

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5456221号
(P5456221)

(45) 発行日 平成26年3月26日(2014.3.26)

(24) 登録日 平成26年1月17日(2014.1.17)

(51) Int.Cl.	F 1		
B 0 1 J 4/02	(2006.01)	B 0 1 J 4/02	A
H 0 1 L 21/31	(2006.01)	B 0 1 J 4/02	B
H 0 1 L 21/768	(2006.01)	H 0 1 L 21/31	B
H 0 1 L 23/532	(2006.01)	H 0 1 L 21/90	K

請求項の数 9 外国語出願 (全 8 頁)

(21) 出願番号	特願2000-123093 (P2000-123093)
(22) 出願日	平成12年4月24日 (2000.4.24)
(65) 公開番号	特開2001-9261 (P2001-9261A)
(43) 公開日	平成13年1月16日 (2001.1.16)
審査請求日	平成19年3月14日 (2007.3.14)
審判番号	不服2012-17834 (P2012-17834/J1)
審判請求日	平成24年9月12日 (2012.9.12)
(31) 優先権主張番号	09/298319
(32) 優先日	平成11年4月22日 (1999.4.22)
(33) 優先権主張国	米国(US)

(73) 特許権者	390040660 アプライド マテリアルズ インコーポレ イテッド A P P L I E D M A T E R I A L S , I N C O R P O R A T E D アメリカ合衆国 カリフォルニア州 95 054 サンタ クララ バウアーズ ア ベニュー 3050
(74) 代理人	100109726 弁理士 園田 吉隆
(74) 代理人	100101199 弁理士 小林 義教

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】制御された有機蒸気及び不活性ガス混合物の発生方法及び装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体蒸気とガスの混合物を、蒸気とガスの混合物中の蒸気の量を正確に制御した状態で発生させる装置であって、前記装置は：

蒸発する液体を含むチャンバを画成するハウジングと；

設定レベルまで液体をチャンバに流入させる液体供給源と；

前記チャンバ内で液体を通してバブリングして液体を蒸発させるためにガスを前記チャンバに流入させるガス供給源と；

蒸気とガスの混合物を前記チャンバから排気する排気路と；

前記ガス供給源及び前記液体供給源を制御する制御回路であって、前記制御回路は、前記チャンバへの前記液体の流れを測定するとともに流れの速度が所望の量より早いか遅いかを判定することによってフィードバック信号を発生させ、前記フィードバック信号は、前記チャンバへのガスを調節して、該チャンバから排出された結果として生じる混合物における蒸気のガスに対する比を制御する、制御回路と；
を備える装置。

【請求項 2】

前記ハウジングは絶縁され、更に、前記チャンバ内の前記液体を周囲よりやや高い正確な温度に維持する温度制御手段を備える、請求項 1 記載の装置。

【請求項 3】

請求項 1 に記載の装置であって、

10

20

前記ハウジングは、バブラー・チャンバを囲むとともにそれを熱的に絶縁し、これにより、蒸発する液体を含むチャンバを形成し、；

前記制御回路は、

前記バブラー・チャンバとその中の液体とを所望の温度に正確に維持する温度制御手段と；

前記液体供給源および前記チャンバへの液体の流れを制御する液体制御回路と；

前記ガス供給源と前記チャンバへのガスの流れとを制御するガス制御回路と；

前記チャンバから排気された結果として得られた混合物中の蒸気対ガス比が制御されるように前記チャンバ内の前記液体を前記設定レベルに維持する流量に、前記チャンバへのガスの流れまたは液体の流れを維持するための、前記液体制御回路から前記ガス制御回路または前記液体制御回路へのフィードバック手段と；

を備える装置。

【請求項 4】

前記液体供給源が液体ソレノイドバルブを含み、前記ガス供給源がガスソレノイドバルブを含み、前記バルブがそれぞれの制御回路によって制御される、請求項 1 記載の装置。

