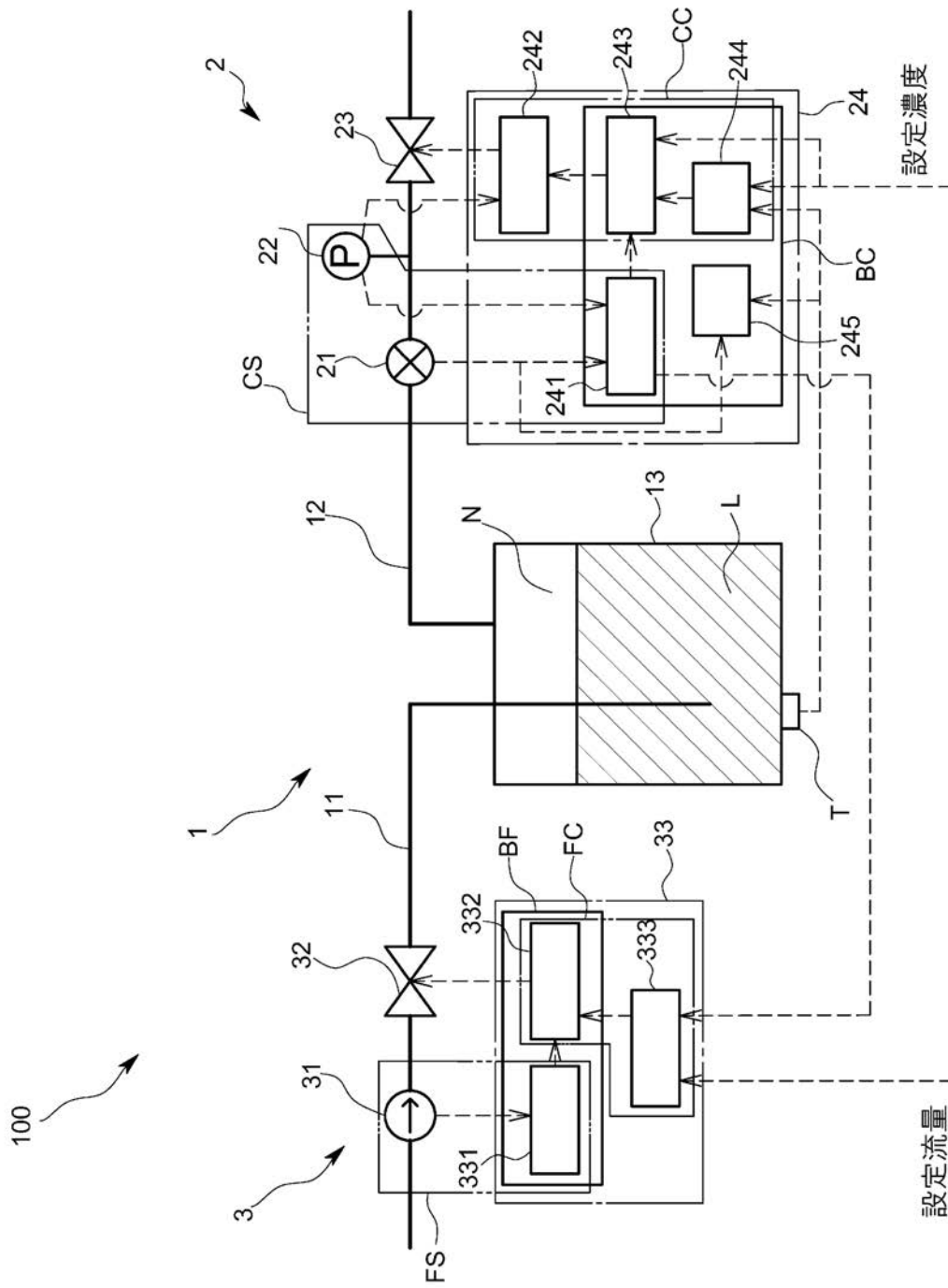
3 3 2 . . . 第 2 バルブ制御部

3 3 3 . . . 設定キャリアガス流量設定部

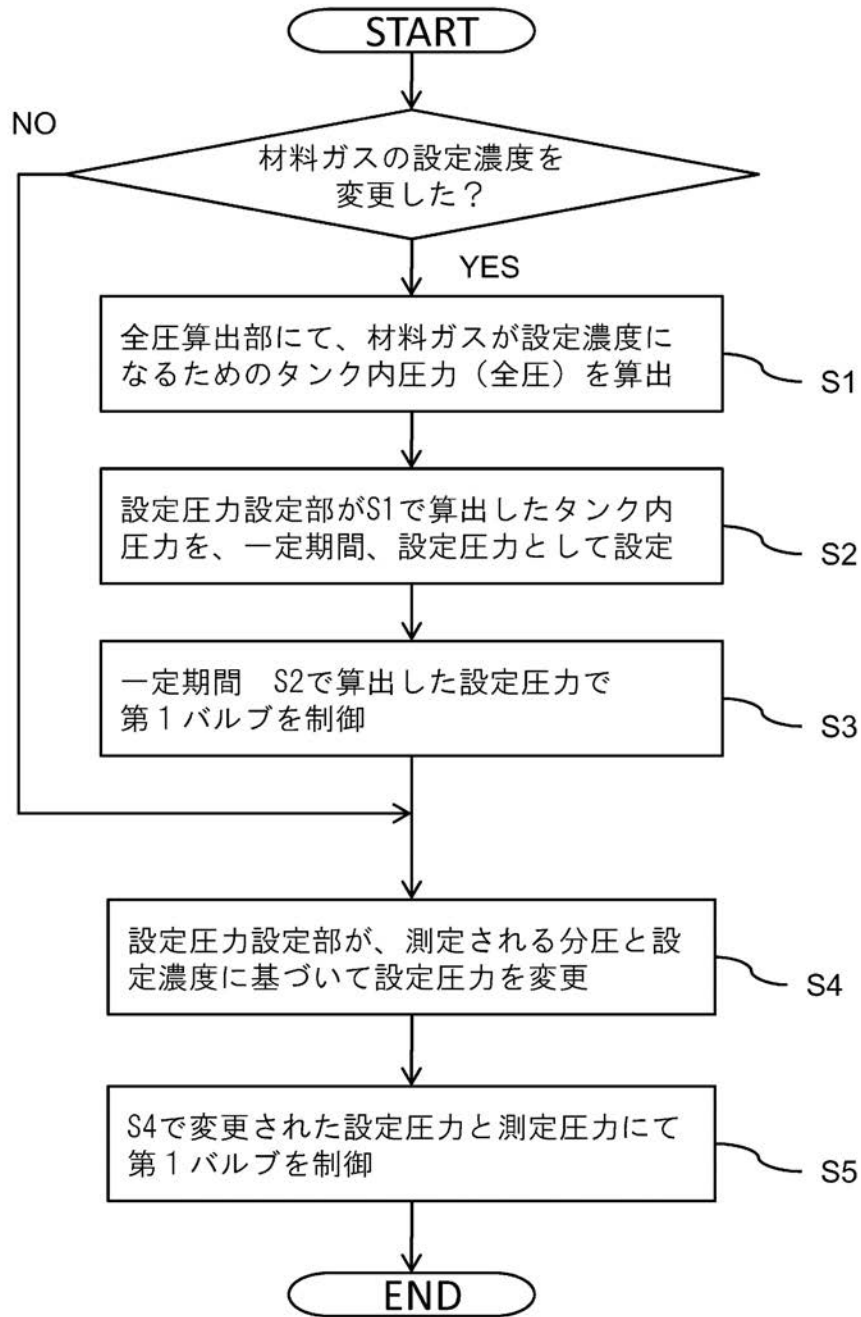
10

20

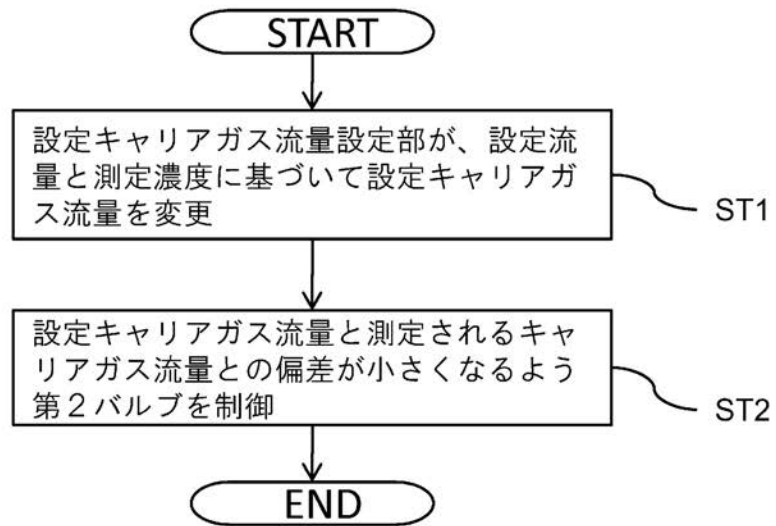
