

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2008年10月16日 (16.10.2008)

PCT

(10) 国際公開番号  
WO 2008/123309 A1

- (51) 国際特許分類:  
C23C 16/455 (2006.01) H01L 21/285 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2008/055747
- (22) 国際出願日: 2008年3月26日 (26.03.2008)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:  
特願2007-085652 2007年3月28日 (28.03.2007) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東京エレクトロン株式会社 (TOKYO ELECTRON LIMITED)

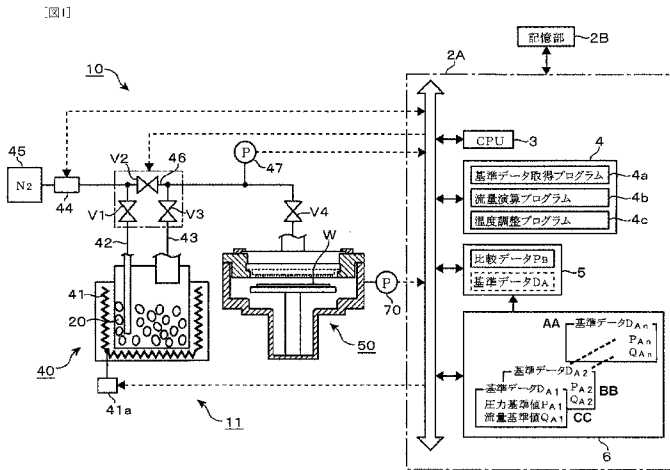
[JP/JP]; 〒1076325 東京都港区赤坂五丁目3番1号 Tokyo (JP).

- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 原 正道 (HARA, Masamichi) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650番地 東京エレクトロンAT株式会社内 Yamanashi (JP). 五味 淳 (GOMI, Atsushi) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650番地 東京エレクトロンAT株式会社内 Yamanashi (JP). 横山 敦 (YOKOYAMA, Osamu) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650番地 東京エレクトロンAT株式会社内 Yamanashi (JP). 田中 利昌 (TANAKA, Toshimasa) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650番地 東京エレクトロンAT株式会社内

[続葉有]

(54) Title: GAS SUPPLY METHOD AND GAS SUPPLY DEVICE

(54) 発明の名称: ガス供給方法及びガス供給装置



- 2B STORAGE SECTION
- 4a REFERENCE DATA ACQUISITION PROGRAM
- 4b FLOW RATE CALCULATION PROGRAM
- 4c TEMPERATURE REGULATION PROGRAM
- P<sub>B</sub> COMPARATIVE DATA
- D<sub>A</sub> REFERENCE DATA
- AA D<sub>An</sub> REFERENCE DATA
- P<sub>An</sub>
- Q<sub>An</sub>
- BB D<sub>A2</sub> REFERENCE DATA
- P<sub>A2</sub>
- Q<sub>A2</sub>
- CC D<sub>A1</sub> REFERENCE DATA
- P<sub>A1</sub> REFERENCE PRESSURE VALUE
- Q<sub>A1</sub> REFERENCE FLOW RATE VALUE

(57) Abstract: A gas supply method in which a solid raw material in a raw material container is heated and vaporized to produce raw material gas to be supplied to a consuming area. The gas supply method has a step (a) of causing carrier gas to flow to a processing gas supply path that communicates with the consuming area and measuring gas pressure in the processing gas supply path; a step (b) of heating the solid raw material contained in the raw material container to produce the raw material gas; a step (c) of supplying carrier gas which has the same flow rate as the carrier gas in the step (a) to the raw material container and measuring gas pressure in the processing gas supply path while causing the raw material gas together with the carrier gas to flow to the processing gas supply path; and a step (d) of calculating the flow rate of the raw material gas based on the pressure measurement value obtained in the step (a), the pressure measurement value obtained in the step (c), and the flow rate of the carrier gas.

(57) 要約: 本発明は、原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給方法において、消費区域に連通する処理ガス供給路にキャリアガスを流通させると共に、当該処理ガス供給路内のガス圧力を測定する工程 (a) と、前記原料容器内の固体原料を加熱して、原料ガスを発生させる工程 (b) と、前記工程 (a) と同じ流量のキャリアガスを前記原料容器内に供給して、このキャリアガスと共に前記原料ガスを前記処理ガス供給路に流通させながら当該処理ガス供給路内のガス圧力を測定する工程 (c) と、前記工程 (a) で取得した圧力測定値と、前記工程 (c) で取得した圧力測定値と、キャリアガスを

[続葉有]

WO 2008/123309 A1



Yamanashi (JP). 前川 伸次 (MAEKAWA, Shinji) [JP/JP];  
〒4078511 山梨県韮崎市藤井町北下条 2 3 8 1 番地の  
1 東京エレクトロン A T 株式会社内 Yamanashi (JP).  
多賀 敏 (TAGA, Satoshi) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮  
崎市穂坂町三ツ沢 6 5 0 番地 東京エレクトロン A T  
株式会社内 Yamanashi (JP).

(74) 代理人: 吉武 賢次, 外 (YOSHITAKE, Kenji et al.); 〒  
1000005 東京都千代田区丸の内三丁目 2 番 3 号 富士  
ビル 3 2 3 号 協和特許法律事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が  
可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG,  
BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE,  
DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH,  
GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN,

KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD,  
ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO,  
NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG,  
SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,  
US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可  
能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD,  
SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY,  
KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG,  
CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU,  
IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE,  
SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,  
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:  
— 国際調査報告書

## 明 細 書

## ガス供給方法及びガス供給装置

## 技術分野

[0001] 本発明は、固体原料を加熱して気化させた原料ガスを処理容器内のようなガス消費区域に供給する技術に関する。

## 背景技術

[0002] 基板上に例えば金属膜などを成膜するための装置として、例えばCVD装置が用いられている。このCVD装置においては、基板が載置された処理容器内に供給される処理ガスの流量が調整される。その際、マスフローコントローラー(MFC)あるいはマスフローメーター(MFM)などの流量測定器により、処理ガスの流量が測定される。例えばMFCが用いられる場合、主たるガス流路から分岐するバイパスラインが設けられて、当該バイパスラインにおいて処理ガスが加熱され、例えば2点間における処理ガスの温度差を測定することで処理ガスの流量が測定される。

[0003] 一方、成膜後の結晶の緻密度を高めると共に、基板に(膜中に)取り込まれる不純物の量を減らすために、固体の原料を用いて成膜する方法が検討されている。このような方法で成膜する装置としては、例えば図5に示すような成膜装置100が挙げられる。図5の成膜装置100は、キャリアガス源101、原料容器102及び処理容器103を備えている。キャリアガス源101から、例えば窒素ガスがキャリアガスとして原料容器102内に供給されると、当該原料容器102内においてヒーター112による加熱により固体原料例えばルテニウムカルボニル( $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ )が気化して生成される原料ガスが、キャリアガスと共に処理容器103内に供給される。処理容器103内では、この原料ガスが分解されて、基板104上において例えばルテニウム膜として成膜される。

[0004] このような成膜装置100では、原料容器102内にキャリアガスを供給する前に、キャリアガスの流量がMFC115において測定される。更に、処理容器103にキャリアガスと原料ガスとを供給する前に、処理ガス供給路106に介設されたMFC116によって、キャリアガス及び原料ガスの流量が測定される。この流量から、MFC115において

測定されたキャリアガスの流量を差し引くことで、原料ガスの流量が演算される。

- [0005] 前述のような固体原料は、蒸気圧が低いため、非常に気化しにくく、流量を容易には増やせないという問題がある。そこで、固体原料の気化を促進するために原料容器102内の圧力をできるだけ下げて、更に、処理ガス供給路106の管径を例えば5cm(2インチ)程度に太くして原料ガスの供給量を稼ぐ、という必要がある。ところが、通常の流量測定器(例えば市販されているMFC)を設置できる管径は、例えば0.95cm(0.375インチ)程度とかなり小さい。そのような管径では、原料ガスの供給量が少な過ぎて、プロセスによってはスループットの低下が顕著になり、実際の成膜装置には適用し難い。また、そのような管径の場合、その一次側の圧力が高くなってしまつて、固体原料の気化を促進できないという不利もある。

