

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6565645号  
(P6565645)

(45) 発行日 令和1年8月28日(2019.8.28)

(24) 登録日 令和1年8月9日(2019.8.9)

(51) Int.Cl.

F 1

C23C 16/455 (2006.01)

C23C 16/455

C23C 16/448 (2006.01)

C23C 16/448

C23C 16/52 (2006.01)

C23C 16/52

請求項の数 9 (全 17 頁)

(21) 出願番号

特願2015-235846 (P2015-235846)

(22) 出願日

平成27年12月2日(2015.12.2)

(65) 公開番号

特開2017-101295 (P2017-101295A)

(43) 公開日

平成29年6月8日(2017.6.8)

審査請求日

平成30年9月21日(2018.9.21)

(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1号

(74) 代理人 110002756

特許業務法人弥生特許事務所

(74) 代理人 100091513

弁理士 井上 俊夫

(72) 発明者 八木 宏憲

東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂Bizタワー 東京エレクトロン株式会社内

(72) 発明者 諸井 政幸

東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂Bizタワー 東京エレクトロン株式会社内

審査官 安齋 美佐子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 原料ガス供給装置、原料ガス供給方法及び記憶媒体

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して基板を成膜処理する成膜処理部に供給する原料ガス供給装置において、

前記原料容器にキャリアガスを供給するためのキャリアガス供給路と、

前記キャリアガス供給路から分岐し、前記原料容器を迂回して原料ガス供給路に接続されたバイパス流路と、

前記原料ガス供給路における前記バイパス流路の接続部位よりも下流側に接続され、希釈ガスを原料ガスに合流させるための希釈ガス供給路と、

前記キャリアガス供給路及び前記希釈ガス供給路に夫々接続された第1のマスフローコントローラ及び第2のマスフローコントローラと、

前記原料ガス供給路における希釈ガス供給路の合流部位の下流側に設けられたマスフローメータと、

前記キャリアガス供給路から原料ガス供給路に至るキャリアガス流路を、前記原料容器内とバイパス流路との間で切り替える切替え機構と、

前記キャリアガス流路を前記原料容器内に切り替えた状態で、原料ガスをキャリアガス及び希釈ガスと共に前記成膜処理部内の基板に供給する原料供給ステップと、新品の原料容器内の原料の充填量から、前記原料供給ステップ時における原料ガスの実流量に基づいて計算される原料の消費量を含む累積消費量を差し引いて原料容器の残量を求める残量算

10

20

出ステップと、を実行する制御部とを備え、

前記原料ガスの実流量は、前記第1のマスフローコントローラ、第2のマスフローコントローラ及びマスフローメータの流量の各測定値を夫々m1、m2及びm3とすると、前記キャリアガス流路をバイパス流路側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して{m3 - (m1 + m2)}の演算値であるオフセット値を求める第1のステップと、前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して{m3 - (m1 + m2)}の演算値を求め、この演算値から前記オフセット値を差し引いて原料の流量の実測値を求める第2のステップと、により求められることを特徴とする原料ガス供給装置。

【請求項2】

10

前記制御部は、ロットの先頭の基板の成膜処理の前に前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを成膜処理部に供給するダミー供給ステップを実行し、

前記残量算出ステップにおける累積消費量は、ダミー供給ステップにおける原料ガスの実流量に基づいて計算される原料の消費量を含むことを特徴とする請求項1に記載の原料ガス供給装置。

【請求項3】

前記制御部は、基板の成膜処理の前に前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを成膜処理部に供給し、成膜処理部の内面に原料ガス及び反応ガスを反応させた反応生成物の層を形成するプリコートステップを実行し、

20

前記残量算出ステップにおける累積消費量は、プリコートステップにおける原料ガスの実流量に基づいて計算される原料の消費量を含むことを特徴とする請求項1または2に記載の原料ガス供給装置。

【請求項4】

前記成膜処理部にて行う成膜処理は、基板に対して、原料ガス及び原料ガスと反応する反応ガスを交互に供給し、原料ガスの供給と反応ガスの供給との間に置換用のガスを供給して行う成膜処理であり、

前記第2のステップにおける測定値m1、m2及びm3は、原料ガスの供給、休止の周期をTとすると、n(nは1以上の整数)周期における流量の積分値を周期Tで除算した値であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれか一項に記載の原料ガス供給装置。

30

【請求項5】

前記制御部は、基板のロットの先頭の基板を処理する前に、当該ロットの処理レシピから原料ガスの供給、休止の周期Tを読み出し、

前記第1のステップにおける測定値m1、m2及びm3は、n周期における流量の積分値を周期Tで除算した値であることを特徴とする請求項4に記載の原料ガス供給装置。

【請求項6】

原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して基板を成膜処理する成膜処理部に供給する原料ガス供給方法において、

前記原料容器にキャリアガスを供給するためのキャリアガス供給路と、前記キャリアガス供給路から分岐し、前記原料容器を迂回して原料ガス供給路に接続されたバイパス流路と、前記原料ガス供給路における前記バイパス流路の接続部位よりも下流側に接続され、希釈ガスを原料ガスに合流させるための希釈ガス供給路と、前記キャリアガス供給路及び前記希釈ガス供給路に夫々接続された第1のマスフローコントローラ及び第2のマスフローコントローラと、前記原料ガス供給路における希釈ガス供給路の合流部位の下流側に設けられたマスフローメータと、前記キャリアガス供給路から原料ガス供給路に至るキャリアガス流路を、前記原料容器内とバイパス流路との間で切り替える切替え機構と、を備えた原料ガス供給装置を用い、

40

前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、原料ガスをキャリアガス及び希釈ガスと共に前記成膜処理部内の基板に供給する工程と、

50

新品の原料容器内の原料の充填量から、原料を成膜処理部内の基板に供給したときの原料の実流量に基づいて計算される原料の消費量を含む累積消費量を差し引いて、原料容器の残量を求める工程と、を含み、

前記実流量は、前記第1のマスフローコントローラ、第2のマスフローコントローラ及びマスフローメータの流量の各測定値を夫々  $m_1$ 、 $m_2$  及び  $m_3$  とすると、前記キャリアガス流路をバイパス流路側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して  $\{ m_3 - (m_1 + m_2) \}$  の演算値であるオフセット値を求める工程と、前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して  $\{ m_3 - (m_1 + m_2) \}$  の演算値を求め、この演算値から前記オフセット値を差し引いて原料の流量の実測値を求める工程と、により求められることを特徴とする原料ガス供給方法。 10

#### 【請求項7】

前記成膜処理部にて行う成膜処理は、基板に対して、原料ガス及び原料ガスと反応する反応ガスを交互に供給し、原料ガスの供給と反応ガスの供給との間に置換用のガスを供給して行う成膜処理であり、

前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して  $\{ m_3 - (m_1 + m_2) \}$  の演算値を求める工程における測定値  $m_1$ 、 $m_2$  及び  $m_3$  は、原料ガスの供給、休止の周期を  $T$  とすると、 $n$  ( $n$  は 1 以上の整数) 周期における流量の積分値を周期  $T$  で除算した値であることを特徴とする請求項6に記載の原料ガス供給方法。 20

