(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第3601153号

(P3601153)

(45)発行日　平成16年12月15日(2004.12.15)　(24)登録日　平成16年10月1日(2004.10.1)

(51)Int.Cl.[7]	F I		
H01L 21/285	H01L	21/285	C
C23C 16/44	C23C	16/44	J
H01L 21/205	H01L	21/205	
H01L 21/28	H01L	21/28	301R
H01L 21/304	H01L	21/304	648Z

請求項の数 11　(全 13 頁)

(21)出願番号　特願平7-351796
(22)出願日　平成7年12月27日(1995.12.27)
(65)公開番号　特開平9-186107
(43)公開日　平成9年7月15日(1997.7.15)
審査請求日　平成14年11月6日(2002.11.6)

(73)特許権者　000219967
東京エレクトロン株式会社
東京都港区赤坂五丁目３番６号
(74)代理人　100090125
弁理士　浅井　章弘
(72)発明者　五味　久
山梨県韮崎市藤井町北下条２３８１番地の１　東京エレクトロン山梨株式会社内
(72)発明者　伊藤　昌秀
山梨県韮崎市藤井町北下条２３８１番地の１　東京エレクトロン山梨株式会社内
(72)発明者　陣内　新平
山梨県韮崎市藤井町北下条２３８１番地の１　東京エレクトロン山梨株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】処理ガス供給装置のクリーニング方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

液体収納容器から液状の有機金属材料を液体流量制御手段にて流量制御しつつ供給通路内に圧送して気化手段にて気化させることにより処理ガスを形成し、この処理ガスを被処理体に成膜処理を行なう処理装置へ供給する処理ガス供給装置のクリーニング方法において、前記供給通路のクリーニング対象領域に加圧されたパージガスを流すことにより前記供給通路に留まっている液状の有機金属材料を系外へ排除し、その後、前記クリーニング対象領域に前記有機金属材料を溶解するための溶媒を導入して残留する有機金属材料を溶解し、前記溶媒を排出するように構成したことを特徴とする処理ガス供給装置のクリーニング方法。

【請求項２】

前記加圧されたパージガスを流すと共に、同時に真空引きすることを特徴とする請求項１記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。

【請求項３】

前記クリーニング対象領域に導入された前記溶媒は、その状態で所定の時間放置されることを特徴とする請求項１または２記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。

【請求項４】

前記溶媒を前記クリーニング対象領域より排出した後、前記クリーニング対象領域は真空引きされて所定の真空度に達することを確認することを特徴とする請求項１乃至３のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。

【請求項５】
前記有機金属材料は有機アルミニウム金属化合物であることを特徴とする請求項１乃至４のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【請求項６】
前記クリーニング対象領域は、前記供給通路に介設される前記液体流量制御手段と前記気化手段を含むことを特徴とする請求項１乃至５のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【請求項７】
前記溶媒の導入と排出は、複数回繰り返し行なうように構成したことを特徴とする請求項１乃至６のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【請求項８】
前記有機アルミニウム金属化合物は、ＤＭＡＨ（ジメチルアルミニウムハイドライド）、ＤＭＥＡＡ（ジメチルエチルアミンアルミニウム）、ＴＭＥＡＡ（トリメチルアミンアルミニウム）、ＴＭＡ（トリメチルアルミニウム）の内、いずれか１つであることを特徴とする請求項５乃至７のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【請求項９】
前記溶媒は、孤立電子対を有する有機溶媒であることを特徴とする請求項１乃至８のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【請求項１０】
前記溶媒は、ヘキサン、トルエン、ベンゼンの内、いずれか１つまたは複数を混合して用いることを特徴とする請求項１乃至９のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【請求項１１】
前記溶媒は、前記クリーニング対象領域に循環されることを特徴とする請求項１乃至１０のいづれかに記載の処理ガス供給装置のクリーニング方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、例えば半導体製造装置等に高粘度の液体をガス化させて供給する処理ガス供給装置のクリーニング方法に関する。
【０００２】
【従来の技術】
一般に、半導体デバイスにあっては、最近の高密度化、高集積化の要請に応じて、回路構成を多層配線構造にする傾向にあり、この場合、下層デバイスと上層アルミ配線との接続部であるコンタクトホールや下層アルミ配線と上層アルミ配線との接続部であるヴィアホールなどの埋め込み技術が、両者の電気的な接続をはかるために重要になっている。
コンタクトホールやヴィアホールの埋め込みには、安価で導電性の良好な材料、例えばアルミニウムを用いるのが好ましく、しかも、ホールの埋め込みという技術的な制約からボイドの発生をなくすためには方向性の高いスパッタによる成膜でなく、ステップカバレジが良好なＣＶＤ（Ｃｈｅｍｉｃａｌ　Ｖａｐｏｒ　Ｄｅｐｏｓｉｔｉｏｎ）による成膜が望まれている。
【０００３】
アルミ－ＣＶＤ成膜を形成するためには、一般的には処理ガスとして有機金属ガスであるＤＭＡＨ（ジメチルアルミニウムハイドライド）を用いるが、このＤＭＡＨは、常温では粘度が８０００～１００００ｃｐ（センチポアズ）程度と非常に高くて水あめ状になっており、しかも、空気中の水分や酸素と激しく反応して発火するために非常に取り扱いが困難な物質である。
【０００４】
液状の材料をガス化して処理ガスとして供給する方法には、一般的には一例として図７に示すようにバブリング法、ベーキイング法及び直接気化法が存在する。図７（Ａ）はバブ