#### 発明の要旨

- [0006] 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、固体原料を加熱して気化させた原料ガスを処理モジュールのようなガス消費区域に供給する技術において、原料ガスの流量を簡便に調整できる技術、特に、原料ガスの所望の大流量を実現することができる技術、を提供することである。
- [0007] 本発明は、原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給方法において、消費区域に連通する処理ガス供給路にキャリアガスを通流させると共に、当該処理ガス供給路内のガス圧力を測定する工程(a)と、前記原料容器内の固体原料を加熱して、原料ガスを発生させる工程(b)と、前記工程(a)と同じ流量のキャリアガスを前記原料容器内に供給して、このキャリアガスと共に前記原料ガスを前記処理ガス供給路に通流させながら当該処理ガス供給路内のガス圧力を測定する工程(c)と、前記工程(a)で取得した圧力測定値と、前記工程(c)で取得した圧力測定値と、キャリアガスの流量と、に基づいて、前記原料ガスの流量を演算する工程(d)と、を備えたことを特徴とするガス供給方法である。
- [0008] 本発明によれば、原料容器内の圧力を低くしても特段の支障が無いため、固体原料の気化促進状態を維持することができる一方で、原料ガスの流量を極めて簡便に算出することができるため、結果として原料ガスの流量を簡便に調整できる。また、本

発明によれば、マスフローコントローラー等の通常の流量測定器を用いる場合のような配管の管径に関する制限もないので、原料ガスについて大きな流量を確保することができる。これらの効果は、例えば固体原料を用いた成膜装置の実現化にとって、極めて有効である。

[0009] 好ましくは、前記工程(d)の後に、当該工程(d)で得られた前記原料ガスの流量の演算値と、予め設定した前記原料ガスの流量設定値と、に基づいて、前記固体原料の加熱温度を制御して、前記原料ガスの流量を調整する工程が行われる。

[0010] また、好ましくは、前記原料容器から前記消費区域までの処理ガス供給路の内径は、1.9cm(0.75インチ)以上である。

[0011] また、好ましくは、前記消費区域は、処理容器内の基板に対して真空雰囲気下で前記原料ガスを分解させて成膜処理を行うための処理モジュールである。

[0012] また、本発明は、原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給装置において、固体原料を貯留するための原料容器と、原料容器内の固体原料を加熱する加熱手段と、キャリアガス源と前記原料容器との間に設けられたキャリアガス導入路と、前記原料容器と前記消費区域との間に設けられた処理ガス供給路と、前記キャリアガス導入路と前記処理ガス供給路との間に介設されたバイパス路と、前記処理ガス供給路における前記バイパス路との接続位置よりも下流側に設けられた圧力測定部と、前記キャリアガスの流路を、前記キャリアガス導入路から前記バイパス路を介して前記処理ガス供給路に通流させる流路と、前記キャリアガス導入路から前記原料容器を介して前記処理ガス供給路に通流させる流路と、の間に切り替えるための流路切り替え手段と、前記処理ガス供給路内を通流する前記原料ガスの流量を演算する制御部と、を備え、前記制御部は、前記処理ガス供給路内に前記バイパス路を介して前記キャリアガスを通流させた状態で前記圧力測定部によって取得された圧力測定値とその時のキャリアガス流量とからなる基準データを記憶し、次いで、当該キャリアガスの流量を変えずに、前記処理ガス供給路内に前記原料容器を介してキャリアガスと原料ガスとを通流させた状態で前記圧力測定部によって圧力測定値を取得し、その時の圧力測定値と前記基準データとに基づいて、その時の原料ガスの流量を演算するようになっていることを特徴とするガス供給装

置である。

[0013] 本発明によれば、原料容器内の圧力を低くしても特段の支障が無いため、固体原料の気化促進状態を維持することができる一方で、原料ガスの流量を極めて簡便に算出することができるため、結果として原料ガスの流量を簡便に調整できる。また、本発明によれば、マスフローコントローラー等の通常の流量測定器を用いる場合のような配管の管径に関する制限もないので、原料ガスについて大きな流量を確保することができる。これらの効果は、例えば固体原料を用いた成膜装置の実現化にとって、極めて有効である。

[0014] 好ましくは、前記制御部は、前記原料ガスの流量の演算値と、予め設定した前記原料ガスの流量設定値と、に基づいて、前記加熱手段への供給電力を制御して、前記原料ガスの流量を調整するようになっている。

[0015] また、好ましくは、前記処理ガス供給路の内径は、1.9cm(0.75インチ)以上である。

[0016] また、本発明は、前記いずれかの特徴を有するガス供給装置と、前記消費区域としての処理容器を有し当該処理容器内において真空雰囲気下で前記原料ガスを分解させて基板に対して成膜処理を行うための処理モジュールと、を備え、前記制御部は、前記処理モジュールで行われる複数の成膜レシピ毎に、前記基準データを備えていることを特徴とする半導体製造装置である。

[0017] また、本発明は、原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給装置に用いられるプログラムを格納した記憶媒体であって、当該プログラムは、前記いずれかの特徴を有するガス供給方法を実施するようにステップが組み立てられていることを特徴とする記憶媒体である。

#### 図面の簡単な説明

[0018] [図1]は、本発明に係るガス供給装置を含む半導体製造装置の一実施の形態を示す概略縦断面図である。

[図2]は、図1の半導体製造装置に用いられる圧力計の測定可能圧力範囲を示す特性図である。

[図3]は、図1の半導体製造装置において成膜が行われる処理容器の一例を示す概

略縦断面図である。

[図4]は、図1の半導体製造装置において原料ガスの流量を演算する時の様子を説明するための概念図である。

[図5]は、従来の成膜装置の一例を示す概略縦断面図である。

### 発明を実施するための最良の形態

- [0019] 本発明に係るガス供給装置を備えた半導体製造装置の一例について、図1を参照して説明する。図1の半導体製造装置10は、例えば粒状の固体の原料、例えばルテニウムカルボニル( $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ 、以下「固体原料」20という)、が貯留された原料容器40と、前記固体原料20が気化して生成される原料ガスを例えば基板である半導体ウェハ(以下、「ウェハW」という)上において熱分解して例えばルテニウム膜を成膜するための処理モジュール50と、を備えている。
- [0020] 原料容器40には、内部の固体原料20を加熱して気化(昇華)させて原料ガスを得るための、例えばヒーターなどの加熱手段41が設けられている。この加熱手段41には、電源41aが接続されている。また、原料容器40内には、原料容器40内にキャリアガスを導入するためのキャリアガス導入路42の一端側と、原料ガスを処理容器60へ供給するための処理ガス供給路43の一端側とが、開口している。キャリアガス導入路42の上流側には、バルブV1とマスフローコントローラー(MFC)44とを介して、例えば窒素ガスなどのキャリアガスが貯留されたキャリアガス源45が接続されている。
- [0021] 処理ガス供給路43の下流側(処理容器60側)は、バルブV3、V4を介して、消費区域である処理容器60に接続されている。この処理ガス供給路43は、固体原料20が低蒸気圧であることから、原料容器40内の到達圧力を低下させて原料ガスの気化を促進するために、1.9cm(0.75インチ)以上例えば5cm(2インチ)もの大口径の配管で形成されている。既述のキャリアガス導入路42と処理ガス供給路43との間には、バルブV1の上流側(キャリアガス源45側)とバルブV3の下流側(処理容器60側)との間を接続するように、バイパス路46が介設されている。このバイパス路46には、バルブV2が設けられている。これらのバルブV1、V2、V3は、流路切り替え手段を構成している。尚、処理ガス供給路43には、原料ガスの析出(凝固)を抑えるために、内部を通流するガスを加熱するためのテープヒータなどが貼設されているが、ここで

