(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7111408号
(P7111408)

(45)発行日　令和4年8月2日(2022.8.2)

(24)登録日　令和4年7月25日(2022.7.25)

(51)国際特許分類		FI		
G01F 1/00 (2022.01)		G01F	1/00	Z
G01F 1/42 (2006.01)		G01F	1/00	X
G05D 7/06 (2006.01)		G01F	1/42	A
		G01F	1/42	B
		G05D	7/06	Z

請求項の数　16　（全20頁）

(21)出願番号　特願2021-562608(P2021-562608)
(86)(22)出願日　令和2年11月26日(2020.11.26)
(86)国際出願番号　PCT/JP2020/044049
(87)国際公開番号　WO2021/111979
(87)国際公開日　令和3年6月10日(2021.6.10)
審査請求日　令和4年1月19日(2022.1.19)
(31)優先権主張番号　特願2019-220976(P2019-220976)
(32)優先日　令和1年12月6日(2019.12.6)
(33)優先権主張国・地域又は機関
日本国(JP)

(73)特許権者　390033857
株式会社フジキン
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
(74)代理人　100129540
弁理士　谷田 龍一
(74)代理人　100137648
弁理士　吉武 賢一
(72)発明者　日高 敦志
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
株式会社フジキン内
(72)発明者　永瀬 正明
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
株式会社フジキン内
(72)発明者　西野 功二
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　流量制御装置の異常検知方法および流量監視方法

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
絞り部、前記絞り部の上流側に設けられたコントロール弁、前記絞り部と前記コントロール弁との間の圧力である上流圧力を測定する流量制御用圧力センサ、および、前記流量制御用圧力センサの出力に基づいて前記コントロール弁を制御するように構成された制御回路を含む流量制御装置と、
前記コントロール弁の上流側の圧力である供給圧力を測定する流入圧力センサと、
前記流入圧力センサの上流側に設けられた上流開閉弁と
を備えるガス供給システムにおいて行われる前記流量制御装置の異常検知方法であって、
前記流量制御用圧力センサの出力に基づいて前記コントロール弁の開度を制御することによって前記絞り部の下流側に制御された流量でガスを流している状態で、前記上流開閉弁を閉じるステップと、
前記コントロール弁を開いたまま、前記上流開閉弁を閉じた後の前記コントロール弁の上流側の供給圧力の降下を前記流入圧力センサを用いて測定するステップと、
前記測定された供給圧力の降下に基づいて前記流量制御装置の状態を診断するステップと
を含む、異常検知方法。
【請求項２】
前記上流開閉弁を閉じた後の前記供給圧力の降下の測定が終了した後、前記供給圧力が前記上流圧力よりも大きいときに前記上流開閉弁を開くステップをさらに含む、請求項１

に記載の異常検知方法。
【請求項３】
前記コントロール弁が開かれて前記絞り部の下流側にガスを流す状態を継続しながら、前記上流開閉弁を閉じて前記供給圧力の降下を測定する一連のステップが複数回、連続的または間欠的に行われる、請求項２に記載の異常検知方法。
【請求項４】
前記流量制御装置の状態を診断するステップは、前記絞り部の目詰まり、および、前記絞り部の開口拡大のうちの少なくともいずれかを検知するステップを含む、請求項１から３のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項５】
前記コントロール弁は、前記絞り部と前記コントロール弁との間の上流圧力が設定値に維持されるように前記流量制御用圧力センサの出力に基づいてフィードバック制御されており、前記上流開閉弁を閉じた後の前記供給圧力の降下を測定している期間中も、前記コントロール弁のフィードバック制御を行うことによって前記絞り部の下流側に制御された流量でガスを流し続ける、請求項１から４のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項６】
前記コントロール弁は、前記絞り部と前記コントロール弁との間の上流圧力が設定値に維持されるように前記流量制御用圧力センサの出力に基づいてフィードバック制御されており、ただし、前記上流開閉弁を閉じた後の前記供給圧力の降下を測定している期間中は、前記流量制御用圧力センサの出力にかかわらず前記コントロール弁の開度は一定の開度に維持され、前記供給圧力の降下の測定が終了してから再びフィードバック制御される、請求項１から４のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項７】
前記ガス供給システムは、前記流入圧力センサの上流側に設けられ、液体原料を加熱して気化させるように構成された気化部をさらに備え、
前記上流開閉弁は、前記気化部への前記液体原料の供給を制御するための液体充填用開閉弁であり、
前記上流開閉弁を一時的に開いて前記気化部に前記液体原料を供給してから前記上流開閉弁を閉じるとともに、前記気化部への前記液体原料の供給により前記供給圧力が上昇してからの前記供給圧力の降下を測定することによって前記流量制御装置の状態を診断する、請求項１から６のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項８】
前記ガス供給システムは、前記上流開閉弁の上流側に設けられ、液体原料を加熱して気化させるように構成された気化部をさらに備え、
前記上流開閉弁と前記流入圧力センサとの間に容量拡張部が設けられている、請求項１から６のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項９】
前記流入圧力センサは、前記流量制御装置に組み込まれている、請求項１から８のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項１０】
前記流量制御装置の状態を診断するステップは、測定された前記供給圧力の降下に対応する圧力降下データと、対応する基準圧力降下データとを比較することによって行われる、請求項１から９のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項１１】
前記圧力降下データは、前記供給圧力が初期圧力から設定圧力まで降下するまでの時間、または、前記上流開閉弁を閉じてから所定時間経過後に到達した供給圧力の値のいずれかである、請求項１０に記載の異常検知方法。
【請求項１２】
前記圧力降下データは、ｌｎ（Ｐ０（ｔ）／Ｐ０ｉ）＝－αｔで規定される近似直線の傾きの大きさαであり、ここでＰ０（ｔ）は時間に対する前記供給圧力の関数、Ｐ０ｉは

前記供給圧力の初期圧力、ｔは時間である、請求項１０に記載の異常検知方法。
【請求項１３】
前記流量制御装置の状態を診断するステップは、サンプリング周期ごとの測定圧力値と基準圧力値との差の総和を求めることによって行われる、請求項１から９のいずれかに記載の異常検知方法。
【請求項１４】
請求項１から１３のいずれかに記載の異常検知方法によって、前記流量制御装置の異常の有無を継続的に検知するステップと、
前記流量制御装置に異常が検知されなかったときには、前記流量制御装置が出力する流量が正しい流量であると認識し、前記流量制御装置に異常が検知されたときには、前記流量制御装置が出力する流量が正しくない流量であると認識し、それによって前記流量制御装置が出力する流量を継続的に監視するステップと
を含む、流量監視方法。
【請求項１５】
前記流量制御装置が出力する流量が正しくない流量であると認識したとき、前記流量制御装置が流量制御のために用いる、前記上流圧力と前記流量との関係性を示す情報を変更するステップをさらに含む、請求項１４に記載の流量監視方法。
【請求項１６】
測定時の前記供給圧力の降下時間Δｔと、基準となる降下時間Δｔｒとの差（Δｔ－Δｔｒ）を求め、前記差の値に基づいて、前記上流圧力と前記流量との関係性を表す式であるＱ＝Ｋ１・Ｐ１またはＱ＝Ｋ２・Ｐ２^{m}（Ｐ１－Ｐ２）^{n}における定数Ｋ１および定数Ｋ２の値の少なくともいずれかを変更するステップを含み、ここで、Ｑは流量、Ｐ１は前記上流圧力、Ｐ２は前記絞り部の下流側の圧力、ｍおよびｎは所定の指数である、請求項１５に記載の流量監視方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、半導体製造装置や化学プラント、薬品産業設備等で用いられるガス供給システムが備える流量制御装置の異常検知方法およびそれを用いた流量監視方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
半導体製造設備又は化学プラント等において、原料ガスやエッチングガスを適切な流量でプロセスチャンバに供給することが要求されている。ガス流量の制御装置としては、マスフローコントローラ（熱式質量流量制御器）や圧力式流量制御装置が知られている。
【０００３】
圧力式流量制御装置は、コントロール弁と絞り部（例えばオリフィスプレートや臨界ノズル）とを組み合せた比較的簡単な構成によって各種流体の質量流量を高精度に制御することができるので広く利用されている。特に、圧力式流量制御装置は、一次側の供給圧力が大きく変動しても安定した流量制御が行えるという優れた流量制御特性を有している。
【０００４】
圧力式流量制御装置には、絞り部の上流側の流体圧力（以下、上流圧力Ｐ１と呼ぶことがある）を制御することによって流量を調整するものがある。上流圧力Ｐ１は、絞り部の上流側の流路に配置されたコントロール弁の開度調整によって制御される。
【０００５】
コントロール弁としては、例えば、ピエゾアクチュエータによってダイヤフラム弁体を開閉させるように構成されたピエゾ素子駆動式バルブが用いられている。ピエゾ素子駆動式バルブは高い応答性を有しており、上流圧力Ｐ１を測定する圧力センサの出力に基づいて開度をフィードバック制御することによって、上流圧力Ｐ１および絞り部下流側に流れるガスの流量を適切に制御することができる。
【先行技術文献】

