

發明專利說明書

(本申請書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：96120792

※申請日期：96年06月08日

※IPC分類：

F17D 1/02 (2006.01)

F17D 3/01 (2006.01)

C23C 16/45 (2006.01)

H01L 21/20 (2006.01)

一、發明名稱：

(中) 原料之氣化供給裝置及其使用之自動壓力調整裝置
(英)

二、申請人：(共 1 人)

1. 姓名：(中) 富士金股份有限公司
(英) FUJIKIN INCORPORATED

代表人：(中) 1. 小川洋史
(英) 1. OGAWA, HIROSHI

地址：(中) 日本國大阪府大阪市西區立賣堀二丁目三番二號
(英) 3-2, Itachibori 2-chome, Nishi-ku, Osaka-shi, Osaka,
5500012 Japan

國籍：(中英) 日本 JAPAN

三、發明人：(共 7 人)

1. 姓名：(中) 平田薰
(英) HIRATA, KAORU

國籍：(中) 日本
(英) JAPAN

2. 姓名：(中) 永瀨正明
(英) NAGASE, MASAOKI

國籍：(中) 日本
(英) JAPAN

3. 姓名：(中) 日高敦志
(英) HIDAKA, ATSUSHI

國籍：(中) 日本
(英) JAPAN

4. 姓名：(中) 松本篤諮
(英) MATSUMOTO, ATSUSHI

國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

5. 姓 名：(中) 土肥亮介
(英) DOHI, RYOUSUKE
國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

6. 姓 名：(中) 西野功二
(英) NISHINO, KOUJI
國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

7. 姓 名：(中) 池田信一
(英) IKEDA, NOBUKAZU
國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ; 2006/06/27 ; 2006-177113 有主張優先權

國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

5. 姓 名：(中) 土肥亮介
(英) DOHI, RYOUSUKE
國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

6. 姓 名：(中) 西野功二
(英) NISHINO, KOUJI
國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

7. 姓 名：(中) 池田信一
(英) IKEDA, NOBUKAZU
國 籍：(中) 日本
(英) JAPAN

四、聲明事項：

◎本案申請前已向下列國家(地區)申請專利 主張國際優先權：

【格式請依：受理國家(地區)；申請日；申請案號數 順序註記】

1. 日本 ; 2006/06/27 ; 2006-177113 有主張優先權

九、發明說明

【發明所屬之技術領域】

本發明是關於利用所謂有機金屬化學氣相成長法（以下稱 MOCVD 法）以在基板上形成薄膜的半導體製造裝置的原料氣化供給裝置，特別是關於藉由高精度控制原料槽內的內壓，使原料蒸氣和運載氣體的混合比成爲一定，並且藉由將設定流量控制成正確流量的混合氣體供給至處理室，就能夠生產能率佳地製造高品質半導體的原料之氣化供給裝置及其使用之自動壓力調整裝置。

【先前技術】

利用 MOCVD 法形成原料磊晶薄膜的半導體製造，習知以來如第 9 圖所示，多數採用的方法是於儲放在原料槽 5 的原料 4 內導入 H_2 等運載氣體 G_1 ，利用發泡攪拌液狀原料 4 的同時使原料 4 接觸運載氣體 G_1 以促進指定溫度之原料 4 的飽和蒸氣 G_4 形成，使該原料 4 的飽和蒸氣 G_4 和運載氣體 G_1 的混合氣體 G_0 導入處理室 11 內。此外，於上述第 9 圖中，構成爲液體狀原料（例如：有機金屬化合物）4 儲放在原料槽 5 內，但也有普遍採用的方法是於原料槽 5 內，填充已於多孔性承持材承持有原料的固定原料 4，使用從該固體原料形成昇華的氣體。

另，於第 9 圖中，圖號 G_1 爲運載氣體，圖號 G_4 爲飽和蒸氣，圖號 G_0 爲混合氣體，圖號 1 爲氫等運載氣體源（容器），圖號 2 爲減壓裝置，圖號 3 爲質量流量控制裝

置，圖號 4 為原料，圖號 5 為原料槽，圖號 6 為恆溫槽，圖號 7 為入口閥，圖號 8 為導入管，圖號 9 為出口閥，圖號 10 為閥，圖號 11 為處理室（晶體成長爐），圖號 12 為加熱器，圖號 13 為基板，圖號 14 為真空泵浦。

但是，該第 9 圖的裝置，因是利用恆溫槽 6 的溫度即原料 4 的飽和蒸氣 G_4 的壓力控制和運載氣體 G_1 的流量控制之重疊控制的方式，控制欲供給至處理室 11 的磊晶原料之原料 4 的供給量，所以現狀是難以高精度控制兩氣體 G_1 和 G_4 的混合比或混合氣體 G_0 的供給流量。其結果，導致膜厚或膜組成容易產生不均勻，以致所製造的半導體特性不穩定，有所謂特性不均的難題。

此外，於第 9 圖所示構成的原料氣化供給裝置，將原料槽 5 內的蒸氣 G_4 壓力經常保持成一定的設定值是達成混合氣體 G_0 高精度流量控制的必須條件。但是，習知的氣化供給裝置，對於欲供給至處理室 11 的混合氣體供給系統只設有閥 9、10，對上述必須條件完全不加以考量。其結果，混合氣體 G_0 供給量的高精度控制就明顯變困難。

因此，如第 10 圖所示，就開發有已供實用的原料供給量控制方式，即，是將原料蒸氣 G_4 的供給系統和運載氣體 G_1 的供給系統完全分離，各別獨立進行原料蒸氣 G_4 的供給量控制和運載氣體 G_1 的供給量控制。另於第 10 圖中，圖號 3、3a 為流量控制裝置，圖號 12 為加熱器，圖號 17 為空氣式恆溫槽，圖號 18 為混合部。

但是，該第 10 圖的控制方式，因是使用複數台的質量流量控制器 3、3a，所以流量控制系統就成爲 2 系統，導致氣化供給裝置複雜並且大型化的同時，使混合部 18 的運載氣體 G_1 和蒸氣 G_4 難以均勻混合，其結果，所製造的半導體特性其穩定性方面，和上述第 9 圖氣化供給裝置的狀況並沒有多大差別。

