



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111770900 B

(45) 授权公告日 2022. 10. 18

(21) 申请号 201980014314.8

(22) 申请日 2019.03.07

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 111770900 A

(43) 申请公布日 2020.10.13

(30) 优先权数据
62/642,982 2018.03.14 US
16/260,378 2019.01.29 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日
2020.08.19

(86) PCT国际申请的申请数据
PCT/US2019/021074 2019.03.07

(87) PCT国际申请的公布数据
W02019/177851 EN 2019.09.19

(73) 专利权人 西维技术有限责任公司
地址 美国马萨诸塞州

(72) 发明人 埃格伯特·G·沃尔克

(74) 专利代理机构 北京安信方达知识产权代理有限公司 11262

专利代理师 李慧慧 郑霞

(51) Int.Cl.
C03B 27/008 (2006.01)
C23C 16/00 (2006.01)
C23C 16/448 (2006.01)
G01N 7/00 (2006.01)

(56) 对比文件
TW 200403721 A, 2004.03.01
US 9034105 B2, 2015.05.19
US 2008073559 A1, 2008.03.27
WO 2013145834 A1, 2013.10.03
US 2004015300 A1, 2004.01.22
US 4400309 A, 1983.08.23
US 2003232138 A1, 2003.12.18
US 2008268143 A1, 2008.10.30
US 2003072875 A1, 2003.04.17
US 2003072875 A1, 2003.04.17

审查员 苏玮韬

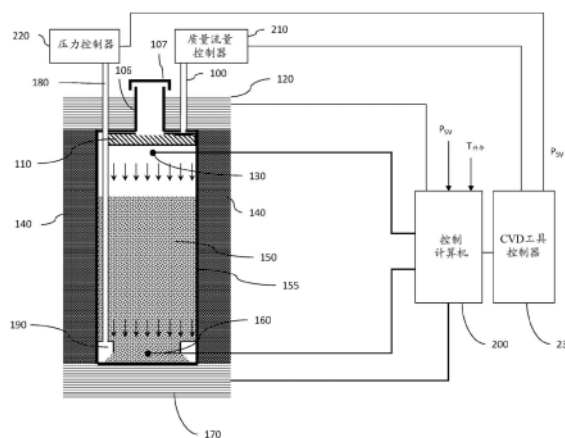
权利要求书2页 说明书17页 附图12页

(54) 发明名称

通过升华制备具有精确浓度的蒸气的方法和设备

(57) 摘要

提供了用于控制固体前体蒸气源的技术。示例性的方法公开内容包括向升华容器中的前体材料提供载气,使得升华容器包括入口区域和出口区域以及至少一个热装置,所述入口区域和出口区域被配置成使得载气能够流过前体材料,所述至少一个热装置被配置成向升华容器添加热或从升华容器中移除热;基于前体材料和载气确定升华温度值和 Δ 温度值;基于升华温度值和 Δ 温度值设定升华容器中的第一温度,使得第一温度在靠近入口区域处被测量;以及基于升华温度值设定升华容器中的第二温度,使得第二温度在靠近出口区域处被测量。



CN 111770900 B

1. 一种固体前体蒸气源,包括:

升华容器,所述升华容器被配置成包括前体材料的床,其中所述升华容器包括一个或更多个隔热的外壁;

入口端口,所述入口端口被设置在所述前体材料的所述床的第一侧,并且被配置成使得载气的流能够进入所述升华容器;

第一温度控制装置,所述第一温度控制装置被设置成靠近所述入口端口,并且被配置成控制进入所述升华容器的所述载气的温度;

出口端口,所述出口端口被设置在所述前体材料的所述床的第二侧,并且被配置成使得夹带的蒸气的流能够离开所述升华容器,其中所述夹带的蒸气由从所述第一侧到所述第二侧流过所述前体材料的所述床的所述载气产生;

第二温度控制装置,所述第二温度控制装置被设置成靠近所述出口端口,并且被配置成控制离开所述升华容器的所述载气和所述夹带的蒸气的温度;

第一温度传感器,所述第一温度传感器被设置在所述升华容器中靠近所述前体材料的所述床的所述第一侧;

第二温度传感器,所述第二温度传感器被设置在所述升华容器中靠近所述前体材料的所述床的所述第二侧;

压力控制器,所述压力控制器被设置在所述出口端口上并且被配置成测量和控制升华容器压力值;

控制计算机,所述控制计算机被可操作地联接到所述第一温度控制装置、所述第二温度控制装置、所述第一温度传感器、所述第二温度传感器和所述压力控制器,并且被配置成:

确定所述前体材料在升华温度时的蒸气压和所述载气的定压比热;

基于由所述第一温度传感器感测到的第一温度值控制所述第一温度控制装置;

基于由所述第二温度传感器感测到的第二温度值控制所述第二温度控制装置,使得所述第二温度值近似为所述前体材料的所述升华温度,并且所述第一温度值高于所述第二温度值;并且

控制所述第一温度控制装置,使得所述第一温度值近似等于所述前体材料的所述升华温度加上 Δ 温度值,其中所述 Δ 温度值至少部分地基于所述前体材料在所述升华温度时的所述蒸气压与所述载气的所述定压比热的比率。

2. 如权利要求1所述的固体前体蒸气源,还包括质量流量控制器,所述质量流量控制器被可操作地联接到所述控制计算机并且被配置成控制进入所述升华容器的所述载气的流量。

3. 如权利要求1所述的固体前体蒸气源,还包括载气加热器,所述载气加热器被可操作地联接到所述控制计算机并且被设置成靠近所述升华容器的所述入口端口,其中所述控制计算机被配置成至少部分地基于所述第一温度值和所述第二温度值控制所述载气加热器。

4. 如权利要求1所述的固体前体蒸气源,还包括设置在所述升华容器中的温度传感管,其中所述第一温度传感器和所述第二温度传感器被附接到所述温度传感管。

5. 如权利要求1所述的固体前体蒸气源,还包括扰流器,所述扰流器被设置在所述升华容器中在所述入口端口和所述前体材料的所述床的所述第一侧之间,并且被配置成将所述

载气扩散到所述前体材料的所述床的所述第一侧上。

6. 如权利要求5所述的固体前体蒸气源,其中所述扰流器是板,所述板包括从所述板向外延伸的多于一个结构。

7. 如权利要求1所述的固体前体蒸气源,其中所述第一温度控制装置和所述第二温度控制装置包括热电冷却器和电阻加热器。

8. 如权利要求1所述的固体前体蒸气源,其中所述一个或更多个隔热的外壁是围绕所述升华容器的至少一部分设置的隔热罩。

9. 一种控制固体前体蒸气源中的载气温度的方法,包括:

向载气加热器提供载气,所述载气加热器被配置成控制进入升华容器之前的所述载气的温度,其中所述升华容器的压力由压力控制器控制;

向所述升华容器中的前体材料提供所述载气,其中所述升华容器包括载气入口和蒸气出口,所述载气入口和所述蒸气出口被配置成使得所述载气能够流过所述前体材料;

对流过所述前体材料的所述载气测量入口载气温度和出口载气温度;

至少部分地基于所述前体材料在标称温度时的蒸气压与所述前体材料在所述出口载气温度时的蒸气压的比率确定补偿的升华容器压力值;

至少部分地基于所述前体材料在升华温度时的蒸气压与所述载气的定压比热的比率确定 Δ 温度值;以及

至少部分地基于所述入口载气温度、所述出口载气温度、所述补偿的升华容器压力值和所述 Δ 温度值,向所述载气加热器提供温度控制信号并且向所述压力控制器提供压力控制信号,其中所述温度控制信号被配置成引起所述载气加热器使所述入口载气温度近似等于所述出口载气温度和所述 Δ 温度值的和,并且所述压力控制信号被配置成基于所述补偿的升华容器压力值保持所述升华容器内的压力值。

通过升华制备具有精确浓度的蒸气的方法和设备

[0001] 背景

[0002] 化学气相沉积 (CVD) 工艺通常取决于液体前体或固体前体的受控蒸发。合适的液体前体和固体前体具有相当高的蒸气压。前体的蒸气在载气中被输送到工艺室 (process chamber), 在工艺室中, 前体在衬底的表面上反应以形成材料膜。对于几乎所有工艺, 需要精确地控制前体的递送速率 (例如, 以克每秒计), 以便制备期望的材料膜。蒸发决定递送速率。因此, 控制蒸发或升华 (在固体的情况下) 对于 CVD 工艺产生期望的材料膜是至关重要的。

[0003] 概述

[0004] 根据本公开内容的固体前体蒸气源的实例包括: 升华容器, 所述升华容器被配置成包括前体材料的床, 使得升华容器包括一个或更多个隔热的外壁; 入口端口, 所述入口端口被设置在前体材料的床的第一侧并且被配置成使得载气的流能够进入升华容器; 第一温度控制装置, 所述第一温度控制装置被设置成靠近入口端口并且被配置成控制进入升华容器的载气的温度; 出口端口, 所述出口端口被设置在前体材料的床的第二侧并且被配置成使得夹带的蒸气的流能够离开升华容器, 使得夹带的蒸气由从第一侧到第二侧流过前体材料的床的载气产生; 第二温度控制装置, 所述第二温度控制装置被设置成靠近出口端口并且被配置成控制离开升华容器的载气和夹带的蒸气的温度; 第一温度传感器, 所述第一温度传感器被设置在升华容器中靠近前体材料的床的第一侧; 第二温度传感器, 所述第二温度传感器被设置在升华容器中靠近前体材料的床的第二侧; 控制计算机, 所述控制计算机被可操作地联接到第一温度控制装置、第二温度控制装置、第一温度传感器和第二温度传感器, 并且被配置成基于由第一温度传感器感测到的第一温度值控制第一温度控制装置, 并且基于由第二温度传感器感测到的第二温度值控制第二温度控制装置, 使得第二温度值近似为前体材料的升华温度, 并且第一温度值高于第二温度值。

[0005] 这样的固体前体蒸气源的实施方式可以包括以下特征中的一个或更多个。压力控制器可以被可操作地联接到控制计算机, 使得压力控制器被设置在出口端口上并且被配置成测量和控制升华容器压力值。控制计算机可以被配置成控制第一温度控制装置, 使得第一温度值近似等于前体材料的升华温度加上 Δ 温度值, 使得 Δ 温度值至少部分地基于升华容器压力值、前体材料的升华热值 (heat of sublimation value) 和载气的定压比热 (cp) 值。质量流量控制器可以被可操作地联接到控制计算机并且被配置成控制进入升华容器的载气的流量。载气加热器可以被可操作地联接到控制计算机并且被设置成靠近升华容器的入口端口, 使得控制计算机被配置成至少部分地基于第一温度值和第二温度值控制载气加热器。温度传感管 (temperature sensing tube) 可以被设置在升华容器中, 使得第一温度传感器和第二温度传感器被附接到温度传感管。扰流器 (turbulator) 可以被设置在升华容器中在入口端口和前体材料的床的第一侧之间, 并且被配置成将载气扩散到前体材料的床的第一侧上。扰流器可以是板, 该板包括从板向外延伸的多于一个结构。第一温度控制装置和第二温度控制装置可以包括热电冷却器和电阻加热器。一个或更多个隔热的外壁可以是围绕升华容器的至少一部分设置的隔热罩 (thermally isolating shroud)。

[0006] 根据本公开内容的用于控制固体前体蒸气源的方法的实例包括:向升华容器中的前体材料提供载气,使得升华容器包括入口区域和出口区域以及至少一个热装置(thermal device),所述入口区域和出口区域被配置成使得载气能够流过前体材料,所述至少一个热装置被配置成向升华容器添加热或从升华容器中移除热;基于前体材料和载气确定升华温度值和 Δ 温度值;基于升华温度值和 Δ 温度值设定升华容器中的第一温度,使得第一温度在靠近入口区域处被测量;以及基于升华温度值设定升华容器中的第二温度,使得第二温度在靠近出口区域处被测量。

[0007] 这样的方法的实施方式可以包括以下特征中的一个或多个。 Δ 温度值可以基于前体材料的升华热值、载气的定压比热(cp)值、前体材料在升华温度值时的蒸气压值以及升华容器压力值。设定第一温度和第二温度可以包括设定载气加热器温度。设定第一温度和第二温度可以包括设定上游热装置温度。设定第二温度可以包括设定下游热装置温度。确定升华温度值和 Δ 温度值可以包括从联网的计算机接收升华温度值和 Δ 温度值。

[0008] 根据本公开内容的控制固体前体蒸气源的方法的实例包括:向载气加热器提供载气,所述载气加热器被配置成控制进入升华容器之前的载气的温度,使得升华容器的压力由压力控制装置控制;向升华容器中的前体材料提供载气,使得升华容器包括入口区域和出口区域,所述入口区域和出口区域被配置成使得载气能够流过前体材料;对流过升华容器的相应的入口区域和出口区域的载气测量入口载气温度和出口载气温度;至少部分地基于出口载气温度和与前体材料相关的蒸气压曲线确定补偿的升华容器压力值;至少部分地基于前体材料和载气以及补偿的升华容器压力值确定 Δ 温度值;以及至少部分地基于入口载气温度、出口载气温度、补偿的升华容器压力值和 Δ 温度值,向载气加热器提供温度控制信号并且向压力控制装置提供压力控制信号。

[0009] 这样的方法的实施方式可以包括以下特征中的一个或多个。确定补偿的升华容器压力值可以包括接收用于化学气相沉积工艺的标称温度,并且补偿的升华容器压力值基于前体材料在标称温度时的蒸气压与前体材料在出口载气温度时的蒸气压的比率。确定 Δ 温度值可以包括确定前体材料在升华温度时的蒸气压的值与补偿的升华容器压力值的比率。