【特許文献】
【０００６】
【文献】特許第３５４６１５３号公報
国際公開第２０１７／１７０１７４号
特許第４３０８３５６号公報
国際公開第２０１６／１７４８３２号
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００７】
圧力式流量制御装置において、長期間の使用等によって、絞り部に、腐食や目詰まり等の異常が発生することがある。絞り部に異常が生じている場合、上流圧力Ｐ１と流量との関係が変化することによって、同じ上流圧力Ｐ１であっても正常時とは流量が変化する。しかし、圧力式流量制御装置は、熱式質量流量制御器とは異なり、流量を直接測定するための手段を備えていないので、絞り部の異常に起因する流量の変化を検知することが容易ではない。そのため、従来の圧力式流量制御装置では、絞り部に生じた異常を検知するための自己診断工程が行われていた。
【０００８】
特許文献１には、コントロール弁を閉じた後の上流圧力Ｐ１の降下（圧力降下曲線）を測定することによって、絞り部の異常を検知する技術が開示されている。絞り部に目詰まりが生じている場合、流体は絞り部を通過しにくくなるので、コントロール弁を閉じた後の上流圧力Ｐ１の低下に要する時間が正常時よりも長くなる。また、絞り部に腐食等が生じて口径が拡大している場合、流体は絞り部を通過しやすくなるので、上流圧力Ｐ１の低下に要する時間が正常時よりも短くなる。このため、測定時の圧力降下曲線と正常時の圧力降下曲線とを比較することによって、流量制御装置をガス供給ラインに接続したまま、絞り部に生じた異常を検知することができる。
【０００９】
特許文献２には、コントロール弁を閉じるだけでなく絞り部の下流側の遮断弁も閉じた後の上流圧力Ｐ１の降下の測定結果に基づいて、自己診断を行うことが開示されている。このときの自己診断は、上流圧力Ｐ１が、絞り部の下流側の圧力（下流圧力Ｐ２）に対して十分大きい、いわゆる臨界膨張条件を満足する期間内に限定して行われる。
【００１０】
また、特許文献２には、時間に対するｌｎ（Ｐ１／Ｐｉ）のプロット（ここでＰｉは上流圧力の初期圧力）から得られる近似直線の傾きを正常時の基準傾きと比較することによって、絞り部の異常を検知することも開示されている。このような直線の傾きを用いる場合、初期圧力Ｐｉによらず同じ基準傾きを用いて、半導体製造プロセス終了時の任意の設定流量からの圧力降下測定によって自己診断を行うことが可能である。
【００１１】
ただし、上記のようにコントロール弁や遮断弁を閉じて自己診断を行う場合、自己診断期間中には流量制御装置の下流側にガスが流れなくなる。このため、自己診断工程は、半導体製造プロセスが停止されている期間中に実施することが求められており、プロセス中などの任意のタイミングで実行することは困難である。
【００１２】
プロセス停止中に自己診断工程を行う場合、圧力式流量制御装置が並列接続されたガス供給システムにおいては、プロセス終了後、全ての圧力式流量制御装置のガス供給を停止してメンテナンスモードにしてから行わなければない。したがって、自己診断工程を実行するために多大な時間のロスが生じる。
【００１３】
この問題に対して、特許文献３の図７等には、プロセスの途中にも自己診断を行い得る方法が記載されている。特許文献３によれば、自己診断のためのコントロール弁の閉鎖の期間をごく短い期間に設定することによって、プロセス中であっても絞り部の異常を検知

し得る。
【００１４】
しかしながら、特許文献３に記載の方法では、短期間とはいえコントロール弁を閉鎖するので、この期間における流量の低下は避けられず、プロセスに悪影響を及ぼし得る。また、近年、ＡＬＤ（Atomic Layer Deposition）のためのパルス的なガス供給を正確な流量で行うことが求められているが、このようなパルス的なガス供給の合間に、コントロール弁を閉じて自己診断を行うことが容易ではないときもある。
【００１５】
さらに、上記のように診断期間を短く設定すると、圧力降下の初期のわずかな期間における圧力測定の結果を用いて診断を行うことになるので、測定誤差が大きくなり診断精度の低下につながる。このため、プロセスに悪影響を与えることなく絞り部の異常を正確に検知することは実際には容易ではなかった。
【００１６】
本発明は、上記課題を解決するために為されたものであり、プロセスの途中であっても比較的高い精度で絞り部の異常を検知することができる流量制御装置の異常検知方法およびそれを用いた流量監視方法を提供することを主たる目的とする。
【課題を解決するための手段】
【００１７】
本発明の実施態様に係る流量制御装置の異常検知方法は、絞り部、前記絞り部の上流側に設けられたコントロール弁、前記絞り部と前記コントロール弁との間の圧力である上流圧力を測定する流量制御用圧力センサ、および、前記流量制御用圧力センサの出力に基づいて前記コントロール弁を制御するように構成された制御回路を含む流量制御装置と、前記コントロール弁の上流側の圧力である供給圧力を測定する流入圧力センサと、前記流入圧力センサの上流側に設けられた上流開閉弁とを備えるガス供給システムにおいて行われ、前記流量制御用圧力センサの出力に基づいて前記コントロール弁の開度を制御することによって前記絞り部の下流側に制御された流量でガスを流している状態で、前記上流開閉弁を閉じるステップと、前記コントロール弁を開いたまま、前記上流開閉弁を閉じた後の前記コントロール弁の上流側の供給圧力の降下を前記流入圧力センサを用いて測定するステップと、前記測定された供給圧力の降下に基づいて前記流量制御装置の状態を診断するステップとを含む。
【００１８】
ある実施形態において、上記の異常検知方法は、前記上流開閉弁を閉じた後の前記供給圧力の降下の測定が終了した後、前記供給圧力が前記上流圧力よりも大きいときに前記上流開閉弁を開くステップをさらに含む。
【００１９】
ある実施形態において、前記コントロール弁が開かれて前記絞り部の下流側にガスを流す状態を継続しながら、前記上流開閉弁を閉じて前記供給圧力の降下を測定する一連のステップが複数回、連続的または間欠的に行われる。
【００２０】
ある実施形態において、前記流量制御装置の状態を診断するステップは、前記絞り部の目詰まり、および、前記絞り部の開口拡大のうちの少なくともいずれかを検知するステップを含む。
【００２１】
ある実施形態において、前記コントロール弁は、前記絞り部と前記コントロール弁との間の上流圧力が設定値に維持されるように前記流量制御用圧力センサの出力に基づいてフィードバック制御されており、前記上流開閉弁を閉じた後の前記供給圧力の降下を測定している期間中も、前記コントロール弁のフィードバック制御を行うことによって前記絞り部の下流側に制御された流量でガスを流し続ける。
【００２２】
ある実施形態において、前記コントロール弁は、前記絞り部と前記コントロール弁との

間の上流圧力が設定値に維持されるように前記流量制御用圧力センサの出力に基づいてフィードバック制御されており、ただし、前記上流開閉弁を閉じた後の前記供給圧力の降下を測定している期間中は、前記流量制御用圧力センサの出力にかかわらず前記コントロール弁の開度は一定の開度に維持され、前記供給圧力の降下の測定が終了してから再びフィードバック制御される。

【００２３】

ある実施形態において、前記ガス供給システムは、前記流入圧力センサの上流側に設けられ、液体原料を加熱して気化させるように構成された気化部をさらに備え、前記上流開閉弁は、前記気化部への前記液体原料の供給を制御するための液体充填用開閉弁であり、前記上流開閉弁を一時的に開いて前記気化部に前記液体原料を供給してから前記上流開閉弁を閉じるとともに、前記気化部への前記液体原料の供給により前記供給圧力が上昇してからの前記供給圧力の降下を測定することによって前記流量制御装置の状態を診断する。

【００２４】

ある実施形態において、前記ガス供給システムは、前記上流開閉弁の上流側に設けられ、液体原料を加熱して気化させるように構成された気化部をさらに備え、前記上流開閉弁と前記流入圧力センサとの間に容量拡張部が設けられている。