再加上，近年來針對此種原料氣化供給裝置，爲實現氣化供給裝置更進一步的小型化和原料供給量的增加，強烈要求其需構成爲可提高原料蒸氣 G_4 壓力的同時，能以更高精度控制運載氣體 G_1 和蒸氣 G_4 的混合比或其供給量。

但是，上述第 9 圖和第 10 圖的原料之氣化供給裝置，對於氣化供給裝置的小型化或蒸氣供給量的增加以及混合比或混合氣體供給量的高精度控制之要求，卻有難以應對的問題。

〔專利文獻 1〕日本專利第 2611008 號公報

〔專利文獻 2〕日本專利第 2611009 號公報

〔專利文獻 3〕日本實用新案登錄第 2600383 號公報

【發明內容】

〔發明欲解決之課題〕

本發明是爲解決習知 MOCVD 法所使用的原料之氣化供給裝置的如上述問題，即是爲解決上述無法同時並行達成之氣化供給裝置的小型化和原料供給量的增加以及原料

的混合比或混合氣體供給量控制的高精度化等問題而為的發明，提供一種以習知的發泡方式或固定原料方式的原料氣化供給裝置為基礎，藉由實現混合氣體類高溫化的同時將其原料槽內壓力自動保持成常態設定壓力值，就能夠同時並行達成原料供給量的增加或混合比及混合氣體供給量控制的高精度化以及氣化供給裝置的小型化之原料氣化供給裝置及其使用之自動壓力調整裝置。

〔用以解決課題之手段〕

本發明人等是針對上述第 9 圖習知發泡方式的氣化供給裝置加以再度檢討的同時，以發泡方式或固定原料方式的原料氣化供給裝置為基礎，針對原料槽等的加熱溫度和原料 4 的蒸氣壓及蒸氣產生量之關係，加熱溫度和混合氣體的混合比之關係，加熱溫度和混合氣體 G_0 供給量控制精度之關係，原料槽內的內壓變動和混合氣體 G_0 供給量控制精度之關係等，加以各種調查及試驗，從該等的調查及試驗的結果，得知習知的原料氣化供給裝置是由原料槽的溫度及壓力和運載氣體 G_1 的流量決定混合氣體 G_0 的供給量，從中還得知抑制原料槽內壓的變動使其保持成指定值，是混合氣體 G_0 供給量的增加及其流量控制高精度化不可欠缺的條件，於同時想到藉由設有可對欲供給至處理室的混合氣體 G_0 供給線施以高溫對策之原料槽內壓自動調整裝置，可達成上述的本發明課題。

本發明是本發明者等根據上述構想所創作的發明，申

請專利範圍第 1 項的發明是以下述為發明的基本構成，即是由：已儲放有原料的原料槽；可從運載氣體供給源對一定流量的運載氣體 G_1 加以流量控制並供給至上述原料槽的原料中的流量控制裝置；滯留在原料槽上部空間的原料蒸氣 G_4 和運載氣體 G_1 之混合氣體 G_0 導出用的 1 次配管路；根據上述 1 次配管路的混合氣體 G_0 之壓力及溫度的檢測值對設置在 1 次配管路末端的控制閥開度進行調整，藉由對混合氣體 G_0 流通的通道剖面積進行調整使原料槽內的混合氣體 G_0 壓力保持成一定值的自動壓力調整裝置；及可使上述原料槽及自動壓力調整裝置的運算控制部除外部份加熱成設定溫度的恆溫加熱部所構成，構成爲可將原料槽內的內壓控制成預期壓力的同時將混合氣體 G_0 供給至處理室。

申請專利範圍第 2 項的發明是於申請專利範圍第 1 項發明中，將恆溫加熱部的加熱溫度最高值爲 150°C 。

申請專利範圍第 3 項的發明是於申請專利範圍第 1 項發明中，將自動壓力調整裝置的控制閥爲壓電元件驅動型的常閉式金屬隔膜閥的同時，將該金屬隔膜閥的隔膜閥體推壓用的隔膜推壓構件爲恆範鋼（36%Ni-Fe）製。

申請專利範圍第 4 項的發明，是以下述為發明的基本構成，即，是由：設置在從原料氣化供給裝置的原料槽導出的原料蒸氣 G_4 和運載氣體 G_1 之混合氣體 G_0 供給用的 1 次配管路，可對混合氣體 G_0 內壓進行檢測的壓力檢測器 P_0 ；混合氣體 G_0 溫度檢測用的溫度檢測器 T_0 ；直接連

結在 1 次配管路末端的壓電元件驅動金屬隔膜式控制閥；根據上述溫度檢測器 T_0 的檢測值對上述壓力檢測器 P_0 的檢測值進行溫度修正，對混合氣體 G_0 的壓力進行運算的同時，對預先設定的壓力和上述運算壓力加以比對然後輸出可朝兩者差較少方向對控制閥進行開關控制的控制訊號 P_d 的運算控制部；及可使上述壓力檢測器溫度檢測器及控制閥的閥體加熱成指定溫度的加熱器所構成，藉由將原料槽內的混合氣體內壓保持成指定值，構成爲可高精度控制原料的供給流量。

申請專利範圍第 5 項的發明，是於申請專利範圍第 4 項發明中，將運算控制部形成由：可對檢測壓力 P_0 進行溫度修正對檢測壓力 P_t 進行運算的溫度修正回路；設定輸入訊號 P_s 及控制壓力輸出訊號 P_{ot} 的輸出入回路；檢測壓力訊號 P_t 和設定輸入訊號 P_s 的比較回路；對可使上述檢測壓力訊號 P_t 和設定輸入訊號 P_s 的差訊號爲零方向之控制訊號 P_d 進行輸出的輸出回路所構成。