【請求項 5】

前記フィードバック手段が、前記チャンバ内の前記液体のレベルの前記設定レベルからの偏りを表す、前記液体制御回路から前記ガス制御回路への信号を送るための信号路を含む、請求項 4 記載の装置。

【請求項 6】

前記液体供給源が更に液体流量計を含み、前記ガス供給源が更にガス流量計を含み、前記液体流量計からの信号は前記液体制御回路に結合され、前記ガス流量計からの信号は前記ガス制御回路に結合される、請求項 4 記載の装置。

【請求項 7】

更に、各々が前記装置と本質的に同一で、それらの少なくとも一部は各々が異なる有機液体を供給される、複数の追加装置を備えることによって、コマンドによって直ちに、異なる有機蒸気と不活性ガスとの混合物を必要に応じて半導体製造の所定の処理ステップのために供給できるようにした、請求項 3 記載の装置。

【請求項 8】

請求項 3 に記載の装置であって、

前記液体供給源は、液体流量計と液体ソレノイドバルブとを含み、

前記ガス供給源は、ガス流量計とガスソレノイドバルブとを含み、

前記液体制御回路は、前記チャンバへの液体の流れをモニタするとともにその流量を所定の流量に対して測定するための電子要素を含み、且つ、前記液体流量計に結合され、

前記ガス制御回路は、前記ガス供給手段と前記チャンバへのガスの流れとを制御するための電子要素を含み、且つ、前記ガス流量計と前記ガスソレノイドバルブに結合され、

入力信号を前記液体制御回路に与えて前記バブラー・チャンバへの液体の所望の流量を指示するためと、入力信号を前記ガス制御回路に与えて前記バブラー・チャンバへのガスの流量を確立するか又は入力信号を前記液体制御回路に与えて前記バブラー・チャンバへの液体の流量を確立するためのコンピュータ入力手段を備える装置。

【請求項 9】

前記排気路が、入力ガス流を前記バブラー・チャンバの代わりに直接に前記排気路へバイパスする出力ソレノイドバルブを含み、前記排気路から蒸気 - ガス混合物をページできるようにした、請求項 7 記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、テトラエチルオルト珪酸（T E O S）の蒸気などの有機蒸気と、ヘリウムなどの不活性ガスとの混合物を発生させる、改良された方法と装置に関し、混合物は、高度に均一な絶縁層（例えば、 SiO_2 ）の堆積のために半導体製造時に要求されるような正

10

20

30

40

50

確に制御された蒸気対ガス比を持つ。

【背景技術】

【0002】

集積回路、メモリなどの半導体デバイスの製造では、半導体ウェーハ（例えば、単結晶シリコンの薄いディスク）が、多数の処理ステップ（当技術分野では周知）に順次通される。これらのステップの一つ以上は、ウェーハを反応性ガスの混合物に曝して、ウェーハの暴露面に二酸化ケイ素（ SiO_2 ）などの薄い絶縁層を堆積させることを含む。反応性ガスは、例えば、一方はオゾンと、他方はヘリウムなどの不活性ガス中のテトラエチルオルソ珪酸（TEOS）などの液体の有機蒸気とを含む。オゾンとTEOSなどの有機蒸気は、混合されると直ちに反応を始めるので、それらは、絶縁層を堆積させるウェーハのごく近くに別々に運ばれてから、混合される。混合ガスは次に、反応性ガスの均一な雲（クラウド）または分散として直ちにウェーハの上を覆って流され、それによってウェーハ上に絶縁層を堆積させる。

【0003】

所定の時間間隔中にウェーハ上に絶縁層を均一かつ迅速に堆積させるために、例えば、TEOS蒸気とヘリウムの混合物は充分な、正確に制御された、標準測定単位当たりのTEOS蒸気量を持つことが望ましい。これが結果的に、液体として凝縮して所望の蒸気対ヘリウム比を減少させる混合物中のTEOS蒸気が存在しないように、TEOS蒸気 - ヘリウム混合物をわずかに高い温度（例えば、約65よりもやや高い）で発生させることが必要になる。