[0010] 用于固体前体蒸气源的控制器的实例包括:存储器单元;至少一个处理器,该至少一个处理器被可操作地联接到存储器单元并且被配置成:接收多于一个系统值,该多于一个系统值包括升华温度值、载气的cp值、前体材料的升华热值、蒸气压曲线和升华容器压力值;接收基于下游温度传感器的下游温度值;计算下游误差值,该下游误差值等于下游温度值和升华温度值之间的差;基于下游误差值计算下游输出值;基于下游输出值向下游热装置提供控制信号,使得控制信号被配置成改变下游热装置的温度以使下游温度值等于升华温度值;基于载气的cp值、前体材料的升华热值、基于升华温度值的蒸气压值和升华容器压力值计算 Δ 温度值;接收基于上游温度传感器的上游温度值;计算上游误差值,该上游误差值等于下游温度值加上 Δ 温度值减去上游温度值;基于上游误差值计算上游输出值;以及基于上游输出值向上游热装置提供控制信号,使得控制信号被配置成改变上游热装置的温度以使上游温度值等于升华温度值加上 Δ 温度值。

[0011] 本文描述的项目(item)和/或技术可以提供以下能力中的一种或更多种,以及未提及的其他能力。与化学气相沉积工艺相关的系统变量可以被提供给控制器。控制器可以

被配置成感测固体前体升华容器内的温度。升华容器可以具有一个或更多个热装置,该热装置被配置成控制流过前体床的载气的温度。控制器可以被可操作地联接到热装置,可以被配置成基于升华容器内的温度发送控制信号。升华容器可以是隔热的。压力装置和流量装置 (pressure and flow device) 可以被设置在升华容器的入口和/或出口上。控制器可以被可操作地联接到压力装置和流量装置,并且被配置成控制通过前体床的压力和载气流量 (flow rate)。可以提供其他能力,并且不是根据本公开内容的每个实施方式都必须提供所论述的任何能力,更不用说所有能力。此外,上文提到的效果可以通过不同于所提到的方式实现,并且所提到的项目/技术可以不必产生所提到的效果。

[0012] 附图简述

[0013] 图1是在相应的低和高的载气流量下固体前体的床中的温度分布的概念图。

[0014] 图2是用于固体前体床的示例性升华容器的系统图。

[0015] 图3是示例性固体前体蒸气源的系统图。

[0016] 图4是用于控制固体前体蒸气源的示例性方法的工艺流程图。

[0017] 图5是用于控制固体前体蒸气源中的下游热装置和上游热装置的示例性工艺的工艺流程图。

[0018] 图6是第二示例性的固体前体蒸气源的系统图。

[0019] 图7是用于控制固体前体蒸气源的第二实例的示例性方法的工艺流程图。

[0020] 图8是用于控制第二示例性的固体前体蒸气源中的上游热装置的示例性方法的工艺流程图。

[0021] 图9A-图9D是扰流器元件的实例。

[0022] 图10是具有温度传感管的示例性前体蒸气源的示意图。

[0023] 图11图示了计算机系统的实例的框图。

[0024] 详述

[0025] 本文论述了用于控制来自固体前体的蒸气的浓度的技术。例如,化学气相沉积 (CVD) 工艺通常取决于液体前体或固体前体的受控蒸发。合适的液体前体和固体前体具有相当高的蒸气压。前体的蒸气在载气中被输送到工艺室,在工艺室中,前体在衬底的表面上反应以形成材料膜。对于几乎所有工艺,需要精确地控制前体的递送速率(例如,以克每秒计),以便制备期望的材料膜。蒸发决定递送速率。因此,控制蒸发或升华(在固体的情况下)对于CVD工艺产生期望的材料膜是至关重要的。在实施方案中,本公开内容提供了经由控制加热载气、使升华容器隔热以及控制前体床的上游和下游的温度来控制前体的温度。这些技术仅是实例,并且不是详尽的。

[0026] 通常,具有高蒸气压的粉末材料中的颗粒倾向于融合在一起,并且将最初的流化床变成固体饼。虽然可以保持材料的孔隙率,但是材料流动的能力被改变。当粉末材料在升华时,这导致在前体床中的空腔形成的问题。空腔可以发展成穿过前体床的通道。由于受控的升华过程取决于载气穿过床的渗透,这可以导致输出蒸气浓度降低到不可预测的水平。这种故障的时间是不可预测的。故障通常导致在CVD工艺中制备的产品的损失。此外,在现有技术的鼓泡器中,可能仍然存在50%的原始前体填充物被损失浪费掉。

[0027] 现有的CVD源设计旨在模拟长且窄的管,因为它们将前体床布置成使其更长且更靠近提供能量的表面的形状。这种方法相当好地起作用以防止空腔形成,但是其在容量、输

出和输出稳定性方面受到限制。

[0028] 在实施方案中,本文描述的设备和方法使用载气用于递送升华能以及用于获得受控的且稳定的输出蒸气浓度。由载气提供的能量可以横跨前体床的上游表面被均匀地施加,而不依赖于通过壁和前体床的热传导。因此,床可以是宽且短的,而不是窄且长的。例如,具有在0.5和2之间(与2-10的技术现状相比)的长度/直径的纵横比的单个圆筒形状的升华容器可以被用于容纳3千克或更多的前体材料。这对于圆筒的清洁和填充是有利的。它还增加源的输出mol/min。

[0029] 参照图1,示出了在相应的低和高的载气流量下固体前体的床中的温度分布的概念图。图1仅是一个实例,并且被提供以说明载气流量和升华容器内的前体温度之间的一般关系。在第一隔热系统10a中,处于第一温度T1的载气以相对低的气体流量流过前体床。在这个实例中,离开的蒸气处于第二温度T2(其中T2是前体的升华温度($T_{\text{升华}}$))。如在第一温度/深度分布曲线(profile curve)12a中所描绘的,在低载气流量下,离开的蒸气是饱和的并且具有明确限定的浓度。相反,在第二隔热系统10b中,处于第一温度T1的载气以相对较高的流量流过前体床。在这个第二实例中,如在第二温度/深度分布曲线12b中所描绘的,离开的蒸气可以是不饱和的并且具有不明确的浓度。

[0030] 如上文所论述的,在现有的设计中,空腔和通道的形成可能是由于向前体床不均匀地供应能量造成的。本公开内容使用载气作为用于固体前体的升华的能量源。升华容器的侧壁可以是隔热的以减少不受控的能量流动。能量可以均匀地分布到前体床的上游表面。可以使用热装置、基于来自升华容器的顶部和底部的反馈来控制载气的温度。在实施方案中,下游温度测量可以用于将上游温度控制在计算值。下游温度测量还可以用于控制升华容器压力并且保持对于大容量、高输出升华源的浓度输出。

[0031] 如图1中所描绘的,系统经由载气将能量均匀地递送到前体床的上游侧,以增加升华可以在其上发生的区域。参照温度/深度分布曲线12a,一旦采用前体的饱和完成(优选地在前体床的表面下方的短距离处),载气的温度将从 $T_{\text{升华}} + \Delta T$ 降低到 $T_{\text{升华}}$ 。该升华层的厚度取决于载气流量。在低载气流量,升华层的厚度是薄的。在高载气流量,载气可以到达床的下游表面。图1描绘了用于固体床的升华的理想源是隔热的圆筒,在该圆筒中,温度在前体床的上游侧和下游侧被控制。

[0032] 参照图2,并且还参照图1,示出了用于固体前体床的示例性升华容器90。升华容器90包括载气入口100、偏转器/扰流器110、上游热装置120、上游温度传感器130、隔热的外壁140(即隔热的外壳)、前体床150、下游温度传感器160、下游热装置170和蒸气输出端180。在实施方案中,隔热的外壁140可以是围绕升华容器设置的隔热罩,并且被配置成防止能量(例如,热)从除上游热装置120和下游热装置170以外的外部源进入前体床150。通常,上游热装置120和下游热装置170分别位于床的上游侧和床的下游侧。热装置120、170被配置成允许控制由上游温度传感器130和下游温度传感器160测量的上游温度和下游温度。作为实例而非限制,升华容器90是呈竖直取向的圆筒。可以使用其他形式和取向。例如,升华容器90可以具有以其侧面放置或甚至倒置的圆筒形、正方形、六边形或任何多边形或不规则的横截面。为方便起见,在一些情况下,前体床150的上游侧可以被称为顶部,并且前体床150的下游侧可以被称为底部。

[0033] 升华容器90被配置成将能量均匀地递送到前体床150的上游表面。通常,该配置认

定大部分的升华能是从载气本身获得的。当载气从载气入口100行进,穿过偏转器/扰流器110,并且然后穿过前体床150时,载气拾取前体并且冷却。返回参照图1,当载气在前体床150的表面下方的一定距离处是饱和的时,不再需要热,并且温度保持恒定,直到载气加上蒸气离开圆筒。穿过这样的前体床150的示例性温度分布以图1中的温度/深度分布曲线12a-12b示出。温度差 ΔT (ΔT (delta T))从前体床150的顶表面发展到前体床150的底表面。该温度差可以按照以下等式1计算:

$$[0034] \quad \Delta T = \frac{\text{蒸气压}(T_{\text{升华}})}{\text{升华容器压力}} \frac{\text{升华热}}{\text{载气的}c_p} \quad (1)。$$

[0035] 作为对于等式(1)的应用的实例,可以使用三甲基铟(TMI_n),一种在LED的生产中使用的普通前体。TMI_n的升华热是46.7Wmin/标准升(气体)。氮气(一种常用的载气)的定压比热(即“ c_p 值”)是0.0217Wmin/标准升/开尔文。对于TMI_n,典型的升华温度是17°C,在该温度,蒸气压是0.87托。典型的升华容器压力是225托。需要保持的温度差是:

$$[0036] \quad \Delta T = \frac{0.87}{225} \frac{46.7}{0.0217} K = 8.43 K。$$

[0037] 对于使用氢气作为载气,该 ΔT 值近似相同。氮气和氢气两者均是接近理想的气体,并且它们的每标准升的 c_p 值是相似的。通常,当载气的分压是前体的蒸气压的至少十倍时,可以实现等式(1)。

[0038] 使用TMI_n作为前体仅是一个实例而不是限制性的,因为可以使用其他前体材料。例如,下表1提供了对于所列出的前体与氮气载气(即, c_p 0.0217)的蒸气压、温度、升华容器压力(P_{sv})、升华热和计算的 ΔT 。未包括在表1中的其他前体材料的 ΔT 值也可以如上文描述的确。

[0039]

前体	蒸气压	升华温度	P_{sv}	升华热	ΔT
三甲基铟(TMI _n)	0.87托	17°C	225托	62.7kJ/mol	8.43K
四-二甲基氨基锆(TDMAZr)	0.1托	49°C	50托	57.3kJ/mol	3.94K
五(二甲基氨基)钽PDMATa	2.1托	100°C	200托	89.0kJ/mol	32.9K

[0040] 表1

[0041] 升华容器90利用载气来递送升华能。偏转器/扰流器110有助于在床的上游表面上均匀地分布载气温度,这使得前体床150能够是宽且短的,而不是窄且长的。当前体床150上方的载气的温度是均匀的并且隔热的外壁140防止热进入时,升华均匀地发生在前体床150的表面下方的薄层中。因此,具有小于1的长度/直径的纵横比的单个圆筒可以被定尺寸以容纳大量的前体。低纵横比对于圆筒的清洁和填充也是有利的。它还增加源的输出,因为床的顶表面是大的,这意味着通过单位表面积载气流量是低的并且表面下的温度梯度是陡的。如图1中所图示的,为了充分利用,上游表面下方的陡的温度梯度可以是合意的。

[0042] 在正常的操作条件和源输出下,对于TMI_n, ΔT 是3°C至10°C。这样的温度差可以使用包括电阻加热器和热电冷却器的热装置来管控。如等式(1)中所指示的, ΔT 不取决于载气流量。每次升华的前体的质量随着载气流量线性地增加,并且能量供应也随着载气流量线性地增加。因此,随着更多的载气流入升华容器90,载气提供了更多的能量,并且更多的前体被升华。稳定的输出浓度C可以被表示为:

$$[0043] \quad c = \frac{\text{蒸气压}(T_{\text{升华}})}{\text{升华容器压力}} \quad (2)$$

[0044] 其中, $T_{\text{升华}}$ 是前体床150的下游侧(例如,底部)的温度。

[0045] 在操作中,载气经由载气入口100进入升华容器90。上游热装置120被配置成在进入升华容器90之前加热载气,以及加热升华容器90的顶部部分中的载气。偏转器/扰流器110被配置成使进入的载气在前体床150的顶部上偏转/扩散。上游温度传感器130被配置成检测前体床150周围的上游区域或空间中的温度。术语区域和空间将可互换地使用以描述三维体积。上游热装置120的温度可以至少部分地基于由上游温度传感器130和下游温度传感器160感测到的温度来被控制。载气流过前体床150,拾取正在升华的前体材料,并且然后通过蒸气输出端180流出。下游温度传感器160被配置成检测蒸气输出端180周围的下游空间中的温度(即,离开升华容器的载气和夹带的蒸气的温度)。下游热装置170被配置成向升华容器90提供热,并且可以至少部分地基于由上游温度传感器130和下游温度传感器160感测到的温度来被控制。热装置120、170通常是电加热器,该电加热器被配置成接收电输入并且基于控制信号来改变热输出。还可以使用其他可控制的热源。