は図示を省略する。また、バルブV3とバルブV4との間には、圧力測定部である圧力計47が設けられている。この圧力計47は、処理ガス供給路43内のガス圧力を高い精度で測定するためのものであり、通常の高真空領域を測定するための圧力計の圧力測定範囲をプラス側にシフトさせたものである。

- [0022] 例えば金属薄膜の変形に伴う金属薄膜間の静電容量の変化を測定することで圧力を測定するように構成されたキャパシタンスマノメータのような圧力計(真空度計)では、圧力測定範囲の下限が零点からとなっているが、図2Aの「A」のような高真空領域の圧力を測定する圧力計は、圧力測定範囲がさほど広くない。
- [0023] 一方、図2Aの「B」のような低真空領域の圧力を測定する圧力計(以下、B圧力計と記す場合もある)は、図2Aの「A」の圧力計(以下、A圧力計と記す場合もある)よりも、圧力測定範囲が広がっている。
- [0024] これらの圧力計から出力される電圧については、例えば最大値が10Vに規格化されている。従って、低真空領域の圧力を測定しようとする、圧力測定範囲が広い圧力計を用いなければならないため、分解能が低下してしまう。一方、高真空領域を測定できる圧力計では、高い分解能が得られるものの、その測定範囲の上限が低い(例えばA圧力計においては13.3Pa(100mTorr)である)。そして、処理ガス供給路43内のガス圧力は、例えば概ね17.3Pa(130mTorr)となっているため、A圧力計を用いることはできず、B圧力計を用いる必要がある。
- [0025] ここで、固体原料を気化させて、この原料ガスをキャリアガスと共に処理容器60に供給する際、固体原料は蒸気圧が低いため、キャリアガスと混合した原料ガスの分圧は小さい(例えば数mTorr)。一方、B圧力計は、このような微少な圧力変動を正確に測定する高い分解能を持っていない。
- [0026] そこで、図2Bに示すように、A圧力計の測定範囲をプラス側にシフトさせることが有効である。例えば、圧力計47を100mTorrから200mTorrという測定圧力範囲にシフトさせることで、処理ガス供給路43内の圧力範囲を精度高く測定できる。この時、圧力計47(A圧力計)は、本来の上限定格である100mTorrにおいて10Vではなく0Vを出力するように、オフセット調整されている。
- [0027] このような圧力計47の測定圧力範囲のプラス側へのシフト(オフセット調整)につい

ては、出力電圧と圧力(真空度)との直線性(リニアリティー)が維持されるようにゲインが調整される。なお、本実施の形態では、キャリアガス源45、MFC44、バルブV1～V3、原料容器40、キャリアガス導入路42、バイパス路46、処理ガス供給路43及び圧力計47が、本発明のガス供給装置11に相当する。

[0028] 次に、処理モジュール50について、図3を参照して説明する。処理容器60は、上側の大径円筒部60aとその下側の小径円筒部60bとが連設された、いわばキノコ形状(縦断面T字状)に形成されている。処理容器60内には、ウェハWを水平に載置するための載置部であるステージ61が設けられている。ステージ61は、小径円筒部60bの底部に支持部材62を介して支持されている。

[0029] ステージ61内には、ガス分解手段をなすヒータ61aと、ウェハWを吸着するための図示しない静電チャックと、が設けられている。更にステージ61には、ウェハWを昇降させて図示しない搬送手段との間でウェハWの受け渡しを行うための例えば3本の昇降ピン63(便宜上2本のみ図示)が、ステージ61の表面に対して突没自在に設けられている。この昇降ピン63は、支持部材64を介して、処理容器60の外部の昇降機構65に接続されている。処理容器60の底部には、排気管66の一端側が接続されている。この排気管66の他端側には、真空排気手段である真空ポンプ67が、バタフライバルブ80を介して接続されている。また、処理容器60の大径円筒部60aの側壁には、ゲートバルブGにより開閉される搬送口68が形成されている。

[0030] 処理容器60の天壁部の中央部には、ステージ61に対向するように、ガスシャワーヘッド69が設けられている。ガスシャワーヘッド69の下面には、ガスシャワーヘッド69内を通流するガスをウェハWに対して供給するためのガス供給口69aが多数開口している。また、ガスシャワーヘッド69の上面には、既述の処理ガス供給路43が接続されている。また、処理容器60の側面には、既述の圧力計47と同じように圧力測定範囲をプラス側にシフトさせた圧力計70が設けられている。圧力計70は、処理容器60内の圧力を精度高く測定できるように構成されている。もともと、ここでは、通常の圧力計(例えば200mTorr計)が用いられても良い。

[0031] また、本実施の形態の半導体製造装置10には、図1に示すように、例えばコンピュータからなる制御部2Aが設けられている。この制御部2Aは、CPU3、プログラム4、

メモリ5、及び、基準データを記憶しているテーブル6、を備えている。

[0032] 前記プログラム4には、基準データ $D_A$ を取得するための基準データ取得プログラム4a、原料ガスの流量を演算するための流量演算プログラム4b、固体原料20の温度を調整するための温度制御プログラム4c、などが含まれている。

[0033] 基準データ取得プログラム4aは、キャリアガス源45から処理容器60内にキャリアガスだけが通流するように、つまり、バルブV1、V3を閉じてバルブV2を開放し、キャリアガスをバイパス路46を介して処理容器60内に供給するように作用するプログラムである。更に、この基準データ取得プログラム4aは、流量基準値 $Q_A$ のキャリアガスを処理ガス供給路43内に通流させた時の処理ガス供給路43内の圧力基準値 $P_A$ を、圧力計47によって圧力測定値として測定し、当該圧力基準値 $P_A$ とキャリアガスの流量基準値 $Q_A$ とからなる基準データ $D_A$ を記憶するように作用する。

[0034] 流量演算プログラム4bは、基準データ $D_A$ 取得時と同じ流量のキャリアガスを原料容器40に供給し、原料容器40から処理ガス供給路43内を通流するキャリアガスと原料ガスとからなる処理ガスの圧力 $P_B$ を圧力計47によって圧力測定値として測定して、つまり、バルブV2を閉じてバルブV1、V3を開放した時の圧力 $P_B$ を比較データとして測定して、当該比較データをメモリ5に保存して、基準データ取得プログラム4aによって得られた基準データ $D_A$ とこの比較データ $P_B$ とに基づいて処理ガス供給路43内を通流する原料ガスの流量を演算するように作用する。この演算式は、具体的には、以下のように表される。