リング法を示し、液体収容容器４内に貯留した液状材料２中にマスフローコントローラ６により流量制御されたN_2　ガス等のキャリアガスを供給してバブリングし、この時発生するＤＭＡＨガスをキャリアガスで搬送し、処理装置へ供給するようになっている。図７（Ｂ）はベーキング法を示し、液体材料２を貯留した液体収容容器４と、処理ガスの流量制御を行なうマスフローコントローラ６とを同一のオーブン８内に収容して加熱することにより液体材料２を熱により直接蒸気化し、この時の蒸気圧により処理ガスを圧送して処理装置へ供給するようになっている。

【０００５】

図７（Ｃ）は直接気化法を示し、液体材料２を貯留した液体収容容器４内に加圧気体を供給し、この圧力により容器４内の液体材料を液体のままで圧送し、この供給量を液体流量コントローラ１０で流量制御しつつ気化器１２に流し込む。そして、気化器１２にて、マスフローコントローラ６により流量制御されたキャリアガスにより蒸気化させ、発生した処理ガスを処理装置へ供給するようになっている。

【０００６】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、成膜の繰り返し操作によって、処理ガスの供給系においても種々のトラブルが発生することは避けられないが、そのために定期的に或いは不定期的に供給系に設けた気化器や流量制御機構、或いは配管類をメンテナンスしなければならない。

この場合、前述のようにＤＭＡＨは空気中に晒されると空気中の水分と激しく爆発的に反応を生ずることから取り扱いが難しく、従って、メンテナンス時には供給系内にＤＭＡＨが僅かではあるが留まっていることから残留ＤＭＡＨが空気に晒されることを防止するために気化器や流量制御機構を配管類から安易に外すことができない。このようなメンテナンスの困難性は、ＤＭＡＨ容器内のＤＭＡＨが少なくなって容器自体を交換する場合にも同様に生じてしまう。

【０００７】

そこで、メンテナンス時には、加圧ガスをまず供給系内に挿通させて、その圧力で内部に留まっている液状のＤＭＡＨを系外へ排除することも考えられるが、この場合には、ある程度の量のＤＭＡＨを排除できたとしても、前述のようにＤＭＡＨはかなり粘度が高いので加圧ガスによる排除を行なってもかなりの量のＤＭＡＨが管内壁に付着しており、十分に除去することができないのが現状である。

本発明は、以上のような問題点に着目し、これを有効に解決すべく創案されたものである。本発明の目的は、処理ガス供給系内の有機金属材料、例えば有機アルミニウム金属化合物を効率的に且つ完全に除去することができる処理ガス供給装置のクリーニング方法を提供することにある。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記問題点を解決するために、液体収納容器から液状の有機金属材料を液体流量制御手段にて流量制御しつつ供給通路内に圧送して気化手段にて気化させることにより処理ガスを形成し、この処理ガスを被処理体に成膜処理を行なう処理装置へ供給する処理ガス供給装置のクリーニング方法において、前記供給通路のクリーニング対象領域に加圧されたパージガスを流すことにより前記供給通路に留まっている液状の有機金属材料を系外へ排除し、その後、前記クリーニング対象領域に前記有機金属材料を溶解するための溶媒を導入して残留する有機金属材料を溶解し、前記溶媒を排出するように構成したものである。

【０００９】

以上のように構成することにより、パージガスによる排除後において供給通路内に残留する有機金属材料、例えば有機アルミニウム金属化合物はこれに溶媒を導入することによりこの溶媒に溶解されてしまい、クリーニング対象領域の供給通路から確実に排除することができる。

この場合、溶媒の供給通路内への導入と排出は複数回繰り返し行なったり、或いは供給通

路内のクリーニング対象領域へ導入した溶媒を循環させて有機アルミニウム金属化合物の溶解を促進させるようにするのがよい。
この有機アルミニウム金属材料としては、ＤＭＡＨ（ジメチルアルミニウムハイドライド）、ＤＭＥＡＡ（ジメチルエチルアミンアルミニウム）、ＴＭＥＡＡ（トリメチルアミンアルミニウム）、ＴＭＡ（トリメチルアルミニウム）等を用いることができる。
また、溶媒としては、孤立電子対を有する有機溶媒、例えばヘキサン、トルエン、ベンゼンを単独で、或いはこれらを混合させて用いることができる。
【００１０】
【発明の実施の形態】
以下に、本発明に係る処理ガス供給装置のクリーニング方法の一実施例を添付図面に基づいて詳述する。
図１は本発明方法を実施する処理ガス供給装置を示す全体構成図、図２は気化手段を示す概略断面図、図３は図２に示す気化手段の平面図である。
【００１１】
図示するように、この処理ガス供給装置１４は、半導体ウエハの被処理体Ｗに成膜等の処理を施す処理装置１６へ処理ガスを供給するものである。ここでは、処理装置として熱ＣＶＤ成膜を行なう熱ＣＶＤ成膜装置を用い、また、有機アルミニウム金属化合物としてはＤＭＡＨ（ジメチルアルミニウムハイドライド）を用いて、ＣＶＤによりアルミニウム成膜を形成する場合について説明する。
【００１２】
この処理ガス供給装置１４は、成膜用の処理ガスを作る原料液体１８を収容する液体収納容器２０と、液体収納容器２０と上記処理装置１６とを結ぶ供給通路２２と、上記原料液体１８を供給通路２２側へ圧送する圧送手段２４と、上記供給通路２２の途中に介設されて、圧送されてきた原料液体を気化して処理ガスを形成する気化手段２６とにより主に構成されている。
【００１３】
具体的には、上記液体収納容器２０は、例えばステンレス製の容量が８リットル程度の密封容器よりなり、内壁にはガスや水分等が付着し難いように電解研磨処理が施されている。
この収納容器２０には、下端が液面の上方に位置されて、手動の容器開閉弁Ｖ２を介設したガス導入管２８が設けられ、このガス導入管２８には、圧送手段２４から延びる圧送管３０がジョイント３２を介して接続されており、圧送用のガスを容器２０内へ導入し得るようになっている。
また、収納容器２０には、下端が液中に浸漬されて途中に手動の容器開閉弁Ｖ３を介設した液体出口管３４が設けられており、この出口側が、ジョイント３６を介して上記供給通路２２に接続される。
【００１４】
圧送手段２４は例えば１～３ｋｇｆ／ｃｍ^2　の高圧Ａｒガスを充填したＡｒガスボンベ３８とこれに接続される圧送管３０よりなり、この圧送管３０の途中には、第１及び第２開閉弁Ｖ１，Ｖ１０を順次介設して容器２０内の原料液体１８を１～３ｋｇｆ／ｃｍ^2　の圧力で圧送するようになっている。この第１及び第２開閉弁Ｖ１，Ｖ１０の間の圧送管３０には、開閉弁Ｖ１９により連通自在になされた圧力計４０が設けられており、必要に応じてこの圧送管３０内の圧力を検出し得るようになっている。この圧力計４０としては、例えばキャパシタンスマノメータを用いることができる。
【００１５】
上記供給通路２２は、ジョイント３６から気化手段２６までの間は、微小流量のコントロールができる範囲内でこれに流れる原料液体に過度の圧力損失を生ぜしめることなくこれを流すことのできるに十分な大きさの管径、例えば１／４インチのステンレススチール管を用いており、気化手段２６から処理装置１６までの間は処理ガスに対する流体抵抗を少なくしてこれを容易に流すために例えば３／８或いは１／２インチのステンレススチール