申請專利範圍第 6 項的發明，是於申請專利範圍第 4 項發明中，將閥體的最高加熱溫度爲 150°C 的同時，將控制閥的隔膜壓件爲恆範鋼（36%Ni-Fe）製。

申請專利範圍第 7 項的發明，是於申請專利範圍第 4 項發明中，將控制閥形成其閥殼本體設有多數開孔的開孔機殼的同時，構成在壓電元件驅動部的非動作時，利用盤形彈簧的彈性力透過隔膜壓件將隔膜閥體朝下方推壓使其抵接於閥座，此外，於壓電元件驅動部的動作時，利用壓

電元件的伸長抵抗盤形彈簧的彈性力使隔膜壓件拉往上方，藉此使隔膜閥體從閥座離開的常閉式控制閥。

申請專利範圍第 8 項的發明，是於申請專利範圍第 4 項發明中，對隔膜壓件和隔膜上面側的任一方或兩方施加鍍銀處理，以防止隔膜壓件和隔膜之間滑動造成的燒結。

〔發明效果〕

於本申請專利範圍第 1 項的發明，因是構成由質量流量控制裝置 3 將欲流入至原料槽 5 內的運載氣體 G_1 流入流量以高精度控制成指定流量的同時，藉由對原料槽等以最高 150°C 的溫度進行高溫加熱以促進原料槽內的原料蒸發，再加上是由自動壓力調整裝置將原料槽 5 內的運載氣體 G_1 和原料的蒸氣 G_4 的混合物壓力以高精度控制成指定值，所以欲流入處理室 11 內的混合氣體 G_0 的流量和混合氣體 G_0 內的運載氣體 G_1 和原料的蒸氣 G_4 的混合比就能夠經常保持一定，使處理室供給經常穩定的預期量原料 4。其結果，能夠大幅提昇所製造的半導體品質和刪減瑕疵品。

此外，本申請專利範圍第 4 項的自動壓力調整裝置，是採用壓電元件驅動型的金屬隔膜式控制閥，以該控制閥 V_0 的一次側壓力檢測值為基準執行控制閥開閉控制的同時，構成將閥本體加熱至最高 150°C 的溫度且隔膜壓件為恆範鋼。其結果，即使欲控制之原料槽內的混合氣體溫度上昇至最高 150°C ，還是能夠以極高精度將原料槽內的混

合氣體壓控制成指定值，如此一來，就能夠以高精度控制欲供給至處理室的混合氣體 G_0 流量及混合氣體 G_0 構成用的運載氣體 G_1 和有機化合物蒸氣 G_4 的混合比，能夠大幅提昇半導體製品的品質穩定性。

【實施方式】

〔發明之最佳實施形態〕

以下，根據圖面對本發明的實施形態加以說明。

第 1 圖是表示本發明相關原料之氣化供給裝置要部構成系統圖，第 1 圖中，圖號 1 為運載氣體，圖號 2 為減壓裝置，圖號 3 為質量流量控制裝置，圖號 4 為原料 $[Al(CH_3)]_3$ 等液狀原料或 $Pb(dpm)_2$ 等承持昇華型固體原料，圖號 5 為原料槽，圖號 6 為高溫加熱部，圖號 7、9、10 為閥，圖號 8 為導入閥，圖號 11 為處理室，圖號 14 為真空泵浦，圖號 15 為原料槽內的自動壓力調整裝置，圖號 16 為運算控制部，圖號 17 為設定壓力訊號的輸入端子，圖號 18 為檢測壓力訊號的輸出端子，圖號 G_1 為 H_2 等運載氣體，圖號 G_4 為原料飽和蒸氣，圖號 G_0 為運載氣體 G_1 和原料蒸氣 G_4 的混合氣體，圖號 P_0 為混合氣體 G_0 的壓力檢測器，圖號 T_0 為混合氣體 G_0 的溫度檢測器，圖號 V_0 為壓電元件驅動型控制閥，圖號 G_5 為與混合氣體 G_0 內的原料（例如： $[Al(CH_3)]_3$ 等）形成結合，於基板 13 上形成結晶薄膜用的另一原料氣體（ PH_3 等）。

上述第 1 圖所示的原料氣化供給裝置中的原料供給部

及處理室部，除了原料氣體供給部的加熱溫度是設定成約 150 度的較高溫度以外，其他方面是和第 9 圖所示的習知裝置狀況大致相同。因此，於此省略該大致相同部份的詳細說明。

上述自動壓力調整裝置 15 是設置在來自於原料槽 5 的混合氣體 G_0 出口側附近，其是一種將原料槽 5 內的混合氣體 G_0 的壓力自動調整成指定設定值用的裝置。即是於流入側的一次配管 L_1 ，對混合氣體 G_0 的壓力 P_0 及溫度 T_0 進行檢測的同時，使用該檢測壓力 P_0 及溫度 T_0 於運算控制部 16 進行溫度修正，藉此對現實高溫混合氣體 G_0 的壓力進行修正運算，再加上，對該運算出來的溫混合氣體 G_0 壓力值和來自於設定輸入端子 17 的設定壓力值進行比對，朝兩者偏差為零的方向進行控制閥 V_0 開閉的控制。

第 2 圖是表示上述自動壓力控制裝置 15 的方塊構成圖，其運算控制部 16 是由溫度修正回路 16a、比較回路 16b、輸出入回路 16c 及輸出回路 16d 所構成。

即，來自於壓力檢測器 P_0 及溫度檢測器 T_0 的檢測值，被轉換成數位訊號輸入至溫度修正回路 16a，於此，檢測壓力 P_0 是修正為檢測壓力 P_t 後再輸入至比較回路 16b。此外，設定壓力的輸入訊號 P_s 是從端子 17 輸入，以輸出入回路 16c 轉換成數位值後，再輸入至比較回路 16b，於此和來自於上述溫度修正回路 16a 的溫度修正後的檢測壓力 P_t 進行比較。接著，當設定壓力輸入訊號 P_s 比溫度修正後的檢測壓力 P_t 還大時，對控制閥 V_0 的驅動部輸出

控制訊號 P_d 。如此一來，控制閥 V_0 會被驅動往關閉方向，直到設定壓力輸入訊號 P_s 和溫度修正後的檢測壓力 P_t 的差 ($P_s - P_t$) 爲零爲止都是被驅動往閉閥方向。