#### 【請求項8】

前記キャリアガス流路をバイパス流路側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して  $\{ m_3 - (m_1 + m_2) \}$  の演算値であるオフセット値を求める工程における測定値  $m_1$ 、 $m_2$  及び  $m_3$  は、 $n$  周期における流量の積分値を周期  $T$  で除算した値であることを特徴とする請求項7に記載の原料ガス供給方法。 20

#### 【請求項9】

原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して基板を成膜処理する成膜処理部に供給する原料ガス供給装置に用いられるコンピュータプログラムを記憶した記憶媒体であって、

前記コンピュータプログラムは、請求項6ないし8のいずれか一項に記載の原料ガス供給方法を実行するようにステップ群が組まれていることを特徴とする記憶媒体。 30

#### 【発明の詳細な説明】

##### 【技術分野】

##### 【0001】

本発明は、原料容器内の固体原料または液体原料を気化させて、キャリアガスと共に成膜処理部に供給する技術に関する。

##### 【背景技術】

##### 【0002】

半導体製造プロセスの一つである成膜処理としては、原料ガスと原料ガスを例えれば酸化、窒化あるいは還元する反応ガスと交互に供給する A L D (Atomic Layer Deposition) や原料ガスを気相中で分解あるいは反応ガスと反応させる C V D (Chemical Vapor Deposition) などがある。このような成膜処理に用いられる原料ガスとしては、成膜後の結晶の緻密度を高めると共に基板に取り込まれる不純物の量を極力減らすために、原料を昇華させたガスを用いることがあり、例えば高誘電体膜を A L D で成膜する成膜装置に用いられる。 40

##### 【0003】

ところで近年では、半導体ウエハ（以下「ウエハ」という）に形成される配線パターンの微細化に伴い、膜厚や膜質の安定性を図る手法が要望されており、原料の流量の安定化が求められている。原料容器内にて気化した原料をキャリアガスと共に成膜処理部に供給するにあたって、原料容器内における原料の充填量により原料の気化量は変化し、原料の流量が異なってしまう。そのため、原料容器内の原料の残量を正確に把握し、原料の供給 50

量を安定させる必要がある。

#### 【0004】

また原料容器の交換には、長い時間を要し、原料容器内がロットのウエハの処理中に空にならないように、ウエハの処理計画を立て、例えば成膜装置のメンテナンスに合わせて原料容器の交換を行うことが好ましい。このときロットの処理中の成膜装置の停止を防ぐため、原料容器内が空になる前に原料容器の交換を行う必要があるが、原料容器内の原料の残量が正確にわからない場合には、マージンを大きくとる必要があり、原料容器の交換のときに廃棄される原料が多くなってしまう。

#### 【0005】

原料容器の原料の残量の測定を行うにあたって、原料容器を装置から取り外さずにロードセルなどにより測定を行う手法が知られている。しかしながら固体原料を気化させて原料ガスとして用いる場合には、原料ガスが温度低下により再固化しやすいため、配管や原料容器を加熱装置により加熱することが必要である。そのため、原料容器が原料ガス供給装置に固定されてしまい、ロードセルにより重量測定を行う手法は採用しにくい。

10

#### 【0006】

特許文献1には、液体原料において、原料容器に供給されるキャリアガスの流量を調整して、原料容器内の圧力を調整して、原料ガス中の原料濃度を一定にし、原料ガスの原料濃度と原料ガス供給路を流れる原料ガスの総流量から原料容器から持ち出した原料の量を測定する技術が記載されている。この時原料の量は、原料ガス供給路を流れる総流量と、キャリアガスの流量とから求めるが、総流量を制御する流量制御部と、キャリアガスの流量を制御する流量制御部との装置間の誤差がある。そのため持ち出し量を積算することにより原料の残量を測定したときに、装置間の誤差に起因する測定値の誤差が問題となる。

20

#### 【先行技術文献】

##### 【特許文献】

##### 【0007】

##### 【特許文献1】特開2012-234860号公報

##### 【発明の概要】

##### 【発明が解決しようとする課題】

##### 【0008】

本発明はこのような事情の下になされたものであり、その目的は、原料容器に収容された固体または液体である原料を気化したガスを含む原料ガスを成膜処理部に供給するにあたり、原料容器内の原料の残量を高い精度で測定することのできる技術を提供することにある。

30

##### 【課題を解決するための手段】

##### 【0009】

本発明の原料ガス供給装置は、原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して基板を成膜処理する成膜処理部に供給する原料ガス供給装置において、

前記原料容器にキャリアガスを供給するためのキャリアガス供給路と、

前記キャリアガス供給路から分岐し、前記原料容器を迂回して原料ガス供給路に接続されたバイパス流路と、

40

前記原料ガス供給路における前記バイパス流路の接続部位よりも下流側に接続され、希釈ガスを原料ガスに合流させるための希釈ガス供給路と、

前記キャリアガス供給路及び前記希釈ガス供給路に夫々接続された第1のマスフローコントローラ及び第2のマスフローコントローラと、

前記原料ガス供給路における希釈ガス供給路の合流部位の下流側に設けられたマスフローメータと、

前記キャリアガス供給路から原料ガス供給路に至るキャリアガス流路を、前記原料容器内とバイパス流路との間で切り替える切替え機構と、

前記キャリアガス流路を前記原料容器内に切り替えた状態で、原料ガスをキャリアガス

50

及び希釈ガスと共に前記成膜処理部内の基板に供給する原料供給ステップと、新品の原料容器内の原料の充填量から、前記原料供給ステップ時における原料ガスの実流量に基づいて計算される原料の消費量を含む累積消費量を差し引いて原料容器の残量を求める残量算出ステップと、を実行する制御部とを備え、

前記原料ガスの実流量は、前記第1のマスフローコントローラ、第2のマスフローコントローラ及びマスフローメータの流量の各測定値を夫々m1、m2及びm3とすると、前記キャリアガス流路をバイパス流路側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して $\{m3 - (m1 + m2)\}$ の演算値であるオフセット値を求める第1のステップと、前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して $\{m3 - (m1 + m2)\}$ の演算値を求め、この演算値から前記オフセット値を差し引いて原料の流量の実測値を求める第2のステップと、により求められることを特徴とする。10

#### 【0010】

本発明の原料ガス供給方法は、原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して基板を成膜処理する成膜処理部に供給する原料ガス供給方法において、

前記原料容器にキャリアガスを供給するためのキャリアガス供給路と、前記キャリアガス供給路から分岐し、前記原料容器を迂回して原料ガス供給路に接続されたバイパス流路と、前記原料ガス供給路における前記バイパス流路の接続部位よりも下流側に接続され、希釈ガスを原料ガスに合流させるための希釈ガス供給路と、前記キャリアガス供給路及び前記希釈ガス供給路に夫々接続された第1のマスフローコントローラ及び第2のマスフローコントローラと、前記原料ガス供給路における希釈ガス供給路の合流部位の下流側に設けられたマスフローメータと、前記キャリアガス供給路から原料ガス供給路に至るキャリアガス流路を、前記原料容器内とバイパス流路との間で切り替える切替え機構と、を備えた原料ガス供給装置を用い、20

前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、原料ガスをキャリアガス及び希釈ガスと共に前記成膜処理部内の基板に供給する工程と、

新品の原料容器内の原料の充填量から、原料を成膜処理部内の基板に供給したときの原料の実流量に基づいて計算される原料の消費量を含む累積消費量を差し引いて、原料容器の残量を求める工程と、を含み、30