[0046] 参照图3,并且还参照图1和图2,示出了示例性的固体前体蒸气源。固体前体蒸气源包括升华容器155(例如,还被称为鼓泡器)和附件,所述升华容器和附件被配置成用于使固体前体均匀地升华的目的。升华容器155的附件包括用于侧外壁的隔热体(thermal insulation)140、顶部热装置120、底部热装置170。热装置被可操作地联接到控制计算机200并且由控制计算机200控制。在实例中,升华容器155可以是具有优选地平坦的顶部和底部的圆筒形容器。升华容器155的顶部可以包括三个端口:载气入口100(例如,入口端口)、蒸气输出端180(例如,输出端口)和填充端口106,该填充端口106被配置成允许进入(例如,用于填充、清洁等)升华容器155。作为实例,填充端口可以具有10mm-20mm的开口直径,并且可以用盖107加盖。在实例中,填充端口106的盖107可以装配有一个或两个管(图3中未示出),该管穿透到升华容器155中并且容纳一个或两个温度传感器,例如顶部温度传感器130和底部温度传感器160。还可以使用其他设备(means)将底部温度传感器160和顶部温度传感器130设置在升华容器155内。在实例中,温度传感器130、160可以是数字传感器,该数字传感器具有分辨率为至少0.1摄氏度(100mK),优选地0.0625摄氏度(62.5mK)或者优于0.030摄氏度(30mK)或更低。

[0047] 偏转器或扰流器110被配置成将从载气入口100传出的载气的射流转换成湍流,并且从而在固体床上方产生均匀温度的载气。载气在进入升华容器155之前穿过顶部热装置120,在顶部热装置120中,载气被加热到保持由顶部温度传感器130测量的在前体床150的顶部处的编程设定的温度(programmed temperature)所需的量。同样,底部热装置可以用于保持由底部温度传感器160测量的底部温度。

[0048] 控制计算机200可以被可操作地联接到顶部热装置120、底部热装置170、顶部温度传感器130和底部温度传感器160,并且被配置成控制升华容器155内的温度。在实例中,控制计算机200可以被可操作地联接到工具控制器(tool controller)例如CVD工具控制器230,并且被配置成交换工艺控制数据例如前体信息、载气信息、室压力和载气流量。CVD工具控制器230可以被可操作地联接到一个或多个质量流量控制器(MFC)210和压力控制器(PC)220,并且被配置成控制通过升华容器155的载气的流量。在该实例中,控制计算机200

可以用蒸气压曲线和前体的升华热来编程。控制计算机还可以用升华容器压力 (P_{SV}) 和升华温度 $T_{\text{升华}}$ 或可选择地期望的输出浓度 'c' 来编程 (即, 参见上文的等式2), 所述升华容器压力可以通过CVD工具控制器230来保持。控制计算机200内的数据可以由用户输入, 或者经由温度设定点 $T_{\text{升华}}$ 和来自CVD工具的控制总线的期望的 P_{SV} 来提供。控制计算机200可以利用该数据来计算提供所需的升华能所需的 ΔT 。控制器被配置成驱动热装置120和170以保持顶部温度和底部温度。可以在升华容器155的底部区域 (例如, 靠近底部温度传感器160的区域) 中测量 $T_{\text{升华}}$, 并且可以在升华容器155的顶部区域 (例如, 靠近顶部温度传感器130的区域) 中测量 $T_{\text{升华}} + \Delta T$ 。隔热的外壁140被配置成减少或优选地防止外部能量通过除载气以外的途径进入前体床150。当加热的载气通过载气入口100进入升华容器155时, 其被偏转器/扰流器110分成湍流。在载气已经穿过前体床150并且被前体饱和之后, 载气在气体提取架 (gas extraction shelf) 190处被提取并且经由蒸气输出端180离开升华容器155。

[0049] 参照图4, 并且还参照图1-图3, 用于控制固体前体蒸气源的方法400包括所示的阶段。然而, 方法400仅是一个实例而非限制性的。方法400可以被改变, 例如通过具有添加的阶段、移除的阶段、重排的阶段、组合的阶段、同时进行的阶段, 和/或将单个阶段分成多个阶段。例如, 下文描述的用于确定升华温度值和 Δ 温度值的阶段404可以在阶段402之前进行。如所示出和描述的方法400的其他改变也是可能的。

[0050] 在阶段402, 方法400包括向升华容器中的前体材料提供载气, 其中升华容器包括入口区域和出口区域以及至少一个热装置, 所述入口区域和所述出口区域被配置成使得载气能够流过前体材料, 所述至少一个热装置被配置成向升华容器添加热或从升华容器中移除热。在实例中, 载气入口100可以是用于向前体床150提供载气的设备。载气可以是例如氮气、氢气或在化学气相沉积工艺中使用的其他气体。质量流量控制器210可以被用于调节载气进入升华容器155的流量。一个或更多个偏转器或扰流器110可以被用于将载气扩散到前体床150上。升华容器155的入口区域可以被限定为升华容器内靠近前体床150和顶部温度传感器130的空间的区域或体积。升华容器155的出口区域可以被限定为升华容器内靠近前体床150的底部和底部温度传感器160或者在前体床150的底部和底部温度传感器160内的空间的区域或体积。至少一个热装置可以是顶部热装置120、底部热装置170或被配置成加热进入升华容器的载气的其他热装置。

[0051] 在阶段404, 方法400包括基于前体材料和载气确定升华温度值和 Δ 温度值。在实例中, 控制计算机200可以是用于确定升华温度值和 Δ 温度值的设备。升华温度值可以是与前体材料相关的升华热值 (例如, 如上表1中所描述的), 并且 Δ 温度值 (ΔT) 可以基于上文的等式1来计算。在实例中, 控制计算机200可以包括数据结构 (例如, 数据库、平面文件、查找表), 该数据结构被配置成存储升华温度值和 Δ 温度值以及相关的前体材料信息和载气信息 (例如, c_p 值)。在实例中, 用户可以将升华温度值和 Δ 温度值输入到控制计算机200中。升华温度值和 Δ 温度值可以通过其他 (例如, 本地的或联网的) 源例如CVD工具控制器230或其他制造系统提供给控制计算机200。升华温度值和 Δ 温度值可以基于CVD应用和相关的前体材料、载气以及用于CVD应用的升华容器压力而变化。

[0052] 在阶段406, 方法400包括基于升华温度值和 Δ 温度值设定升华容器中的第一温度, 其中第一温度在靠近入口区域处被测量。上游热装置120和上游温度传感器130可以是用于设定升华容器中的第一温度的设备。在实例中, 当载气流过上游热装置120并且流入升

华容器155时,载气可以被加热或冷却。上游热装置120可以是在具有上游温度传感器130和控制计算机200的闭环控制系统(例如,PID)中的部件。还可以使用其他控制解决方案。靠近入口区域(即,在前体材料的床150的顶部处)的温度被控制为近似升华温度值和 Δ 温度值的和(即, $T_{\text{升华}} + \Delta T$)。例如,对于TMIn,典型的升华温度值是17摄氏度,在该温度,蒸气压是0.87托。对于如上文描述的TMIn, Δ 温度值(ΔT)是3摄氏度至10摄氏度。在该实例中,升华容器中的第一温度可以被设定为在20摄氏度-30摄氏度范围内的值。上游热装置120可以是被配置成将入口区域中的温度保持在该范围内的电阻加热器和热电冷却器。

[0053] 在阶段408,方法400包括基于升华温度值设定升华容器中的第二温度,其中第二温度在靠近出口区域处被测量。在实例中,下游热装置170和下游温度传感器160是用于设定升华容器中的第二温度的设备。下游热装置170可以是在具有下游温度传感器160和控制计算机200的闭环控制系统(例如,PID)中的部件。还可以使用其他控制解决方案。靠近出口区域(即,在前体材料的床150的底部处)的温度被控制为近似升华温度值(即, $T_{\text{升华}}$)。继续TMIn的实例,对于TMIn,升华温度值是17摄氏度,在该温度,蒸气压是0.87托。下游热装置170可以是被配置成将出口区域中的温度保持在该范围内的电阻加热器和热电冷却器。

[0054] 在操作中,控制计算机200可以用包括接收 $T_{\text{升华}}$ 、升华容器压力、前体材料信息和载气信息的算法来编程。该算法可以基于等式1由 $T_{\text{升华}}$ 、升华容器压力、升华热和载气的 c_p 计算 ΔT 。该算法可以基于CVD工艺要求来调节载气的流量。该算法可以基于来自各个温度传感器的输入来反复地将上游温度调节至 $T_{\text{升华}} + \Delta T$,并且将下游温度调节至 $T_{\text{升华}}$ 。

[0055] 参照图5,并且还参照图1-图3,用于控制固体前体蒸气源中的下游热装置和上游热装置的工艺500包括所示的阶段。然而,工艺500仅是一个实例而非限制性的。工艺500可以被改变,例如通过具有添加的阶段、移除的阶段、重排的阶段、组合的阶段、同时进行的阶段,和/或将单个阶段分成多个阶段。控制计算机200可以是用于执行工艺500的设备。

[0056] 在阶段502,工艺500包括向控制器提供多于一个系统值,所述多于一个系统值包括 $T_{\text{升华}}$ 值、载气的 c_p 值、前体材料的升华热、蒸气压曲线和升华容器压力(P_{SV})值。控制计算机200可以是用于提供多于一个系统值的设备。例如,控制计算机200可以包括具有包含系统值的一个或更多个数据结构的存储器。这样的数据结构可以从其他(例如,本地的或联网的)电子源(electronic source)获得数据,或者可以经由用户界面(例如,用户数据输入)接收数据。在实例中,系统值中的一个或更多个可以经由另一个系统例如CVD工具控制器230来获得。蒸气压曲线可以是数据结构中的值的阵列,该阵列对应于对于不同的前体材料的作为温度的函数的蒸气压值。载气的 c_p 值是载气的定压比热(例如,对于氮气为0.0217Wmin/标准升/开尔文)。升华容器压力(P_{SV})值是升华容器155内的压力,并且更具体地是出口区域附近的压力。 $T_{\text{升华}}$ 可以是CVD工艺配方对于前体温度所使用的标称温度。也就是说,因为升华使前体冷却,所以当工艺运行时,前体的温度将不是 $T_{\text{升华}}$ 。工艺500确定 $T_{\text{升华}}$ 和其他测量的温度(例如, $T_{\text{下游}}$ 和 $T_{\text{上游}}$)之间的差,并且对温度控制器进行调节以使前体的质量流量保持恒定。前体材料的升华热是前体的材料常数。也就是说,升华热代表为了使一个单位质量的前体升华需要提供的能量。如本文所描述的,对于许多前体,升华能可以通过来自载气的热来提供。

[0057] 在阶段504,工艺500包括确定基于下游温度传感器的 $T_{\text{下游}}$ 值。控制计算机200可以是用于确定 $T_{\text{下游}}$ 值的设备。下游温度传感器160被可操作地联接到控制计算机200,并且被配

置成提供在靠近前体床150的底部的区域中的温度读数。

[0058] 在阶段506,工艺500包括计算下游误差 $E_{下游}$ 值,该下游误差 $E_{下游}$ 值等于 $T_{下游}$ 值和 $T_{升华}$ 值之间的差。控制计算机200可以是用于确定下游误差 $E_{下游}$ 值的设备。下游误差 $E_{下游}$ 值是由下游温度传感器160测量的温度和在阶段502提供的 $T_{升华}$ 值之间的差。

[0059] 在阶段508,工艺500包括基于下游误差 $E_{下游}$ 值计算输出 $O_{下游}$ 值。控制计算机200可以是用于计算输出 $O_{下游}$ 值的设备。输出 $O_{下游}$ 值可以是基于下游误差 $E_{下游}$ 值的大小的数字控制信号或模拟控制信号,并且被配置成调节下游热装置170的操作(例如,增加或降低温度输出),以便将下游误差 $E_{下游}$ 驱动到最小。

[0060] 在阶段510,工艺500包括基于输出 $O_{下游}$ 值控制下游热装置,以使 $T_{下游}$ 值等于 $T_{升华}$ 值。控制计算机200可以是控制下游热装置170的设备。输出 $O_{下游}$ 值基于当前的 $T_{下游}$ 值和编程设定的 $T_{升华}$ 值之间的差。控制计算机200被配置成改变下游热装置170的温度,以允许下游温度传感器160的区域中的温度等于 $T_{升华}$ 值。

[0061] 在阶段512,工艺500包括基于载气的 c_p 值、前体材料的升华热值、基于 $T_{升华}$ 值的蒸气压值和升华容器压力(P_{sv})值计算 $\Delta-T$ 值。控制计算机200可以是用于计算 $\Delta-T$ 值的设备。例如, $\Delta-T$ 值(ΔT)可以基于等式1(例如,(基于 $T_{升华}$ 值的蒸气压/升华容器压力值)*(前体材料的升华热值/载气的 c_p 值))来计算。

[0062] 在阶段514,工艺500包括确定基于上游温度传感器的 $T_{上游}$ 值。控制计算机200可以是用于确定 $T_{上游}$ 值的设备。上游温度传感器130被可操作地联接到控制计算机200,并且被配置成感测升华容器155中的前体床150的顶部的区域中的温度。

[0063] 在阶段516,工艺500包括计算上游误差 $E_{上游}$ 值,该上游误差 $E_{上游}$ 值等于 $T_{下游}$ 值加上 $\Delta-T$ 值减去 $T_{上游}$ 值。控制计算机200可以是用于确定上游误差 $E_{上游}$ 值的设备。上游误差 $E_{上游}$ 值是由上游温度传感器130测量的温度与在阶段502提供的 $T_{升华}$ 值和阶段512计算的 $\Delta-T$ 值的总和之间的差(即, $E_{上游} = (T_{升华} + \Delta T) - T_{上游}$)。

[0064] 在阶段518,工艺500包括基于上游误差 $E_{上游}$ 值计算输出 $O_{上游}$ 值。控制计算机200可以是用于计算输出 $O_{上游}$ 值的设备。输出 $O_{上游}$ 值可以是基于上游误差 $E_{上游}$ 值的大小的数字控制信号或模拟控制信号,并且被配置成调节上游热装置130的操作(例如,增加或降低温度输出),以便将上游误差 $E_{上游}$ 驱动到最小。