【図1】



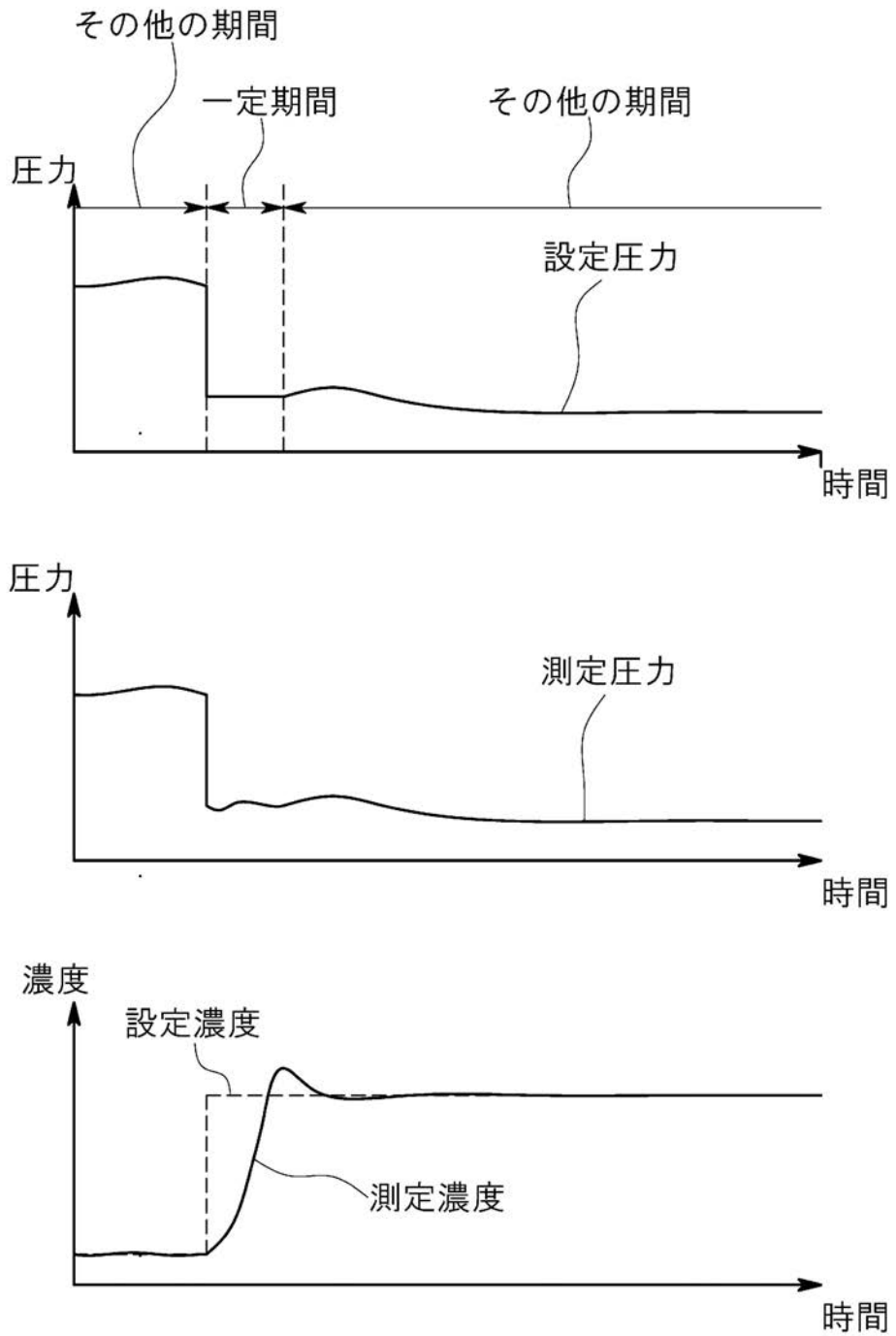
【図3】



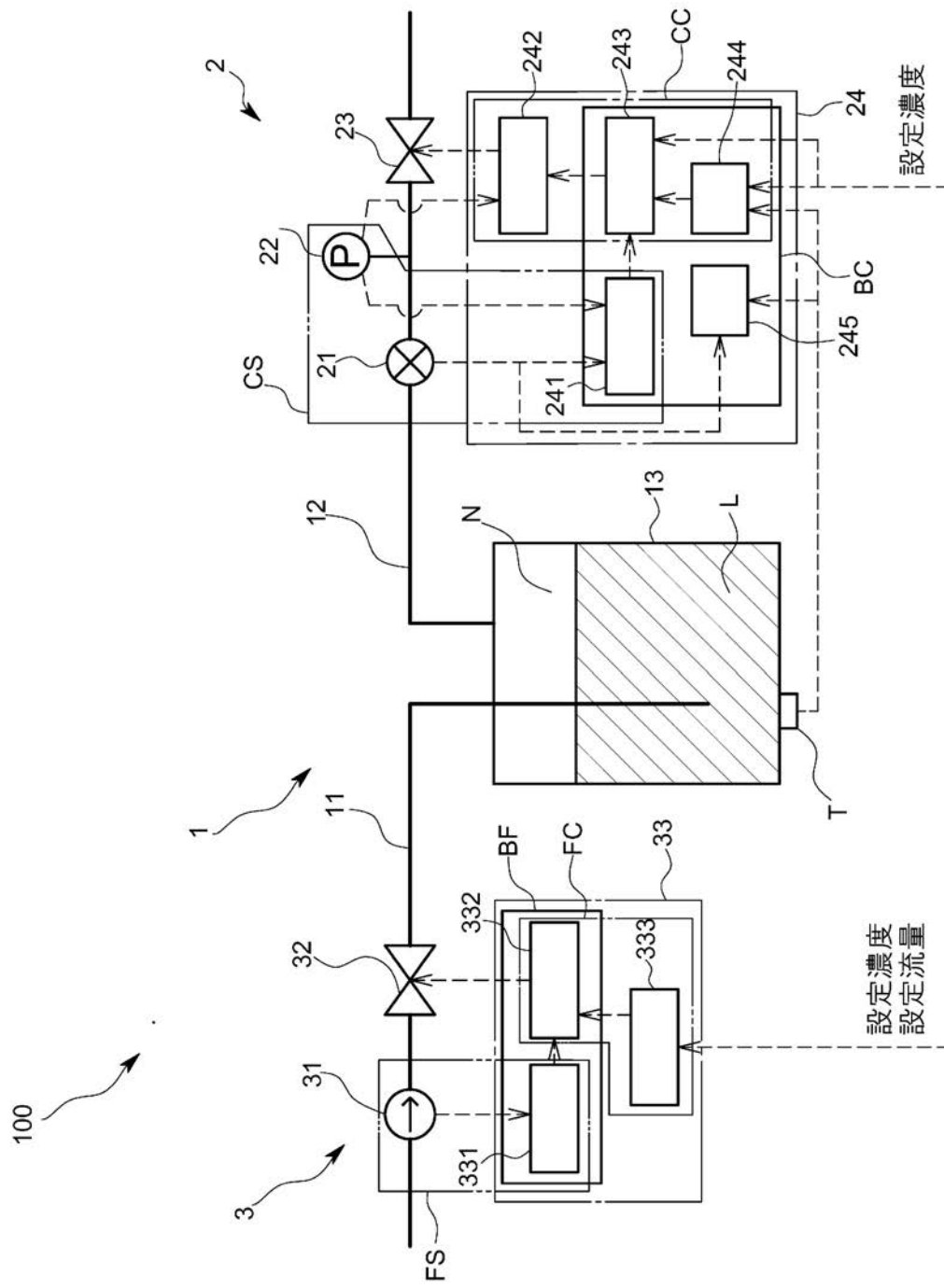
【図4】



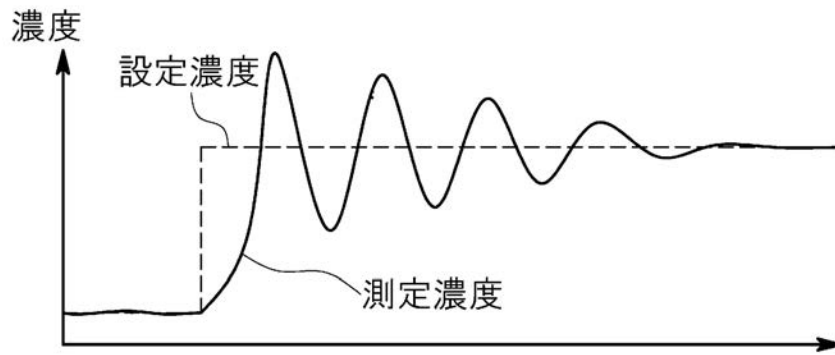
【図5】



【 図 6 】



【図7】



フロントページの続き

- (72)発明者 井上 正規
京都府京都市南区上鳥羽鉾立町11-5 株式会社堀場エステック内
- (72)発明者 瀧尻 興太郎
京都府京都市南区上鳥羽鉾立町11-5 株式会社堀場エステック内

審査官 齊藤 公志郎

- (56)参考文献 特開平04-072717(JP,A)
特開平09-063965(JP,A)
特開昭61-279678(JP,A)
特開2004-338996(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 21/304
C23C 16/448
H01L 21/205
G05D 7/00