【００２５】

ある実施形態において、前記流入圧力センサは前記流量制御装置に組み込まれている。

【００２６】

ある実施形態において、前記流量制御装置の状態を診断するステップは、測定された前記供給圧力の降下に対応する圧力降下データと、対応する基準圧力降下データとを比較することによって行われる。

【００２７】

ある実施形態において、前記圧力降下データは、前記供給圧力が初期圧力から設定圧力まで降下するまでの時間、または、前記上流開閉弁を閉じてから所定時間経過後に到達した供給圧力の値のいずれかである。

【００２８】

ある実施形態において、前記圧力降下データは、ｌｎ（Ｐ０（ｔ）／Ｐ０ｉ）＝－αｔで規定される近似直線の傾きの大きさαであり、ここでＰ０（ｔ）は時間に対する前記供給圧力の関数、Ｐ０ｉは前記供給圧力の初期圧力、ｔは時間である。

【００２９】

ある実施形態において、前記流量制御装置の状態を診断するステップは、サンプリング周期ごとの測定圧力値と基準圧力値との差の総和を求めることによって行われる。

【００３０】

本発明の実施形態による流量監視方法は、上記いずれかの異常検知方法によって、前記流量制御装置の異常の有無を継続的に検知するステップと、前記流量制御装置に異常が検知されなかったときには、前記流量制御装置が出力する流量が正しい流量であると認識し、前記流量制御装置に異常が検知されたときには、前記流量制御装置が出力する流量が正しくない流量であると認識し、それによって前記流量制御装置が出力する流量を継続的に監視するステップとを含む。

【００３１】

ある実施形態において、上記流量監視方法は、前記流量制御装置が出力する流量が正しくない流量であると認識したとき、前記流量制御装置が流量制御のために用いる、前記上流圧力と前記流量との関係性を示す情報を変更するステップをさらに含む。

【００３２】

ある実施形態において、上記流量監視方法は、測定時の前記供給圧力の降下時間Δｔと、基準となる降下時間Δｔｒとの差（Δｔ－Δｔｒ）を求め、前記差の値に基づいて、前記上流圧力と前記流量との関係性を表す式であるＱ＝Ｋ１・Ｐ１またはＱ＝Ｋ２・Ｐ２^{m}（Ｐ１－Ｐ２）^{n}における定数Ｋ１および定数Ｋ２の値の少なくともいずれかを変更するステップを含み、ここで、Ｑは流量、Ｐ１は前記上流圧力、Ｐ２は前記絞り部の下流側の

圧力、ｍおよびｎは所定の指数である。
【発明の効果】
【００３３】
本発明の実施形態に係る異常検知方法および流量監視方法によれば、流量制御装置によって制御された流量でプロセスチャンバなどにガスを供給しながらも、流量制御装置の状態、特に、圧力式流量制御装置の絞り部の異常の有無を適切に検知することができ、また、異常検知の結果に基づいて流量を監視することができる。
【図面の簡単な説明】
【００３４】
【図１】本発明の実施形態に係る異常検知方法または流量監視方法が実施される流量制御装置が設けられたガス供給システムを示す図である。
【図２】本発明の実施形態に係る異常検知方法を示すフローチャートである。
【図３】本発明の実施形態に係る異常検知方法を行うときの（ａ）供給圧力Ｐ０および上流圧力Ｐ１の時間変化、（ｂ）上流開閉弁の開閉動作、ならびに、（ｃ）絞り部下流側に流れるガスの流量Ｑを示すグラフである。
【図４】正常時と、絞り部に異常が生じているときとのそれぞれについて、上流開閉弁閉鎖後の供給圧力の降下を示すグラフである。
【図５】本発明の他の実施形態に係る異常検知方法を行うときの（ａ）供給圧力Ｐ０の時間変化、（ｂ）上流開閉弁および下流開閉弁の開閉動作、ならびに、（ｃ）絞り部下流側に流れるガスの流量Ｑを示すグラフである。
【図６】流量制御装置の上流側に原料気化供給装置が設けられた構成を示す図である。
【図７】原料気化供給装置の液体充填用バルブの開閉動作と、気化部におけるガス圧力（供給圧力Ｐ０）との時間変化を示す図である。
【図８】流量制御装置の上流側に原料気化供給装置が設けられた構成の変形例を示す図である。
【発明を実施するための形態】
【００３５】
以下、本発明の実施形態について図面を参照しながら詳細に説明する。ただし、本発明は、以下の実施形態に限定されるものではない。
【００３６】
図１は、本実施形態による異常検知方法（自己診断方法）が実施される流量制御装置１０が設けられたガス供給システム１００を示す。ガス供給システム１００は、ガス供給源１と、ガス供給源１に接続された流量制御装置１０と、流量制御装置１０に接続されたプロセスチャンバ４とを備えており、ガス供給源１からのガスを、流量制御装置１０によって制御された流量でプロセスチャンバ４に供給するように構成されている。
【００３７】
ガス供給源１からは、原料ガス、エッチングガスまたはキャリアガスなど、半導体製造プロセスに用いられる種々のガスが供給されてよい。プロセスチャンバ４には、真空ポンプ５が接続されており、チャンバ内およびチャンバに接続された流路を減圧することができる。なお、図１には、１系統のガス供給ラインのみが示されているが、種々のガスを供給するために、それぞれ流量制御装置１０が設けられた複数のガス供給ラインが共通ラインを介してプロセスチャンバ４に接続されていてもよい。
【００３８】
ガス供給システム１００は、また、流量制御装置１０の上流側に設けられた上流開閉弁２と、流量制御装置１０の下流側に設けられた下流開閉弁３とを備えている。上流開閉弁２は、異常検知工程を行うために用いられる。また、下流開閉弁３は、プロセスチャンバへのガスの供給を確実に停止するために用いられる。下流開閉弁３は、複数のガス供給ラインが設けられている場合、供給ガス種の切り替えのためにも用いられる。
【００３９】
上流開閉弁２および下流開閉弁３は、ＡＯＶ（Ａｉｒ　Ｏｐｅｒａｔｅｄ　Ｖａｌｖｅ）

などの流体駆動弁、電磁弁、または、電動弁などのオンオフ弁であってよい。後述するように、上流開閉弁２は、原料気化供給装置に設けられた液体充填用バルブ（ＡＯＶ）であってもよい。また、下流開閉弁３は、絞り部１２と一体的に形成されたオリフィス内蔵弁として流量制御装置１０に内蔵されていてもよい。オリフィス内蔵弁として一体的に設けられる場合、下流開閉弁３は絞り部１２の上流側に配置されてもよい。なお、下流開閉弁３は、異常検知工程の実施の観点からは必ずしも必要ではなく、ガス供給システム１００に設けられていなくてもよい。

【００４０】

本実施形態の流量制御装置１０は、圧力式の流量制御装置であり、絞り部１２と、絞り部上流側のコントロール弁１４と、コントロール弁１４と絞り部１２との間の圧力（すなわち上流圧力Ｐ１）および温度をそれぞれ測定する流量制御用圧力センサ（または上流圧力センサ）１６および温度センサ１８と、制御回路１９とを備えている。図示していないが、流量制御装置１０は、絞り部１２の下流側の圧力である下流圧力Ｐ２を測定する下流圧力センサを備えていてもよい。

【００４１】

また、本実施形態では、流量制御装置１０において、コントロール弁１４の上流側の圧力を測定する流入圧力センサ２０が設けられており、本実施形態の異常検知工程は流入圧力センサ２０の出力を用いて行われる。ただし、流入圧力センサ２０は、流量制御装置１０の外部に設けられていてもよく、上流開閉弁２とコントロール弁１４と間の圧力、すなわち、流量制御装置１０への供給圧力Ｐ０を測定することができる限り、任意の態様で設けられ得る。

【００４２】

流量制御装置１０は、流量制御用圧力センサ１６の出力等に基づいてコントロール弁１４の開度を調整することによって、絞り部１２の下流側に流れるガスの流量を制御するように構成されている。絞り部１２としては、オリフィスプレート、臨界ノズルまたは音速ノズルなどを用いることもできる。オリフィスまたはノズルの口径は、例えば１０μｍ～２０００μｍに設定される。

【００４３】

コントロール弁１４としては、例えば、ピエゾ素子駆動型バルブが用いられる。ピエゾ素子駆動型バルブは、ピエゾ素子への印加電圧の制御によってダイヤフラム弁体の移動量を調節することができ、その開度を任意に調節することができる。また、流量制御用圧力センサ１６および流入圧力センサ２０としては、例えば、歪ゲージが設けられた感圧ダイヤフラムを有するシリコン単結晶製の圧力センサや、キャパシタンスマノメータが用いられる。温度センサ１８としては、例えば、サーミスタや白金測温抵抗体が用いられる。