另外，反之，當上述設定壓力輸入訊號 P_s 比溫度修正後的檢測壓力 P_t 還小時，對控制閥 V_0 的驅動部輸出控制訊號 P_d ，使控制閥 V_0 驅動往開閥方向，直到兩者的差 $P_s - P_t$ 成爲零爲止持續驅動往開閥方向。

利用質量流量控制裝置 3 將上述運載氣體 G_1 的供給量保持成設定值，又將原料槽 5 的溫度保持成設定值，更將原料槽 5 的內部壓力（混合氣體 G_0 的壓力）保持成設定值，能夠透過控制閥 V_0 以定混合比使定流量的混合氣體 G_0 ，以高精度控制對上述質量流量控制裝置 3 所設定的流量成比例的指定流量值並供給至處理室 11。

本發明中，首先是利用減壓裝置 2 將欲供給至原料槽 5 內的運載氣體 G_1 之壓力 P_1 設定成指定壓力值的同時，利用質量流量控制裝置 3 將其供給流量設定成指定值。

此外，利用恆溫加熱部 6 的啓動，使原料槽 5 及原料槽用的自動壓力調整裝置 15 的運算控制部 16 除外部份加熱保持成約 150°C 的高溫度。

另，原料槽 5 或自動壓力調整裝置 15 的控制閥 V_0 等加熱保持成 150°C 高溫度的理由是爲了提高原料槽 5 內的原料 4 的飽和蒸氣 G_4 的壓力 P_0 ，以應對欲供給至處理室 11 側的蒸氣 G_4 供給量增加或混合氣體 G_0 高溫化的要求，和可更完全防止混合氣體 G_0 供給線中的蒸氣 G_4 凝結。

表 1 是表示本實施例所使用的原料槽用自動壓力調整裝置 15 主要規格，最高使用溫度為 150℃，流量 500SCCM (N₂) 時的最大壓力 (F.S. 壓力) 為 133.3kPa abs。

〔表 1〕

自動壓力調整裝置主要規格

名稱	反動作壓力控制器
壓力範圍 (F.S.)	133.3kPa abs. (1000Torr) 流量：500SCCM (N ₂)
二次側壓力	設定控制壓力以下
耐壓力	0.35MPa G
外部漏損量	1×10 ⁻¹⁰ Pam ³ /sec 以下
內部漏損量	1%F.S.以下 (供給壓力 300kPa abs.時)
精度保證溫度範圍	15℃～150℃
使用可能溫度範圍	0℃～160℃
環境溫度	15℃～50℃
接氣部材質	SUS316L、鎳鈷合金、耐蝕耐熱鎳基合金 C-22 (壓力感測器)
安裝姿勢	可全方向安裝

第 3 圖是第 2 圖自動壓力控制裝置使用的控制閥 V₀ 的剖面概要圖和局部切除後的右側面概要圖，為讓使用溫度上昇至 150℃，使用可高溫使用的壓電促動器或盤形彈簧等閥構成構件之同時，考慮到壓電元件或閥各構成構件的熱膨脹係數，隔膜壓件是使用恆範鋼材，藉此構成能夠防止壓電元件驅動部膨脹造成的流路堵塞。

此外，壓電元件驅動部容納箱是形成為開孔機殼，使壓電元件驅動部等成為可空冷的構造，藉此實現壓電閥各構成構件熱膨脹的降低之同時，於控制閥 V₀ 的閥體部安

裝筒形加熱器，使閥本體加熱成指定溫度（最高 150℃）。

再加上，於隔膜壓件全面施有鍍銀處理，藉此降低隔膜壓件和隔膜之間滑動造成的燒結。

另，於本實施例是只在隔膜壓件施有鍍銀處理，但也可只在隔膜上面側施有鍍銀處理，或者，也可對隔膜壓件和隔膜上面側雙方施有鍍銀處理，藉此降低隔膜和隔膜壓件之間滑動造成的燒結。

又，第 3 圖所示控制閥 V₀ 的基本構成，除了上述各加工項目以外，其他均為習知技術。因此，於此省略其說明。

此外，第 3 圖中，圖號 19 為閥體，圖號 19a 為固定構件，圖號 20 為壓電元件，圖號 21 為促動箱，圖號 21a 為隔膜壓件，圖號 22 為盤形彈簧，圖號 23 為壓力感測器，圖號 24 為隔膜閥體，圖號 25 為閥座，圖號 26 為流體通道，圖號 27 為閥殼本體（機殼），圖號 28 為密封墊，圖號 29 為密封墊，圖號 30 為熱敏電阻，圖號 31 為筒形加熱器。

參照第 3 圖，於驅動用電力未供給至壓電元件驅動部 20 時（非動作時），隔膜閥體 24 是由盤形彈簧 22 的彈性力透過促動箱 21 及固定在促動箱 21 下端的隔膜壓件 21a 推壓朝下方，形成抵接於閥座 25，藉此使閥保持成關閉狀態。

其次，當驅動用電力供給至壓電元件驅動部 20 時，

壓電元件會伸長。但是，壓電元件的下端部是由固定構件 19a 支撐固定著，所以壓電元件的伸長會讓其上端部的位置上昇，如此一來，就導致促動箱 21 反抗盤形彈簧 22 的彈性力形成被拉往上方。藉此，使隔膜閥體 24 離開閥座 25，閥就形成開放。

第 4 圖是第 3 圖控制閥 V_0 的流量特性試驗實施說明圖，從 N_2 氣體源，通過：調整成 200KPaG 的減壓裝置 RG、滿度值為 500SCCM 的質量流量控制器 MFC、設定壓為 100Torr 的壓力調整裝置 TA、6.35mm 管徑×200mm 長度的加熱用配管 HP 及本發明相關的自動壓力調整裝置 15 的控制閥 V_0 ，利用真空泵浦 14 真空抽取的同時使 N_2 氣體形成流通。接著，將閥體 19 溫度為常溫（RT 時）及 150℃ 時的流量特性（壓電施加電壓 V 和流量 SCCM 的關係），針對隔膜壓件 21 的材質分別為恆範鋼（36%Ni-Fe）材、SUS316 材及超耐熱性塑膠（VESPEL）（SP-1）材時進行了測定。