管を用いている。そして、その上流側より下流側に向けて、第１開閉弁Ｖ１１、第２開閉弁Ｖ４、流れる原料液体の流量を制御する液体流量制御手段４２、第３開閉弁Ｖ５、上記気化手段２６及び第４開閉弁Ｖ６が順次介設されており、原料液体は気化手段２６までは液状態で流れ、ここで蒸気化されて以降はガス状態で流れることになる。
上記液体流量制御手段４２としては、例えば内部に複数の弁体を用いて僅か０．５ＣＣＭ程度の液量でも精度良く流量制御ができるマイクロポンプ手段や液体用のマスフローコントローラ等を用いることもできる。尚、供給通路２２の内壁面は、エレクトロポリシング処理等が行なわれており、内壁面に付着する水分等の吸着量を小さくしてＤＭＡＨに不必要な反応を生ぜしめないようになっている。

【００１６】

この気化手段２６には、キャリアガス管４４を介してキャリアガスとして例えば水素ガスを貯留する水素ガスボンベ４６が接続されており、このガス管４４にはその上流側より下流側に向けて第１開閉弁Ｖ１４、マスフローコントローラ４６及び第２開閉弁Ｖ１５を順次介設して気化ガス兼キャリアガスとして水素ガスを供給し得るようになっている。また、キャリアガス管４４の上流からは、チャンバ圧力調整管４８が分岐されて、その先端は、処理装置１６に入る供給通路２２の導入部に接続されている。そして、このチャンバ圧力調整管４８には、第１開閉弁Ｖ１７、マスフローコントローラ５０、第２開閉弁Ｖ１８を介設しており、処理ガスの供給に先立って処理装置１６内を圧力調整して高精度に流量制御された処理ガスの供給を実現するようになっている。

【００１７】

また、供給通路２２の第２開閉弁Ｖ４の上流側、第３開閉弁Ｖ５のの下流側及び気化手段２６には、それぞれ真空引き可能になされたトラップ管５２Ａ、５２Ｂ、５２Ｃが分岐させて設けられており、各トラップ管には、トラップ開閉弁Ｖ８，Ｖ１３，Ｖ１６がそれぞれ介設されている。各トラップ管５２Ａ、５２Ｂ、５２Ｃは、共通に接続されて、途中に開閉弁Ｖ９、トラップ装置５４及び図示しない真空ポンプ等が介設されており、トラップ時には真空引きするようになっている。
また、圧送管３０の第１開閉弁Ｖ１の下流側と供給通路２２の第１開閉弁Ｖ１１の下流側は、途中に開閉弁Ｖ７及び絞り弁５６を介設した連通管５８により連通される。また、供給通路２２の第１開閉弁Ｖ１１の下流側からは、途中に開閉弁Ｖ２０および弁開度が可変になされた絞り弁６０を介設した溶媒パージ管６２が分岐されており、この先端にＤＭＡＨを溶解する溶媒、例えばノーマルヘキサンを貯留する溶媒タンク６４を接続して、配管系のメンテナンス時等に溶媒によりＤＭＡＨを排除し得るようになっている。また、第３開閉弁Ｖ５の下流側の供給通路２２には、途中に開閉弁Ｖ１２を介設してパージ用Ａｒガス源６６に接続されたパージ管６８が連結されている。このＡｒガス源６６は、必要時に気化手段２６内のＤＭＡＨを排出させるものであり、その圧力は例えば６～９ｋｇｆ／ｃｍ^2　といった高い圧力になされている。

【００１８】

ここで、気化手段２６と処理装置１６との間の供給通路全体には、例えばテープヒータよりなるガス加熱ヒータ７０（破線で示す）が巻回されており、気化したＤＭＡＨが再液化しないで且つ熱分解もしない温度範囲、例えば３０～９０℃の範囲内の一定値、例えば６０℃に加熱している。また、トラック開閉弁Ｖ８，Ｖ１３とトラップ装置５４との間の各トラップ管５２Ａ、５２Ｂ、及び５２Ｃの全体にも例えばテープヒータよりなる第１の加熱ヒータ７２（図中破線で示す）が設けられており、これを例えば４５℃に加熱することにより、排出されるＤＭＡＨが途中で凝固しないようになっている。
更には、キャリアガス管４４の下流側全体にも、例えばテープヒータのような第２の加熱ヒータ７４が巻回されてこれを例えば３５℃程度に加熱しており、流れるキャリアガスを予熱して原料液体の気化を促進するようになっている。