前記実流量は、前記第1のマスフローコントローラ、第2のマスフローコントローラ及びマスフローメータの流量の各測定値を夫々m1、m2及びm3とすると、前記キャリアガス流路をバイパス流路側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して $\{m3 - (m1 + m2)\}$ の演算値であるオフセット値を求める工程と、前記キャリアガス流路を原料容器側に切り替えた状態で、キャリアガス及び希釈ガスを流して $\{m3 - (m1 + m2)\}$ の演算値を求め、この演算値から前記オフセット値を差し引いて原料の流量の実測値を求める工程と、により求められることを特徴とする。

#### 【0011】

本発明の記憶媒体は、原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して基板を成膜処理する成膜処理部に供給する原料ガス供給装置に用いられるコンピュータプログラムを記憶した記憶媒体であって、40

前記コンピュータプログラムは、上述の原料ガス供給方法を実行するようにステップ群が組まれていることを特徴とする記憶媒体。

#### 【発明の効果】

#### 【0012】

本発明は、原料容器内の固体または液体である原料を気化させて、キャリアガスと共に原料ガスとして原料ガス供給路を介して成膜処理部に供給するにあたり、キャリアガス供給路及び原料ガス供給路に夫々第1のマスフローコントローラ及びマスフローメータを設けている。更に原料ガス供給路に希釈ガスを供給するための希釈ガス供給路に第2のマス

10

20

30

40

50

フローコントローラを設けている。そしてマスフローメータの測定値から第1のマスフローコントローラの測定値と、第2のマスフローコントローラの測定値と、の合計値を差し引いたオフセット値を求める。更に成膜処理部に原料ガスを供給するときに、マスフローメータの測定値から第1のマスフローコントローラの測定値と、第2のマスフローコントローラの測定値と、の合計値を差し引いた値から、オフセット値を差し引き、原料の流量の実測値を求めている。そして原料容器内の初期の充填量（新品の原料容器の充填量）から原料の流量の実測値の積算値を差し引いて、原料の残量を測定している。従って各測定機器の個体誤差がキャンセルされるので、原料の残量を高い精度で測定することができる。

【図面の簡単な説明】 10

【0013】

【図1】本発明の原料ガス供給装置を適用した成膜装置を示す全体構成図である。

【図2】原料ガス供給部に設けられている制御部の構成図である。

【図3】原料ガス供給部における原料の残量の測定工程を示すチャート図である。

【図4】MFMの測定値と第1のMFCの設定値および第2のMFCの設定値の合計値との差分を示す特性図である。

【図5】バルブの開閉及び原料ガス供給部から供給される原料の流量の時間変化を示すタイムチャートである。

【図6】MFMにて測定される測定値の例を示す特性図である。

【発明を実施するための形態】 20

【0014】

本発明の原料ガス供給装置を成膜装置に適用した構成例について説明する。図1に示すように成膜装置は、基板であるウエハ100に対してALD法による成膜処理を行なうための成膜処理部40を備え、この成膜処理部40に原料ガスを供給するため原料ガス供給装置で構成された原料ガス供給部10を備えている。なお明細書中においては、キャリアガスと、キャリアガスと共に流れる（昇華した）原料と、を併せたガスを原料ガスとする。

【0015】

原料ガス供給部10は、液体又は固体原料、例えば固体原料のWC1<sub>6</sub>を収容した原料容器14を備えている。原料容器14は、常温では固体のWC1<sub>6</sub>を収容した容器であり、抵抗発熱体を備えたジャケット状の加熱部13により覆われている。この原料容器14は、図示しない温度検出部にて検出した原料容器14内の気相部の温度に基づいて、図示しない給電部から供給される給電量を増減することにより、原料容器14内の温度を調節できるように構成されている。加熱部13の設定温度は、固体原料が昇華し、且つWC1<sub>6</sub>が分解しない範囲の温度、例えば160に設定される。

【0016】

原料容器14内における固体原料の上方側の気相部には、例えばキャリアガス供給路12の下流端部と、原料ガス供給路32の上流端部と、が挿入されている。キャリアガス供給路12の上流端には、キャリアガス、例えばN<sub>2</sub>ガスの供給源であるキャリアガス供給源11が設けられ、キャリアガス供給路12には、上流側から第1のマスフローコントローラ（MFC）1、バルブV3、バルブV2がこの順序で介設されている。

【0017】

一方、原料ガス供給路32には、上流側からバルブV4、バルブV5、流量測定部であるマスフローメータ（MFM）3及びバルブV1が設けられている。図中8は原料ガス供給路32から供給されるガスの圧力を測定するための圧力計である。原料ガス供給路32の下流端付近は、後述の反応ガスや置換ガスも流れることから、ガス供給路45として表示している。また原料ガス供給路32におけるMFM3の上流側には、希釈ガスを供給する希釈ガス供給路22の下流側端部が合流している。希釈ガス供給路22の上流側端部には、希釈ガス、例えばN<sub>2</sub>ガスの供給源である希釈ガス供給源21が設けられている。希釈ガス供給路22には、上流側から第2のマスフローコントローラ（MFC）2と、バル

40

50

バルブV 6と、が介設されている。キャリアガス供給路1 2におけるバルブV 2とバルブV 3との間と、原料ガス供給路3 2におけるバルブV 4とバルブV 5との間と、は、バルブV 7を備えたバイパス流路7にて接続されている。バルブV 2、V 4及びV 7は、切り替え機構に相当する。キャリアガス供給路1 2、原料ガス供給路3 2及びバイパス流路7及びバルブV 2～5、V 7は、例えば抵抗発熱体を備えたジャケット状のマントルヒータで覆われている。

【0018】

続いて成膜処理部4 0について説明する。成膜処理部4 0は、例えば真空容器4 1内に、ウエハ1 0 0を水平保持すると共に、不図示のヒータを備えた載置台4 2と、原料ガス等を真空容器4 1内に導入するガス導入部4 3と、を備えている。ガス導入部4 3には、ガス供給路4 5が接続され、原料ガス供給部1 0から供給されるガスが、ガス導入部を介して、真空容器4 1内に供給されるように構成されている。更に真空容器4 1には、排気管4 6を介して、真空排気部4 4が接続されている。排気管4 6には、成膜処理部4 0内の圧力を調整する圧力調整部9 4を構成する圧力調整バルブ4 7と、バルブ4 8とが設けられている。

10

【0019】

またガス供給路4 5には、原料ガスと反応する反応ガスを供給する反応ガス供給管5 0及び置換ガスを供給する置換ガス供給管5 6が合流されている。反応ガス供給管5 0の他端側は、反応ガス例えば水素(H<sub>2</sub>)ガスの供給源5 2に接続されたH<sub>2</sub>ガス供給管5 4と、不活性ガス例えば窒素(N<sub>2</sub>)ガスの供給源5 3に接続された不活性ガス供給管5 1とに分岐されている。また置換ガス供給管5 6の他端側は置換ガス、例えばN<sub>2</sub>ガスの供給源5 5に接続されている。図中のV 5 0、V 5 1、V 5 4及びV 5 6は、夫々反応ガス供給管5 0、不活性ガス供給管5 1、H<sub>2</sub>ガス供給管5 4及び置換ガス供給管5 6に設けられたバルブである。