第 5 圖的（a）圖是表示隔膜壓件 21 的材質為恆範鋼（36%Ni-Fe）材時的流量特性，此外，（b）圖是表示隔膜壓件 21 採用 SUS316 材時的流量特性，再加上，（c）圖是表示隔膜壓件 21 為超耐熱性塑膠（SP-1）材時的流量特性，從該等圖得知隔膜壓件採用恆範鋼（36%Ni-Fe）材時能夠使高溫時（溫度 150℃）的流量變化更少。

表 2、表 3 及表 4，是針對上述第 5 圖的（a）圖、（b）圖、（c）圖，表示壓電施加電壓為 115V 時的閥行程

尺寸變化。

[表 2]

加熱前後的行程尺寸變化

① 150°C 加熱時 (壓電電壓 115V 施加時)	: 8.3 μ m
② RT 時 (壓電電壓 115V 施加時)	: 9.5 μ m
③ 行程尺寸變化量 (① - ②)	: -1.2 μ m

[表 3]

加熱前後的行程尺寸變化

① 150°C 加熱時 (壓電電壓 115V 施加時)	: 6.5 μ m
② RT 時 (壓電電壓 115V 施加時)	: 11.9 μ m
③ 行程尺寸變化量 (① - ②)	: -5.4 μ m

[表 4]

加熱前後的行程尺寸變化

① 150°C 加熱時 (壓電電壓 115V 施加時)	: 1.6 μ m
② RT 時 (壓電電壓 115V 施加時)	: 14.2 μ m
③ 行程尺寸變化量 (① - ②)	: -12.6 μ m

另，上述表 2、表 3 及表 4 的各閥行程尺寸是使用下述 (1)、(2) 及 (3) 式算出。

$$Cv = Qg / (203P_1) \times (Gg \times T)^{1/2} \quad \cdot \cdot \cdot (1)$$

$$17 \times Cv = \alpha \times A \quad \cdot \cdot \cdot (2)$$

$$h = (1000 \times A) / (\pi \times d) \quad \cdot \cdot \cdot (3)$$

但是， C_v =表示流量的順暢值、 P_1 為上游側的絕對壓力 ($\text{kgf/cm}^2 \cdot \text{abs}$)、 Q_g =標準狀態的氣體流量 (Nm^3/h)、 G_g =流體的比重 (空氣=1)、 T =流體溫度 (K)、 α =修正係數 (使用 0.8)、 A =流體通道的有效剖面積 (mm^2)、 π =圓周率、 d =閥座密封墊的直徑 (mm)、 h =行程尺寸 (μm)。

另外，第 6 圖是上述表 2、表 3、表 4 所示之溫度變化時的行程尺寸變化量和隔膜壓件材的熱膨脹係數 [恆範鋼 (36%Ni-Fe) = 2.0×10^{-6} 、SUS316 = 16×10^{-6} 、超耐熱性塑膠 (SP-1) = 41×10^{-6}] ($1/\text{K}$) 之關係圖表，針對第 3 圖所示構造的控制閥 V_0 ，得知其隔膜壓件 21a 材質的熱膨脹係數和溫度變化時的控制閥行程尺寸變化量是成比例關係。

即，就第 3 圖所示構成的控制閥 V_0 而言，其高溫化對策最被預期的構成是隔膜壓件 21a 採用熱膨脹係數較低的材質例如恆範鋼 (36%Ni-Fe)。

第 7 圖是本發明相關原料之氣化供給裝置的響應特性試驗實施說明圖，其是針對利用減壓裝置 2 將來自於運載氣體供給源 1 的 N_2 減壓成 200kPaG 後，通過範圍為 500SCCM 的質量流量控制裝置 3 供給至假想的原料槽 (容量 1000cc 內壓 100~500Torr) 5，由自動壓力調整裝置 15 將原料槽內的壓力控制成 100~500Torr 指定值的同時，將 150SCCM 的 N_2 流通至利用真空泵浦 14 真空抽取成

20~50Torr 的管路內時的狀況，實際所測出之已加入在輸入訊號端子 17 的設定壓輸入訊號 P_s 和來自於輸出端子 18 的控制壓力輸出訊號 P_0 (原料槽 5 的內壓) 的關係，從第 8 (a) 圖及第 8 (b) 圖的圖示也可得知，能夠在設定壓輸入訊號 P_s 和控制壓力輸出訊號之間不產生時間性大落後的狀況下將原料槽 5 的內壓 P_0 控制成指定值。

〔產業上之可利用性〕

本發明不僅可做為 MOCVD 法使用的原料之氣化供給裝置，針對半導體製造裝置或化學品製造裝置等，還可應用在將氣體從加壓儲放源供給至處理室之構成的所有氣體供給裝置。

同樣地，本發明相關的自動壓力調整裝置不僅可應用在 MOCVD 法使用的原料之氣化供給裝置，還可做為一次側流體供給源的自動壓力調整裝置，廣泛應用在半導體製造裝置或化學品製造裝置等的流體供給回路。

【圖式簡單說明】

第 1 圖為表示本發明相關原料之氣化供給裝置要部構成系統圖。

第 2 圖為原料槽內壓的自動壓力控制裝置方塊構成圖。

第 3 圖為控制閥 V_0 的剖面概要圖和局部切除後的右側面概要圖。

第 4 圖為第 3 圖控制閥 V_0 的流量特性試驗實施說明圖。

第 5 圖為表示控制閥 V_0 的閥體溫度變化時的壓電電壓和 N_2 流量之關係線圖，(a) 圖為表示隔膜壓件採用恆範鋼 (36%Ni-Fe) 材時，(b) 圖為表示隔膜壓件採用 SUS316 材時，(c) 圖為表示隔膜壓件採用超耐熱性塑膠 (SP-1) 材時。