【００１９】

液体流量制御手段４２、気化手段２６、これに供給されるキャリアガスの流量を制御するマスフローコントローラ４６及び各弁は、例えばマイクロコンピュータ（図示せず）等に

より制御され、気化手段２６には原料液体を気化するに十分な量のキャリアガスが常時供給されるようになっている。

【００２０】

ここで、気化手段２６の構造を説明する。

図２及び図３は気化手段２６の構成を示し、バルブ本体７６の中央に液体導入ポート７８を設け、これを中心としてその直径方向の反対側にキャリア導入ポート８０とガス排出ポート８２を設ける。そして、液体導入ポート７８の外周に、他のポート８０、８２を連絡するようにリング状の気化溝８４を形成する。そして、このバルブ本体７６の上部に、上下方向に屈曲可能な例えばコルゲーション８６付きの薄板状の弁体８８を設け、これを図示しないアクチュエータにより上下方向に屈曲させることによりポートを閉塞したり、この弁開度を変えるようになっている。従って、液体導入ポート７８より流出した液体は、コントロールされたキャリアガスを流すことにより圧力降下を起こし、ジュール・トムスン効果により気化しながら気化溝８４に到達し、キャリアと共に処理ガスとして搬送し得るようになっている。この場合にも、キャリア導入ポート８０及びこれに接続される管の管径は、５ｍｍ程度に設定する。

【００２１】

ここで図１に戻って、処理装置１６の構成について説明する。この処理装置１６としては、半導体ウエハＷを１枚ずつ処理する、いわゆる枚葉式の熱ＣＶＤ成膜装置が一例として示されている。この装置の、例えばアルミニウム製の処理容器９０内には例えば抵抗加熱ヒータ９２で加熱される載置台９４が設けられており、この載置台９４の上面に例えばメカニカルクランプ９６に保持されてウエハＷが載置される。このメカニカルクランプ９６に換えて静電チャックを用いるようにしてもよい。

処理容器９０内の上部には載置台９４に対向させてシャワーヘッド９８が設けられており、このシャワーヘッド９８には、処理ガスを供給するための供給通路２２が接続されており、これにより処理ガスを処理容器９０内に導入するようになっている。また、容器底部には、図示しな真空ポンプに接続された排気口１００が設けられており、容器内を真空引き可能にしている。

【００２２】

次に、以上のように構成された装置の動作について説明する。

まず、処理容器１６内に未処理の半導体ウエハＷを搬入してこれを載置台９４上に載置保持し、容器９０内をベース圧まで真空引きすると共に抵抗加熱ヒータ９２によりウエハＷをプロセス温度範囲、１６０℃～３００℃程度の範囲内の所定の値、例えば２００℃に維持する。そして、この容器９０内にシャワーヘッド９８より所定の処理ガスを供給しつつ内部をプロセス圧力範囲、０．１Ｔｏｒｒ～２０Ｔｏｒｒの範囲内の所定の値、例えば２Ｔｏｒｒ程度に維持して、例えばアルミニウムの成膜処理を行なう。

【００２３】

原料液体１８は、圧送手段のＡｒガスボンベ３８より１～３Ｋｇｆ／ｃｍ^2　の圧力のＡｒガスを圧送管３０を介して収納容器２０内に導入すると、このガス圧により供給通路２２内を円滑に圧送されて行くことになる。尚、ここで圧送管３０に介設した第１、第２開閉弁Ｖ１，Ｖ１０及び供給通路２２に介設した第１、第２、第３、第４開閉弁Ｖ１１，Ｖ４，Ｖ５，Ｖ６はそれぞれ開になされ、また、容器開閉弁Ｖ２，Ｖ３も開になされているのは勿論である。加圧ガスとしてはＡｒガスの他に、Ｈｅガス、Ｘｅガス等の他の不活性ガスも用いることができる。

【００２４】

更に、処理ガスを処理容器９０内へ導入する場合には、処理容器９０内の圧力変動に伴う処理ガス供給量の変動を抑制するためにチャンバ圧力調整管４８を介して予め処理容器９０内にH_2　ガスを供給して内部をプロセス圧力に維持している。

【００２５】

また、気化開始時には原料液体の供給量がステップ状に変化して所定の流量に達するのではなく、漸増して所定の流量に達するように変化するのでこの不安定要素をなくすために

、気化手段２６を予め作動させることによりここで原料液体を気化させて処理ガスを形成し、これをトラップ管５２Ｃを介して系外へ排出するプリフローを行なっている。

【００２６】

そして、成膜処理の開始と同時に、チャンバ圧力調整管４８の第２開閉弁Ｖ１８を閉じて処理容器９０へH_2　ガスを供給することを停止し、且つ気化手段２６に接続されるトラップ管５２Ｃのトラップ開閉弁Ｖ１６を閉にすると同時に、供給通路２２の第４開閉弁Ｖ６を開にして、今まで廃棄していた処理ガスを処理容器９０側へ導入して成膜を行なうようにする。これにより、処理容器９０内の圧力変動も生ぜず、しかも、処理開始と同時にステップ状に高精度に流量制御された処理ガスを処理容器９０内へ導入することができる。

【００２７】

供給通路２２内を圧送される原料液体は液体流量制御手段４２により流量制御されつつ流れて、気化手段２６に導入される。気化手段２６に導入された原料液体は、水素ガスボンベ４６よりキャリアガス管４４を介してこれに供給される高圧水素ガスにより、ジュール・トムスン効果で気化されて処理ガスとなり、ここで発生した処理ガスは水素ガスに伴われて供給通路２２内を更に下流側へ流れて処理装置９０に到達し、最終的に前述のようにシャワーヘッド９８から処理容器９０内へ導入されることになる。