20

【0020】

後述するように、成膜処理部4 0にて行なわれるW(タンゲステン)膜の成膜では、WC<sub>1</sub><sub>6</sub>を含む原料ガスと、反応ガスであるH<sub>2</sub>ガスとが交互に繰り返して供給されると共に、これら原料ガス及び反応ガスの供給の間には、真空容器4 1内の雰囲気を置換するために置換ガスが供給される。このように原料ガスは、成膜処理部4 0に供給期間、休止期間を交互に繰り返して断続的に供給され、この原料ガスの供給制御はバルブV 1をオン、オフ制御することにより実行される。このバルブV 1は、後述する制御部9により開閉制御されるように構成されおり、「オン」とは、バルブV 1を開いた状態、「オフ」とはバルブV 1を閉じた状態である。

30

【0021】

原料ガス供給部1 0には、制御部9が設けられている。図2に示すように制御部9は、CPU9 1、プログラム格納部9 2及びメモリ9 3を備えている。なお図中9 0はバスである。また制御部9は、各バルブ群V 1～V 7、MFC1、MFC2、MFM3、及び成膜処理部4 0に接続された圧力調整部9 4に接続されている。また制御部9は上位コンピュータ9 9に接続されている。上位コンピュータ9 9からは、例えば成膜装置に搬入されるウエハ1 0 0のロットの成膜処理の処理レシピが送られて、メモリ9 3に記憶される。また制御部9には、ワークメモリ9 5が設けられ、原料容器1 4内の原料の残量が記憶される。また制御部9は、入力部9 7を備え、後述するように原料容器1 4の交換のときによればメーカーより伝えられる原料容器1 4内に充填された原料の充填量がワークメモリ9 5に書き込めるように構成されている。また制御部9には、アラーム発生部9 6が接続されている。更に制御部9は図示しないモニターなどの出力部に接続されており、ワークメモリ9 5に記憶されている原料の残量やアラームの発生の有無などがモニターに表示されるように構成されている。

40

【0022】

処理レシピは、各ロットごとに設定されたウエハ1 0 0の成膜処理の手順が処理条件と共に作成された情報である。処理条件としては、プロセス圧力、ALD法における成膜処

50

理部 4 0 に供給されるガスの供給、休止のタイミング及び原料ガスの流量などが挙げられる。A L D 法について簡単に説明すると、まず原料ガスである W C 1 <sub>6</sub> ガスを例えれば 1 秒間供給してバルブ V 1 を閉じ、ウエハ 1 0 0 表面に W C 1 <sub>6</sub> を吸着させる。次いで置換ガス (N <sub>2</sub> ガス) を真空容器 4 1 に供給して、真空容器 4 1 内を置換する。続いて反応ガス (H <sub>2</sub> ガス) 希釀ガス (N <sub>2</sub> ガス) と共に真空容器 4 1 に供給すると加水分解及び脱塩化反応により W (タンゲスタン) 膜の原子膜がウエハ 1 0 0 の表面に形成される。この後、置換ガスを真空容器 4 1 に供給して、真空容器 4 1 を置換する。こうして真空容器 4 1 内に、W C 1 <sub>6</sub> を含む原料ガス 置換ガス 反応ガス 置換ガスを供給するサイクルを複数回繰り返すことにより、W 膜の成膜を行う。

## 【0023】

10

A L D 法は、原料ガス、置換ガス、反応ガス、置換ガスをこの順番で供給するサイクルを複数回実行するものであることから、このサイクルを規定したレシピにより、オン信号、オフ信号のタイミングが決定される。例えば原料ガスの給断はバルブ V 1 により行われるためバルブ V 1 のオン信号からオフ信号までの期間が原料ガスの供給時間であり、バルブ V 1 のオフ信号からオン信号までの期間が、原料ガスの休止期間である。このように M F C 1、M F C 2 及び M F M 3 において原料の流量の測定値を求めるにあたって、A L D 法を行う場合、原料ガスが間欠的に供給され、その供給時間が短いので、流量測定値が立ち上がって安定する前に立ち下がり、このため不安定になるおそれがある。このため M F C 1、M F C 2、M F M 3 の各測定値は、この例では後で詳述するようにバルブ V 1 のオン、オフの 1 周期分の流量の測定値の積分値を 1 周期の時間で除算した値を測定出力値 (指示値) として用いている (評価している)。

## 【0024】

20

プログラム格納部 9 2 に格納されているプログラムには、原料ガス供給部 1 0 の動作を実行するためのステップ群と、原料容器 1 4 内の残量を監視する動作を実行するためのステップ群と、が含まれている。なおプログラムという用語は、プロセスレシピなどのソフトウェアも含む意味として使用している。原料容器 1 4 内の残量を監視する動作を実行するためのステップ群の中には、M F C 1、M F C 2 及び M F M 3 の各流量の測定出力を供給時間の間積分し、その積分値を供給期間の流量値として取り扱って演算するステップが含まれる。なお積分の演算処理については、時定数回路を用いたハード構成を用いてもよい。プログラムは、例えばハードディスク、コンパクトディスク、マグネットオプティカルディスク、メモリーカード等の記憶媒体に格納され、コンピュータにインストールされる。

## 【0025】

30

本発明の実施の形態の作用について図 3 に示すフローチャートを用いて説明する。今ステップ S 1 に示すように原料容器 1 4 を原料が充填された新品の原料容器 1 4 に交換して、キャリアガス供給路 1 2 及び原料ガス供給路 3 2 に接続したものとすると、オペレータが当該原料容器 1 4 内の充填量 (初期重量) を原料の残量の初期値 R <sub>0</sub> として、入力部 9 7 を介して、メモリ 9 3 に記憶する (ステップ S 2)。新品の原料容器 1 4 の充填量は、例えば原料のメーカーから報告された値が用いられる。なお新品の原料容器 1 4 とは、原料の充填処理が行われた原料容器 1 4 を示し、原料が再充填された原料容器 1 4 を含む。

## 【0026】

40

続いて先頭のロットのウエハ 1 0 0 が例えば 2 5 枚収められたキャリアがキャリアステージに運び込まれる。この場合ステップ S 3、ステップ S 4 を介してステップ S 6 に進み、先頭のロットの処理レシピの条件にてオフセット値が取得される。

## 【0027】

ここでオフセット値について説明する。図 4 は、原料ガス供給部 1 0 を用い、キャリアガス供給源 1 1 及び希釀ガス供給源 2 1 から夫々キャリアガス及び希釀ガスを供給し、M F M 3 を通過させた後、成膜処理部 4 0 にガスを供給したときの M F M 3 の測定値 m 3 から、M F C 1 の測定値 m 1 と M F C 2 の測定値 m 2 との合計値を差し引いた値を示す。時刻 t <sub>0</sub> から t <sub>1 0 0</sub> までは、キャリアガスを原料容器 1 4 を通過させずにバイパス流路 7

50

を介して、原料ガス供給路 3 2 に供給したときの (  $m_3 - (m_1 + m_2)$  ) の値を示す。

【 0 0 2 8 】

時刻  $t_0$  から  $t_{100}$  の間は、MFM3 を通過するガスは、キャリアガス供給路 1 2 から供給されるキャリアガスと、希釈ガス供給路 2 2 から供給される希釈ガスとを合わせたガスになる。しかしながら MFM3 の測定値  $m_3$  と、MFC1 の測定値  $m_1$  と、MFC2 の測定値  $m_2$  と、の合計値 ( $m_1 + m_2$ ) と、差分は、図 4 に示すように 0 にならず誤差が生じる。この誤差分の値がオフセット値に相当する。この誤差分は、MFM3 と、MFC1 及び MFC2 との各機器の個体誤差により生じる。