【００４４】

流量制御装置１０において、制御回路１９は、流量制御用圧力センサ１６及び温度センサ１８の出力に基づいて絞り部１２を通過するガスの流量が設定流量となるようにコントロール弁１４を制御する。制御回路１９は、ＣＰＵ、メモリ、Ａ／Ｄコンバータ等を内蔵し、後述する動作を実行するように構成されたコンピュータプログラムを含んでいてよく、ハードウェアおよびソフトウェアの組み合わせによって実現され得る。

【００４５】

より具体的には、流量制御装置１０は、臨界膨張条件Ｐ１／Ｐ２≧約２（ここで、Ｐ１は上流圧力、Ｐ２は下流圧力、約２は窒素ガスの場合）を満たすとき、流量Ｑは下流圧力Ｐ２によらず上流圧力Ｐ１（または制御圧力Ｐ１と呼ぶことがある）によって決まるという原理を利用して流量制御を行う。

【００４６】

臨界膨張条件を満たすとき、流量Ｑは、Ｑ＝Ｋ１・Ｐ１（Ｋ１は流体の種類と流体温度に依存する定数）から算出される。また、図示しない下流圧力センサを備える場合、臨界膨張条件を満足しない場合であっても、流量Ｑを、Ｑ＝Ｋ２・Ｐ２ｍ（Ｐ１－Ｐ２）ｎ（ここでＫ２は流体の種類と流体温度に依存する定数、ｍ、ｎは実際の流量を元に導出される

指数）から算出することができる。

【００４７】

流量制御を行うために、設定流量Ｑｓが制御回路１９に入力され、制御回路１９は、流量制御用圧力センサ１６の出力などに基づいて、上記の式に従って演算流量Ｑｃを求める。また、この演算流量Ｑｃが、入力された設定流量Ｑｓに近づくようにコントロール弁１４をフィードバック制御する。演算流量Ｑｃは、流量出力値として外部のモニタに表示されてもよい。

【００４８】

以上のように構成された流量制御装置１０において、絞り部１２に目詰まりや腐食などの異常が生じていると、上記の定数Ｋ１または定数Ｋ２が変化し、上流圧力Ｐ１と流量Ｑとの関係が正常時とは異なるものになる。その結果、上流圧力Ｐ１等に基づいて正確な流量でガスを供給することが困難になる。

【００４９】

このような絞り部１２における異常の発生を検知するために、本実施形態では、異常検知工程が行われるが、この異常検知工程は、プロセスチャンバ４に制御流量でガスを供給しながら実行される。本実施形態における異常検知工程は、従来のようにコントロール弁１４を閉じた後の上流圧力Ｐ１の降下に基づいて行うのではなく、コントロール弁１４は開いたまま、プロセスチャンバ４へのガスの供給を継続しながら、上流開閉弁２を閉じた後の供給圧力Ｐ０の降下を流入圧力センサ２０により測定することによって行われる。

【００５０】

以下、本実施形態にかかる異常検知方法の具体例を、図２～図４を参照しながら説明する。

【００５１】

本実施形態の異常検知工程は、図２のステップＳ１に示すように、流量制御装置１０を用いて所望の流量でガスをプロセスチャンバ４に供給する通常流量制御状態またはプロセス期間中から開始される。通常流量制御状態において、コントロール弁１４の開度は、流量制御用圧力センサ１６の出力に基づいてフィードバック制御されており、上流圧力Ｐ１が設定圧力に維持されるとともに、絞り部下流側に流れるガスの流量が一定の制御流量に維持されている。

【００５２】

また、図３（ｂ）に示すように、異常検知工程前の通常流量制御状態（通常モード）において、上流開閉弁２は開状態に維持されており、図示しないが下流開閉弁３も同様に開状態に維持されている。なお、下流開閉弁３は、異常検知工程を行う期間も含め、プロセス継続中は、常時、開放状態に維持されている。

【００５３】

本実施形態では、異常検知工程の開始時において、プロセスチャンバ４に供給するガスの流量または上流圧力Ｐ１（初期圧力Ｐ１ｉ）は任意の大きさを有していてよい。すなわち、本異常検知工程は、半導体製造における任意のプロセスの途中において任意のタイミングで開始することができる。

【００５４】

また、異常検知工程の開始時において、流入圧力センサ２０によって測定される供給圧力Ｐ０は、例えば５０～５００ｋＰａ　ａｂｓ．に設定されており、一方、流量制御用圧力センサ１６によって測定される上流圧力Ｐ１すなわち制御圧力Ｐ１は、例えば１～３５０ｋＰａ　ａｂｓ．に設定されている。供給圧力Ｐ０は、制御流量に関わらず制御圧力Ｐ１に比べて十分大きい値を有する一方で、制御圧力Ｐ１はコントロール弁１４の開度調整により制御流量に対応する大きさを有する。また、絞り部１２の下流側の圧力である下流圧力Ｐ２は、例えば１００Ｔｏｒｒ以下の真空圧に維持されている。

【００５５】

次に、ステップＳ２および図３（ｂ）に示すように、時刻ｔ１に上流開閉弁２を閉じることによって異常検知工程を開始し、異常検知モードに移行する。このとき、本実施形態

では、制御回路１９によって、流量制御用圧力センサ１６の出力に基づくコントロール弁１４のフィードバック制御が継続される。これにより、図３（ａ）に示すように、圧力式の流量制御装置１０においては、上流開閉弁２が閉じられた後も、供給圧力Ｐ０が上流圧力Ｐ１よりも大きい限り、上流圧力Ｐ１は所望値に維持され、したがって、図３（ｃ）に示すように、絞り部１２の下流側に所望の流量Ｑでガスを流し続けることが可能である。

【００５６】

次に、ステップＳ３に示すように、流入圧力センサ２０を用いて、上流開閉弁２を閉じた後の供給圧力Ｐ０の降下が測定され、結果がメモリに記録される。図３（ａ）に示すように、時刻ｔ１に上流開閉弁２が閉じられた後、供給圧力Ｐ０は、絞り部１２を介してのガスの流出とともに低下する。一方で、上流圧力Ｐ１は、コントロール弁１４のフィードバック制御によって、時刻ｔ１の後も一定に維持される。このため、上流開閉弁２を閉じた後の供給圧力Ｐ０の降下を測定している期間中も、流量制御装置１０の絞り部１２の下流側に、制御された流量Ｑでガスを流し続けることができ、プロセスを継続することが可能である。

【００５７】

なお、立下り応答性の向上のためにコントロール弁１４と絞り部１２との間の内容積が極めて小さく設計されている圧力式流量制御装置においては、コントロール弁１４を閉じた後の上流圧力Ｐ１の降下が急峻である。このため、コントロール弁１４を閉じた後の上流圧力Ｐ１の降下を測定する従来方法では、診断（異常検知）を精度よく行うことが困難であり、また、流量の変動は避けられない。これに対して、本実施形態のようにコントロール弁１４の上流側の供給圧力Ｐ０の圧力降下を利用する場合、上記のような立下り応答性を向上させた小内容積の流量制御装置であっても、流量制御を継続しながら精度よく異常検知を行い得る。

【００５８】

ステップＳ３に示した供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定は、例えば、所定のサンプリング周期で、流入圧力センサ２０の出力をメモリに記憶することによって行われる。供給圧力Ｐ０の記録は、ステップＳ４およびＳ５に示すように、供給圧力Ｐ０が設定値に到達するまで、サンプリング周期（所定期間）ごとに連続的に行われ、これによって、時間に対する供給圧力Ｐ０の圧力降下を表すデータが得られる。

【００５９】

ただし、これに限られず、供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定は、種々の態様で行い得る。例えば、後述するように供給圧力Ｐ０が設定圧力Ｐ０’に達するまでの時間を圧力降下データとして用いる場合には、供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定は、単純に、上記の設定圧力Ｐ０’に達するまでの時間を計測するだけで足りる。また、供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定は、上流開閉弁２を閉じた時刻から所定時間経過した後の時刻における供給圧力Ｐ０を一回測定するだけで足りる場合もある。

【００６０】

本実施形態においては、供給圧力Ｐ０の測定は、図２のステップＳ６または図３（ａ）、（ｂ）に示すように、時刻ｔ２において、供給圧力Ｐ０が設定圧力Ｐ０’に達して上流開閉弁２が開放されるまで継続的に行われる。なお、供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定は、上流開閉弁２が閉鎖された時刻ｔ１から上流開閉弁２が開放される時刻ｔ２までの期間のうちの任意の期間において行われればよく、必ずしも時刻ｔ１～時刻ｔ２までの全期間にわたって行われる必要はない。供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定は、上流開閉弁２が閉鎖された後、供給圧力Ｐ０が所定圧力まで降下した時点から開始されてもよい。