第 6 圖為第 3 圖控制閥 V_0 的隔膜壓件形成用材料的熱膨脹係數 (1/K) 和溫度變化時的行程尺寸變化量之關係線圖。

第 7 圖為本發明相關原料之氣化供給裝置的響應特性試驗實施說明圖。

第 8 圖為根據第 7 圖所進行的響應特性試驗結果一例，(a) 圖為表示控制容量 300cc (N_2 流量 150SCCM) 時的響應特性，(b) 圖為表示控制容量 530cc (N_2 流量 150SCCM) 時的響應特性。

第 9 圖為表示習知 MOCVD 法所使用之發泡方式的原料氣化供給裝置一例說明圖。

第 10 圖為表示習知 MOCVD 法所使用的另一原料氣化供給裝置說明圖，該裝置是構成為分別計測運載氣體和原料的流量後再進行混合供給。

【主要元件符號說明】

1：運載氣體

- 2：減壓裝置
- 3：質量流量控制裝置
- 4：原料
- 5：原料槽（容器）
- 6：高溫加熱部
- 7：入口閥
- 8：導入閥
- 9：出口閥
- 10：閥
- 11：處理室（晶體成長爐）
- 12：加熱器
- 13：基板
- 14：真空泵浦
- 15：原料槽用自動壓力調整裝置
- 16：運算控制部
 - 16a：溫度修正回路
 - 16b：比較回路
 - 16c：輸出入回路
 - 16d：輸出回路
- 17：輸入訊號端子（設定輸入訊號）
- 18：輸出訊號端子（壓力輸出訊號）
- G₁：運載氣體
- G₄：原料飽和蒸氣
- G₀：混合氣體

G_5 : 薄膜形成用氣體

L_1 : 一次配管路

PG_1 : 壓力計

P_0 : 壓力檢測器

T_0 : 溫度檢測器

V_0 : 控制閥

$V_1 \sim V_4$: 閥

P_s : 溫度修正後的檢測壓力值

P_d : 控制閥驅動訊號

P_{ot} : 控制壓力的輸出訊號 (混合氣體 G_0 溫度修正後的壓力檢測訊號)

19 : 閥體

19a : 固定構件

20 : 壓電元件

21 : 促動箱

21a : 隔膜壓件

22 : 盤形彈簧

23 : 壓力感測器

24 : 隔膜閥體

25 : 閥座

26 : 流體通道

27 : 閥殼本體 (機殼)

28 : 密封墊

29 : 密封墊

30 : 熱敏電阻

31 : 筒形加熱器

五、中文發明摘要

發明之名稱：原料之氣化供給裝置及其使用之自動壓力調整裝置

〔發明課題〕

實現 MOCVD 法半導體製造所使用的原料氣化供給裝置構造的簡化和小型化的同時，藉由高精度控制原料供給至處理室的供給量，以實現半導體品質的穩定化和提昇品質。

〔解決手段〕

原料之氣化供給裝置，其特徵為，其是由：已儲放有原料的原料槽；可從運載氣體供給源對一定流量的運載氣體加以流量控制並供給至上述原料槽的原料中的流量控制裝置；滯留在原料槽上部空間的原料蒸氣 G_4 和運載氣體 G_1 之混合氣體 G_0 導出用的 1 次配管路；根據上述 1 次配管路的混合氣體 G_0 之壓力及溫度的檢測值對設置在 1 次配管路末端的控制閥開度進行調整，藉由對混合氣體 G_0 流通的通道剖面積進行調整使原料槽內的混合氣體 G_0 壓力保持成一定值的自動壓力調整裝置；及可使上述原料槽及自動壓力調整裝置的運算控制部除外部份加熱成設定溫度的恆溫加熱部所構成，構成可將原料槽內的內壓控制成預期壓力的同時將混合氣體 G_0 供給至處理室。

六、英文發明摘要

發明之名稱：

十、申請專利範圍

1. 一種原料之氣化供給裝置，其特徵為，是由：已儲放有原料的原料槽；可從運載氣體供給源對一定流量的運載氣體 G_1 加以流量調整並供給至上述原料槽的原料中的流量控制裝置；滯留在原料槽上部空間的原料蒸氣 G_4 和運載氣體 G_1 之混合氣體 G_0 導出用的 1 次配管路；根據上述 1 次配管路的混合氣體 G_0 之壓力及溫度的檢測值對設置在 1 次配管路末端的控制閥開度進行調整，藉由對混合氣體 G_0 流通的通道剖面積進行調整使原料槽內的混合氣體 G_0 壓力保持成一定值的自動壓力調整裝置；及可使上述原料槽及自動壓力調整裝置的運算控制部除外部份加熱成設定溫度的恆溫加熱部所構成，構成可將原料槽內的內壓控制成預期壓力的同時將混合氣體 G_0 供給至處理室。

2. 如申請專利範圍第 1 項所記載的原料之氣化供給裝置，其中，恆溫加熱部的加熱溫度最高值設定為 150°C 。

3. 如申請專利範圍第 1 項所記載的原料之氣化供給裝置，其中，使自動壓力調整裝置的控制閥為壓電元件驅動型的常閉式金屬隔膜閥的同時，該金屬隔膜閥的隔膜閥體推壓用的隔膜推壓構件為恆範鋼（ $36\%Ni-Fe$ ）製。

4. 一種原料之氣化供給裝置使用之原料槽內壓自動壓力調整裝置，其特徵為，是由：設置在從原料氣化供給裝置的原料槽導出的運載氣體 G_1 和原料蒸氣 G_4 之混合氣

體 G_0 供給用的 1 次配管路，可對混合氣體 G_0 內壓進行檢測的壓力檢測器 P_0 ；混合氣體 G_0 溫度檢測用的溫度檢測器 T_0 ；直接連結在 1 次配管路末端的壓電元件驅動金屬隔膜式控制閥；根據上述溫度檢測器 T_0 的檢測值對上述壓力檢測器 P_0 的檢測值進行溫度修正，對混合氣體 G_0 的壓力進行運算的同時，對預先設定的壓力和上述運算壓力加以比對然後輸出可朝兩者差較少方向對控制閥進行開關控制的控制訊號 P_d 的運算控制部；及可使上述壓力檢測器、溫度檢測器及控制閥的閥體加熱成指定溫度的加熱器所構成，藉由將原料槽內的混合氣體內壓保持成指定值，構成爲可高精度控制原料的供給流量。