[0065] 在阶段520,工艺500包括基于输出 $O_{上游}$ 值控制上游热装置,以使 $T_{上游}$ 值等于 $T_{升华}$ 值加上 $\Delta-T$ 值。控制计算机200可以是控制上游热装置120的设备。输出 $O_{上游}$ 值基于当前的 $T_{上游}$ 值与编程设定的 $T_{升华}$ 值和计算的 $\Delta-T$ 值的总和(即, $T_{升华} + \Delta T$)之间的差。控制计算机200被配置成改变上游热装置120的温度,以允许上游温度传感器130的区域中的温度等于编程设定的 $T_{升华}$ 值和计算的 $\Delta-T$ 值的总和(即, $T_{升华} + \Delta T$)。

[0066] 工艺500可以返回到阶段504,以继续控制上游热装置120和下游热装置170。

[0067] 参照图6,并且还参照图1、图2和图3,示出了第二示例性的固体前体蒸气源。固体前体蒸气源的第二实例类似于图3的固体前体蒸气源,但是不需要底部热装置170。固体前体蒸气源的第二实例包括升华容器155(例如鼓泡器)、用于外壁的隔热体140、顶部热装置120和载气加热器105(例如入口加热器)。顶部热装置120和载气加热器105被可操作地联接到控制计算机200并且由控制计算机200控制。虽然图6示出了顶部热装置120和载气加热器105两者,但是在实施方案中,这两个部件可以合并到靠近载气入口100设置的单个温度控

制装置中。升华容器155的顶部包括载气入口100(例如,入口端口)、蒸气输出端180(例如,输出端口)和填充端口106,该填充端口106被配置成允许进入(例如,用于填充、清洁等)升华容器155。填充端口106的盖107包括一个或两个管,该管穿透到升华容器155中并且容纳顶部温度传感器130和底部温度传感器160。偏转器或扰流器110将从载气入口100传出的载气的射流转换成湍流。载气在进入升华容器155之前穿过载气加热器105,在载气加热器105中,载气被加热到保持如由顶部温度传感器130测量的在前体床150的顶部处的编程设定的温度所需的量。控制计算机200可以被可操作地联接到顶部热装置120、载气加热器105、顶部温度传感器130和底部温度传感器160,并且被配置成控制升华容器155内的温度。

[0068] 在该实施方案中,控制计算机200可以被可操作地联接到质量流量控制器(MFC)210和压力控制器220,并且被配置成调节质量流量控制器(MFC)210和压力控制器220。控制计算机200被配置成根据标称温度 $T_{\text{标称}}$ (即,用户为了设计CVD工艺使用的温度)和由底部温度传感器160测量的温度之间的差来计算补偿的压力或流量。补偿因子(compensation factor)是前体在 $T_{\text{标称}}$ 时的蒸气压与如由底部温度传感器160测量的在 $T_{\text{升华}}$ 时的蒸气压的比率。流量补偿因子是:

$$[0069] \quad f_{\text{流量}} = \frac{\text{蒸气压}(T_{\text{标称}})}{\text{蒸气压}(T_{\text{升华}})} \quad (3)$$

[0070] 并且压力补偿因子是:

$$[0071] \quad f_{\text{压力}} = \frac{\text{蒸气压}(T_{\text{升华}})}{\text{蒸气压}(T_{\text{标称}})} \quad (4)。$$

[0072] 参照图7,并且还参照图6,用于控制固体前体蒸气源的第二实例的方法700包括所示的阶段。然而,方法700仅是一个实例而非限制性的。方法700可以被改变,例如通过具有添加的阶段、移除的阶段、重排的阶段、组合的阶段、同时进行的阶段,和/或将单个阶段分成多个阶段。

[0073] 在阶段702,方法700包括向载气加热器提供载气,该载气加热器被配置成控制进入升华容器之前的载气的温度,其中升华容器的压力由压力控制装置控制。在实例中,载气入口100可以是用于向载气加热器105提供载气的设备。载气可以是例如氮气、氢气或在化学气相沉积工艺中使用的其他气体。质量流量控制器210可以被用于调节载气进入载气加热器105和升华容器155中的流量。质量流量控制器210和控制计算机200被配置成以受控的流量向升华容器155提供载气。压力控制器220和控制计算机200被配置成控制升华容器155内的压力。流量和压力值可以基于CVD工艺参数和在上文的等式3和等式4中描述的流量补偿因子。

[0074] 在阶段704,方法700包括向升华容器中的前体材料提供载气,其中升华容器包括入口区域和出口区域,所述入口区域和所述出口区域被配置成使得载气能够流过前体材料。在实例中,偏转器或扰流器110可以是用于向前体床150提供载气的设备。升华容器155的入口区域可以被限定为升华容器内靠近前体床150和顶部温度传感器130的区域的区域或体积。升华容器155的出口区域可以被限定为升华容器内靠近前体床150的底部和底部温度传感器160或者在前体床150的底部和底部温度传感器160内的空间的区域或体积。

[0075] 在阶段706,方法700包括对流过升华容器的相应的入口区域和出口区域的载气测量入口载气温度和出口载气温度。顶部温度传感器130和底部温度传感器160可以是用于测

量相应的入口载气温度和出口载气温度的设备。控制计算机200被配置成利用顶部温度传感器130和底部温度传感器160来测量入口区域和出口区域的温度。

[0076] 在阶段708,方法700包括至少部分地基于出口气体温度和与前体材料相关的蒸气压曲线确定补偿的升华容器压力值。控制计算机200可以是用于确定补偿的升华容器压力的设备。底部温度传感器160被用于测量下游温度 $T_{下游}$,并且控制计算机200被配置成基于下游温度和蒸气压曲线确定前体材料的蒸气压。控制计算机200包括基于CVD工艺要求的标称温度($T_{标称}$)和 $T_{标称}$ 所对应的蒸气压。压力补偿因子($f_{压力}$)可以基于前体在 $T_{标称}$ 时的蒸气压与如由底部温度传感器160测量的在 $T_{升华}$ 时的蒸气压的比率被确定,如等式4中所描述的。然后,补偿的升华容器压力值是 $f_{压力}$ 乘以标称压力($P_{标称}$),其中 $P_{标称}$ 基于CVD工艺要求。可选择地,流量补偿因子($f_{流量}$)可以基于前体在 $T_{标称}$ 时的蒸气压与如由底部温度传感器160测量的在 $T_{升华}$ 时的蒸气压的比率被确定,如等式3中所描述的。然后,补偿的升华容器载气流量值是 $f_{流量}$ 乘以标称载气流量($F_{标称}$),其中 $F_{标称}$ 基于CVD工艺要求。

[0077] 在阶段710,方法700包括至少部分地基于前体材料和载气以及补偿的升华容器压力值确定 Δ 温度值。控制计算机200可以是用于确定 Δ 温度值的设备。 Δ 温度值(ΔT)可以基于等式1(例如,(基于 $T_{升华}$ 值的蒸气压/补偿的升华容器压力值)* (前体材料的升华热值/载气的 c_p 值))来计算。

[0078] 在阶段712,方法700包括向载气加热器提供温度控制信号。另外,阶段712可以包括向压力控制器220提供压力控制信号,或者可选择地向MFC 210提供流量控制信号。相应的控制信号至少部分地基于入口载气温度、出口载气温度、补偿的升华容器压力值和 Δ 温度值。控制计算机200可以是用于向载气加热器和压力控制装置220以及流量控制装置210提供控制信号的设备。压力控制信号和流量控制信号基于在阶段708确定的补偿的升华容器压力值和流量值。压力控制器220可以被配置成将升华容器155内的压力保持在补偿的升华容器压力值。可选择地,流量控制器210可以被配置成将升华容器155内的载气流量保持在补偿的升华容器流量值。温度控制信号可以被提供给载气加热器105,以使载气加热器向载气添加能量或从载气中移除能量。例如,载气加热器105可以被配置成使载气的温度近似等于 $T_{下游}$ (如由底部温度传感器160检测到的)和 Δ 温度(ΔT ,如在阶段710计算的)的和。

[0079] 参照图8,并且还参照图6,用于控制第二示例性的固体前体蒸气源中的上游热装置的工艺800包括所示的阶段。然而,工艺800仅是一个实例而非限制性的。工艺800可以被改变,例如通过具有添加的阶段、移除的阶段、重排的阶段、组合的阶段、同时进行的阶段,和/或将单个阶段分成多个阶段。特别地,根据方法700的用流量控制代替压力控制可以被包括在工艺800中。控制计算机200可以是用于执行工艺800的设备。

[0080] 在阶段802,工艺800包括向控制器提供多于一个系统值,所述多于一个系统值包括前体材料的 $T_{升华}$ 值、载气的 c_p 值和蒸气压曲线。控制计算机200可以是用于提供多于一个系统值的设备。例如,控制计算机200可以包括具有包含系统值的一个或更多个数据结构的存储器。这样的数据结构可以从其他(例如,本地的或联网的)电子源获得数据,或者可以由用户界面(例如,用户数据输入)接收数据。在实例中,数据可以经由另一个系统例如CVD工具控制器230来获得。蒸气压曲线可以是数据结构中的值的阵列,该阵列对应于对于不同的前体材料的作为温度的函数的蒸气压值。载气的 c_p 值是载气的定压比热(例如,对于氮气为0.0217Wmin/标准升/开尔文)。 $T_{升华}$ 可以是CVD工艺配方对于前体温度所使用的标称温度。

也就是说,因为升华使前体冷却,所以当工艺运行时,前体的温度将不是 $T_{\text{升华}}$ 。

[0081] 在阶段804,工艺800包括接收标称升华容器压力 $P_{\text{标称}}$ 值。控制计算机200可以是用于接收 $P_{\text{标称}}$ 值的设备。 $P_{\text{标称}}$ 值可以是CVD工艺对于前体压力所使用的标称压力。例如, $P_{\text{标称}}$ 值可以从CVD工具控制器230接收,或者由用户输入到控制计算机200。 $P_{\text{标称}}$ 值以及在工艺800中使用的其他系统值可以经由其他电子介质来提供,其他电子介质例如如本领域中已知的本地的和/或远程的存储装置。

[0082] 在阶段806,工艺800包括确定基于下游温度传感器的 $T_{\text{下游}}$ 值。控制计算机200可以是用于确定 $T_{\text{下游}}$ 值的设备。下游温度传感器160被可操作地联接到控制计算机200,并且被配置成提供在靠近前体床150的底部的区域中的温度读数。

[0083] 在阶段808,工艺800包括至少部分地基于 $T_{\text{下游}}$ 值、 $T_{\text{升华}}$ 值、 $P_{\text{标称}}$ 值和蒸气压曲线计算补偿的压力值。控制计算机200可以是用于计算补偿的压力值的设备。下游温度传感器160被配置成测量 $T_{\text{下游}}$ 值,并且控制计算机200被配置成基于 $T_{\text{下游}}$ 值和蒸气压曲线确定前体材料的蒸气压。压力补偿因子($f_{\text{压力}}$)可以基于前体在 $T_{\text{下游}}$ 时的蒸气压除以在 $T_{\text{升华}}$ 时的蒸气压的比率被确定(其中蒸气压值基于蒸气压曲线)。然后,补偿的压力值是 $f_{\text{压力}}$ 乘以标称压力($P_{\text{标称}}$)。该结果确定了前体浓度。

[0084] 在阶段810,工艺800包括向压力控制器提供补偿的压力值。控制计算机200可以是用于提供补偿的压力值的设备。在实例中,控制计算机200被可操作地联接到压力控制器220,并且被配置成提供控制信号以调节升华容器155内的压力。因此,控制计算机200被配置成基于计算的补偿的压力值控制升华容器压力。

[0085] 在阶段812,工艺800包括基于载气的 c_p 值、前体材料的升华热值、基于 $T_{\text{下游}}$ 值的蒸气压值和补偿的压力值计算 $\Delta - T$ 值。控制计算机200可以是用于计算 $\Delta - T$ 值的设备。例如, $\Delta - T$ 值(ΔT)可以基于等式1(例如,(基于 $T_{\text{下游}}$ 值的蒸气压/补偿的压力值)*(前体材料的升华热值/载气的 c_p 值))来计算。

[0086] 在阶段814,工艺800包括确定基于上游温度传感器的 $T_{\text{上游}}$ 值。控制计算机200可以是用于确定 $T_{\text{上游}}$ 值的设备。上游温度传感器130被可操作地联接到控制计算机200,并且被配置成感测升华容器155中的前体床150的顶部的区域中的温度。

[0087] 在阶段816,工艺800包括计算误差值,该误差值等于 $T_{\text{下游}}$ 值加上 $\Delta - T$ 值减去 $T_{\text{上游}}$ 值。控制计算机200可以是用于确定误差值的设备。误差值是由上游温度传感器130测量的温度与在阶段802提供的 $T_{\text{升华}}$ 值和阶段812计算的 $\Delta - T$ 值的总和之间的差(即,误差值= $(T_{\text{下游}} + \Delta T) - T_{\text{上游}}$)。

[0088] 在阶段818,工艺800包括基于误差值计算输出值。控制计算机200可以是用于计算输出值的设备。输出值可以是基于误差值的大小的一個或更多个数字控制信号或模拟控制信号,并且被配置成调节上游热装置130和/或载气加热器105的操作(例如,增加或减少温度输出),以便最小化误差值。

[0089] 在阶段820,工艺800包括基于输出值控制上游热装置。控制计算机200可以是控制上游热装置的设备。在实例中,上游热装置可以是载气加热器105。控制计算机200可以被配置成控制载气加热器105和/或上游热装置120的热。通常,输出值基于当前的 $T_{\text{上游}}$ 值与编程设定的 $T_{\text{下游}}$ 值和计算的 $\Delta - T$ 值的总和(即, $T_{\text{下游}} + \Delta T$)之间的差。控制计算机200被配置成改变载气加热器105和/或上游热装置120的温度,以允许上游温度传感器130的区域中的温度等