【 0 0 2 9 】

続いてオフセット値を取得する工程について説明する。オフセット値を求める作業は、MFC1 及び MFC2 の設定値を、処理レシピに書き込まれている、原料ガスの流量の目標値に応じて、決められたキャリアガスの流量値及び希釈ガスの流量値に設定して行われる。更に処理レシピにおける成膜処理部 4 0 に供給される原料ガスの供給、休止の周期におけるバルブ V 1 の開閉のスケジュールと同じスケジュールにてバルブ V 1 の開閉を行うように設定され、オフセット値を取得する工程における圧力は、処理レシピにより決められた圧力に設定されて作業が行われる。また成膜処理部 4 0 の温度調整には時間がかかることに加え気化した原料が低温の部位に付着し固化する可能性がある。従って成膜処理部 4 0 の温度は、例えば予め成膜処理における温度である 170 に設定されている。

10

【 0 0 3 0 】

この MFC1 の設定値は、例えば原料が未使用の新品の原料容器 1 4 の状態において、目標値の流量の原料を供給することができるキャリアガスの流量に基づいて決定され、原料の流量の増減量とキャリアガスの流量の増減量との関係は、例えばメモリ 93 に記憶されている。また圧力調整部 9 4 により、成膜処理部 4 0 の圧力が処理レシピにおける設定圧力に設定される。

20

【 0 0 3 1 】

希釈ガスの流量の設定については、原料の流量が小さいため、例えば希釈ガスにより希釈された原料ガスの総流量をキャリアガス及び希釈ガスの合計流量として決めている場合には、総流量からキャリアガスの流量設定値を差し引いた値として決められる。また原料の流量も総流量に含める場合には、原料の供給量の目標値は、例えば単位時間当たりの重量として取り扱われることから、プロセス圧力と原料の供給量の目標値に基づいて、総流量と原料を供給するためのキャリアガスの流量が求まる。従って、総流量から原料の供給量と、キャリアガスの流量と、の合計値を差し引いた値が希釈ガスの流量の設定値となる。

30

【 0 0 3 2 】

次いでバルブ V 3、V 5、V 6、V 7 を開き、時刻  $t_0$  以降にて、処理レシピにおけるバルブ V 1 の開閉のタイミングと同じ周期でバルブ V 1 の開閉を行う。ここでは、例えば時刻  $t_0$  から時刻  $t_{100}$  までの間にバルブ V 1 を 1 秒間開き、1 秒間閉じる動作を 100 回くり返す。なお真空容器 4 1 内は、既に真空排気されている。これにより、キャリアガス供給源 1 1 から、キャリアガスが MFC1 の設定値に対応する流量でキャリアガス供給路 1 2、バイパス流路 7 の順に流れ、原料ガス供給路 3 2 を流れる。その後原料ガス供給路 3 2 において、希釈ガス供給路 2 2 から供給される希釈ガスと混合されて MFM3 を流れ、こうしてキャリアガスと希釈ガスとの混合ガスが成膜処理部 4 0 に間欠的に流れ込む。

40

【 0 0 3 3 】

そして  $t_0 \sim t_{100}$  における MFC1、MFC2 及び MFM3 の各々における流量の測定値を求める。図 5 (a) は、原料ガスの給断を行うバルブ V 1 の状態を示しており、オンの時間帯が原料ガスの供給期間に相当し、オフの時間帯が原料ガスの休止期間に相当する。図 5 (b) は、時刻  $t_0 \sim t_{100}$  の間において、MFM3 にて計測される原料ガスの流量の測定出力 (指示値) の推移を示す。このようにバルブ V 1 を開いている時間が短いため、MFM3 にて計測される原料ガスの流量の測定出力はバルブ V 1 のオン指令の

50

後、急激に立ち上がり、バルブV1のオフ指令の後直ぐに立ち下がるパターンとなる。なお図5(a)における供給期間と休止期間との比率は便宜上のものである。

#### 【0034】

そのためMFM3、MFC1及びMFC2の各流量測定出力を制御部9により各々原料ガスの供給、休止の1周期の間積分し、その積分値を1周期の時間Tで割った値を流量の測定値とする。ここでは、図5(a)に示すバルブV1のオン指令に基づいて、例えば時刻 $t_0$ にガスの流量の積分動作を開始し、次のバルブV1のオン指令が出力される時刻 $t_1$ に当該積分動作が終了する。この $t_0$ から $t_1$ までを1周期とする。

#### 【0035】

そしてMFC1、MFC2及びMFM3の各々において $t_0$ から $t_1$ までの流量を積分した積分値を1周期の時間T、即ち時刻 $t_0$ から $t_1$ までの時間( $t_1 - t_0$ )で割った値(積分値 / ( $t_1 - t_0$ ))を夫々時刻 $t_0$ から $t_1$ におけるMFC1の測定値 $m_1$ 、MFC2の測定値 $m_2$ 及びMFMの測定値 $m_3$ とする。

このように $t_0$ から $t_1$ 、 $t_1$ から $t_2$ …の各周期において、 $m_1$ 、 $m_2$ 及び $m_3$ の各値を求め、図6に示すように各周期における( $m_3 - (m_1 + m_2)$ )の値を求める。そして例えば $t_0$ から100周期分の( $m_3 - (m_1 + m_2)$ )の値の平均値をオフセット値とする。

#### 【0036】

図3に戻ってステップS6にてオフセット値を取得した後、当該オフセット値が許容範囲内である場合には、ステップS7にて「YES」となり、ステップS8に進み、 $N = 1$ に設定される。続いてステップS9においては、成膜処理部40にウエハ100を搬入し、1枚目のウエハ100の処理を開始する。

#### 【0037】

またステップS7にてオフセット値が許容範囲内にあるかを判断しているが、上述のようにオフセット値は、機器間の測定出力の差により生じる誤差を示す。そのためオフセット値があまりにも大きいときには、MFM3と、MFC1及びMFC2と、の個体誤差以外の要因による誤差が生じている可能性がある。従ってオフセット値を取得したときに、オフセット値が許容範囲内から外れてしまった場合には、ステップS7にて「NO」となり、ステップS15に進みアラーム発生部96により、アラームを鳴らした後、終了しメンテナンスを行う。

#### 【0038】

予め原料容器14の加熱部13はオンにされており、原料容器14が例えば160℃に加熱され、固体原料が昇華され、原料容器14内の原料の濃度が飽和濃度に近い濃度まで高められている。そして成膜処理部40にウエハ100を搬入し、処理レシピに基づいてウエハ100の処理を行い、後述の原料の流量の実測値 $m$ を取得する。即ち処理レシピに書き込まれているキャリアガスの流量値及び希釈ガスの流量値に設定し、さらに成膜処理部40の圧力を処理レシピにより決められた圧力に設定して、時刻 $t_a$ において、バルブV7を閉じバルブV2及びV4を開く。これによりキャリアガス供給路12から原料容器14にMFC1により設定された流量でキャリアガスが供給され、原料容器14内において気化した原料がキャリアガスと共に原料ガス供給路32に流れる。更に希釈ガス供給路22から原料ガス供給路32に流れ込む希釈ガスが合流する。そして時刻 $t_a$ から処理レシピにおけるバルブV1の開閉の周期で、バルブV1の開閉を行う。ここではバルブV1を1秒間開き、1秒間閉じる動作をくり返す。これにより希釈ガスと混合された原料ガスが成膜処理部40に送られる。従ってキャリアガスの流量値及び希釈ガスの流量値、成膜処理部40の圧力、バルブV1の開閉の周期をオフセット値を取得する工程と同じ設定値として、キャリアガスを原料容器14に供給して、原料ガスを成膜処理部40に供給することになる。