5. 如申請專利範圍第 4 項所記載的原料槽內壓自動壓力調整裝置，其中，運算控制部，是由：可對檢測壓力 P_0 進行溫度修正對檢測壓力 P_t 進行運算的溫度修正回路；設定輸入訊號 P_s 及控制壓力輸出訊號 P_{ot} 的輸出入回路；上述基準溫度下的檢測訊號 P_t 和基準溫度下的設定輸入訊號 P_s 的比較回路；及對可使上述檢測壓力訊號 P_t 和設定輸入訊號 P_s 的差訊號爲零方向之控制訊號 P_d 進行輸出的輸出回路所構成。

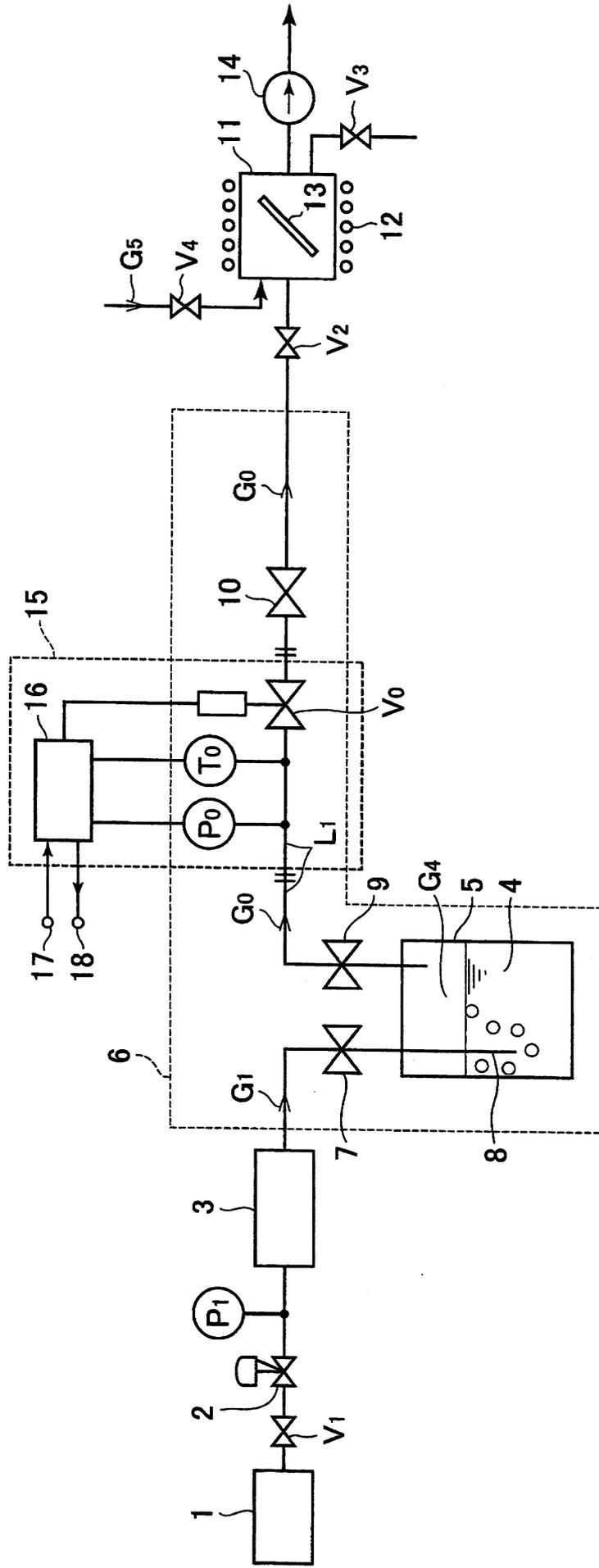
6. 如申請專利範圍第 4 項所記載的原料槽內壓自動壓力調整裝置，其中，使閥體的最高加熱溫度爲 150°C 的同時，控制閥的隔膜壓件爲恆範鋼（ $36\%Ni-Fe$ ）製。