[0035] 先ず、処理ガス供給路43内におけるガス流量、ガス圧力及び排気速度を、それぞれ $Q$  ( $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$ )、 $P$  ( $\text{Pa}$ ) 及び $S$  ( $\text{m}^3 / \text{sec}$ )として、圧力計47よりも上流のガス流路の容積を $V$  ( $\text{m}^3$ )、単位時間あたりのガス流路内の圧力変化を $dP/dt$  ( $\text{Pa}/\text{sec}$ )とすると、これらの関係式は、

$$V \cdot dP/dt = -P \cdot S + Q \cdots \cdots (1)$$

となる。

[0036] 基準データ $D_A$ を取得する時のガス流量、ガス圧力及び排気速度を、それぞれ $Q_A$ 、 $P_A$  及び $S_A$  とすると、定常状態では圧力の変化はないので、 $dP/dt=0$ であるから、式(1)は、

$$Q_A = S_A \cdot P_A \dots\dots\dots(2)$$

となる。

[0037] また、比較データ $P_B$ を取得する時についても同様に、ガス流量、ガス圧力及び排气速度をそれぞれ $Q_B$ 、 $P_B$ 及び $S_B$ として、定常状態にある時を考えると同様に $dP/dt=0$ であるから、式(1)は、

$$Q_B = S_B \cdot P_B \dots\dots\dots(3)$$

となる。

[0038] ここで、基準データ $D_A$ を取得する時と、比較データ $P_B$ を取得する時と、では、キャリアガスの流量を変えていない。従って、比較データ $P_B$ 取得時の原料ガスの流量を $Q_C$ とすると、式(3)は、

$$Q_B = S_B \cdot P_B = Q_A + Q_C \dots\dots\dots(4)$$

となる。

[0039] この時、キャリアガスの流量基準値 $Q_A$ に比べて原料ガスの流量 $Q_C$ がはるかに小さい場合(1/100以下)には、 $S_A \doteq S_B$ と仮定できる。従って、式(2)及び式(4)をまとめると、

$$Q_C = Q_A \cdot (P_B - P_A) / P_A \dots\dots\dots(5)$$

となり、 $\Delta P = P_B - P_A$ とすると、式(5)は、

$$Q_C = Q_A \cdot \Delta P / P_A \dots\dots\dots(6)$$

と表される。従って、基準データ $D_A$ ( $P_A$ 及び $Q_A$ )と比較データ $P_B$ とから、原料ガスの流量 $Q_C$ を得ることができる。ここで、例えば流量 $Q_A$ 、 $Q_C$ ( $\text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{sec}$ )を、実際に用いられている流量A、C(sccm)に単位を置き換えれば、式(6)は、

$$C = A \cdot \Delta P / P_A \dots\dots\dots(7)$$

と表される。

[0040] なお、当然のことであるが、基準データ $D_A$ 取得時と比較データ $P_B$ 取得時では、原料容器40の温度、処理容器60内の圧力は同じである。また、前述のように、原料ガスの流量 $Q_C$ (C)の演算は、各レシピの変更毎、特に処理容器60の圧力やキャリアガスの流量の変更毎、に行われる。従って、基準データ $D_A$ はテーブル6内に記憶されてもよい。すなわち、テーブル6は、例えば処理モジュール50における複数の成膜

条件(ウェハWの温度、処理容器60内の圧力、キャリアガスの流量など)のレシピごとに、測定された基準データ $D_{A1}$ 、 $D_{A2}$ 、 $\dots$ 、 $D_{An}$  (n:自然数)を格納しておくことができる。そして、流量演算プログラム4bによって原料ガスの流量が演算される時に、その時のレシピに適合した基準データ $D_{An}$ がメモリ5に読み出されるとよい。

[0041] 温度制御プログラム4cは、処理ガス供給路43内を通流する原料ガスの流量を調整するように、すなわち、流量演算プログラム4bによって演算された原料ガスの流量 $Q_C$ を調整するように作用する。具体的には、温度制御プログラム4cによって、原料容器40の加熱手段41の電源41aの出力が調整される。この温度調整プログラム4cにより、処理容器60内に供給される原料ガスの流量が予め設定された流量となるように、厳密に調整される。この結果、処理容器60内におけるウェハWへの成膜量が、所定の膜厚に調整され得る。

[0042] 一般に、これらのプログラム4(処理パラメータの入力操作や表示に関するプログラムも含む)は、コンピュータ記憶媒体、例えばフレキシブルディスク、コンパクトディスク、MO(光磁気ディスク)、ハードディスクなど、で構成された記憶部2Bに格納されて、制御部2Aにインストールされる。

[0043] 次に、前述の半導体製造装置10を用いた半導体製造方法について説明する。

[0044] (基準データ $D_A$ 取得)

図4Aに示すように、MFC44によって、キャリアガスの流量Aが例えば300sccmに設定される。そして、バルブV2が開放されて、処理容器60内の圧力が所定の圧力 $P_A$ (例えば17.3Pa(130mTorr)となるようにバタフライバルブ80(図3参照)の開度が制御される。そして、処理ガス供給路43を通流するキャリアガスの圧力基準値 $P_A$ が、圧力計47によって測定される。そして、当該圧力 $P_A$ とキャリアガスの流量 $(Q_A)$ とが、基準データ $D_A$ として取得され記憶される。ここで、記憶されるキャリアガスの流量は、前記設定値でもよいし、MFC44で測定される値でもよい。

[0045] 基本的には、基準データ $D_A$ は、新たなレシピを実施する時に取得される。前述のように、各レシピに対応する基準データ $D_A$ をテーブル化して取得し記憶(保存)しておくことが好ましい。

[0046] (比較データPB取得)

図4Bに示すように、MFC44によって、キャリアガスの流量が上記の基準データ $D_A$ 取得時と同じ流量Aに設定される。そして、バルブV2が閉じられて、バルブV1、V3が開放される。この操作により、キャリアガスが原料容器40内に通流して、予め所定の温度例えば80°Cに加熱された原料容器から、原料ガスとキャリアガスとが処理ガスとして処理ガス供給路43に通流する。そして、処理ガス供給路43を通流する処理ガスの圧力が、圧力計47によって測定される。これが、比較データ $P_B$ として取得される。

[0047] そして、既述のように、流量演算プログラム4bによって、処理ガス供給路43内を通流する原料ガスの流量が演算される。

[0048] (原料ガスの流量調整)

演算された原料ガスの流量Cがレシピに応じた設定流量と異なる場合、既述の温度制御プログラム4cによって、加熱手段41の電源41aの出力値が変更される。このようにして原料容器40内の温度を調整することで、原料ガスの流量が調整される。

[0049] 設定された原料ガスの流量が得られない場合には、キャリアガスの流量を変更するなどして、再度、基準データ $D_A$ 取得、比較データ $P_B$ 取得、原料ガスの流量調整、のサイクルが行われる。

[0050] 所定の原料ガスの流量が得られたら、ステージ61上にウェハWが載置されて、例えばルテニウムの成膜処理が行われる。その後、原料ガスの流量Cが一定になるように調整されつつ、所望の膜厚となるように所定の時間、成膜処理が行われる。

[0051] 以上の実施の形態によれば、処理容器60内に固体原料20を気化させた原料ガスを供給するにあたり、先ずキャリアガスだけをバイパス路46を介して処理ガス供給路43から処理容器60内に供給し、この時の圧力基準値 $P_A$ と流量基準値 $Q_A$ とからなる基準データ $D_A$ を取得し、その後キャリアガスを流量を変えずに原料容器40を介して原料ガスと共に処理容器60内に供給し、この時の圧力を比較データ $P_B$ として取得し、当該比較データ $P_B$ と基準データ $D_A$ とに基づいて原料ガスの流量Cを演算する。これにより、マスフローコントローラーやマスフローメーターといった流量計を用いなくても、原料ガスの流量Cを簡便に求めることができる。このため、配管として細管を用いるという前記流量計の設置制限から開放されて、処理ガス供給路43として口径