【００２８】

ここで、気化手段２６及びその下流側の供給通路２２は、例えばこれに内蔵されるヒータやガス加熱ヒータ７０により、ＤＭＡＨの気化温度以上で熱分解温度以下の温度範囲、例えば３０℃～９０℃の範囲内の一定値、例えば６０℃に加熱されているので、このＤＭＡＨの気化ガスすなわち処理ガスが再液化することなく、しかも熱分解されることなくこの通路内を流れて処理装置１６まで円滑に供給することができる。

【００２９】

更に、キャリアガスを流すキャリアガス管４４には第２の加熱ヒータ７４を設けて、気化手段２６に導入されるキャリアガスを処理ガスのガス状態維持温度３０～９０℃よりも僅かに低い温度、例えば６０℃程度に予め加熱しているので、原料液体の気化を迅速に且つ円滑に行なうことが可能となる。尚、キャリアガスとしてはH_2　ガスの他に、Ａｒガス、Ｈｅガス等の不活性ガスを用いることができる。

このように高精度の流量コントロール下では従来装置においては高々４ＳＣＣＭ程度しか供給できなかったが、本実施例によれば、１枚のウエハＷに対して量産的にアルミニウムの成膜を施すに必要とされる流量、例えば１００ＳＣＣＭ（液体換算で０．３５ＣＣＭ）程度の、従来と比較して多量の流量の原料液体を高精度にコントロールしつつ供給することが可能となる。従って、量産ベースでのＡｌ－ＣＶＤ成膜が可能となり、例えばホールの埋め込み処理をＡｌ－ＣＶＤ成膜により量産ベースで行なうことができる。

【００３０】

また、成膜処理の停止時には、供給通路２２の第４開閉弁Ｖ６を閉にすると同時に気化手段２６に接続したトラップ管５２Ｃのトラップ開閉弁Ｖ１６を開にすることにより、今まで処理容器９０内に流れていた処理ガスをトラップ管５２Ｃを介して廃棄するようにすれば、処理ガスの供給をステップ状に遮断することができ、成膜に悪影響を与えることもない。

【００３１】

ところで、成膜処理の繰り返しによって液体収納容器２０内の原料液体１８がなくなった場合には容器１８自体を原料液体の満たされた別の容器と交換しなければならないし、また、供給通路２２或いはこれに介設される液体流量制御手段４２や気化手段２６は定期的に或いは不定期的にメンテナンスが行なわれる。この場合、供給通路２２内、ジョイント３２、３６に臨む供給通路２２の端部或いは流量制御手段４２や気化手段２６の内部には原料液体が留まっているがこの液体が空気に晒されると前述のように急激に反応することからメンテナンス作業を行なう場合には、予め原料液体をメンテナンス対象領域から排除してクリーニング処理を行なわなければならない。原料液体を排除するためには、この原

料液体は、ある程度以上の粘度を有しているから加圧ガス等だけでは容易に排除することができず、特別な工夫が必要となり、そこで本発明では溶媒による洗浄を行なう。

【００３２】

ここで、次に本発明に係るクリーニング方法について説明する。図４は液体収納容器２０を取り替える時のフローチャートを示す。

まず、液体収納容器２０を交換する時には、各容器開閉弁Ｖ２、Ｖ３を閉じ、各トラップ管５２Ａ、５２Ｂ、５２Ｃに設けた第１の加熱ヒータ７２に通電を行なって、トラップ管を所定の温度、例えばＤＭＡＨが液化せず、且つ分解しない温度、例えば４５℃に加熱しておく（Ｓ１）。

次に、圧送管３０の第１及び第２開閉弁Ｖ１、Ｖ１０、連通管５８の開閉弁Ｖ７、供給通路２２の第１開閉弁Ｖ１１、トラップ管５２Ａのトラップ開閉弁Ｖ８、Ｖ９を開にして、ここにＡｒガスボンベ３８からパージガスとして圧力が例えば３ｋｇｆ／ｃｍ^2　のＡｒガスを流し、容器接続部分の供給通路２２内に留まる原料液体をトラップ管５２Ａを介して系外へ排除する（Ｓ２）。尚、この時、排除された原料液体は、トラップ装置５４により捕獲されるのは勿論である。この状態では、前述のように原料液体はかなりの粘度を有していることからＡｒガスパージだけでは原料液体を十分に排除できずにかなりの量の原料液体が管内壁や通路内壁に付着している。

【００３３】

そこで、これを排除するために、次に、第１開閉弁Ｖ１を閉にすることによりＡｒガスの供給を停止し、この部分の真空引きを所定の時間だけ行なう（Ｓ３）。そして、次に、トラップ管５２Ａのトラップ開閉弁Ｖ８を閉にしてトップ管を遮断すると共にパージ管６２に介設された開閉弁Ｖ２０を開き、溶媒タンク６４から溶媒としてノーマルヘキサンを送出し、これを容器接続部分の供給通路に導入する（Ｓ４）。そして、容器接続部分に溶媒を導入したならば、開閉弁２０を閉にして溶媒の供給を停止し、残留する原料液体の溶解を促進するためにこのままの状態で（所定の時間）、例えば１０分程度放置する（Ｓ５）。