【００６１】

また、上流開閉弁２が開放される時刻ｔ２は、ステップＳ４およびＳ６に示したように供給圧力Ｐ０が設定圧力Ｐ０’に達したときであってもよいし、閉鎖時刻ｔ１から所定時間が経過したときであってもよい。いずれの場合にも、時刻ｔ２は、供給圧力Ｐ０が降下して、上流圧力Ｐ１と同等の圧力に到達するまでの時刻、より好適には、上流圧力Ｐ１に対して所定値以上高い設定圧力Ｐ０’に達するまでの時刻に設定される。

【００６２】
その理由は、供給圧力Ｐ０が上流圧力Ｐ１と同等の圧力にまで低下すると、供給圧力Ｐ０の低下とともに上流圧力Ｐ１も低下するようになり、絞り部１２の下流側に所望の流量でガスを供給することができなくなるからである。したがって、プロセス継続中においては、供給圧力Ｐ０が上流圧力Ｐ１よりも大きいうちに上流開閉弁２を開放し、供給圧力Ｐ０を回復させて流量低下を生じさせないことが好適である。
【００６３】
ただし、図５に示す他の実施形態のように、プロセスの終了間際の期間など、異常検知工程の後にガス供給が遮断されてもよい場合などには、上流開閉弁２を開放しないで閉じたまま異常検知工程を終了することもできる。図５に示す他の実施形態については後述する。
【００６４】
本実施形態では、上記のようにして測定された供給圧力Ｐ０の降下特性に基づいて流量制御装置１０の状態、具体的には、絞り部１２の目詰まりまたは開口拡大（径拡張や開口周りの一部欠落）を診断するが、この診断は、予めメモリに記憶されている絞り部正常時の基準降下特性との比較の下に行われる。
【００６５】
図４は、上流開閉弁２を閉じた後の、正常時の供給圧力Ｐ０の圧力降下曲線Ａ１、目詰まりが生じているときの供給圧力Ｐ０の圧力降下曲線Ａ２、および、腐食等による開口拡大が生じているときの供給圧力Ｐ０の圧力降下曲線Ａ３を示す。
【００６６】
図４からわかるように、絞り部１２に目詰まりが生じている場合、ガスがより流れにくくなっているので、正常時の圧力降下曲線Ａ１に対して圧力降下曲線Ａ２は上側にずれる。このとき、供給圧力Ｐ０が所定値まで低下するまでに必要な時間がより長くなる。また、上流開閉弁２を閉じた後の所定時間経過後の供給圧力Ｐ０が正常時に比べて高くなる。
【００６７】
一方、絞り部１２の開口拡大が生じている場合、ガスがより流れやすくなっているので、正常時の圧力降下曲線Ａ１に対して圧力降下曲線Ａ３は下側にずれる。このとき、供給圧力Ｐ０が所定値まで低下するまでに必要な時間がより短くなる。また、上流開閉弁２を閉じた後の所定時間経過後の供給圧力Ｐ０が正常時に比べて低くなる。
【００６８】
したがって、測定した圧力降下曲線と正常時の圧力降下曲線とを比較することによって、絞り部に目詰まりや開口拡大などの異常が生じているか否かを判断することができる。
【００６９】
再び図２を参照して、ステップＳ７およびＳ８に示すように、供給圧力Ｐ０の圧力降下の測定に基づく異常検知は、例えば、供給圧力Ｐ０の時間変化に対応する圧力降下データの抽出と、抽出した圧力降下データと基準圧力降下データとを比較することによって実行することができる。
【００７０】
ここで、圧力降下データは、圧力降下の特性に対応するデータであり、例えば、上記のような供給圧力Ｐ０が初期供給圧力Ｐ０ｉ（あるいは予め設定された開始圧力）から設定圧力Ｐ０’まで降下するまでに要する時間Δｔ、または、上流開閉弁２を閉じてから所定時間経過後に到達した供給圧力Ｐ０の値などである。得られた圧力降下データを、メモリから読み出した対応する基準圧力降下データ（典型的には、正常時のデータ）と比較することによって異常検知を行うことができる。
【００７１】
なお、基準圧力降下データとして、本実施形態では、工場出荷前などに予め計測された正常時の圧力降下データが用いられているが、これに限らず、異常時の測定データ、前回の測定データ、または、測定によらない設定データなどを用いることもできる。
【００７２】

また、圧力降下特性に基づく異常検知方法としては、特許文献２（国際公開第２０１７／１７０１７４号）に記載の種々の方法を適用することができる。特許文献２に記載されているように、コントロール弁１４を閉じた後の上流圧力Ｐ１は指数関数的に減衰し、上流圧力Ｐ１を初期圧力Ｐ１ｉで除算して対数を取った値のプロットから得られる近似直線は、ｌｎ（Ｐ１（ｔ）／Ｐ１ｉ）＝－αｔの式で表すことができる場合がある。そして、この近似直線の傾きαは、初期圧力Ｐ１ｉの大きさ（診断開始時の流量に対応）に関わらず概ね一定であることが確認されている。

【００７３】

そこで、本実施形態においても、供給圧力Ｐ０の測定結果からｌｎ（Ｐ０（ｔ）／Ｐ０ｉ）＝－αｔで規定される近似直線（最小二乗法などによって求めた直線）の傾きの大きさαを圧力降下データとして抽出し、これを正常時の基準傾きαｒと比較することによって診断を行ってもよい。これによって、初期供給圧力Ｐ０ｉの大きさに関わらず、共通の基準傾きαｒを用いて診断を行い得る。なお、上記式において、Ｐ０（ｔ）は時間に対する供給圧力Ｐ０の関数であり、Ｐ０ｉは供給圧力Ｐ０の初期圧力（圧力降下測定開始時の圧力）であり、ｔは時間である。

【００７４】

また、特許文献２に記載のように、上記の近似直線の傾きαを圧力降下データとして用いる場合であっても、初期供給圧力Ｐ０ｉに応じて基準傾きαｒを適宜決定し、適切な基準傾きαｒとの比較のもとに診断を行うようにしてもよい。

【００７５】

また、上記には、流量制御のために、流量制御用圧力センサ１６の出力に基づくコントロール弁１４のフィードバック制御を、異常検知工程中にも継続する態様を説明したが、これに限られない。異常検知工程中、すなわち、上流開閉弁２を閉じた後の供給圧力Ｐ０の降下を測定している期間中は、流量制御用圧力センサ１６の出力にかかわらず、コントロール弁１４の開度を一定の開度に維持してもよい。

【００７６】

特に、供給圧力Ｐ０や設定圧力Ｐ０’が上流圧力Ｐ１に対して十分に大きいときには、供給圧力Ｐ０の降下を測定している期間中、コントロール弁１４の開度を一定に維持したとしても、上流圧力Ｐ１の減少は、ほぼ生じないものと考えられる。このため、ほぼ制御された流量でガスを流し続けることが可能である。また、コントロール弁１４の開度を固定することによって、供給圧力Ｐ０はより指数関数的に減衰すると考えられ、特に上記の近似直線の傾きαを圧力降下データとして用いる場合に、診断精度を向上させ得る。

【００７７】

このように供給圧力Ｐ０の降下を測定している期間に限定してコントロール弁１４の開度を固定したときにも、測定後には、上流開閉弁２を開くとともに再びコントロール弁１４を流量制御用圧力センサ１６の出力に基づいてフィードバック制御する通常流量制御モードに戻す。これによって、診断後もプロセスを適切に続行することができる。

【００７８】

以下、圧力降下データとして、供給圧力Ｐ０が設定圧力Ｐ０’に達するまでの降下時間Δｔを用いる場合を例に、後続のステップを説明する。ステップＳ８において、測定時の降下時間Δｔと、基準降下時間Δｔｒとが比較され、本例では、測定時の降下時間Δｔから基準降下時間Δｔｒを減算した差の値である（Δｔ－Δｔｒ）が求められる。基準降下時間Δｔｒとしては、供給圧力Ｐ０に対応する値が用いられる。

【００７９】

次に、ステップＳ９に示すように、差（Δｔ－Δｔｒ）が予め設定された正の閾値以下であるか否かが判断される。ここで、差（Δｔ－Δｔｒ）の値が大きく、正の閾値（例えば１秒）を超えている場合（ステップＳ９のＮＯ）、絞り部１２が正常時よりも流れにくくなっていると判断し、ステップＳ１２に示すように絞り部１２に目詰まりが生じていると判定する。