の大きな配管を用いることができる。

- [0052] 従って、処理ガス供給路43のコンダクタンスを大きくでき、原料容器40内の圧力を低い状態に保つことができ、原料ガスの気化が促進される。そして、原料の気化の促進と処理ガス供給路43のコンダクタンスが大きいことが相まって、原料ガスの供給量を多くすることができ、速い成膜レートを確保できる。
- [0053] また、例えば成膜の途中で固体原料20の量が少なくなり、固体原料20の気化量が低下した場合や、例えば固体原料20の気化により固体原料20の表面積が増加して、固体原料20の気化量が増加した場合においても、固体原料20の温度を調整することで、速やかに原料ガスの流量を所望の量に調整できる。このため、きめ細やかな流量調整を行うことができ、その結果、ウェハW間において均一な膜厚が得られて、歩留まりの低下を抑えることができる。
- [0054] 本実施の形態では、蒸気圧の非常に低い固体原料20を気化させた原料ガスの流量Cに対して、キャリアガスの流量Aがかなり多い。これに基づいて、基準データ $D_A$ 取得時と比較データ $P_B$ 取得時における排気流量 $S_A$ と $S_B$ とが等しいと近似している。この結果、前記のように、簡便に原料ガスの流量Cを演算できる。また、このように原料ガスの流量Cを直接求めているので(MFCのようにガスの温度から流量を割り出していないので)、ガスの比熱、密度及び熱伝導率などの影響を補正するための換算が不要である。その結果、計算工程を簡略化でき、更に、どのような種類のガスに対しても適用できる。
- [0055] また、通常の高真空領域用の圧力計では、高真空領域での微量なガス圧力の変化を測定することは困難であるが、低真空領域で用いられる分解能の高い圧力計の測定範囲をプラス側にシフトさせた圧力計47を用いることにより、低真空領域での圧力測定値の精度を高くできる。従って、流量測定器を用いなくとも、原料ガスの流量Cを高い精度で取得できる。
- [0056] 原料ガスの流量Cを正確に演算できることから、固体原料20の消費量(残量)を知ることができる。これにより、固体原料20の補充時期や原料容器40の交換時期などを正確に把握することができる。
- [0057] また、本実施の形態のガス供給装置11は、処理ガス供給路43として大口径の配管

を用いているが、本発明はこの態様に限定されるものではない。流量計(MFC)等の機器を設置できる程度に細い配管が採用される場合であっても、流量計等が設置されないことにより、流量計等の一次側の圧力が高くなるという不具合からは開放される。

[0058] また、ステージ61のヒータ61aによってウェハWを加熱して成膜を行う態様が説明されているが、例えばガスシャワーヘッド69に高周波電源などを接続して、原料ガスをプラズマ化することによって成膜が行われてもよい。その場合には、この高周波電源が、既述のガス分解手段となる。

[0059] 上記の例においては、固体原料20として、ルテニウムカルボニルが用いられたが、これに限られず、例えばタングステンカルボニルなど、固体を気化させて原料ガスとして用いることのできる任意の化合物が用いられ得る。

## 請求の範囲

- [1] 原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給方法において、
- 消費区域に連通する処理ガス供給路にキャリアガスを通流させると共に、当該処理ガス供給路内のガス圧力を測定する工程(a)と、
- 前記原料容器内の固体原料を加熱して、原料ガスを発生させる工程(b)と、
- 前記工程(a)と同じ流量のキャリアガスを前記原料容器内に供給して、このキャリアガスと共に前記原料ガスを前記処理ガス供給路に通流させながら当該処理ガス供給路内のガス圧力を測定する工程(c)と、
- 前記工程(a)で取得した圧力測定値と、前記工程(c)で取得した圧力測定値と、キャリアガスの流量と、に基づいて、前記原料ガスの流量を演算する工程(d)と、
- を備えたことを特徴とするガス供給方法。
- [2] 前記工程(d)の後に、
- 当該工程(d)で得られた前記原料ガスの流量の演算値と、予め設定した前記原料ガスの流量設定値と、に基づいて、前記固体原料の加熱温度を制御して、前記原料ガスの流量を調整する工程が行われる
- ことを特徴とする請求項1に記載のガス供給方法。
- [3] 前記原料容器から前記消費区域までの処理ガス供給路の内径は、1.9cm(0.75インチ)以上である
- ことを特徴とする請求項1または2に記載のガス供給方法。
- [4] 前記消費区域は、処理容器内の基板に対して真空雰囲気下で前記原料ガスを分解させて成膜処理を行うための処理モジュールである
- ことを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載のガス供給方法。
- [5] 原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給装置において、
- 固体原料を貯留するための原料容器と、
- 原料容器内の固体原料を加熱する加熱手段と、
- キャリアガス源と前記原料容器との間に設けられたキャリアガス導入路と、

前記原料容器と前記消費区域との間に設けられた処理ガス供給路と、  
前記キャリアガス導入路と前記処理ガス供給路との間に介設されたバイパス路と、  
前記処理ガス供給路における前記バイパス路との接続位置よりも下流側に設けられた圧力測定部と、

前記キャリアガスの流路を、前記キャリアガス導入路から前記バイパス路を介して前記処理ガス供給路に通流させる流路と、前記キャリアガス導入路から前記原料容器を介して前記処理ガス供給路に通流させる流路と、の間に切り替えるための流路切り替え手段と、

前記処理ガス供給路内を通流する前記原料ガスの流量を演算する制御部と、  
を備え、

前記制御部は、

前記処理ガス供給路内に前記バイパス路を介して前記キャリアガスを通流させた状態で前記圧力測定部によって取得された圧力測定値とその時のキャリアガス流量とからなる基準データを記憶し、

次いで、当該キャリアガスの流量を変えずに、前記処理ガス供給路内に前記原料容器を介してキャリアガスと原料ガスとを通流させた状態で前記圧力測定部によって圧力測定値を取得し、

その時の圧力測定値と前記基準データとに基づいて、その時の原料ガスの流量を演算するようになっている

ことを特徴とするガス供給装置。

[6] 前記制御部は、前記原料ガスの流量の演算値と、予め設定した前記原料ガスの流量設定値と、に基づいて、前記加熱手段への供給電力を制御して、前記原料ガスの流量を調整するようになっている