于 $T_{\text{下游}}$ 值和计算的 ΔT 值的总和(即, $T_{\text{下游}} + \Delta T$)。

[0090] 工艺800可以返回到阶段804,以继续控制载气加热器105和上游热装置120。

[0091] 在操作中,控制计算机200可以用包括接收 $T_{\text{升华}}$ 、前体材料信息和载气信息的算法来编程。可以将载气的流量调节至期望值。该算法可以测量下游温度($T_{\text{下游}}$),计算在 $T_{\text{下游}}$ 时的蒸气压 $VP(T_{\text{下游}})$,并且计算等于 $VP(T_{\text{下游}})/VP(T_{\text{升华}})$ 的流量比率(f)。标称压力($P_{\text{标称}}$)可以从CVD工具控制器230、用户或其他源接收。该算法可以向压力控制器220发送控制信号,以将升华容器压力调节至等于流量比率(f)乘以 $P_{\text{标称}}$ 的值。该算法可以使用等式1由 $VP(T_{\text{下游}})$ 、升华容器压力、升华热和载气的 c_p 计算 ΔT 。该算法可以对载气添加或减去能量(例如,经由载气加热器105和/或上游热装置120),以在上游温度传感器130周围的区域中等于 $T_{\text{下游}} + \Delta T$ 。该算法可以基于来自上游温度传感器130和下游温度传感器160的输入来反复地将上游温度调节至 $T_{\text{下游}} + \Delta T$ 。

[0092] 参照图9A-图9D,示出了偏转器/扰流器110的实例。通常,偏转器/扰流器110被设计成将进入的载气的射流的流分散在前体床150上。偏转器/扰流器110被配置成有助于在前体床150的上游表面上方提供均匀温度的载气。例如,偏转器/扰流器110可以被配置成减少具有不同温度的载气的稳定流(stationary current)的形成。在图9A-图9D中示出了示例性的偏转器/扰流器110的多种设计。图9A是由适当的材料例如不锈钢(但是可以使用其他合适的材料例如陶瓷、塑料或玻璃)制成的板902。圆板902作为实例被示出,但是板902可以是以任何多边形的形状或者不规则的形状。板902的上表面可以用多于一个结构902a粗糙化。在实例中,每种结构可以是0.1mm至5mm的尺寸,并且从板向外延伸。在实例中,板902可以通过用三棱锥形冲压机(triangular pyramidal punch)从底部刺穿材料的片材来制造。该过程产生了三角形翼片(triangular tab),这些三角形翼片从片材以一定角度上升。在实例中,邻近载气入口的扰流器板的区域可以不被刺穿。未刺穿的中心的直径可以与载气入口的开口一样小,并且可以与盘本身一样大。图9B是由丝网构造的扰流器904。网的间距可以在0.1mm和5mm之间。邻近载气出现的位置的点可以被板904a覆盖,可以与载气端口的直径一样小,或者它可以朝向网的边缘延伸。图9C是扰流器906,其包括在侧壁中具有孔的管。在实例中,孔的直径可以在0.1mm和5mm之间。管的一端被封闭,另一端被连接到载气入口端口。在实例中,扰流器906可以包括烧结的材料,该烧结的材料被配置成分散流入管中的载气。图9D是扰流器908,该扰流器908是90度弯头。

[0093] 参照图10,并且还参照图3和图6,示出了用于具有温度传感管1002的前体蒸气源的升华容器(例如,鼓泡器)1000的实例的示意图。图10中的前体蒸气源类似于图3和图6中描述的前体蒸气源,并且添加了温度传感管1002。温度传感管1002可以包括如先前描述的上游温度传感器130和下游温度传感器160。温度传感管1002还可以包括在上游温度传感器130和下游温度传感器160之间的多个温度传感器。盖107可以被配置成当盖107被移除时容纳温度传感管1002(即,盖107可以独立于管1002被移除)。在实例中,温度传感管1002可以被附连到盖107,并且这两个部件可以一起移除。此外,升华容器1000可以被构造成使得顶部或盖(lid)经由凸缘被附接,并且可以被移除以完全进入容器(例如,鼓泡器)的内部。

[0094] 如图11中图示的计算机系统作为先前描述的计算机化的装置(例如控制计算机200和CVD工具控制器)的一部分并入。图11提供了计算机系统1100的一种实施方案的示意性图示,该计算机系统1100可以执行如本文描述的由多种其他实施方案提供的方法、工艺

和算法。应当注意,图11仅意图提供多种部件的概括说明,这些部件中的任何或全部可以视情况而定被使用。因此,图11宽泛地图示了如何可以以相对分离的或相对更集成的方式实现单独的系统元件。

[0095] 计算机系统1100被示出为包括可以经由总线1105电联接(或者视情况而定,可以以其他方式通信)的硬件元件。硬件元件可以包括:一个或更多个处理器1110,该处理器1110包括而限于一个或更多个通用处理器和/或一个或更多个专用处理器(例如数字信号处理芯片、图形加速处理器和/或类似的处理器);一个或更多个输入装置1115,该输入装置1115可以包括而限于鼠标、键盘和/或类似的;以及一个或更多个输出装置1120,该输出装置1120可以包括而限于显示装置、打印机和/或类似的。

[0096] 计算机系统1100还可以包括一个或更多个非暂时性存储装置1125(和/或与一个或更多个非暂时性存储装置1125通信),该非暂时性存储装置1125可以包括而限于本地的和/或联网的可访问的存储设备(accessible storage),和/或可以包括而限于磁盘驱动器、驱动器阵列、光存储装置、固态存储装置例如随机存取存储器(“RAM”)和/或只读存储器(“ROM”),它们可以是可编程的、可闪存更新的(flash-updateable)和/或类似的。这样的存储装置可以被配置成实现任何适当的数据存储,包括而限于多种文件系统、数据库结构和/或类似的。

[0097] 计算机系统1100还可以包括通信子系统1130,该通信子系统1130可以包括而限于调制解调器、网卡(无线的或有线的)、红外通信装置、无线通信装置和/或芯片组(例如蓝牙装置、802.11装置、WiFi装置、WiMax装置、蜂窝通信设施等),和/或类似的。通信子系统1130可以允许与网络(例如下文描述的网络,仅举一个实例)、其他计算机系统和/或本文描述的任何其他装置交换数据。在许多实施方案中,计算机系统1100还将包括工作存储器1135,该工作存储器1135可以包括如上文描述的RAM或ROM装置。

[0098] 计算机系统1100还可以包括示出为当前位于工作存储器1135内的软件元件,包括操作系统1140、设备驱动程序、可执行程序库(executable library)和/或其他代码,例如一个或更多个应用程序1145,它们可以包括由多种实施方案提供的计算机程序,和/或可以被设计成实现由其他实施方案提供的如本文描述的方法和/或配置系统。仅通过实例的方式,关于上文论述的方法所描述的一个或更多个程序可以按照计算机(和/或计算机内的处理器)可执行的代码和/或指令来实现;然后,在一个方面中,这样的代码和/或指令可以被用于配置和/或适配(adapt)通用计算机(或其他装置)以根据所描述的方法执行一个或更多个操作。

[0099] 一组这些指令和/或代码可以存储在计算机可读存储介质上,例如上文描述的存储装置1125。在一些情况下,存储介质可以并入计算机系统中,例如系统1100。在其他实施方案中,存储介质可以与计算机系统(例如,诸如光盘(compact disc)的可移动介质)分开,和/或以安装包(installation package)的形式提供,使得存储介质可以用于对其上存储有指令/代码的通用计算机进行编程、配置和/或适配。这些指令可以采取可执行代码的形式,所述可执行代码可由计算机系统1100执行,和/或可以采取源代码和/或可安装代码(installable code)的形式,所述源代码和/或可安装代码在编译和/或安装在计算机系统1100上时(例如,使用多种通常可用的编译器、安装程序、压缩/解压缩实用程序等中的任何一种)然后采用可执行代码的形式。

[0100] 对本领域中的技术人员将明显的是,可以根据具体要求作出显著变化。例如,还可以使用定制的硬件,和/或特定的元件可以在硬件、软件(包括可移植软件,例如小应用程序(applet)等)或两者中实现。此外,可以采用与诸如网络输入/输出装置的其他计算装置的连接。

[0101] 如上文所提及的,在一个方面中,一些实施方案可以采用计算机系统(例如计算机系统1100)来执行根据本发明的多种实施方案的方法。根据一组实施方案,这样的方法中的一些或所有的程序通过计算机系统1100执行,所述计算机系统1100响应于处理器1110执行包含在工作存储器1135中的一个或多个指令(其可以并入操作系统1140和/或其他代码,例如应用程序1145中)的一个或多个序列。这样的指令可以从另一种计算机可读介质例如,存储装置1125中的一种或更多种读取到工作存储器1135中。仅通过实例的方式,包含在工作存储器1135中的指令序列的执行可以导致处理器1110执行本文描述的方法的一个或多个程序。

[0102] 如本文使用的术语“机器可读介质”和“计算机可读介质”指的是参与提供使机器以特定方式操作的数据的任何介质。在使用计算机系统1100实现的实施方案中,多种计算机可读介质可以涉及向处理器1110提供用于执行的指令/代码,和/或可以用于存储和/或携带这样的指令/代码(例如,作为信号)。在许多实施方式中,计算机可读介质是物理存储介质和/或有形存储介质。这样的介质可以采取多种形式,包括但不限于非易失性介质、易失性介质和传输介质。非易失性介质包括例如光盘和/或磁盘,例如存储装置1125。易失性介质包括而不限干动态存储器,例如工作存储器1135。传输介质包括而不限干同轴电缆、铜线和光纤,包括构成总线1105的线以及通信子系统1130的多种部件(和/或通信子系统1130通过其提供与其他装置的通信的介质)。因此,传输介质还可以采取波的形式(包括而不限干无线电波、声波和/或光波,例如在无线电波和红外数据通信期间产生的那些)。

[0103] 物理计算机可读介质和/或有形计算机可读介质的常见形式包括,例如,软盘(floppy disk)、柔性盘(flexible disk)、硬盘、磁带或任何其他磁介质、CD-ROM、任何其他光学介质、RAM、PROM、EPROM、FLASH-EPROM、任何其他存储器芯片或盒(cartridge)、如下文描述的载波、或计算机可以从其中读取指令和/或代码的任何其他介质。

[0104] 多种形式的计算机可读介质可以涉及将一个或多个指令的一个或多个序列携带到处理器1110用于执行。仅通过实例的方式,指令最初可以携带在远程计算机的磁盘和/或光盘上。远程计算机可以将指令加载到其动态存储器中,并且将指令作为信号经传输介质发送,以由计算机系统1100接收和/或执行。根据本发明的多种实施方案,可以呈电磁信号、声信号、光信号和/或类似信号的形式这些信号都是指令可以在其上被编码的载波的实例。

[0105] 通信子系统1130(和/或其部件)通常将接收信号,并且然后总线1105可以将信号(和/或由信号携带的数据、指令等)携带到工作存储器1135,处理器1110从工作存储器1135中检索并且执行指令。由工作存储器1135接收的指令可以任选地在由处理器1110执行之前或之后被存储在存储装置1125上。

[0106] 其他实例和实施方式在本公开内容和所附权利要求的范围和精神内。例如,由于软件和计算机的性质,上文描述的功能可以使用由处理器执行的软件、硬件、固件、硬连线(hardwiring)或这些的任何的组合来实现。实现功能的特征还可以在物理上位于多个位

置,包括被分布成使得部分功能在不同的物理位置实现。

[0107] 此外,如本文使用的,如在以“至少一个”开头或以“一个或更多个”开头的项目的列表中使用的“或”表示分离的列表(disjunctive list),使得例如,“A、B或C中的至少一个”的列表、或“A、B或C中的一个或更多个”的列表、或“A、B或C或其组合”意指A或B或C或AB或AC或BC或ABC(即,A和B和C),或具有多于一个特征的组合(例如,AA、AAB、ABBC,等)。

[0108] 如本文使用的,除非另外说明,否则功能或操作“基于”项目或条件的陈述意指功能或操作基于所陈述的项目或条件,并且可以基于除了所陈述的项目或条件之外的一个或更多个项目和/或条件。

[0109] 可以根据具体要求作出显著变化。例如,还可以使用定制的硬件,和/或特定的元件可以在硬件、软件(包括可移植软件,例如小应用程序等)或两者中实现。此外,可以采用与诸如网络输入/输出装置的其他计算装置的连接。

[0110] 上文论述的方法、系统和装置是实例。多种配置可以视情况而定省略、替换或添加多个程序或部件。例如,在可选择的配置中,可以以不同于所描述的顺序来执行方法,并且可以添加、省略或组合多种步骤。此外,关于某些配置描述的特征可以在多种其他配置中组合。配置的不同方面和元件可以以类似的方式组合。此外,技术进展,并且因此,许多元件是实例,并且不限制本公开内容或权利要求的范围。

[0111] 具体细节在描述中给出以提供对示例性配置(包括实施方式)的全面理解。然而,配置可以在没有这些具体细节的情况下被实施。例如,众所周知的电路、工艺、算法、结构和技术已经被示出而没有不必要的细节,以避免使配置模糊。本描述仅提供示例性配置,并且不限制权利要求的范围、适用性或配置。相反,对配置的前述描述提供了用于实现所描述的技术的描述。在元件的功能和排列中可以作出多种改变,而不偏离本公开内容的精神或范围。

[0112] 此外,配置可以作为被描绘为流程图或框图的过程被描述。尽管每一个都可以将操作描述为相继的过程,但是一些操作可以并行或同时地执行。此外,可以重排操作的顺序。工艺可以具有图中未包括的另外的阶段或功能。此外,方法的实例可以通过硬件、软件、固件、中间件(middleware)、微码、硬件描述语言或其任何组合来实现。当以软件、固件、中间件或微码实现时,执行任务的程序代码或代码段可以被存储在非暂时性计算机可读介质例如存储介质中。处理器可以执行所描述的任务中的一个或更多个。