【0004】

有機蒸気 - 不活性ガス混合物（例えば、TEOS蒸気とヘリウム）を発生させる典型的な従来技術のモジュールは多少大型で、高い温度で運転される。限られたスペースのために、また熱の蓄積を最小にするために、そのようなモジュールを、ウェーハ処理チャンバの配置される場所から適当な距離だけ離して（例えば、数フィート）置くのが通例である。モジュールからのガス混合物は従って、適当な手段でウェーハチャンバまでパイプ輸送される。

【0005】

従来、半導体製造用の有機蒸気 - 不活性ガス混合物を発生させる様々な方法が用いられてきた。第1の方法は、不活性ガスを、有機液体（例えばTEOS）の容器を通してバブリングすることである。結果として得られた出力混合物中の蒸気対ガス比は、蒸気とガスの出力混合物中の有機蒸気の量を測定することによって制御された。しかし、そのような蒸気の測定は希望するほど正確でなく、また蒸気 - ガス混合物を発生させるために使用される装置は比較的大型であったが、その理由は、一部には容器内の液体の量が設定量になるように制御されなかつたからである。従って、運転中の液体レベルの変動に備えるために、大型容器を必要とする余分の量の液体が使用された。

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

有機蒸気 - 不活性ガス混合物を発生させる第2の広く用いられる方法は、インジェクタヘッドによって、有機液体の微細なミストを高温（例えば120°）の不活性ガスの流れに噴射することである。このシステムの働きはほぼ良好だが、いくつかの欠点がある。インジェクタヘッドが詰まりやすく、これによって時々、装置の一時的な運転停止と整備が必要となる。更に、有機蒸気によってインジェクタ内に磨耗が発生して、その結果、頻繁にそれを交換しなければならない（例えば、6ヶ月位毎に）。従って、混合物中の蒸気の量を高精度で連続的に制御するとともに、従来の装置の問題点と費用を避けるような有機蒸気と不活性ガスの混合物を発生させる方法を持つことが望ましい。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の一局面によれば、混合物の蒸気対ガス比を正確かつ連続的に制御して有機蒸気 - 不活性ガス混合物（例えば、TEOS蒸気 - ヘリウム）を発生させる高度に有効な方法

10

20

30

40

50

が提供される。これが結果として、半導体処理ステップの所定の時間間隔中に、所定の厚さを持った均一な絶縁層の堆積を保証する。混合物の蒸気対比の変動は、さもなければ、所定の時間間隔中に異なる厚さの絶縁層を堆積することになり、これは勿論、望ましくない。

【0008】

本発明によって提供される方法は、比較的小型のチャンバ（通常は「バブラー」と呼ぶ）をTEOS等の有機液体で満たすことを含み、チャンバは所定または設定レベルに満たされた後、そのレベルに保たれる。液体は周囲よりもやや高い所望の温度（例えば、75）に保たれる。ヘリウムなどの不活性ガスは、チャンバ内の液体を通して制御された速度でバーリングされ、結果として得られる蒸気・ガス混合物はチャンバから連続的に排気される。チャンバ内の液体のレベルまたは量は、チャンバへのガスの制御された流れにより、また液体流量の連続モニタによって、設定値に自動的に維持される。10

【0009】

バブラー・チャンバへの不活性ガスと有機液体のそれぞれの流れは、すべて極めて正確な、コンピュータ入力からのデジタル信号とそれぞれのガス流と液体流からの信号とを利用して、電子回路によって制御される。これらの制御回路とそれぞれの信号とはフィードバック装置に接続されるので、それが、バブラー・チャンバから流出する混合物中の有機蒸気対不活性ガス比を非常に厳しい限度内に常に保持することを保証する。これは同じく、蒸気とガスの混合物によって半導体製造ステーションへ配達される単位時間当たりの有機蒸気の量が極めて正確に制御されることを意味する。20