ことを特徴とする請求項5に記載のガス供給装置。

[7] 前記処理ガス供給路の内径は、1.9cm(0.75インチ)以上である

ことを特徴とする請求項5または6に記載のガス供給装置。

[8] 請求項5乃至7のいずれかに記載のガス供給装置と、

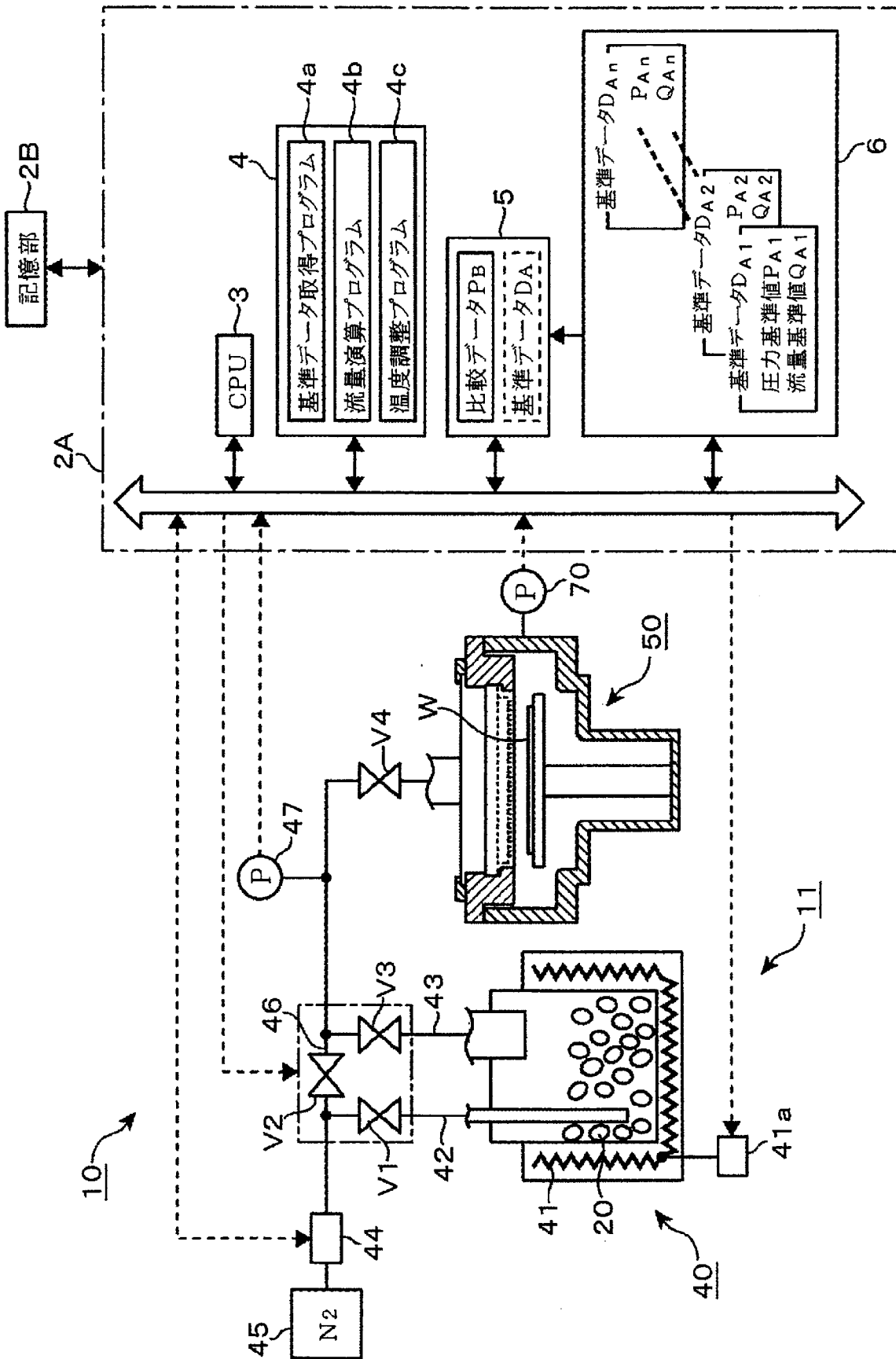
前記消費区域としての処理容器を有し、当該処理容器内において真空雰囲気下

で前記原料ガスを分解させて基板に対して成膜処理を行うための処理モジュールと、  
を備え、

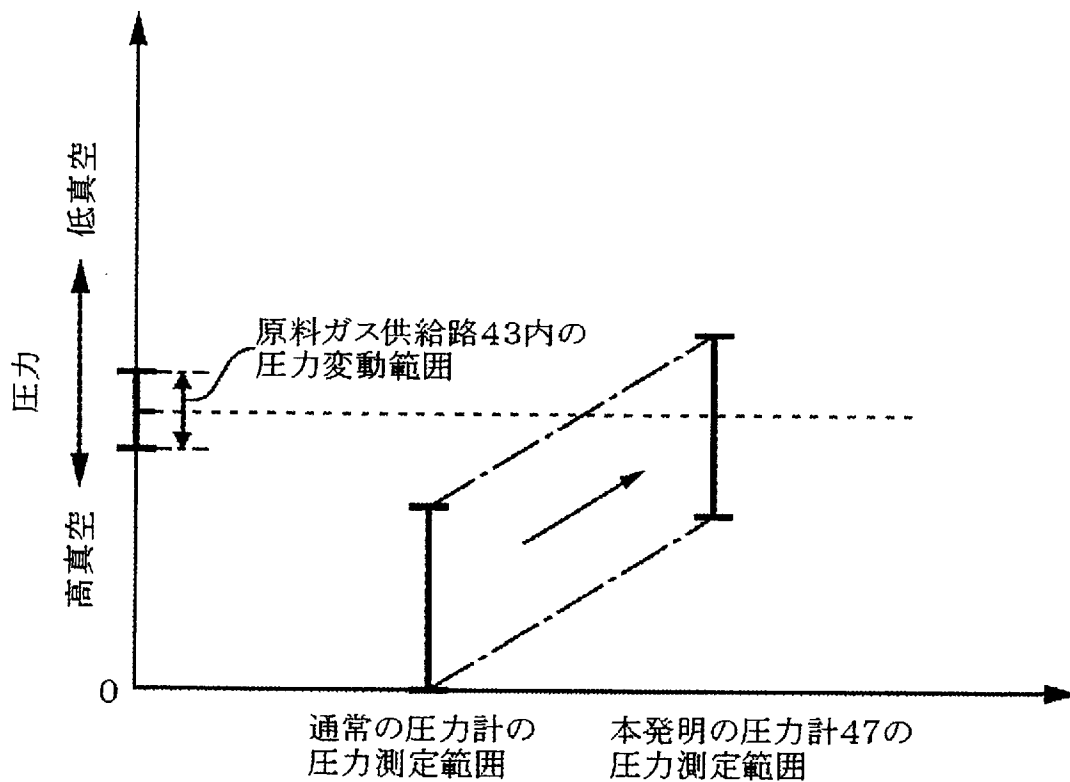
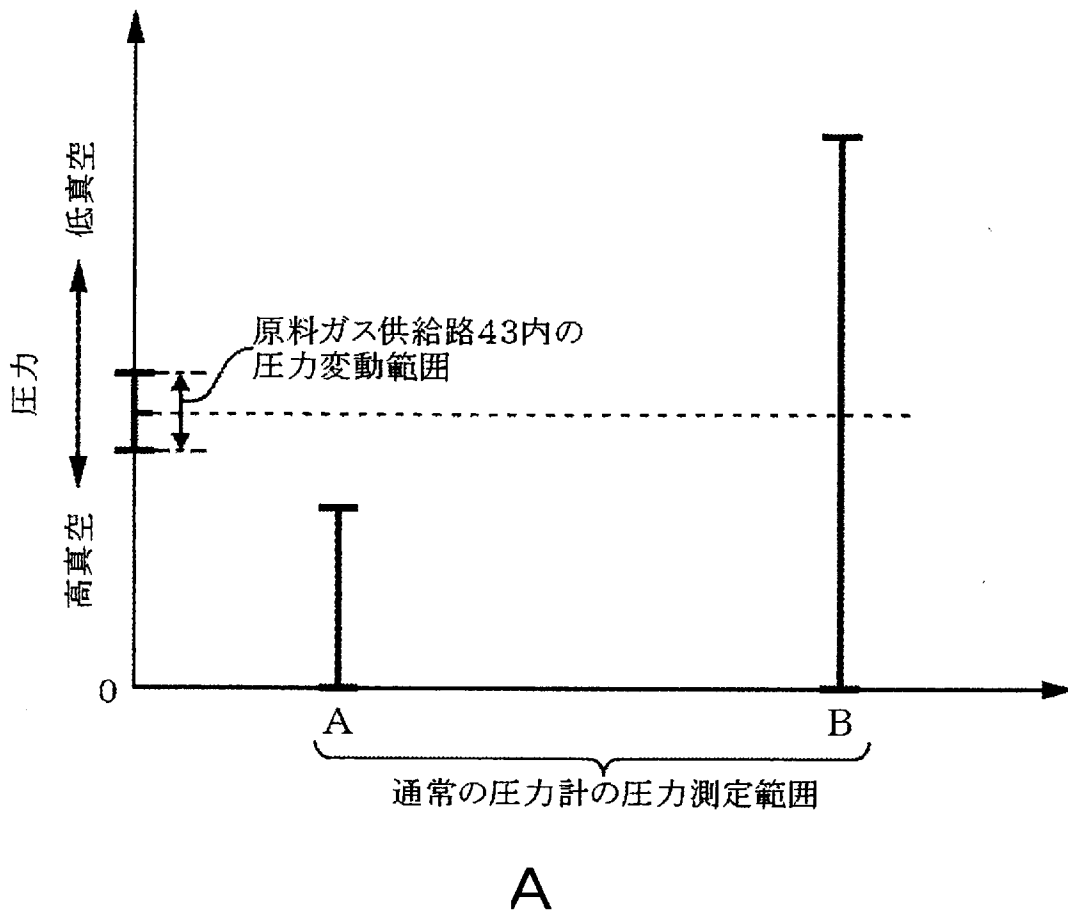
前記制御部は、前記処理モジュールで行われる複数の成膜レシピ毎に、前記基準データを備えていることを特徴とする半導体製造装置。