[0113] 在附图中示出和/或在本文中论述的彼此连接、联接(例如,通信联接)或通信的部件,功能性的或是以其他方式的,都被可操作地联接。也就是说,它们可以直接地或间接地、有线地和/或无线地连接,以实现它们之间的信号传输。

[0114] 已经描述了若干示例性配置,在不偏离本公开内容的精神的情况下可以使用多种修改、可选择的构造和等同物。例如,上文的元件可以是更大系统的部件,其中其他规则可以优先于本发明的应用或者以其他方式修改本发明的应用。此外,在考虑上文的元件之前、期间或之后,可以进行许多操作。因此,上文的描述不约束(bound)权利要求的范围。

[0115] 如本文在提及可测量的值例如量、时距(temporal duration)和类似值时使用的“约”和/或“近似”在本文描述的系统、装置、电路、方法和其他实施方式的上下文中视情况而定涵盖从指定值的 $\pm 20\%$ 或 $\pm 10\%$ 、 $\pm 5\%$ 或 $\pm 0.1\%$ 的变化。如本文在提及可测量的值例如量、时距、物理属性(例如频率)和类似值时使用的“显著地”在本文描述的系统、装置、

电路、方法和其他实施方式的上下文中视情况而定也涵盖从指定值的 $\pm 20\%$ 或 $\pm 10\%$ 、 $\pm 5\%$ 或 $\pm 0.1\%$ 的变化。