【００８０】

一方、ステップＳ９において、差（Δｔ－Δｔｒ）が正の閾値以下である場合（ステップＳ９のＹＥＳ）、目詰まりは生じていないと判断し、次に、ステップＳ１０において、差（Δｔ－Δｔｒ）が負の閾値（例えば－１秒）以上であるか否かが判定される。

【００８１】

ステップＳ１０において、差（Δｔ－Δｔｒ）が負の値を取り、その絶対値が閾値の絶対値よりも大きい場合（すなわち、差（Δｔ－Δｔｒ）が負の閾値よりも小さい場合：ステップＳ１０のＮＯ）、絞り部１２が正常時よりも流れやすくなっていると判断し、ステップＳ１３に示すように絞り部１２に開口拡大が生じていると判定する。

【００８２】

一方、ステップＳ１０において、差（Δｔ－Δｔｒ）が負の閾値以上である場合（ステップＳ１０のＹＥＳ）、有意な目詰まりも開口拡大も生じていないと判断し、ステップＳ１１において異常なしと判定する。

【００８３】

以上のように、圧力降下データを基準圧力降下データと比較することによって、絞り部の目詰まりおよび開口拡大を検知することができる。また、測定供給圧力から圧力降下データを抽出することなく、複数の供給圧力Ｐ０の測定値と、対応する複数の基準圧力値とを直接的に比較することによって診断を行うこともできる。例えば、サンプリング周期ごとの測定圧力値と、対応する基準圧力値との差の総和を求め、総和が正の閾値以上の時には目詰まり有りと判断し、総和が負の閾値以下の時には開口拡大有りと判断することもできる。

【００８４】

上記のようにして絞り部の異常の発生が検知されたときには、上流圧力Ｐ１と絞り部下流側のガスの流量Ｑとの関係性が正常時とは異なっている。すなわち、絞り部に異常が発生している場合、上流圧力センサの出力に基づいて演算される流量制御装置の出力流量が正常時とは異なっており、正しくないものとなっている可能性が高い。

【００８５】

このため、上記の絞り部の異常検知方法によって、流量制御装置の異常の有無を継続的に検知することで、流量精度の監視を行うことができる。具体的には、異常が検知されなかったときには流量制御装置が出力する流量が正しい流量であると認識し、異常が検知されたときには、流量制御装置が出力する流量が正しくない流量であると認識し、それによって流量制御装置によって制御される流量を継続的に監視することができる。

【００８６】

また、異常の有無の診断結果に基づいて流量監視を行うとともに、上流圧力Ｐ１と流量Ｑとの関係性を示す情報（例えば、上記の式Ｑ＝Ｋ１・Ｐ１における定数Ｋ１の値）を更新する動作を行って、より正確な流量でガスを流すように流量制御装置１０を校正することもできる。例えば、上記の差（Δｔ－Δｔｒ）が大きいほど、ガスが流れにくい状態にあると考えられるので、その差の大きさに応じた分だけ定数Ｋ１の値を小さく更新することによって、より正確な流量でガスを流すことが可能になる。

【００８７】

次に、図５を参照して、他の実施形態の異常検知方法を説明する。

【００８８】

図５に示す実施形態では、プロセス停止の直前の期間において、複数回の異常検知工程が間隔を開けて行われている。より具体的には、時刻ｔ１において上流開閉弁２を閉じて１回目の異常検知工程を行い、その後、供給圧力Ｐ０が設定圧力Ｐ０’に達した時刻ｔ２において上流開閉弁２を開放して供給圧力Ｐ０を回復する。その後、通常の流量制御モードを経て、時刻ｔ３において上流開閉弁２を閉じて２回目の異常検知工程を行い、最後は時刻ｔ４において下流開閉弁３を閉じてプロセスを停止する。

【００８９】

図５（ｂ）に示すように、プロセス停止の直前に行う最後の異常検知工程では、終了後に上流開閉弁２は閉じたままに維持され、開放されることはない。また、下流開閉弁３は

、プロセス継続中は開放状態に維持されているが、プロセス停止に際しては閉じられる。これにより、図５（ｃ）に示すように、供給されるガスの流量Ｑを０に低下させることができる。

【００９０】

図５（ａ）～（ｃ）に示すように、本実施形態においても、異常検知工程は一定の流量でガスを流してプロセスを継続しながら行われる。最後の異常検知工程以外では、上流開閉弁を閉じた後の供給圧力Ｐ０の降下の測定が終了した後、供給圧力Ｐ０が上流圧力よりも大きいときに上流開閉弁を開くステップが行われるので、流量Ｑを一定に維持したままで、供給圧力Ｐ０を回復することができる。このため、プロセス期間中に、複数回の異常検知工程を間歇的に繰り返して行うことができる。

【００９１】

なお、図５には、プロセス終了の直前の期間に複数回の異常検知工程を行う態様を説明したが、これに限られず、プロセス期間中の任意の期間において複数回の異常検知工程を行ってもよいことはもちろんである。また、プロセス期間中の複数回の異常検知工程は、間隔を開けず、連続的に行われてもよい。自己診断工程は、プロセス期間中に何度でも任意のタイミングで行うことができるので、絞り部の異常発生を常時監視することも可能である。また、異常検知工程を繰り返し行うことによって、流量の監視も常時継続的に行うことができる。

【００９２】

さらに、他の態様において、異常検知工程は、制御流量一定の期間に限られず、制御流量を第１流量から第２流量にステップダウンさせる際に行われてもよい。この場合、上流開閉弁２が開放されて第１流量（例えば１００％流量）でガスを流すようにコントロール弁１４がフィードバック制御されている状態から、上流開閉弁２を閉じるとともに、コントロール弁１４の開度を固定する。その後、供給圧力Ｐ０の圧力降下を測定し、正常時に同条件で測定された基準圧力降下と比較することによって絞り部１２の診断を行う。また、供給圧力Ｐ０の低下が進行するにつれ上流圧力Ｐ１の低下も生じるが、流量制御用圧力センサ１６の出力を監視し、上流圧力Ｐ１が第２流量（例えば５０％流量）に対応する圧力に達したときには、コントロール弁１４のフィードバック制御を再開するとともに、上流開閉弁２を開放する。このようにすれば、流量制御を継続してプロセスを継続しながら、流量ステップダウン時のガス流出による圧力変化を利用して、異常検知工程を組み入れて実行することができる。

【００９３】

以下、図６および図７を参照しながら、流量制御装置１０の上流側において原料気化供給装置３０が設けられた実施形態について説明する。

【００９４】

図６に示すように、本実施形態では、原料気化供給装置３０によって液体原料Ｌを気化してから、流量制御装置１０によって制御された流量で原料ガスＧをプロセスチャンバに供給するようにガス供給システムが構成されている。原料気化供給装置３０は、例えば、有機金属気相成長法（ＭＯＣＶＤ）によって成膜を行う半導体製造装置において、プロセスチャンバに原料ガスを供給するために用いられる。このような原料気化供給装置は、例えば特許文献４に開示されている。

【００９５】

原料気化供給装置３０には、例えば、貯液タンクに貯蔵されたＴＥＯＳ（Tetraethyl orthosilicate）やＨＣＤＳ（Hexachlorodisilane）等の有機金属の液体原料が一定圧力で供給される。液体原料Ｌは、原料気化供給装置３０の気化部３２の周囲に配置されたヒータ（図示せず）によって気化され、気化した原料ガスＧは、流量制御装置１０により所定流量に制御され、プロセスチャンバに供給される。

【００９６】

有機金属の液体原料Ｌの沸点は１５０℃を超える場合もあり、原料気化供給装置３０は、例えば２００℃以上の温度にまで加熱され得る。気化部３２での温度低下を防止するた

めに、本実施形態の原料気化供給装置３０には、図示しないヒータを備える予加熱部３６が設けられており、気化部３２に供給する液体原料Ｌが予め加熱されている。

【００９７】

また、気化部３２と流量制御装置１０との間は、高温に維持される流路ブロック３４が設けられており、気化した原料ガスＧの再液化が防止されている。流量制御装置１０としては、公知の高温対応型の圧力式流量制御装置が用いられる。流量制御装置１０は、高温対応型のコントロール弁１４と、その下流側の絞り部１２（ここでは流路ブロックの境界に配置されたガスケット型のオリフィスプレート）と、コントロール弁１４と絞り部１２との間の上流圧力Ｐ１を測定する流量制御用圧力センサ１６と、コントロール弁１４の上流側の供給圧力Ｐ０を測定する流入圧力センサ２０とを有している。ただし、流入圧力センサ２０は、気化部３２や流路ブロック３４などに設けられていてもよい。