- [9] 原料容器内の固体原料を加熱して気化させた原料ガスを消費区域に供給するガス供給装置に用いられるプログラムを格納した記憶媒体であって、  
前記プログラムは、請求項1乃至4のいずれかに記載のガス供給方法を実施するようステップが組まれていることを特徴とする記憶媒体。

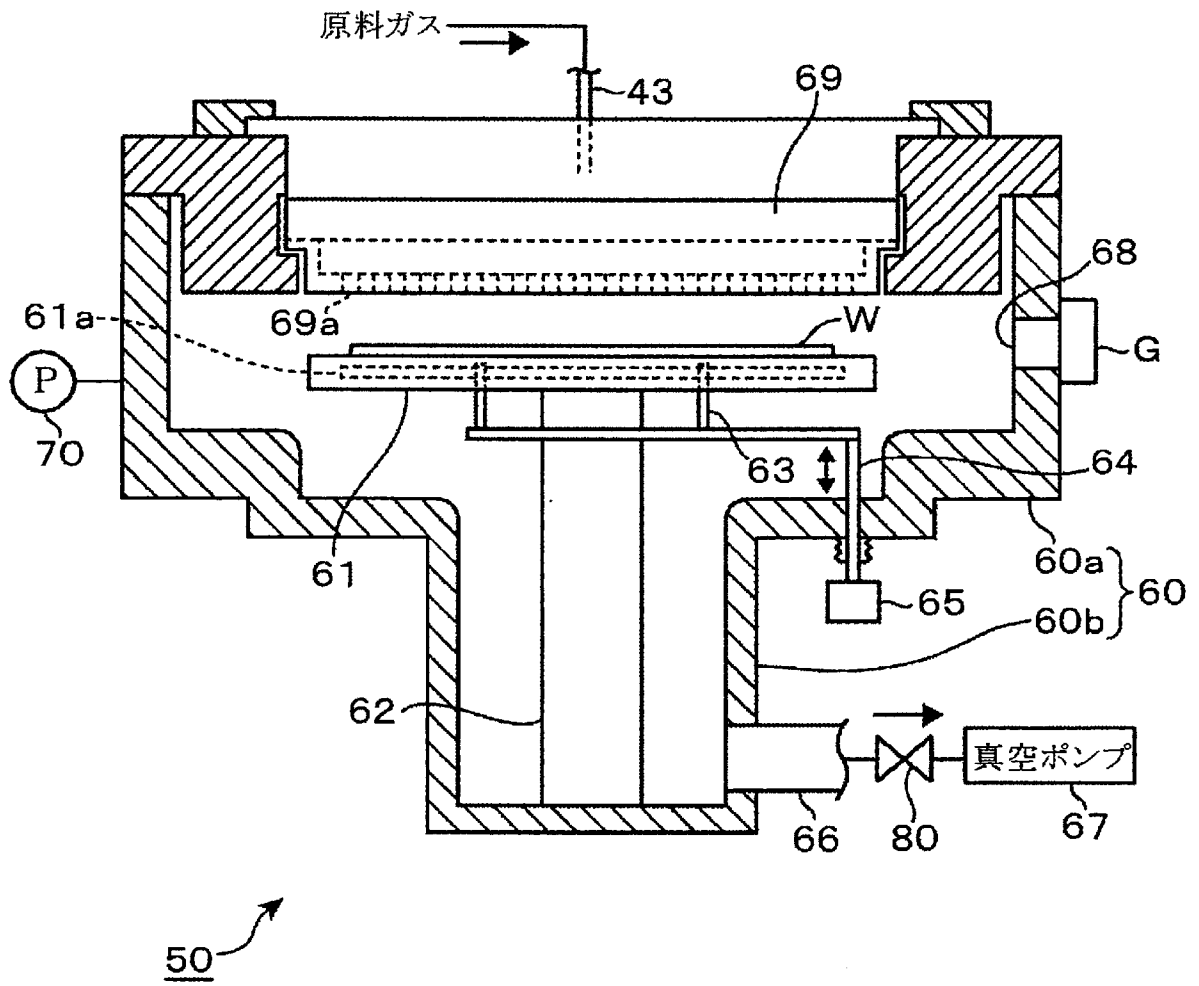
[図1]



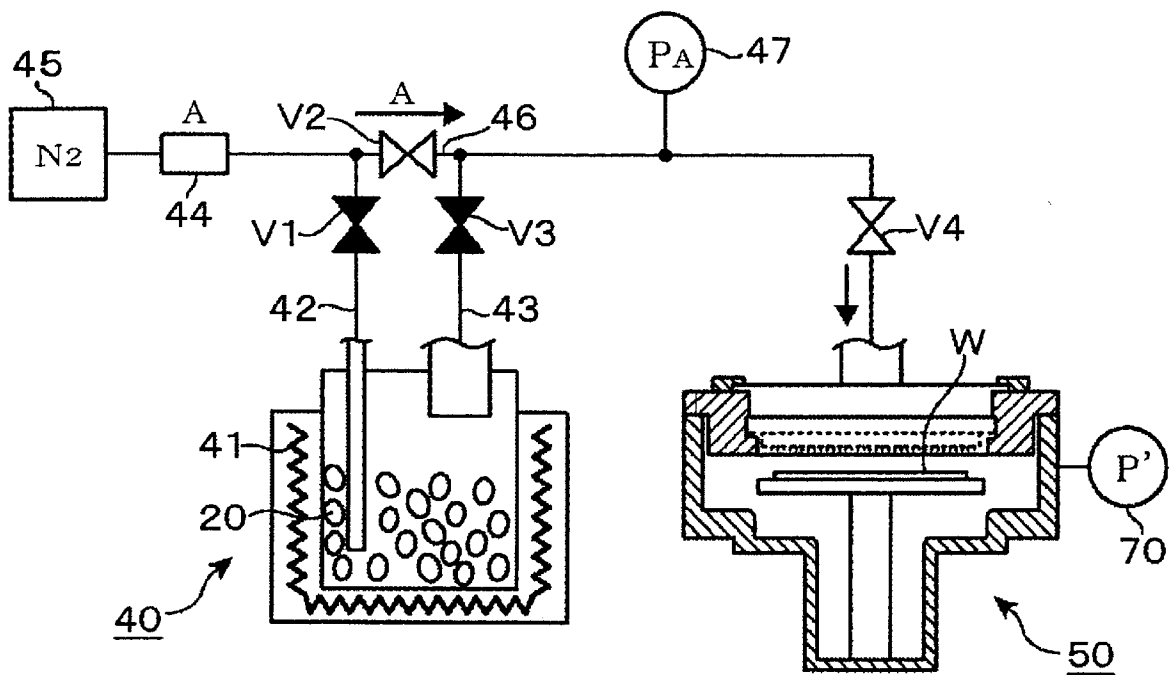
[図2]