[0116] 此外,可以公开多于一个发明。

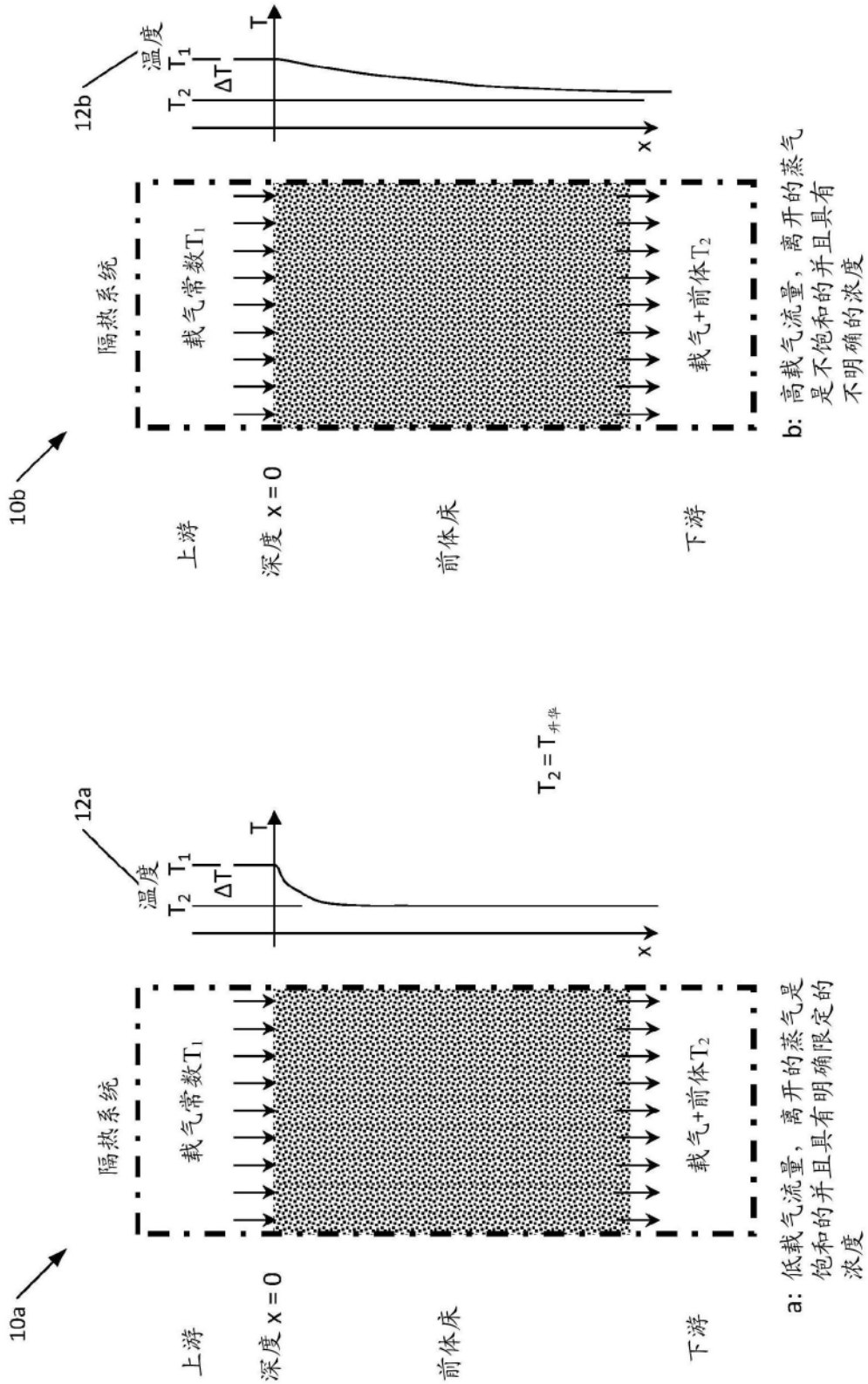


图1

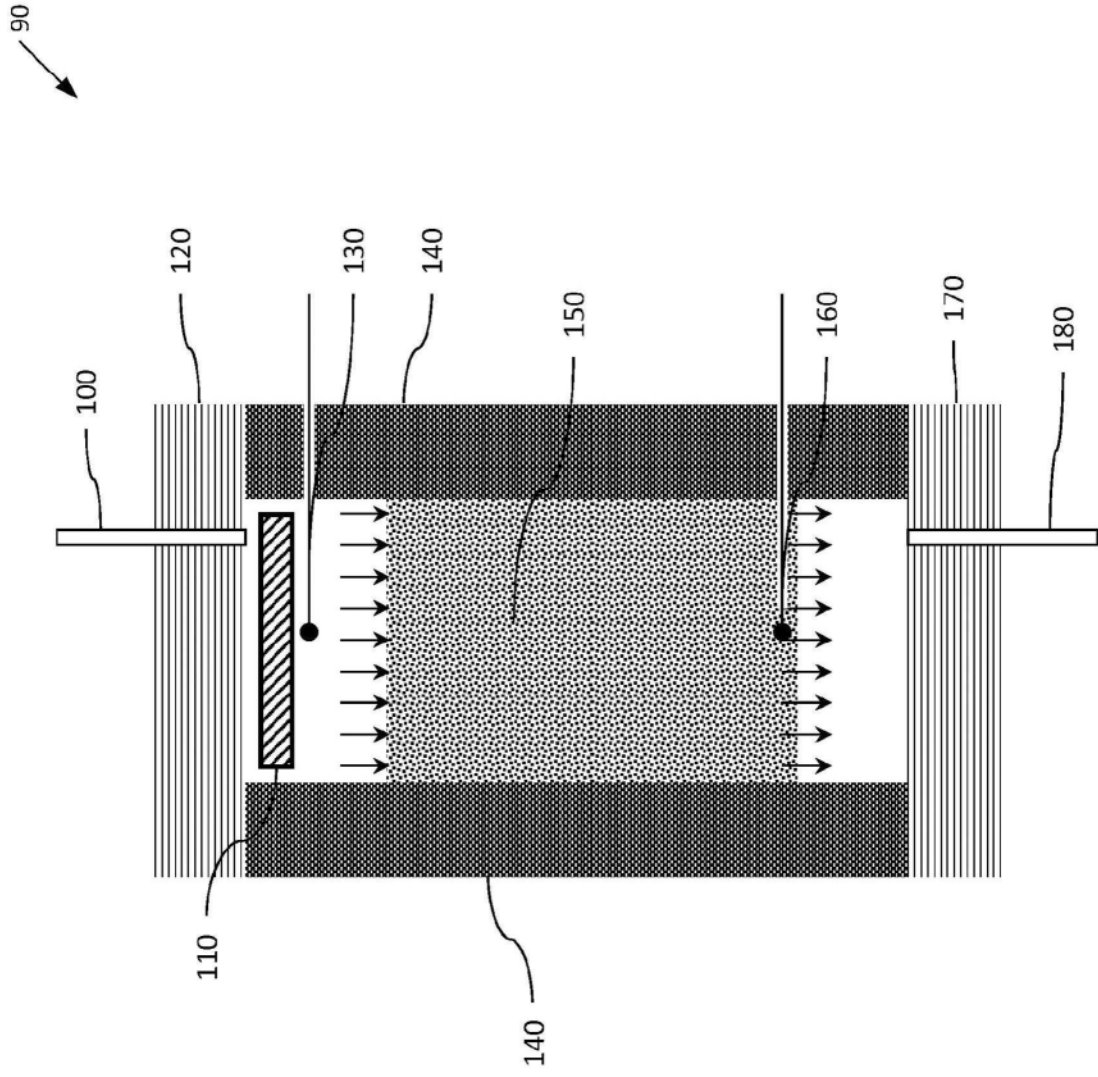


图2

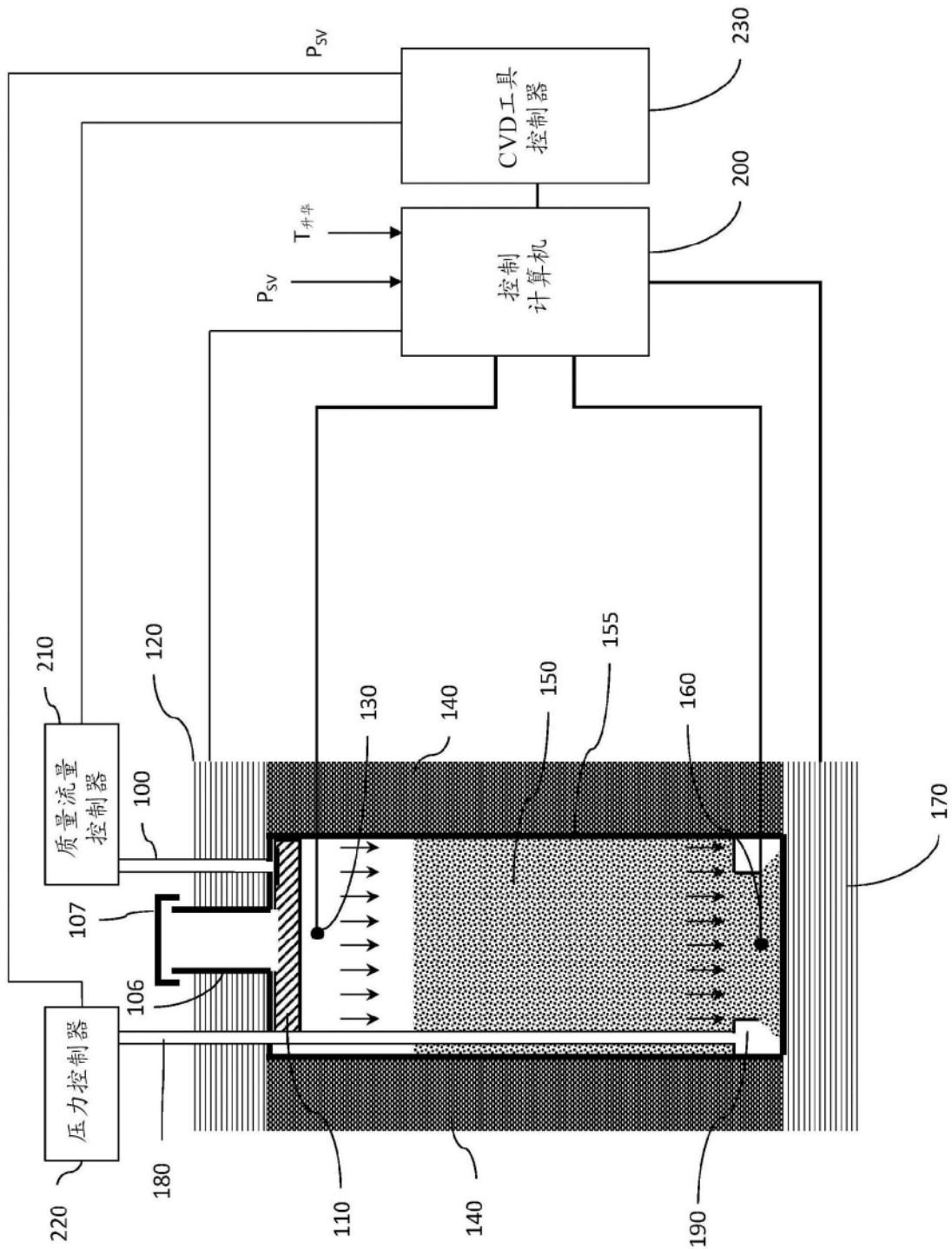


图3

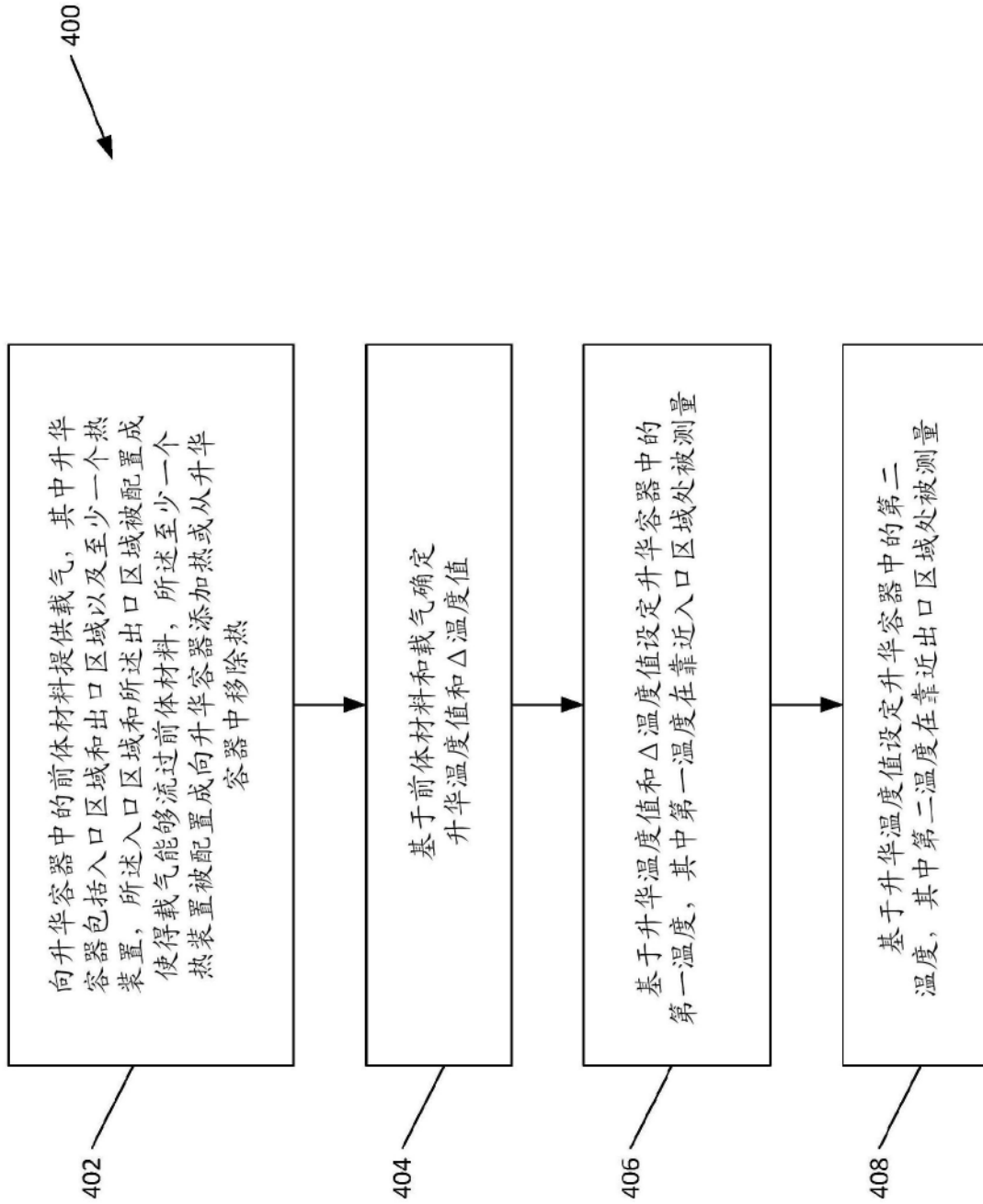


图4

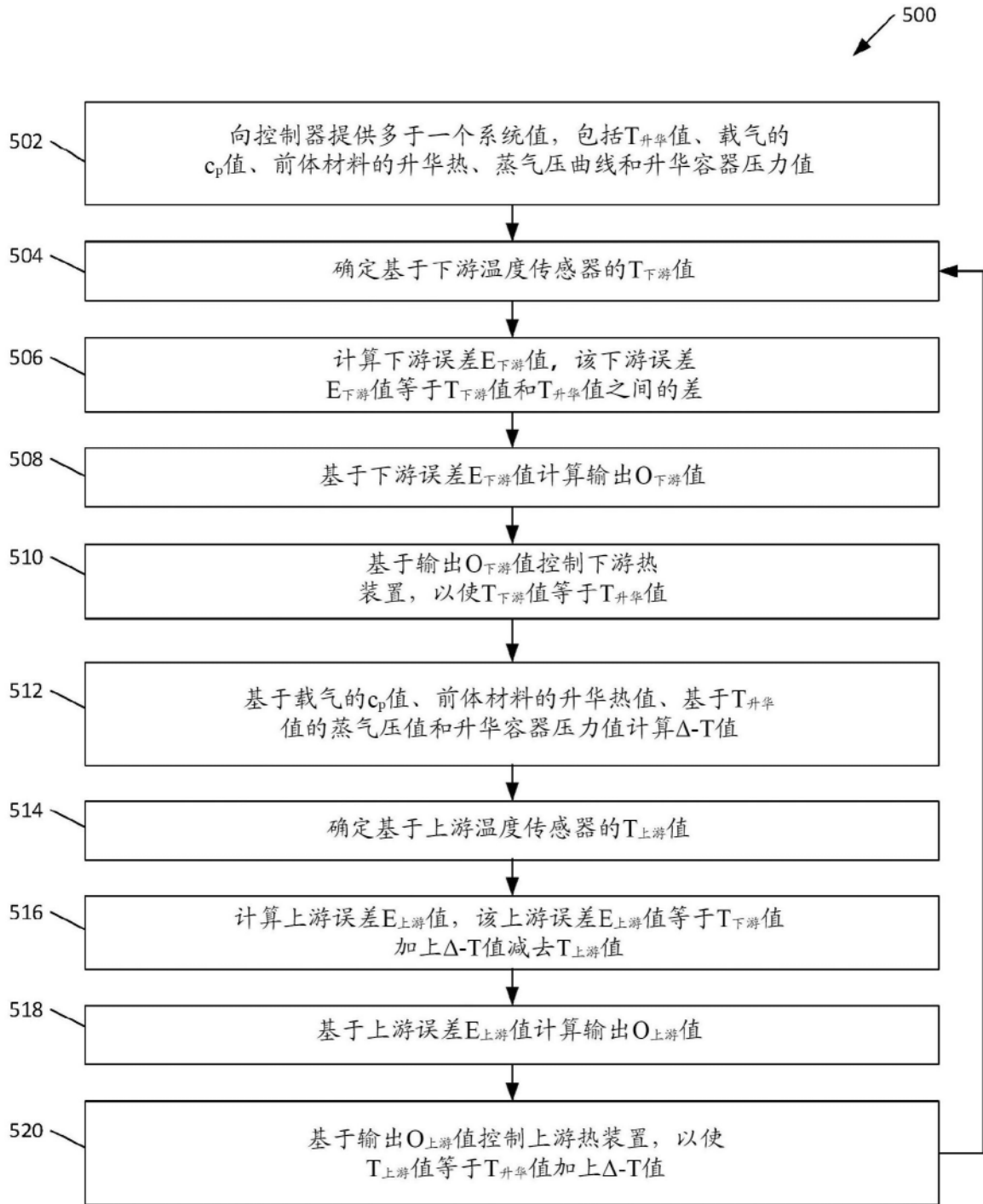


图5

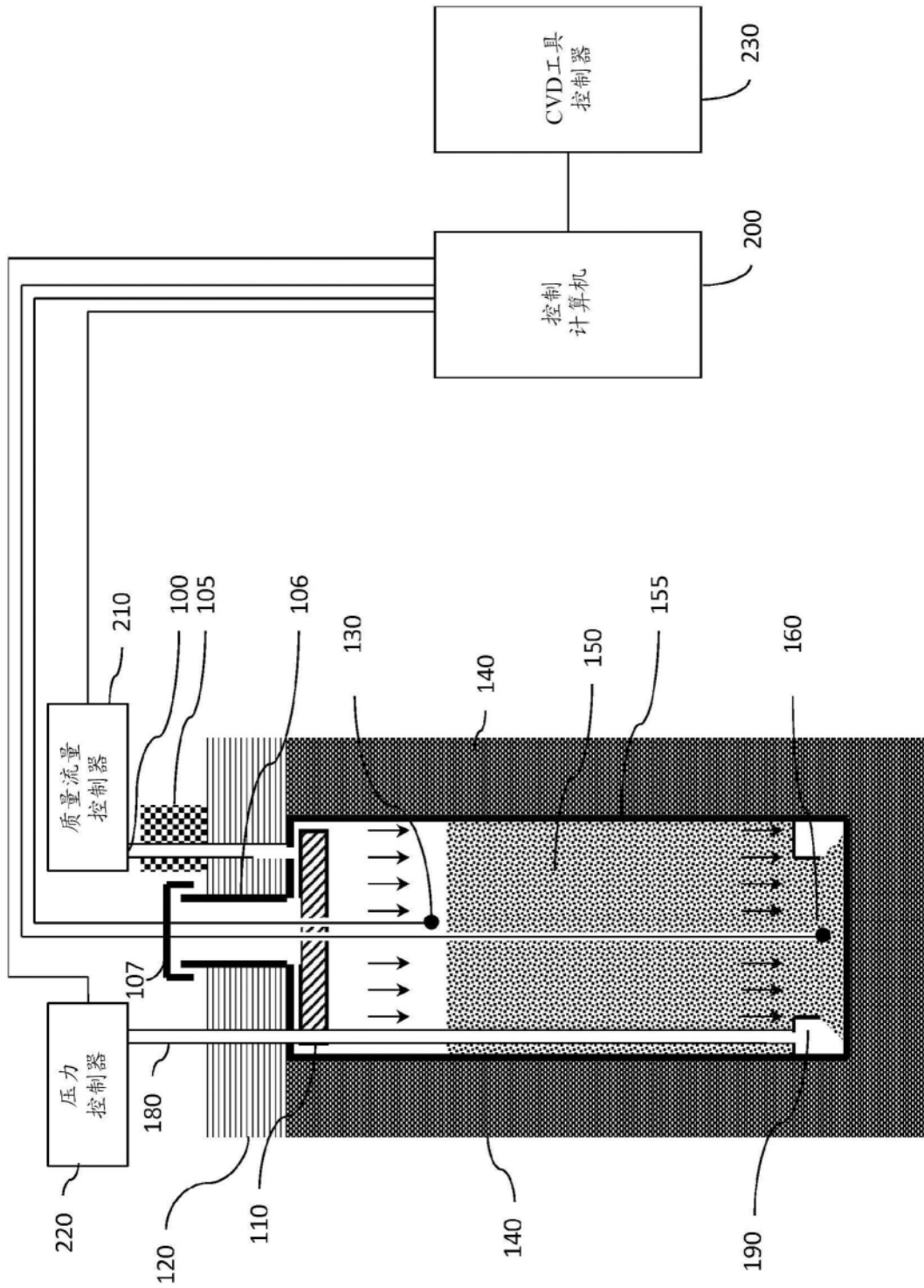


图6

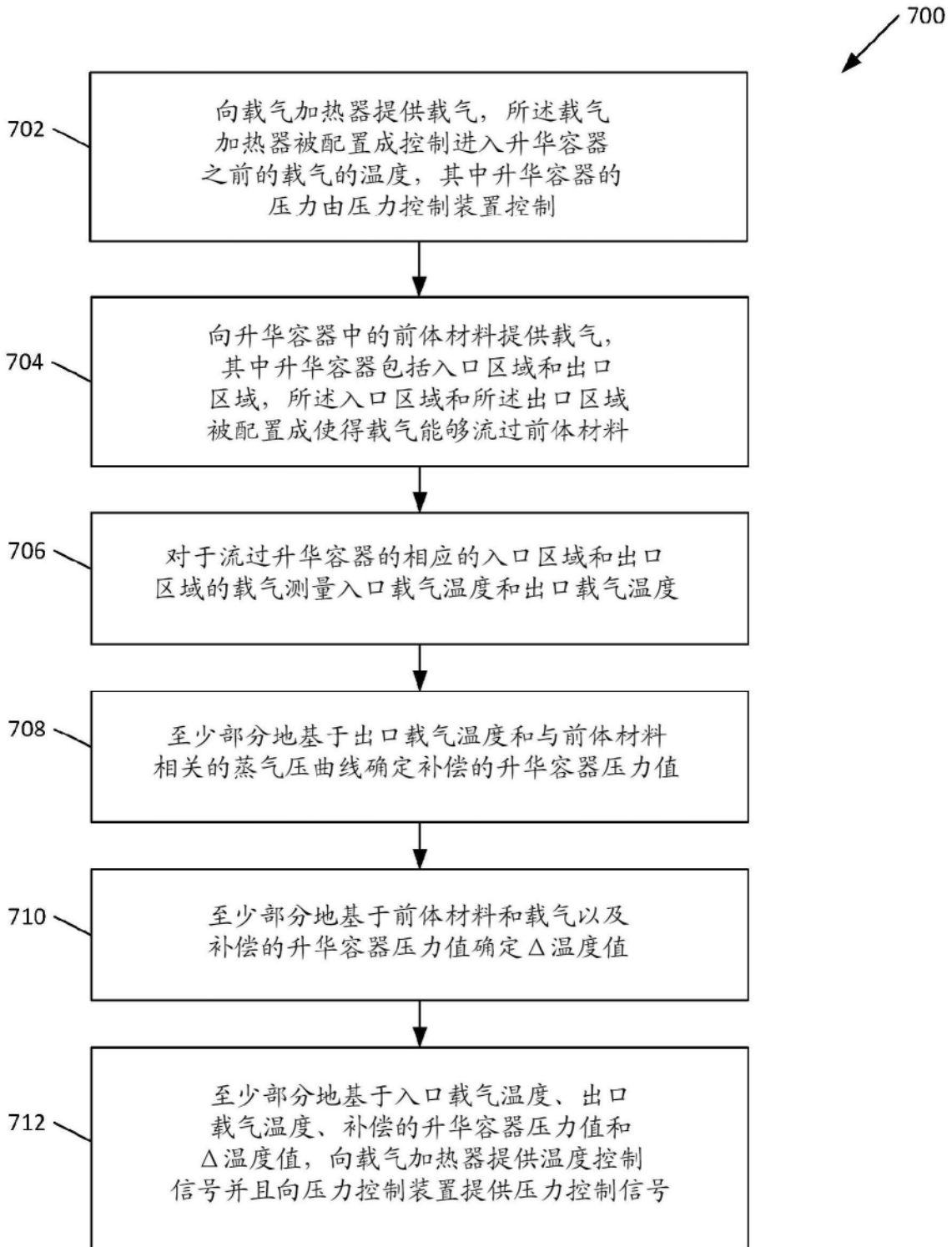