【0010】

本発明の別の局面によれば、液体と蒸気の混合物の両者の比を正確に制御する方法が提供される。この方法は：液体をチャンバに流入させるステップと；ガスをチャンバに流入させてそれをその液体を通してバーリングするステップと；チャンバ内の液体が所望の速度と相違する速度で蒸発しているか否かを判定するステップと；液体の蒸発速度の相違に従ってフィードバック信号を発生させるステップと；フィードバック信号に従ってチャンバへのガスの流量を修正して液体の蒸発を所望の速度に維持するステップと；混合物中の蒸気の量が制御されるように、チャンバから蒸気とガスの混合物を真空排気するステップと；を含む。30

【0011】

本発明の更に別の局面によれば、蒸気対ガス比を正確に制御して液体蒸気とガスの混合物を発生させる装置が提供される。装置は、蒸発させる液体を含むチャンバを画成するハウジングと、チャンバに所定の流量で液体を流入させるための液体供給源と、チャンバ内で液体を蒸発させるためにチャンバにガスを流入させるためのガス供給源と、チャンバから蒸気とガスの混合物を排気するための排気装置と、制御回路と、を備えている。制御回路はガス供給源を制御して、チャンバ内の液体の流れが所定の流量に対して増加しているか減少しているかに従って、チャンバへの液体の流れからフィードバック信号を発生させる。フィードバック信号は、チャンバから排気される蒸気とガスの混合物が所定の蒸気対ガス比を持つように、チャンバへのガスの流れを増分的に調節する。これは同じく、蒸気とガスの混合物によって半導体製造ステーションへ配達される単位時間当たりの有機蒸気の量が極めて正確に制御されることを意味する。40

【0012】

本発明のより良い理解は、添付図面に関連する下記の詳細な説明と特許請求の範囲から充分に得られるであろう。

【発明を実施するための形態】

【0013】

図1に従って説明すると、半導体の製造で特に有用な、有機蒸気対不活性ガスの精密に制御された比を有する有機蒸気・不活性ガス混合物を発生させるための本発明の特徴を具体化する装置10を示す。装置10（ここでは、その部分は図示しない）はハウジング150

2、バブラー・チャンバ14（破線で示す）、液体入力パイプ16、不活性ガス入力パイプ18、蒸気及びガス出力パイプ20、入力液体制御ソレノイドバルブ22、入力ガス制御ソレノイドバルブ24、ガスバイパスソレノイドバルブ26、出力蒸気-ガス混合物制御ソレノイドバルブ28、および熱交換器フィン30を備えている。装置10の部品でその運転に重要な電子制御回路、液体レベルセンサ、およびガスと液体流量モニタは図1に示してはいない。それらは図2に関連して後で完全に詳細に説明する。

【0014】

更に図1によれば、ハウジング12は熱的に絶縁されている。その内部とバブラー・チャンバ14は、ペルチ工原理によって作動する固体熱ユニット（図示せず）によって所望の温度（例えば、75℃）に正確に保たれる。熱ユニットの外側は熱交換器フィン30に接続され、そのフィンが大気から熱エネルギーを交換して、熱ユニットがハウジングの内部温度を周囲よりやや高い所望の値（例えば、75℃）に正確に保つのに役立つ。10

【0015】

バブラー・チャンバ14は、TEOSなどの有機液体によって所定または設定レベルに満たされる。装置10の運転中、チャンバ14内の液体の量は、バブラー・チャンバ14に関連する自動液体レベル制御機構（図示せず）によってこの設定レベルに自動的に維持される。この自動機構は、必要に応じて液体を設定レベルに保つために、チャンバ14への液体の流れを増分的に増加または減少させるように働くが、これはこの技術分野では周知である。パイプ16からの液体は、ソレノイドバルブ22を介してチャンバ14へ内部パイプ32経由で供給される（破線で示す）。この自動運転については後から更に詳しく説明する。20