【００３４】

そして、所定の時間放置したならば、トラップ開閉弁Ｖ８を開にして溶媒をトラップ管５２Ａを介して真空引きして排出する（Ｓ６）。溶媒の排出に際しては、まず、Ａｒガスボンベ３８からパージガスを流して溶媒の大部分を排出し、その後、真空引きにより残留する溶媒を排除するようにしてもよい。溶媒による１回の洗浄操作で残留原料液体をほとんど排除できれば問題はないが、通常１回の洗浄操作では完全には残留原料液体を除去しきれないので、上記したＳ４～Ｓ６を所定回数行なうことにより溶媒の導入と排出を所定回数、例えば３～５回程度繰り返し行ない、残留原料液体を略完全に除去する（Ｓ７）。溶媒の導入と排出を所定回数行なったならば、開閉弁Ｖ１９を開にして容器接続部分の供給通路内の圧力を、圧力計４０によりチェックし（Ｓ８）、所定の真空度に達したならばジョイント３２、３６の部分の開閉弁Ｖ１０、Ｖ１１を閉にし、この状態でジョイント３２、３６を取り外すことにより空になった液体収納容器２０を取り外して新たな液体収納容器を取り付け、取り替え操作を終了する（Ｓ９）。

【００３５】

このように溶媒により洗浄することにより容器接続部分の供給通路内からは残留原料液体を略完全に除去することができ、従って、この部分が空気に晒されても危険性はなく、液体収納容器の交換作業を安全に行なうことが可能となる。

この場合、残留原料液体の排出を容易にするために、ジョイント３６と第２開閉弁Ｖ４との間の供給通路に第３の加熱ヒータ（図示せず）を設けてこの部分を例えばトラップ管５２Ａと同じ４５℃程度に加熱しておくようにしてもよい。

次に、原料液体が流れる供給通路部分、液体流量制御手段４２及び気化手段２６のメンテナンスを行なうために、これらの部分より原料液体を排除するクリーニング手順を説明する。図５及び図６はこの手順を示すフローチャートである。

まず、原料液体の粘性を低くして排出を容易にするために、各トラップ管５２Ａ、５２Ｂ

、５２Ｃに設けた第１の加熱ヒータ７２に通電を行なってこれを前述と同じ温度４５℃に加熱しておく（Ｓ１）。

【００３６】

次に、圧送管３０の第１開閉弁Ｖ１、連通管５８の開閉弁Ｖ７、供給通路２２の第２及び第３開閉弁Ｖ４、Ｖ５、トラップ管５２Ｂのトラップ開閉弁Ｖ１３及び開閉弁Ｖ９を開にすることにより、この経路にＡｒガスボンベ３８よりＡｒガスをパージガスとして流し、液体流量制御手段４２内及びこの上下流側に延びる供給通路部分に留まる原料液体をトラップ管５２Ｂを介して系外へ排除する（Ｓ２）。

次に、上記開閉弁Ｖ９を開状態に維持したまま、他の開閉弁Ｖ１、Ｖ７、Ｖ４、Ｖ１３を全て閉にし、この状態でキャリアガス管４４の第１及び第２開閉弁Ｖ１４、Ｖ１５及びトラップ管５２Ｃのトラップ開閉弁Ｖ１６を開にし、水素ガスボンベ４６よりキャリアガスをパージガスとして気化手段２６内に導入して、この内部に残留する原料液体を気化させ、気化ガスをトラップ管５２Ｃを介して系外へ排除する（Ｓ３）。

【００３７】

次に、この状態でパージ管６８に介設した開閉弁Ｖ１２を開にすることによりＡｒガス源６６より例えば９ｋｇｆ／ｃｍ^2　と非常に圧力の高いＡｒガスを気化手段２６にその上流側から導入し、内部に残留する原料液体を略完全に気化させてトラップ管５２Ｃより系外へ排除する（Ｓ４）。この場合、Ａｒガス圧は、９ｋｇｆ／ｃｍ^2　と非常に高く設定しているので、万一、気化手段２６内が原料液体により閉塞されていたとしても、これを略完全に除去することが可能となる。また、この時、開閉弁Ｖ１２の開閉を繰り返して高圧パージＡｒガスの供給と停止を繰り返し行なうことにより、気化手段２６内の弁体８８（図２参照）がガス圧により屈曲作動し、残留する原料液体の排除を完全に行なうことが可能となる。

【００３８】

次に、トラップ管５２Ｃを介して気化手段２６内を真空引きしつつ（Ｓ５）、開閉弁Ｖ１４、Ｖ１５、Ｖ１６を順次閉じて気化ガスである水素ガスの供給を停止する。

そして、次に、トラップ管５２Ｂのトラップ開閉弁Ｖ１３を開にすることにより、気化手段２６内の高圧Ａｒガスを抜き（Ｓ６）、更に、開閉弁Ｖ４、Ｖ７、Ｖ８、Ｖ１０、Ｖ１１を開にすることによりこの部分の供給通路内や液体流量制御手段４２内の高圧Ａｒガスを抜く（Ｓ７）。

そして、ガス圧が平衡になるまでの所定時間が経過したならば、連通管Ｖ１９を開にして供給通路２２内の圧力を圧力計４０により計測し、所定の圧力（真空度）になったかチェックを行なう（Ｓ８）。

【００３９】

次に、所定の真空度に達したならば、開閉弁Ｖ１９、Ｖ７、Ｖ８、Ｖ１０、Ｖ１１を閉にし、供給通路２２の第２開閉弁Ｖ４を開にした状態で溶媒パージ管６２の開閉弁２０を開にすることにより、溶媒タンク６４よりノーマルヘキサンを液体流量制御手段４２内に導入する（Ｓ９）。

そして、溶媒を導入した状態で所定時間放置することにより、内部に残留する原料液体を溶解させ、開閉弁Ｖ１３を開にすることによりトラップ管５２Ｂを介してこの溶媒を系外へ排除する（Ｓ１０）。この時、前述した収納容器の交換時と同様にＡｒガスボンベ３８からのＡｒガスを送り込むことによりこのガス圧で溶媒の排出を促進させるようにしてもよい。