图7

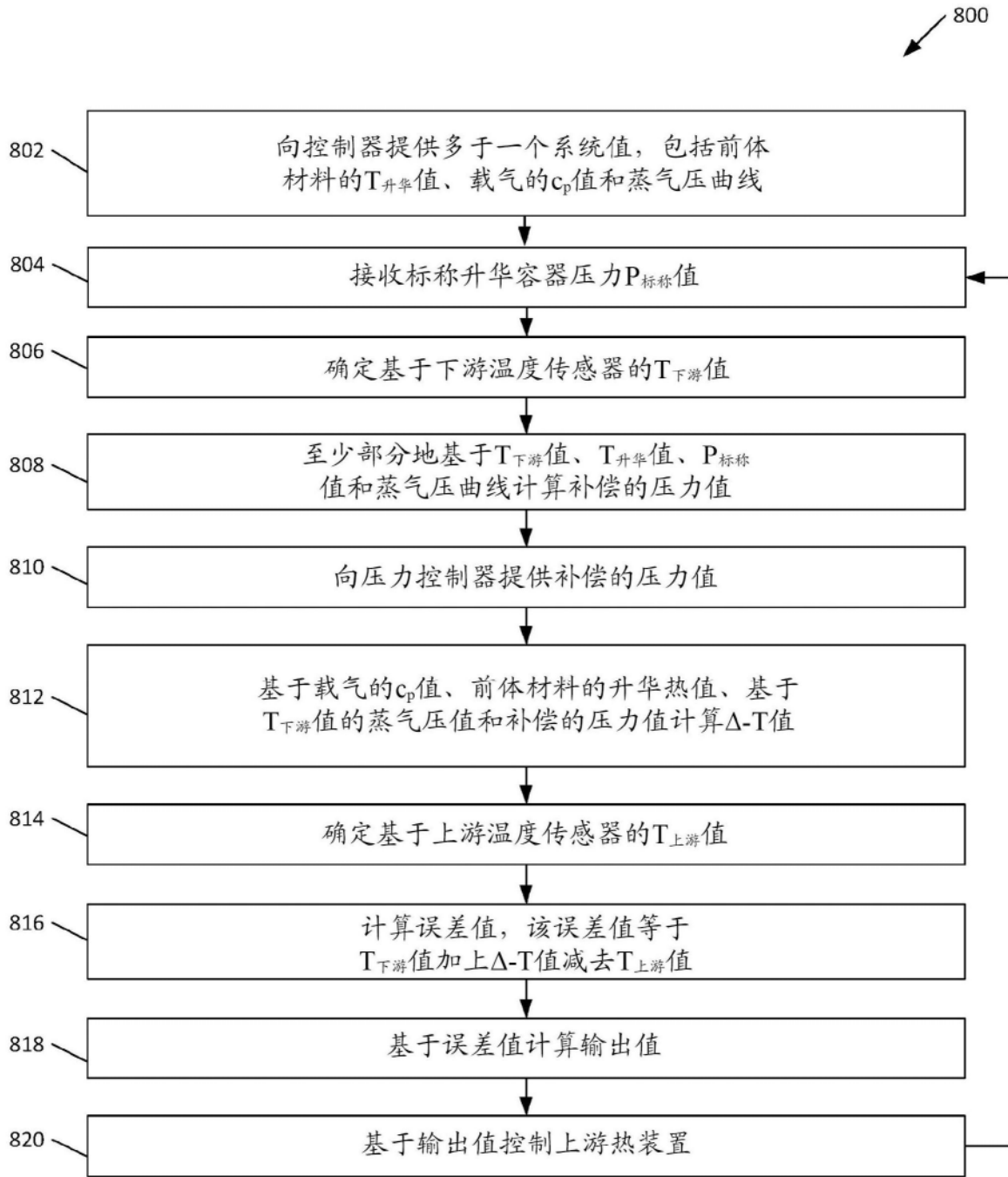


图8

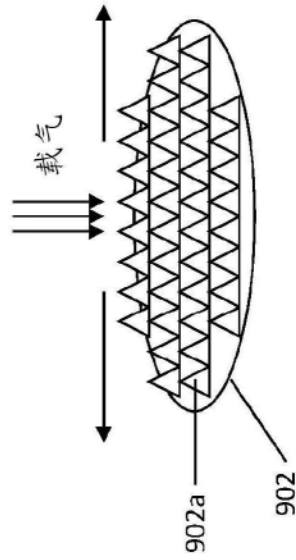


图9A

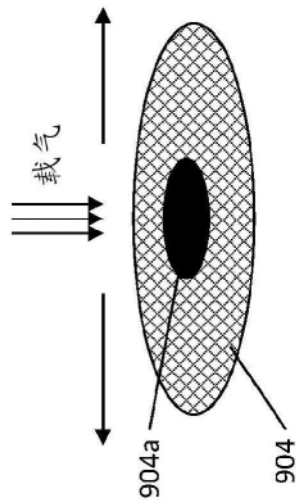


图9B

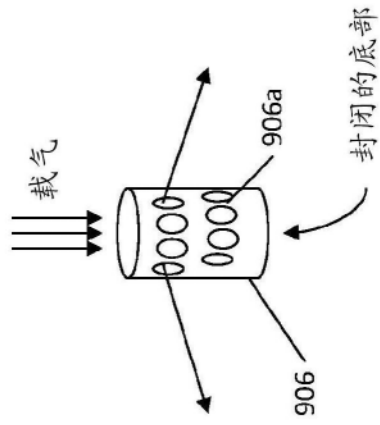


图9C

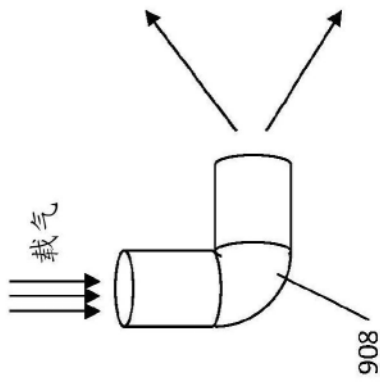


图9D

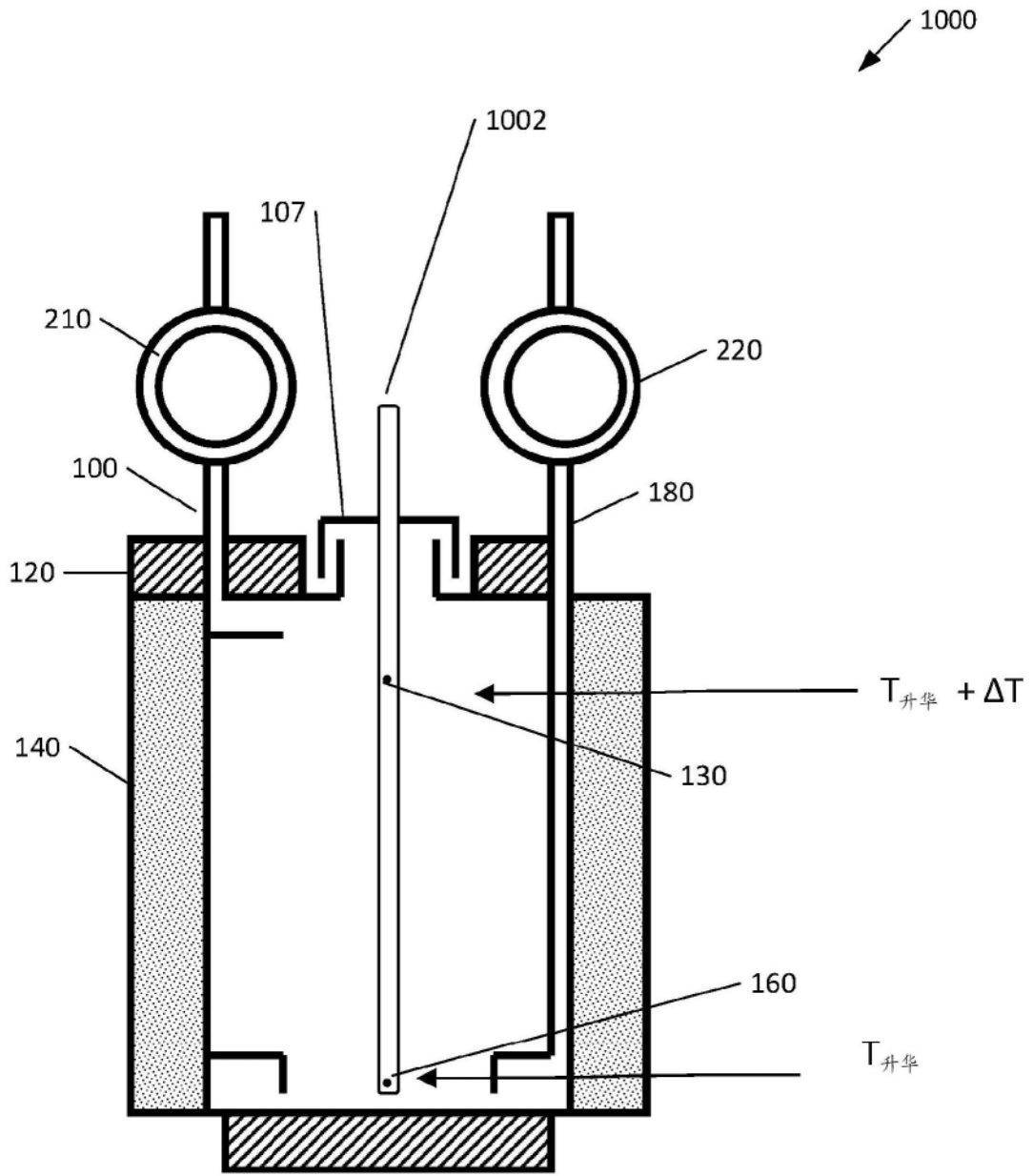


图10

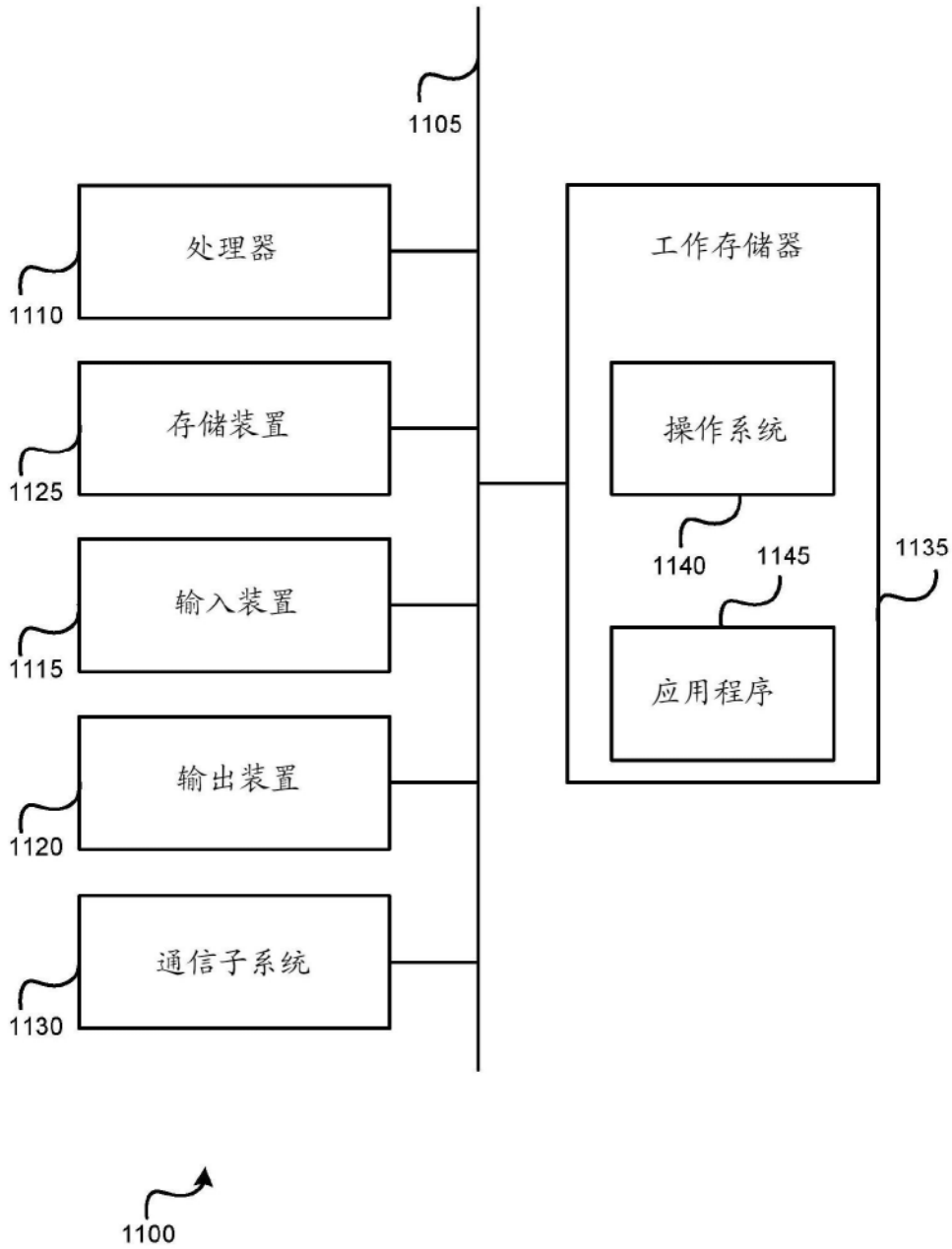


图11