【0016】

ヘリウムなどの不活性ガスは、パイプ18、ソレノイドバルブ24、および内部パイプ34（破線で示す）を介して装置10へ供給される。内部パイプの端部はバブラー・チャンバ14中に伸びる。ガスがパイプ34の端部を通ってバブラー・チャンバ14内の液体の中をバーリングするときに、流れるガスが液体の一部を連続的に蒸発させる。チャンバ14の上部の内部パイプ36（破線で示す）は、ガスのバーリング作用によってチャンバ14内に生成される蒸気とガスの混合物を出力ソレノイドバルブ28を介して出力パイプ20へ排気する。パイプ18を介したチャンバ14へのガスの流れはソレノイドバルブ24によって自動的に制御され、これは次に、チャンバ14から出て出力パイプ20に流れる所定比率の蒸気とガスの混合物を制御するが、これについては後から更に説明する。装置10の出力パイプ20から蒸気とガスの混合物をバージしたい場合はいつでも、ソレノイドバルブ26は、不活性ガスがバブラー・チャンバ14を通って流れることなく、入力パイプ18から直接に出力パイプ20へバイパスされるのに役立つ。ハウジング12、バブラー・チャンバ14、および図1に示すような関連要素を備えるユニットは、例えば、ベンダーであるIcon Dynamics, LLC, New Yorkから市販されている。30

【0017】

次に図2について説明すると、装置10の部分を図解する概略プロック図40を示す。プロック図40はバブラー・チャンバ14、入力液体パイプ16（実線で表示）、入力ガスパイプ18（実線で表示）、液体流量制御回路42（枠で表示）、ガス流量制御回路44（枠で表示）、内部液体パイプ32（実線で表示）、内部ガスパイプ34（実線で表示）、出力パイプ（36）20（実線で表示）、第1電気信号路46（破線で表示）、第2電気信号路48（破線で表示）、および回路42、44間の電気フィードバック信号路50（破線で表示）を示す。40

【0018】

下記の説明のために、入力液体ソレノイドバルブ22（これには図示しないが図1を参照）は、パイプ16内の入力液体流量計（図示せず）、および関連電子メモリ、ロジック、制御要素（図示せず）と共に、液体流量制御回路42の一部であると想定する。同様に、入力ガスソレノイドバルブ24（これには図示しないが図1を参照）は、パイプ18内の入力ガス流量計（図示せず）、および関連電子メモリ、ロジック、制御回路（図示せず）50

)と共に、ガス流量制御回路 4 4 の一部であると想定する。液体流量制御回路 4 2 は、液体流量計(図示せず)と液体ソレノイドバルブ 2 2 を含めて、例えば、ベンダーである S tec, Inc. から市販されている。同様に、ガス流量制御回路 4 4 は、ガス流量計(図示せず)とガスソレノイドバルブ 2 4 を含めて、例えば、ベンダーである Tytan General から市販されている。

【0019】

装置 1 0 のガスバーリング運転を始めるには、コンピュータ(図示せず)からの電子信号がそれぞれの信号路 4 6, 4 8 に与えられ、信号が出力ソレノイドバルブ 2 8 に与えられて(図示しない経路を経由)それを開く。液体流量制御回路 4 2 に信号路 4 6 を介して与えられたコンピュータ信号は入力液体ソレノイドバルブ 2 2 を開き、パイプ 1 6, 3 2 を介したバブラー・チャンバ 1 4 への液体の流れの水準値を提供する。信号路 4 8 経由でガス流量制御回路 4 4 に加えられたコンピュータ信号は、信号路 5 0 経由のフィードバック信号と共に、入力ガスソレノイドバルブ 2 4 の設定と、従ってパイプ 1 8, 3 4 を介したバブラー・チャンバ 1 4 への不活性ガスの流れを決定する。