そして、溶媒による１回の洗浄では液体流量制御手段４２内に残留する原料液体を十分に除去できない場合には、上記Ｓ９、Ｓ１０に示すように溶媒の導入と排除を所定回数行ない（Ｓ１１）、これによりクリーニング操作を終了する。以後は、所定のメンテナンス作業を行なえばよい。

【００４０】

このように、クリーニング対象領域に留まる原料液体をパージガスによりパージ後、ここに溶媒を導入することにより、残留する原料液体を溶解させるようにしたので、残留原料

液体を略完全に排除することができ、メンテナンス作業を安全に行なうことが可能となる。

また、上記クリーニング操作においては溶媒を導入した時には、これを静止状態にして放置したが、これに限らず、溶媒をクリーニング対象領域に循環させるようにしてもよい。すなわち、図１においてトラップ管５２Ａのトラップ開閉弁Ｖ８の直ぐ下流側に循環ポンプ１０２（図中一点鎖線で示す）を介設しておき、図６において破線で示すフローに従って操作を行なう。すなわち、溶媒を液体流量制御手段４２に導入した後に、開閉弁Ｖ７を閉じると共に開閉弁Ｖ８、Ｖ１３、Ｖ５を開にして循環ポンプ１０２を含む閉ループを形成し、このポンプ１０２を駆動することにより液体流量制御手段４２内に溶媒を循環させて残留原料液体の溶解を促進させ、ある程度の時間循環させたならば、この溶媒を系外へ排除する（Ｓ１２）。

【００４１】

この場合、溶媒を１回導入するだけで、残留原料液体を十分に除去できればそのままクリーニング操作を終了してもよいが、原料液体の排除をより完全にするためには、溶媒の導入、循環、排除を所定回数行なうようにする（Ｓ１２）。

この場合には、先のクリーニング操作と比較して溶媒の使用量やクリーニングに要する時間を少なくすることができ、しかも原料液体の排除をより完全に行なうことができる。

尚、以上の実施例においては、有機アルミニウム金属化合物としてＤＭＡＨを用いた場合について説明したが、これに限らず、ＤＭＥＡＡ、ＴＭＥＡＡ、ＴＭＡ等も用いることができる。また、溶媒としては孤立電子対を有する有機溶媒ならばどのようなものでもよく、例えばヘキサンには、ノーマルヘキサンの他、この異性体であるメチルジエチルメタン、ジメチルプロピルメタン、ジメチルイソプロピルメタン、トリメチルエチルメタンも含まれ、また、他の溶媒としてはトルエン、ベンゼン等を単独で、或いはこれらの混合物を用いることもできる。

また、半導体ウエハに成膜する場合に限られず、他の被処理体、例えばＬＣＤ基板やガラス基板に成膜する場合にも適用できるのは勿論である。

【００４２】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の処理ガス供給装置のクリーニング方法によれば、次のように優れた作用効果を発揮することができる。

供給通路のクリーニング対象領域から原料液体（有機アルミニウム金属化合物）を排除するに際して、まず、パージガスにより大部分の原料液体を排除した後に、この領域に溶媒を導入して洗浄することにより残留する原料液体を安全に且つ略完全に系外へ排除することができる。

また、溶媒の導入と排出を繰り返し行なうことにより、残留する原料液体をより完全に系外へ排除することができる。

更には、導入した溶媒をクリーニング対象領域に循環されることにより、残留原料液体の溶解を促進させることができ、従って、少ない溶媒量で且つクリーニングに要する時間も短くした状態で更に原料液体の排除を完全に行なうことができる。

【図面の簡単な説明】

【図１】本発明方法を実施する供給装置を示す全体構成図である。

【図２】気化手段を示す概略断面図である。

【図３】図２に示す気化手段の平面図である。

【図４】液体収納容器の取り替え時のクリーニング操作を示すフローチャートである。

【図５】供給通路のクリーニング操作を示すフローチャートである。

【図６】供給通路のクリーニング操作を示すフローチャートである。

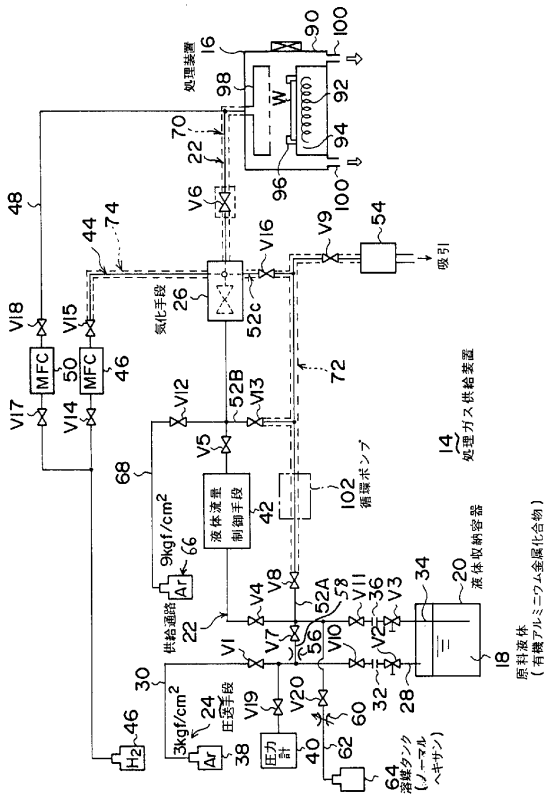
【図７】一般的な処理ガス供給装置を示す概略構成図である。

【符号の説明】

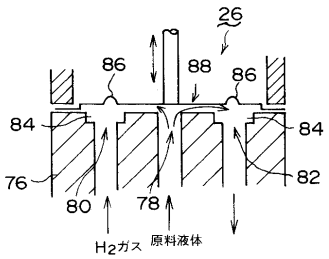
１４　処理ガス供給装置

１６　処理装置
１８　原料液体（有機アルミニウム金属化合物）
２０　液体収納容器
２２　供給通路
２４　圧送手段
２６　気化手段
３０　圧送管
３８　Ａｒガスボンベ
４２　液体流量制御手段
４４　キャリアガス管
５２Ａ、５２Ｂ、５２Ｃ　トラップ管
６４　溶媒タンク
９０　処理容器
１０２　循環ポンプ
Ｗ　　被処理体