【００９８】

また、流量制御装置１０の下流側のガス流路には、ストップバルブ２３が設けられており、必要に応じてガスの流れを遮断することができる。ストップバルブ２３としては、例えば公知の空気駆動弁や電磁弁を用いることができ、図１に示した下流開閉弁３として用いることができる。

【００９９】

このように構成された原料気化供給装置３０において、気化部３２への液体原料Ｌの供給量を制御するために、気化部３２の上流側には、液体充填用開閉弁２２が設けられている。本実施形態では、この液体充填用開閉弁２２を、上流開閉弁２として用い、液体充填用開閉弁２２を閉じた後の所定期間における供給圧力Ｐ０の降下の測定によって、異常検知工程を実行する。また、これによって、流量制御装置に異常が無いかを検知することが出来る。

【０１００】

液体充填用開閉弁２２は、気化室内の圧力、すなわち、流入圧力センサ２０の出力に応じて、気化部３２への液体原料Ｌの供給量を制御するように動作する。より具体的には、液体充填用開閉弁２２は、流入圧力センサ２０が示す供給圧力Ｐ０が、所定の閾値まで低下したときには原料不足を補うために一時的に開放され、所定量の液体原料Ｌを気化部３２に供給するように構成されている。なお、液体充填用開閉弁２２としては、例えば空気圧を利用して弁体の開閉を制御する空気駆動弁が用いられる。

【０１０１】

原料気化供給装置３０は、特許文献４に記載の原料気化供給装置と同様に、気化部３２に所定量を超える液体原料Ｌが供給されたことを検知する液体検知部（図示せず）を備えていてもよい。液体検知部が液体を検知した時には液体充填用開閉弁２２を閉じるようにすることによって、気化部３２への液体原料Ｌの過供給を防止することができる。液体検知部としては、気化室に配置された温度計（白金測温抵抗体、熱電対、サーミスタなど）、液面計、ロードセルなどが用いられる。

【０１０２】

図７は、液体充填用開閉弁２２の開閉動作信号ＳＬＶと、供給圧力Ｐ０の時間変化と、流量制御装置１０の下流側に流れるガスの流量Ｑとを示すグラフである。

【０１０３】

まず、流量Ｑが０である最初の段階において、気化部３２に十分な量の液体原料Ｌが供給されて、気化され、ガスが充満している状態でコントロール弁１４が閉じられているので、供給圧力Ｐ０は高い値を示す。このとき、液体充填用開閉弁２２は閉じられている。

【０１０４】

その後、コントロール弁１４を開いて制御された流量でガスを流し始めると、供給圧力Ｐ０は急速に低下する。また、気化部３２の内部の液体原料が気化し、消費されるにつれて供給圧力Ｐ０は低下する。このときの供給圧力Ｐ０の低下は、流入圧力センサ２０によって監視されている。

【０１０５】

そして、供給圧力Ｐ０が予め設定された閾値Ｐ０ＬＶまで達したときは、気化部３２の内部の液体原料Ｌの量が過少になったと判断され、開閉動作信号ＳＬＶにしたがって液体充填用開閉弁２２が一時的に開放され、一定量の液体原料Ｌが気化部３２に供給される。これにより、気化部３２でのガス生成量が増加し、供給圧力Ｐ０が上昇、回復する。

【０１０６】

その後、ガスの供給が進むにつれて気化部３２内の液体原料Ｌの量も低下し、供給圧力Ｐ０は再び減少し始める。本実施形態では、このときに生じる圧力降下期間Ａ（破線で囲む部分）において、圧力降下特性を測定し、これを基準圧力降下特性と比較することによって自己診断を行い、異常の有無について検知を行う。

【０１０７】

グラフからわかるように、供給圧力Ｐ０は、液体充填用開閉弁２２の一時開放により一定量の液体原料Ｌが補充された後、ほぼ同じような変化曲線を示し、特に圧力降下期間Ａにおける降下特性は同等である。したがって、この圧力降下期間Ａにおける圧力降下特性を用いて自己診断工程を行うことができる。自己診断工程は、例えば、圧力降下期間において供給圧力が第１設定圧力から第２設定圧力まで低下する時間を計測し、この時間を正常時の時間と比較することによって行われ得る。

【０１０８】

また、自己診断工程は、液体充填用開閉弁２２の一時開放によって液体原料Ｌを補充し、供給圧力Ｐ０が上昇後に降下するごとに、毎回行うこともできる。したがって、気化させた原料を所望流量で供給し続けながら、絞り部の状態、ひいては流量について常時監視することが可能である。

【０１０９】

以上の説明からわかるように、上流開閉弁２としては、上流流路のガスを遮断する弁だけでなく、液体充填用開閉弁２２のように液体の供給を制御する開閉弁も使用し得る。また、図７に示したように、上流開閉弁２を閉じた直後の供給圧力ではなく、圧力降下が生じ始めてからの所定期間における供給圧力の降下を測定することによっても異常検知工程を適切に実施し得る。

【０１１０】

図８は、流量制御装置１０の上流側に原料気化供給装置３０が設けられた変形例の構成を示す。本変形例においても、原料気化供給装置３０は、気化部３２に供給された液体原料Ｌをヒータ３２Ｈによって気化させることによって原料ガスＧを生成する。液体原料Ｌの気化部３２への供給は、液体充填用開閉弁２２によって制御される。

【０１１１】

ただし、本変形例では、気化部３２と流量制御装置１０との間に、容量拡張部としてのバッファチャンバ（タンク）３８が設けられている。気化部３２とバッファチャンバ３８との間に配置された開閉バルブ３９が開いている状態で、バッファチャンバ３８には気化部３２で生成された原料ガスＧが流れ込み、バッファチャンバ３８を介して原料ガスＧが流量制御装置１０に供給される。

【０１１２】

また、図示する例では、供給圧力Ｐ０を測定する流入圧力センサ２０はバッファチャンバ３８と流量制御装置１０との間の流路に接続され、バッファチャンバ３８の下流側（すなわち流量制御装置１０の直上流）でガスの圧力を測定するように配置されている。

【０１１３】

このようにバッファチャンバ３８を設けることによって、原料気化供給装置３０で生成された原料ガスＧの圧力が変動しやすい場合にも、その影響を低減して異常検知工程を行うことができる。バッファチャンバ３８によって原料気化供給装置３０と流量制御装置１０との間の流路の容積が大きくなっているので、原料気化供給装置３０の内部での発生ガス圧力の変動が、流入圧力センサ２０による圧力測定に直接的に反映されにくいからである。

【０１１４】

バッファチャンバ３８の容積は、任意に設定されてよいが、例えば、１００ｃｃ～５００ｃｃに設定される。また、上記には、タンク状のバッファチャンバ３８を設ける態様を説明したが、これに限られない。流入圧力センサ２０の上流側の容量を拡張できる限り、例えば、流路の一部を極端に拡張したり流路ブロック内に拡張室を設けたりすることによって、容量拡張部を形成してもよい。容量拡張部は、容量拡張部を設けない場合の原料気化供給装置３０と流量制御装置１０との間の流路の容積の、例えば２倍以上、好適には３倍以上の容積を有する。

【０１１５】

また、本変形例においても、液体充填用開閉弁２２を上流開閉弁２として用いて、液体充填用開閉弁２２の閉鎖後に発現する供給圧力Ｐ０の降下期間において、異常検知工程を行うことが可能である。

【０１１６】

ただし、図示する態様のように、バッファチャンバ３８の上流側に開閉バルブ３９が設けられる場合、この開閉バルブ３９を上流開閉弁２として用いることもできる。この場合、開閉バルブ３９を閉じた後、バッファチャンバ３８から流出するガスの供給圧力の降下を、下流側の流入圧力センサ２０を用いて測定することによって異常検知を行うことができる。

【産業上の利用可能性】

【０１１７】

本発明の実施形態による流量制御装置の異常検知方法および流量監視方法は、例えば、ＭＯＣＶＤにおけるガス供給システムに設けられた圧力式の流量制御装置の絞り部の異常の有無を検知するため、また、流量を監視するために好適に利用される。