【0020】

装置 1 0 のガスバーリング運転中、チャンバ 1 4 への液体の流れは、パイプ 1 6 内の液体流量計(図示せず)からの信号をコンピュータから経路 4 6 経由で受けた信号と比較することによって、液体制御回路 4 2 によってモニタされる。液体制御回路 4 2 内の論理回路(図示せず)は次に、バブラー・チャンバ 1 4 への液体の流れがそれに対して望ましい所定値よりも上か下かを判定する。というのは、それが、信号路 4 6 に与えられる入力コンピュータ信号によって規定されるよりも小さいか大きい速度で蒸発しているからである。蒸発速度が望ましい値と異なる場合に、また、バブラー・チャンバ 1 4 内の液体を正確に、チャンバへの所定の液体流れに対する設定レベルに保つために、液体制御回路 4 2 は、信号路 5 0 経由でフィードバック信号をガス制御回路 4 4 に加える。リード 5 0 経由のこのフィードバック信号と信号路 4 8 経由の入力コンピュータ信号とは一緒に、ガス制御回路 4 4 内の論理回路(図示せず)に、入力ガスソレノイドバルブ 2 4 の設定を微細で増分的に調節させる。かくして、バブラー・チャンバ 1 4 へのガスの、わずかに少ないかわずかに多い流れが、その中の液体を正確に、希望の液体流量の設定レベルに保つことになる。このようにして、バブラー・チャンバ 1 4 から出てパイプ(36) 2 0 に流入する蒸気とガスの混合物中の有機蒸気対ガス比は、希望する正確な値に非常に正確に制御される。

【0021】

装置 1 0 をそのガスバーリング運転中に停止させるようなときは、コンピュータからの信号をそれぞれの制御回路 4 2, 4 8 経由で各ソレノイドバルブ 2 2, 2 4, 2 8 に加えて、それらを閉じるようにする。出力パイプ 2 0 から蒸気 - ガス混合物をバージするようなときは、ソレノイドバルブ 2 4 を(コンピュータからの信号によって)その常時閉状態から開いて、ソレノイドバルブ 2 4, 2 8 をバイパスするようとする。これによって、未混合ガス(例えば、ヘリウム)は、バブラー・チャンバ 1 4 を通って流れることなく、入力ガスパイプ 1 8 から直接に出力パイプ 2 0 に流れることができる。

【0022】

例として、製作してテストされた装置 1 0 の特定実施態様では、バブラー・チャンバ 1 4 は 1 5 0 ミリリットルの容積を持ち、T E O S 液によって設定レベルに満たされ、T E O S 液はその設定レベルに維持されるとともに正確に 7 5 の温度に維持された。運転時には、ヘリウムが 2 0 0 T o r r の圧力と 2 0 標準リットル / 分の流量でバブラー・チャンバ 1 4 に流し込まれた。毎分 6 グラムの液体 T E O S がバブラー・チャンバ 1 4 に流し込まれてその中の液体をその設定レベルに維持する。装置 1 0 で使用される液体流量計とガス流量計はそれぞれ非常に高い精度を持ち、液体レベル制御機構も同様である。7 5 の温度で、チャンバ 1 4 内の液体から蒸発した蒸気は、結果として生じる蒸気とガスの混合物の中で蒸気として残る。かくして、出力パイプ 2 0 に流入する蒸気 - ガス混合物中の蒸気対ガス比は装置 1 0 の制御回路 4 2, 4 4 によって、自動的かつ正確に、希望する正確な比率に制御された。