この結果図5(c)に示すように原料ガスは、バルブV1のオン指令の後、急激に立ち上がり、時刻 $t_0$ から $t_{100}$ までにおける測定値より大きな値まで上昇し、バルブV1

10

20

30

40

50

のオフ指令の後直ぐに立ち下がるパターンとなる。

【0039】

そして1枚目のウエハ100の処理において、時刻  $t_0$  から  $t_{100}$  までと同様に MFC1、MFC2 及び MFM3 の各々において  $t_a$  から  $t_{a+1}$  までの流量を積分した積分値を1周期の時間  $T$ 、即ち時刻  $t_a$  から  $t_{a+1}$  までの時間 ( $t_{a+1} - t_a$ ) で割った値 (積分値 / ( $t_{a+1} - t_a$ )) を算出し、夫々時刻  $t_a$  から  $t_{a+1}$  における MFC1 の測定値  $m_1$ 、MFC2 の測定値  $m_2$  及び MFM の測定値  $m_3$  とする。さらにガスの供給周期の1周期ごとに MFM3 の測定値  $m_3$  から MFC1 の測定値  $m_1$  と MFC2 の測定値  $m_2$  との合計値を差し引き、各周期の ( $m_3 - (m_1 + m_2)$ ) の値を求める。時刻  $t_a$  以降における各周期の ( $m_3 - (m_1 + m_2)$ ) の値は、図4に示すように希釈ガスにより希釈され、成膜処理部40に供給される原料ガスの総流量からキャリアガスの流量と、希釈ガスの流量の合計値を差し引いた値、即ち原料の流量になるはずである。  
10

【0040】

しかしながら前述のように、MFM3 の測定値と、MFC1 の測定値  $m_1$  と MFC2 の測定値  $m_2$  との合計値との間に、MFM3 と、MFC1 及び MFC2 との機器間の測定出力の差により生じる誤差が含まれている。この誤差分に相当する値が上述したオフセット値であるため、図4及び図5(c)中に示す時刻  $t_a$  以降における原料ガス供給の各周期の ( $m_3 - (m_1 + m_2)$ ) の値の平均値を求め、時刻  $t_0$  から  $t_{100}$  におけるオフセット値を差し引くことにより、成膜処理部40に供給される原料の流量の実測値  $m$  (実流量) が求まる。実測値  $m$  は、下記の(1)式により原料 (mg / 分) の値に変換される。  
20

$$\text{原料 (mg / 分)} = \text{原料の流量 (sccm)} \times 0.2 \text{ (Conversion Factor)} / 22400 \times \text{原料の分子量 (WC16 : 396.6)} \times 1000 \cdots (1)$$

ここでは、原料ガスの供給、休止の一周期の流量の積算値を平均化して原料の流量としている。従って原料の供給時間は、例えば1枚目のウエハ100の処理において、最初にバルブV1を開く時刻  $t_a$  から1枚目のウエハの処理を終え、バルブV1を閉じるまでの時間なる。この原料の供給時間を原料の流量の実測値  $m$  を(1)式により変換した値に乗算することにより、原料容器14から供給された原料の重量の実測値  $M$  が算出される。

【0041】

次いでステップS10にて、1枚目のウエハ100を処理する前の原料の残量から原料の消費量である原料の重量の実測値  $M$  を差し引く。これにより、1枚目のウエハ100の処理を終えた後の原料容器14内の原料の残量が求まる。この例では、新品の原料容器14をセットした後、初めて行われる成膜処理であることから、1枚目のウエハ100を処理する前の原料の残量は、既述の初期重量  $R_0$  である。続いてステップS11においては、原料容器14内の原料の残量が第1の閾値以上の量であるか否かが判定される。第1の閾値は、例えば続く1枚のウエハ100の成膜処理を行った時にウエハ100の処理の間に原料容器14内の原料が空にならない値に設定される。従って予め1枚のウエハ100の処理に必要な量の原料の重量を測定し、当該原料の重量にマージンとなる量の原料の量を加算した量を算出し、マージンを含めた原料の量に相当する値を第1の閾値として設定する。  
30

【0042】

原料容器14内の原料の残量が第1の閾値以上である場合には、ステップS12に進み、1枚目のウエハ100は、最終ウエハ100でないので「NO」となり、ステップS14にて、 $N = 2$  に設定して、ステップS9に戻る。そしてステップS9にて、2枚目のウエハ100の成膜処理を行い、原料の流量の実測値  $m$  を取得し、原料容器14から供給された、即ち原料の重量の実測値  $M$  を取得する。そしてステップS10にて、2枚目のウエハ100の成膜処理を終える前の原料容器14内の原料の残量から、当該ウエハ100の成膜処理により消費した原料の重量 (実測値  $M$ ) を差し引いて、当該ウエハの成膜処理を終えた後の原料容器14内の原料の残量が算出される。  
40

【0043】

このようにステップS9からステップS12及びステップS14の工程を繰りかえし、

ロットの全ウエハ 100 に対して順次の処理が行われ、各ウエハ 100 の成膜処理毎に原料容器 14 内の初期重量  $R_0$  からウエハ 100 の成膜処理により消費された原料の累積消費量（累積使用量）を差し引いて原料容器 14 内の原料の残量を算出している。そして最後のウエハ 100、ここでは 25 枚目のウエハ 100 においては、ステップ S12 において「YES」となりステップ S13 に進む。

#### 【0044】

またロットのウエハ 100 の処理を行っているときに原料容器 14 内の原料の残量が第 1 の閾値を下回った場合には、ステップ S11 にて「NO」となりステップ S15 に進み、アラーム発生部 96 により、アラームを発した後、終了する。上述のように第 1 の閾値は、1 枚のウエハ 100 の処理に必要な量の原料の重量にマージンとなる量の原料の量を加算した量に基づいて算出されている。そのため第 1 の閾値を下回ったときに原料容器 14 の交換を行うこととし、第 1 の閾値を下回っていない状態にて成膜処理を行うことにより、次のウエハ 100 の処理中における原料の枯渇を防ぐことができる。

10

#### 【0045】

最終のウエハ 100 の成膜処理が終了して、当該ロットの処理が終了した後、ステップ S13 にて、原料容器 14 内の原料の残量が第 2 の閾値以上か否かが判断される。第 2 の閾値は、例えば 1 のロットの最大枚数（25 枚）のウエハ 100 の処理を行うことができる原料の残量に設定される。従って 1 枚のウエハ 100 の処理に必要な原料の重量にウエハ 100 の最大枚数を乗算し、その乗算値にマージンを乗せた値を第 2 の閾値として設定する。