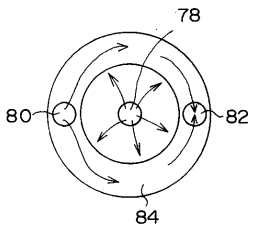
【図１】



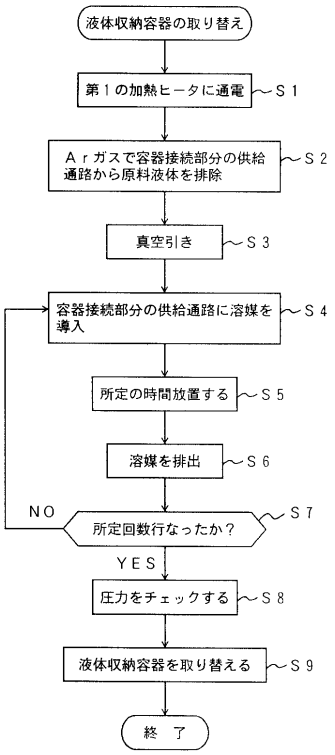
【図２】



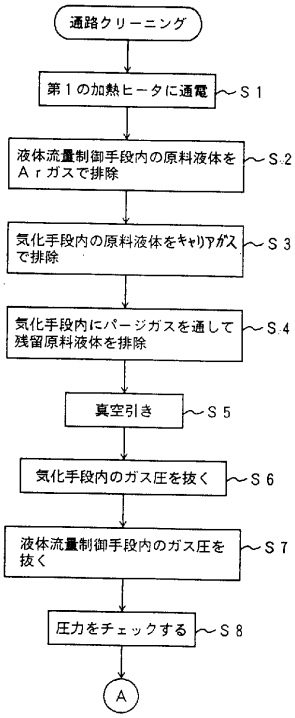
【図３】



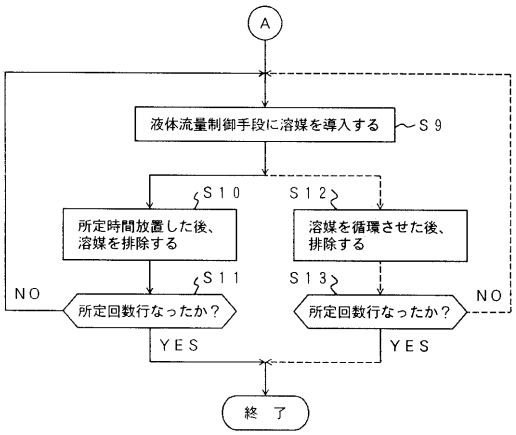
【図４】


液体収納容器の取り替え
第１の加熱ヒータに通電
S１
Ａｒガスで容器接続部分の供給通路から原料液体を排除
S２
真空引き
S３
容器接続部分の供給通路に溶媒を導入
S４
所定の時間放置する
S５
溶媒を排出
S６
NO
所定回数行なったか？
S７
YES
圧力をチェックする
S８
液体収納容器を取り替える
S９
終　了

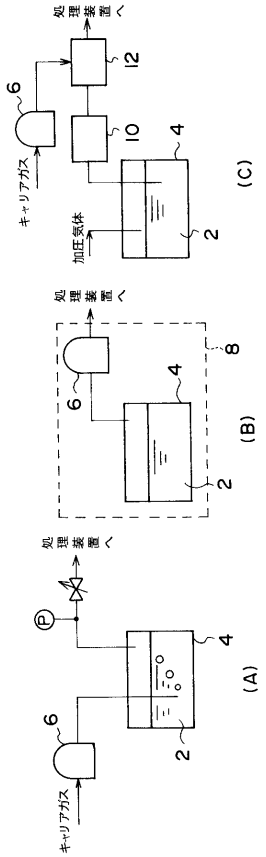
【図５】


通路クリーニング
第１の加熱ヒータに通電
S１
液体流量制御手段内の原料液体をＡｒガスで排除
S.２
気化手段内の原料液体をｷｬﾘｱｶﾞｽで排除
S３
気化手段内にパージガスを通して残留原料液体を排除
S.４
真空引き
S５
気化手段内のガス圧を抜く
S６
液体流量制御手段内のガス圧を抜く
S７
圧力をチェックする
S８
A

【図６】


A
液体流量制御手段に溶媒を導入する
S９
S１０
所定時間放置した後、溶媒を排除する
S１２
溶媒を循環させた後、排除する
S１１
S１３
NO
所定回数行なったか？
NO
所定回数行なったか？
YES
YES
終　了

【図７】


処理装置へ
12
6
10
4
キャリアガス
加圧気体
2
(C)
処理装置へ
8
6
4
2
(B)
処理装置へ
P
4
6
2
キャリアガス
(A)

フロントページの続き

(72)発明者　池田　亨
千葉県印旛郡富里町日吉台６－５－１１

審査官　長谷山　健

(56)参考文献　特開平０７－２６８６３４（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－０３０８２９（ＪＰ，Ａ）
特開平０９－１２４６５８（ＪＰ，Ａ）
特開平０７－０９４４２６（ＪＰ，Ａ）
特開平０５－２３９６５２（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
H01L 21/285
H01L 21/28　301
H01L 21/205
C23C 16/44
H01L 21/304　648