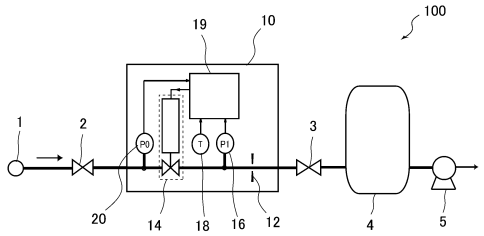
【符号の説明】

【０１１８】

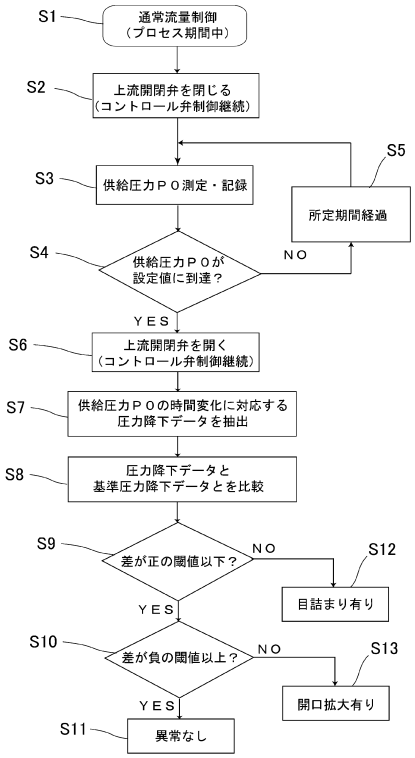
１　ガス供給源
２　上流開閉弁
３　下流開閉弁
４　プロセスチャンバ
５　真空ポンプ
１０　流量制御装置
１２　絞り部
１４　コントロール弁
１６　流量制御用圧力センサ
１８　温度センサ
１９　制御回路
２０　流入圧力センサ
２２　液体充填用開閉弁
２３　ストップバルブ
３０　原料気化供給装置
３２　気化部
３４　流路ブロック
３６　予加熱部
３８　バッファチャンバ
３９　開閉バルブ
１００　ガス供給システム
Ｐ０　供給圧力
Ｐ１　上流圧力

【図面】

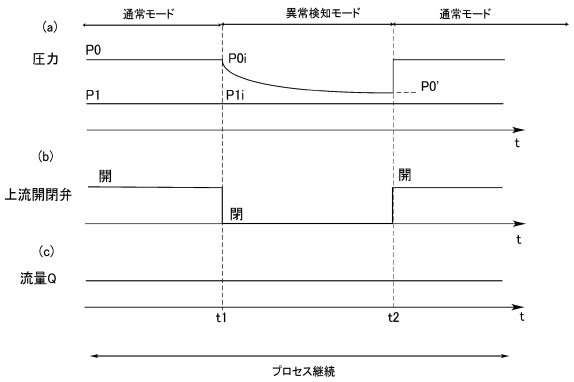
【図１】


100
19
10
1
2
3
P0
T
P1
20
14
18
16
12
4
5

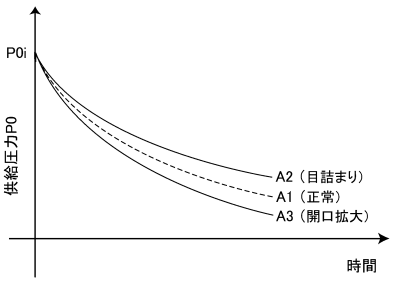
【図２】


S1
通常流量制御
（プロセス期間中）
S2
上流開閉弁を閉じる
（コントロール弁制御継続）
S3
供給圧力ＰＯ測定・記録
S4
供給圧力ＰＯが
設定値に到達？
ＮＯ
S5
所定期間経過
ＹＥＳ
S6
上流開閉弁を開く
（コントロール弁制御継続）
S7
供給圧力ＰＯの時間変化に対応する
圧力降下データを抽出
S8
圧力降下データと
基準圧力降下データとを比較
S9
差が正の閾値以下？
ＮＯ
S12
目詰まり有り
ＹＥＳ
S10
差が負の閾値以上？
ＮＯ
S13
開口拡大有り
ＹＥＳ
S11
異常なし

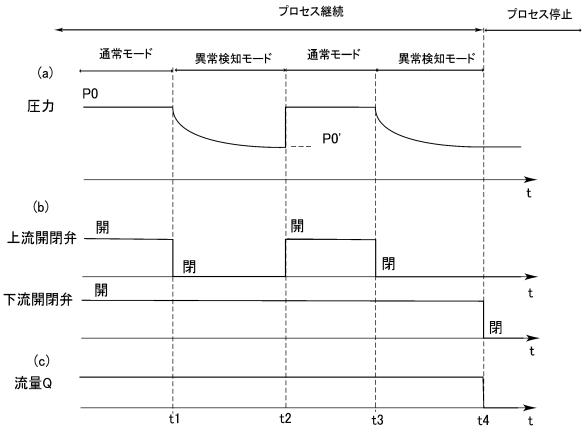
【図３】


通常モード
異常検知モード
通常モード
(a)
圧力
P0
P0i
P0'
P1
P1i
t
(b)
上流開閉弁
開
閉
開
t
(c)
流量Q
t1
t2
t
プロセス継続

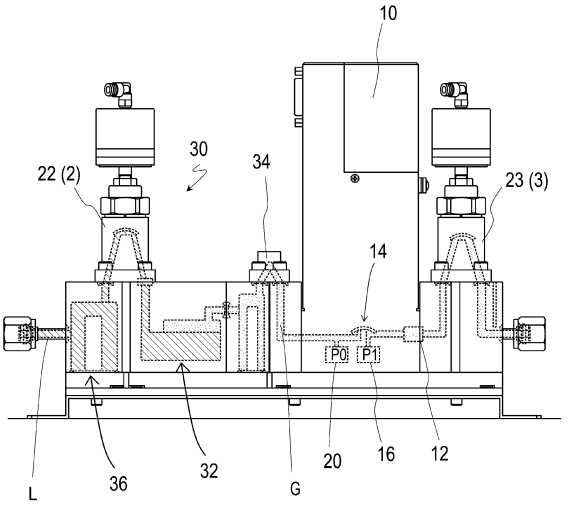
【図４】


P0i
供給圧力P0
A2（目詰まり）
A1（正常）
A3（開口拡大）
時間

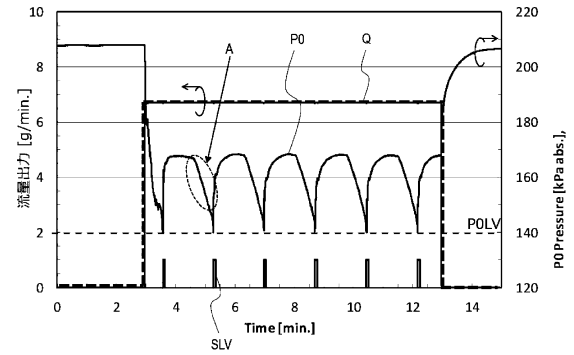
【図５】


プロセス継続
プロセス停止
通常モード
異常検知モード
通常モード
異常検知モード
(a)
圧力
P0
P0'
t
(b)
上流開閉弁
開
閉
開
閉
開
閉
下流開閉弁
開
閉
t
(c)
流量Q
t1
t2
t3
t4

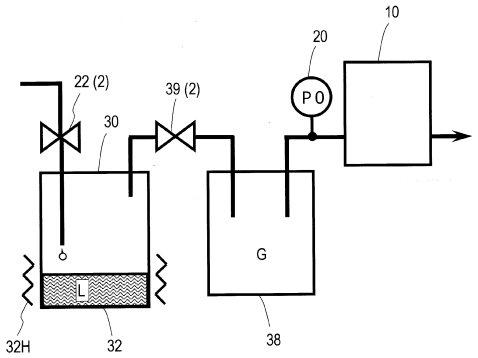
【図６】


10
22 (2)
30
34
23 (3)
14
P0
P1
L
36
32
G
20
16
12

【図７】


流量出力 [g/min.]
P0 Pressure [kPa abs.]
Time [min.]
A
P0
Q
P0LV
SLV

【図８】


10
20
22 (2)
39 (2)
30
P0
G
L
32H
32
38

フロントページの続き

株式会社フジキン内
(72)発明者　池田 信一
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号 株式会社フジキン内
(72)発明者　平田 薫
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号 株式会社フジキン内

審査官　公文代 康祐

(56)参考文献　国際公開第２０１７／１１００６６（WO，Ａ１）
国際公開第２０１２／１５３４５５（WO，Ａ１）
特開２０００－２１４９１６（ＪＰ，Ａ）
特表２０１５－５１４９７２（ＪＰ，Ａ）
特開２００８－０１５５８１（ＪＰ，Ａ）
韓国公開特許第１０－２０１１－０１２８４２７（ＫＲ，Ａ）
特開２００３－２７００１０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野　(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｇ０１Ｆ　１／００
Ｇ０１Ｆ　１／４２
Ｇ０５Ｄ　７／０６