20

#### 【0046】

原料の残量が第 2 の閾値以上である時には、続いてステップ S3 に戻り、後続のロットがキャリアステージに搬入されると、ステップ S3 を介してステップ S4 に進む。現在のロットは先頭のロットではないためステップ S4 において「NO」となり、ステップ S5 に進む。そしてステップ S5 において後続のロットのウエハ 100 に対する処理レシピが先のロット（1 つ前のロット）における処理レシピと異なるかが判定される。具体的には、例えば処理レシピにおける原料の流量（原料の流量の目標値）、成膜処理部 40 の設定圧力及び成膜処理における原料ガスの供給、休止の周期の 3 つの項目が同一か否かが判定され、少なくとも一つの項目が異なる場合には、「YES」となり、ステップ S6 に進む。そしてステップ S6 において、現在のロット（当該後続のロット）のウエハ 100 に対する処理レシピに基づいて、原料の流量の目標値、成膜処理部 40 の設定圧力及び成膜処理における原料ガスの供給、休止の周期が設定される。そして、先のロットと同様にオフセット値が取得され、続くステップ S7 以降の工程を行う。

30

#### 【0047】

また後続のロットにおける処理レシピが先のロットの（1 つ前のロット）における処理レシピ、具体的には、例えば処理レシピにおける原料の流量（原料の流量の目標値）、成膜処理部 40 の設定圧力及び成膜処理における原料ガスの供給、休止の周期の 3 つの項目が同一である場合には、ステップ S5 にて「NO」となり、ステップ S8 に進み、先のロットで用いたオフセット値を用いて、続くステップ S8 以降の工程を行う。

後続のロットの処理においては、メモリ 93 に直前のロットにおける最後のウエハ 100 の処理を行った後の原料の残量が記憶されている。そのためステップ S8 に進み、 $N = 1$  と設定した後、ステップ S9 以降の処理は、直前のロットにおける最後のウエハ 100 の処理を行った後の原料の残量から、順次 1 枚当たりのウエハ 100 における原料の消費量を差し引いて、残量の算出が行われる。

40

#### 【0048】

さらに各ロットの最終ウエハ 100 の処理を行った後、原料容器 14 内の原料の残量が第 2 の閾値を下回った場合には、ステップ S13 にて「NO」となりステップ S15 に進みアラーム発生部 96 によりアラームを発した後、終了する。第 2 の閾値は、1 ロットの最大枚数のウエハ 100 の処理に必要な量の原料の重量にマージンとなる量の原料の量を加算した量に基づいて算出されている。そのため第 2 の閾値を下回ったときに装置を停

50

止して原料容器 14 の交換を行うように設定し、第 2 の閾値を下回っていない状態にて成膜処理を行うことにより、次のロットの処理中における原料の枯渇を防ぐことができる。

【0049】

また第 2 の閾値以上であれば、次のロットのウエハ 100 の成膜処理ができるはずであるが、ステップ S 11 において、第 1 の閾値を以上の原料が残っているかを確認することで、何らかの装置の不具合の発生により、ロットのすべてのウエハ 100 の処理を終える前に、原料が枯渇した場合であっても、より確実にウエハ 100 の処理中の原料の枯渇を防ぐことができる。

【0050】

また例えば成膜装置において真空容器 41 内のクリーニング処理の後に、真空容器 41 に成膜ガスを供給して、成膜処理部 41 の内壁に成膜の対象となっている薄膜を形成し、真空容器 41 のコンディションの状態を整えるプリコートを行う場合がある。この場合はプリコートを行うために成膜処理部 40 に供給された原料の重量の実測値 M を同様に求め、原料の初期重量  $R_0$  から差し引かれる原料の重量の実測値 M の累積値の中にプリコート時の原料の消費量が加わることになる。

さらに 1 枚目のウエハ 100 の処理の前にウエハ 100 を搬入していない成膜処理部 40 に原料を供給して行うダミー処理を行う場合においては、同様に成膜処理部 40 に供給された原料の重量の実測値 M を求め、原料の初期重量  $R_0$  から差し引かれる原料の重量の実測値 M の累積値の中にダミー処理時の原料の消費量が加わることになる。

【0051】

上述の実施形態では、キャリアガスを原料容器 14 に供給して、気化した原料をキャリアガスと共に原料容器 14 から流出させ、更に希釈ガスで希釈した後、成膜処理部 40 に供給するにあたり、気化した原料、キャリアガス及び希釈ガスの各流量の合計の測定値からキャリアガス及び希釈ガスの各流量の測定値の合計を差し引いた差分値に対して、更に各測定機器の個体間の誤差に基づくオフセット値を差し引いて、原料の流量の実測値として取り扱っている。そして原料の流量の実測値と、原料の供給時間とから供給された原料の重量の実測値を求め、原料容器 14 に収容されていた原料の量から原料の重量の実測値 M を差し引いて、原料容器 14 内の原料の残量を求めている。従って各測定機器の個体間の誤差分が相殺され、原料の残量を正確に求めることができる。

【0052】

さらに A L D 法を実施するにあたり、各測定機器において原料ガスの供給、休止の 1 周期における測定出力の積分値を流量測定値として取り扱っているため、短時間でのガスの流量の立ち上がり、立ち下りに起因する測定の不安定性を避けることができ、ガス流量の測定値を安定して求めることができる。

【0053】

さらに流量測定値を算出するにあたって、MFM 3、MFC 1 及び MFC 2 の各流量測定出力を制御部 9 により各々原料ガスの供給、休止の周期  $n$  (2 以上) の周期の間積分し、その積分値を  $n$  周期の時間  $nT$  で割った値を流量の測定値  $m_1$ 、 $m_2$  及び  $m_3$  としてもよい。

【0054】

またステップ S 9 にて取得した原料の流量を用いて、原料の流量と原料の目標値とに誤差が生じているときには、キャリアガスの流量を調整して、原料の供給量を調整するようにもよく、さらに原料の流量と原料の目標値との誤差が大きいときには、アラームを鳴らして終了するようにしてもよい。ステップ S 9 にて取得している原料の流量は、オフセット値を差し引いている。そのため各測定機器の個体間の誤差分が相殺され、原料の量の正確な実測値を求めることができ、実測値に基づいてキャリアガスの供給量を調整することで、ウエハ 100 毎の原料の供給量を安定させることができる。

【0055】

また例えばウエハ 100 を A L D 法により処理するにあたって、原料の給断を 100 サイクル行い成膜処理を行うとして、前半の 50 サイクルにおける原料の流量及び原料ガス

10

20

30

40

50

の供給時間と、前半の 50 サイクルにおける原料の流量及び原料ガスの供給時間と、が異なる処理レシピを用いる場合がある。その場合には、ステップ S 6 のオフセット値を取得する工程において、前半の 50 サイクルにおける前半のオフセット値と、後半の 50 サイクルにおける後半のオフセット値とを取得する。

【 0 0 5 6 】

そしてステップ S 9において、原料容器 14 から供給された原料の重量の実測値 M を取得するときに、各ウエハ 100 の成膜処理において、前半の 50 サイクルにおける成膜処理においては、前半のオフセット値を用いて、前半の原料の流量の実測値 m を求める。そして、前半の 50 サイクルにおける原料の供給時間を乗算することにより、前半の 50 サイクルにおける原料の重量の実測値 M 1 を取得する。次いで後半の 50 サイクルにおける成膜処理においては、後半のオフセット値を用いて、後半の 50 サイクルにおける原料の重量の実測値 M 2 を取得する。そして前半の 50 サイクルにおける原料の重量の実測値 M 1 と後半の 50 サイクルにおける原料の重量の実測値 M 2 を加算することにより原料容器 14 から供給された原料の重量の実測値 M とすればよい。