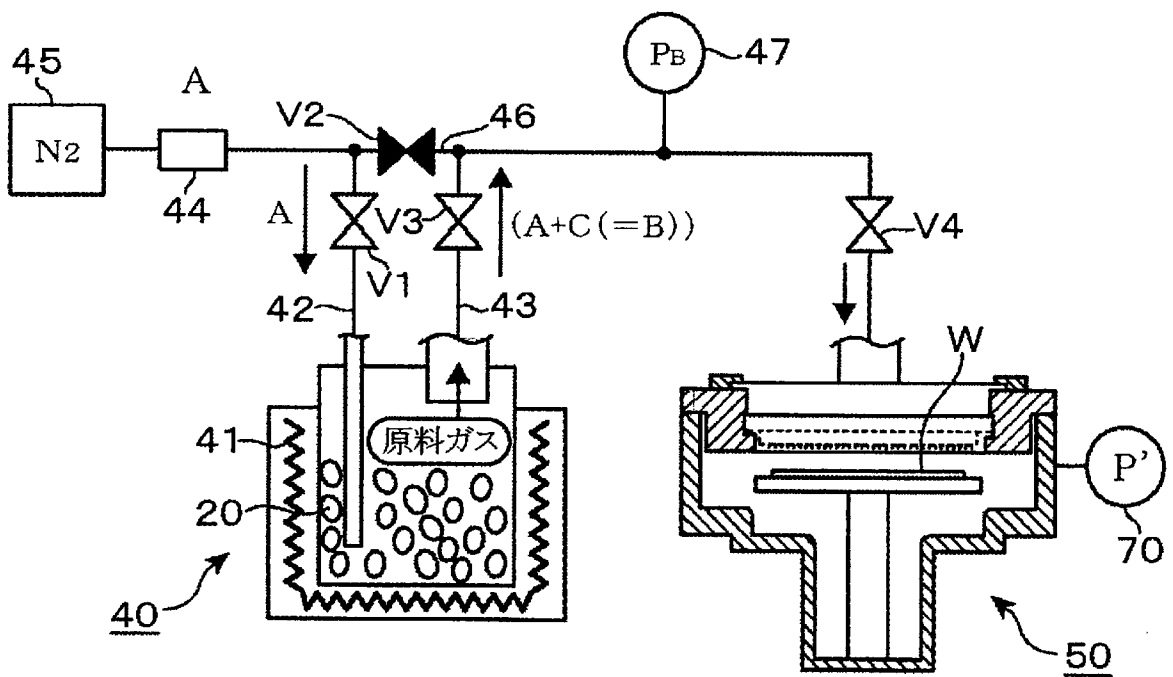
[図3]



[図4]

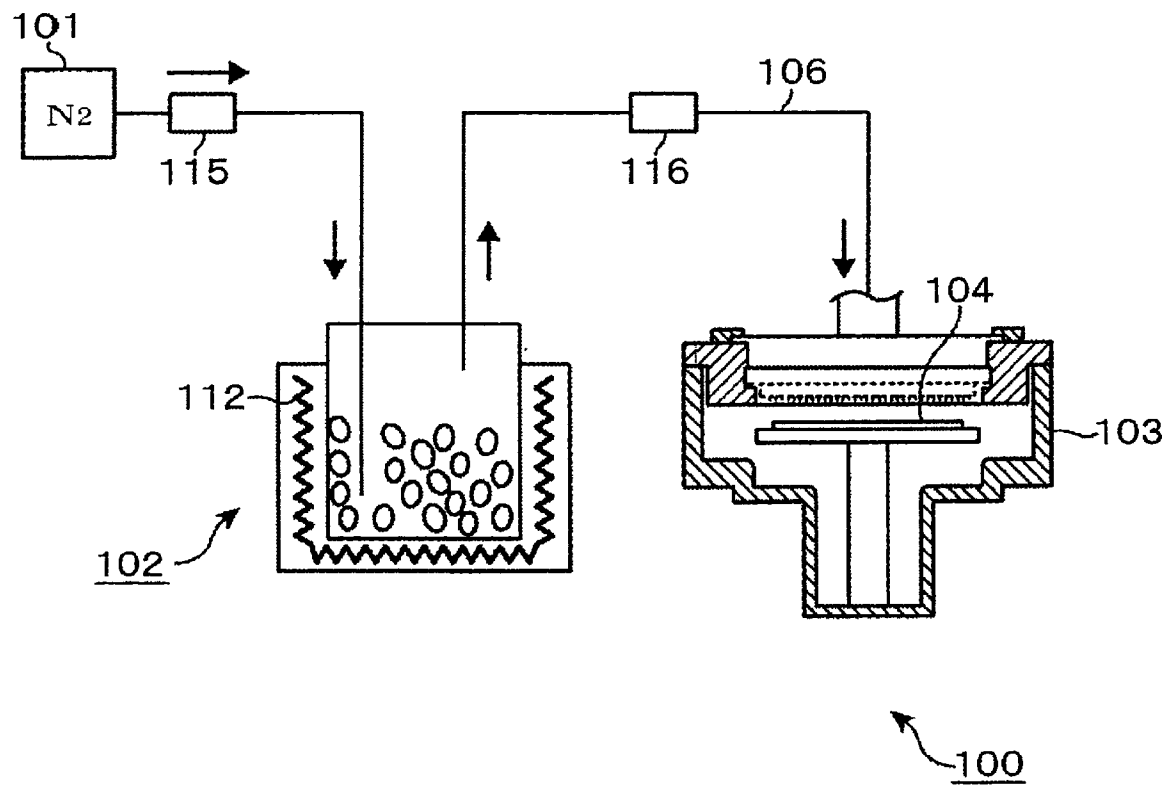


A



B

[図5]



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2008/055747

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C16/455(2006.01) i, H01L21/285(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C23C16/00-16/56, H01L21/28-21/288, H01L21/44-21/445, H01L29/40-29/49, H01L29/872

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2008
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2008	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2008

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-241516 A (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 14 September, 2006 (14.09.06), Claims 1, 5; Par. Nos. [0039] to [0042]; Fig. 1 (Family: none)	1-9
A	JP 2004-91917 A (Tokyo Electron Ltd.), 25 March, 2004 (25.03.04), Claim 1; Par. Nos. [0048] to [0058], [0069] to [0074]; Figs. 4, 6 & US 2004/0007180 A1	1-9
A	JP 3-4929 A (Estic Corp.), 10 January, 1991 (10.01.91), Claim 1; page 2, upper right column, line 12 to page 4, upper left column, line 11; Fig. 1 (Family: none)	1-9

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
10 June, 2008 (10.06.08)Date of mailing of the international search report  
08 July, 2008 (08.07.08)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2008/055747

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 3-47526 A (Fujikura Densen Kabushiki Kaisha), 28 February, 1991 (28.02.91), Page 2, upper right column, lines 15 to 17; page 2, lower right column, line 19 to page 3, upper right column, line 10; Fig. 2 (Family: none)	1-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))  
 Int.Cl. C23C16/455(2006.01)i, H01L21/285(2006.01)i

B. 調査を行った分野  
 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))  
 Int.Cl. C23C16/00-16/56, H01L 21/28-21/288, H01L 21/44-21/445, H01L 29/40-29/49, H01L 29/872

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの  
 日本国実用新案公報 1922-1996年  
 日本国公開実用新案公報 1971-2008年  
 日本国実用新案登録公報 1996-2008年  
 日本国登録実用新案公報 1994-2008年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2006-241516 A (独立行政法人産業技術総合研究所) 2006.09.14, 請求項 1, 5 【0039】 - 【0042】 , 【図 1】 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 2004-91917 A (東京エレクトロン株式会社) 2004.03.25, 請求項 1, 【0048】 - 【0058】 , 【0069】 - 【0074】 , 【図 4】 , 【図 6】 & US 2004/0007180 A1	1-9

C欄の続きにも文献が列挙されている。  パテントファミリーに関する別紙を参照。

<p>* 引用文献のカテゴリー                  「A」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの                  「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの                  「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)                  「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献                  「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</p>	<p>の日の後に公表された文献                  「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの                  「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの                  「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの                  「&amp;」同一パテントファミリー文献</p>
--	---

国際調査を完了した日 10.06.2008	国際調査報告の発送日 08.07.2008
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 宮澤 尚之 電話番号 03-3581-1101 内線 3416

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 3-4929 A (株式会社エステック) 1991.01.10, 特許請求の範囲第1項, 第2頁右上欄第12行-第4頁左上欄第11行, 第1図 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 3-47526 A (藤倉電線株式会社) 1991.02.28, 第2頁右上欄第15行-第17行, 第2頁右下欄第19行-第3頁右上欄 第10行, 第2図 (ファミリーなし)	1-9