10

20

30

40

50

【0023】

装置10は寸法が非常にコンパクトで電力消費が非常に低いので、有機蒸気と不活性ガスの個々の異なる混合物をコマンドによって直ちに提供するために、モジュラーグループのような複数のユニットを準備することは容易に可能である。かくして、例えば、一つの装置10には(上記のように)TEOS液を供給し、第2の装置10にはトリエチルホウ酸液(TEB)を供給し、第3の装置10にはトリエチルリン酸液(TEPO)を供給することができる。このような有機材料の使用は半導体製造の技術分野では周知である。希望する場合はヘリウム以外の不活性ガスを使用してもよい。

【0024】

上の記載は説明のためであって、本発明を制限するものではない。本明細書に記載される本発明の実施の形態の様々な修正案や変更案は当業者には考案可能であり、また付帯する特許請求の範囲に明記した本発明の精神と範囲から逸脱することなく実施できる。特に、装置10はTEOS液とヘリウムの使用に限定されず、バブラー・チャンバー14の特定寸法に限定されず、ガスと液体の特定流量に限定されず、また与えられた運転温度に限定されない。制御回路42、44の構造および動作の詳細は当業者によって容易に理解される。

10

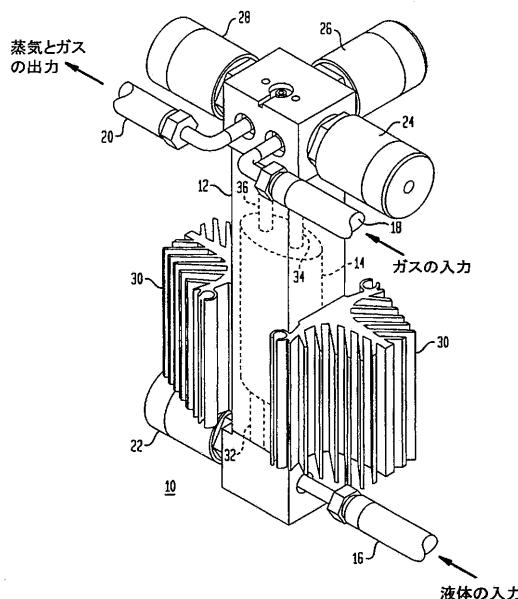
【図面の簡単な説明】

【図1】半導体処理に使用される有機蒸気と不活性ガスの正確に制御された混合物を発生させる本発明によって提供される装置の、いくつかの部分を図示しない状態の斜視図である。

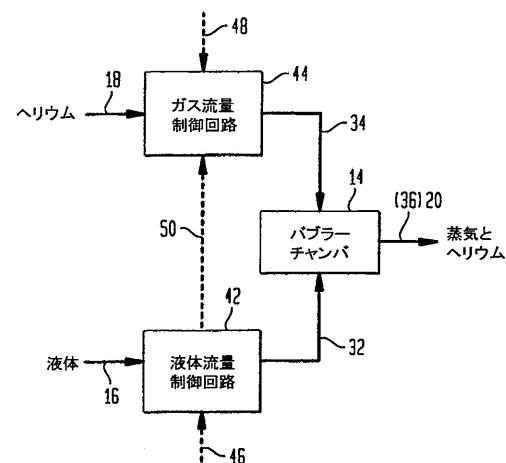
20

【図2】制御回路を含む図1の装置を示し、自動的に厳しい限度内に保たれる蒸気対ガス比を持つ蒸気-ガス混合物を発生させるのに装置がどのように運転されるかを示す、概略ブロック図である。

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(72)発明者 ソン ティ . ヌギューエン
アメリカ合衆国 , カリフォルニア州 , サン ノゼ , ラーチモント ドライヴ 6090
(72)発明者 スコット ヘンドリクソン
アメリカ合衆国 , カリフォルニア州 , サン ノゼ , コッティジ プレイス 6030

合議体

審判長 鈴木 正紀

審判官 川端 修

審判官 井上 茂夫

(56)参考文献 特開平7 - 171375 (JP, A)
特開平6 - 51841 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01J 4/02

B01F 3/02

C23C 16/44

H01L 21/30