10

【 0 0 5 7 】

本発明は CVD 法により成膜処理を行う成膜装置に用いてもよい。CVD 法においては原料ガスを成膜処理部 40 に連続的に供給すると共に、反応ガスを供給してウエハ 100 に成膜を行う。CVD 法においては、原料ガスの流量が安定した状態における MFM 3、MFC 1 及び MFC 2 の各流量測定出力を夫々 MFM 3、MFC 1 及び MFC 2 の測定値 m 1、m 2 及び m 3 としてもよい。

20

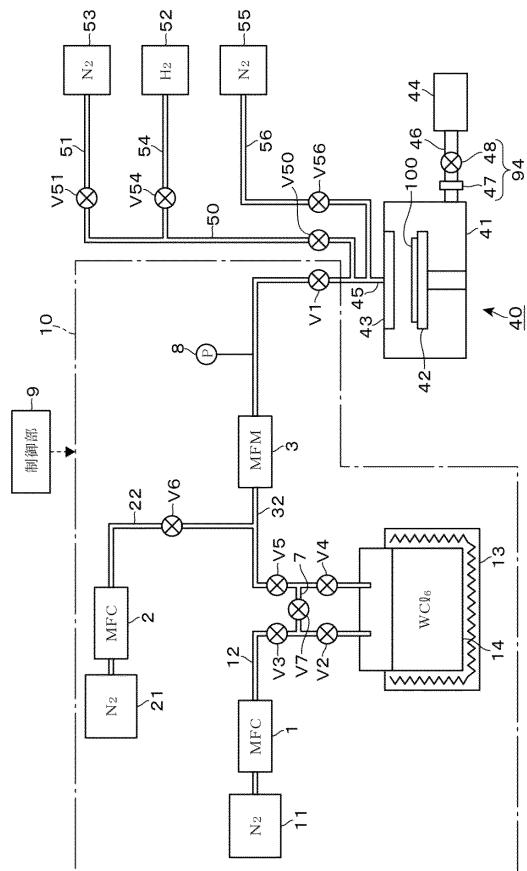
【 符号の説明 】

【 0 0 5 8 】

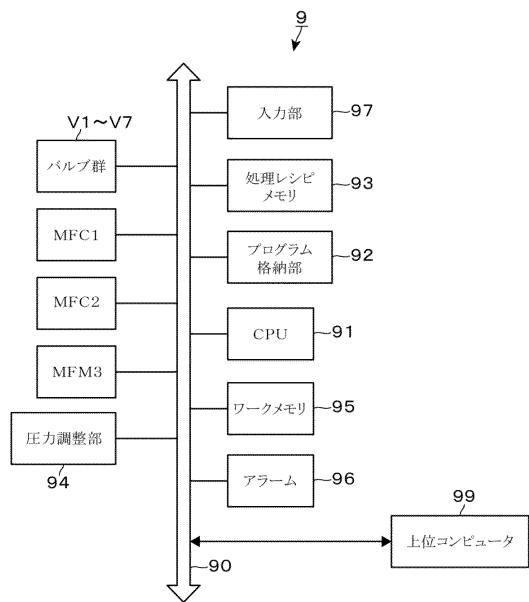
1	MFM
2、 3	MFC
7	バイパス流路
9	制御部
1 2	キャリアガス供給路
1 4	原料容器
2 2	希釈ガス供給路
3 2	ガス供給路
4 0	真空処理部
4 4	真空排気部
4 7	圧力調整バルブ
4 8	バルブ
1 0 0	ウエハ
V 1 ~ V 7	バルブ

30

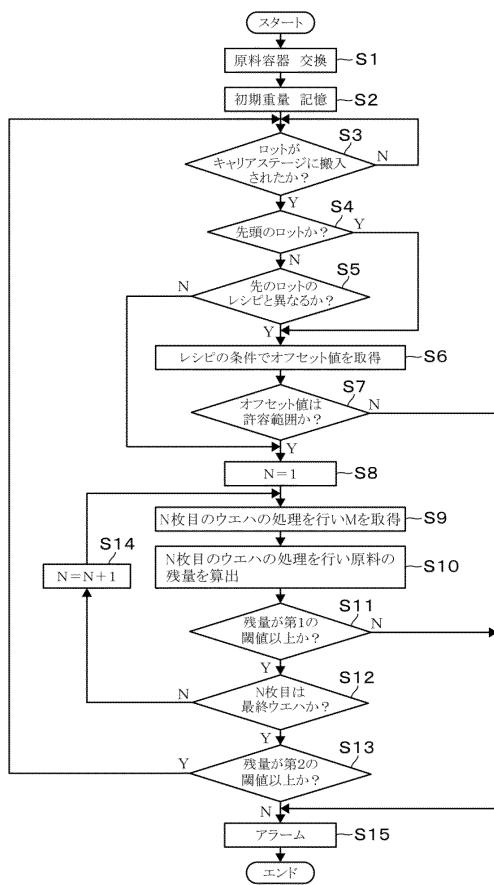
【 図 1 】



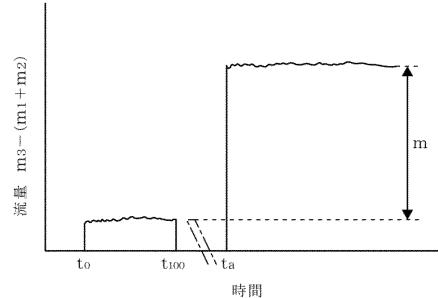
【 図 2 】



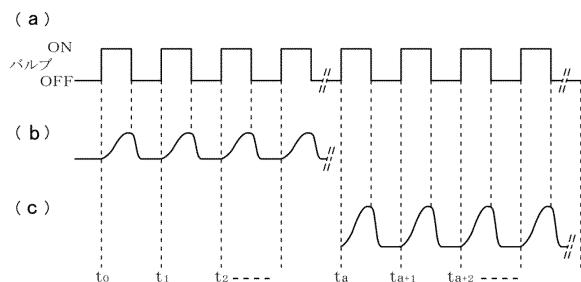
【図3】



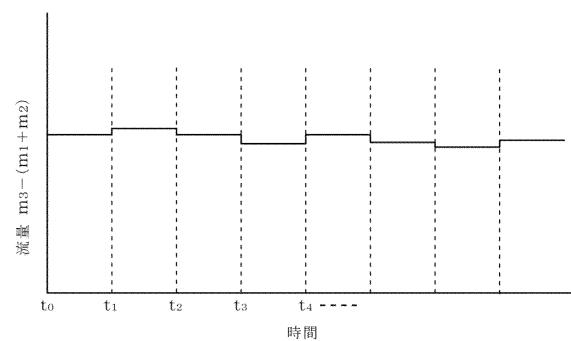
【 図 4 】



【 5 】



【図6】



---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2014-196537(JP,A)  
特開2008-240119(JP,A)  
特開2014-145115(JP,A)  
特開2013-249511(JP,A)  
特開平10-147871(JP,A)  
特開2015-99881(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C23C 16/00-16/56  
H01L 21/205, 21/31, 21/365, 21/469