7. 如申請專利範圍第 4 項所記載的原料槽內壓自動壓力調整裝置，其中，將控制閥形成爲其閥殼本體設有多

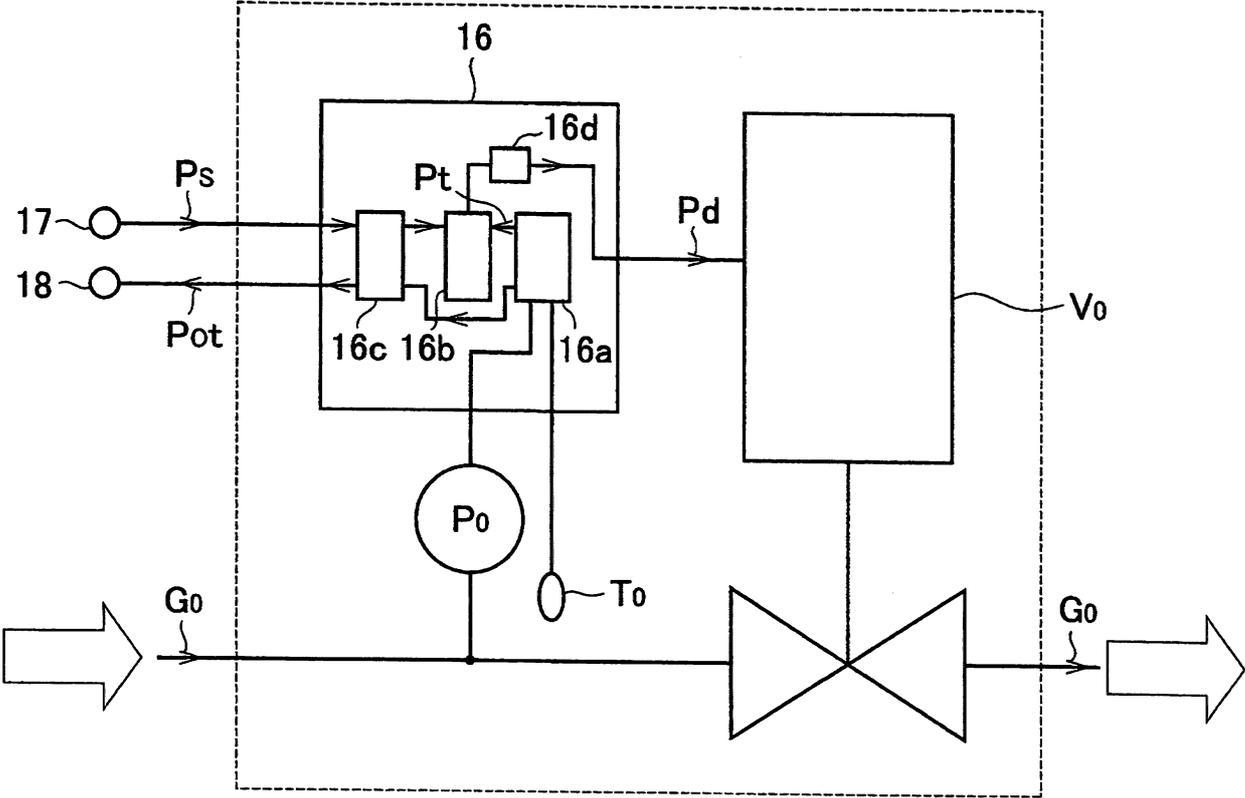
數開孔的開孔機殼的同時，構成爲在壓電元件驅動部的非動作時，利用盤形彈簧的彈性力透過隔膜壓件將隔膜閥體朝下方推壓使其抵接於閥座，此外，於壓電元件驅動部的動作時，利用壓電元件的伸長抵抗盤形彈簧的彈性力使隔膜壓件拉往上方，藉此使隔膜閥體從閥座離開的常閉式控制閥。

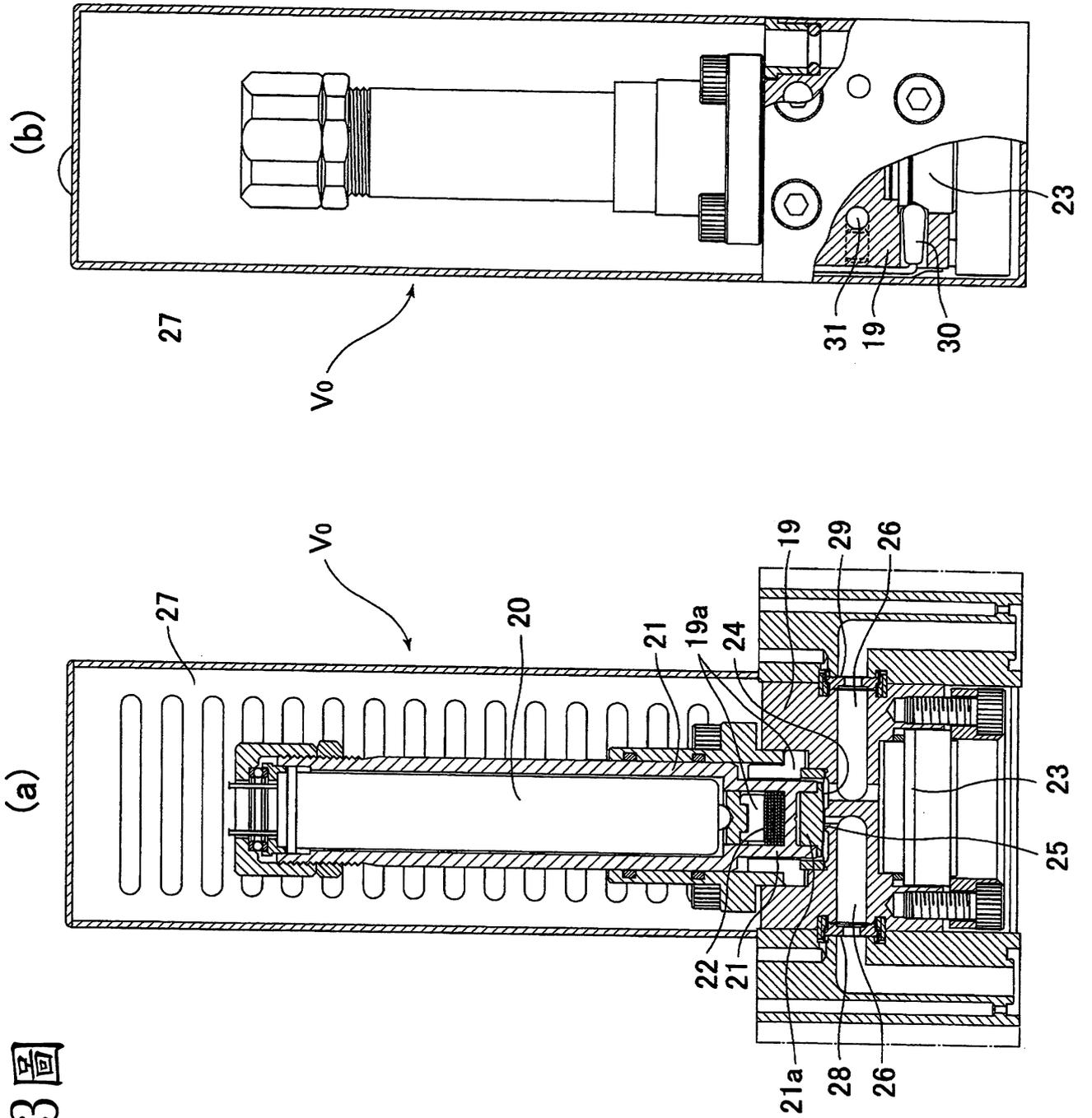
8. 如申請專利範圍第 4 項所記載的原料槽內壓自動壓力調整裝置，其中，對控制閥的隔膜壓件和隔膜上面側的任一方或兩方施加鍍銀處理，以防止隔膜壓件和隔膜之間滑動造成的燒結。

第1圖

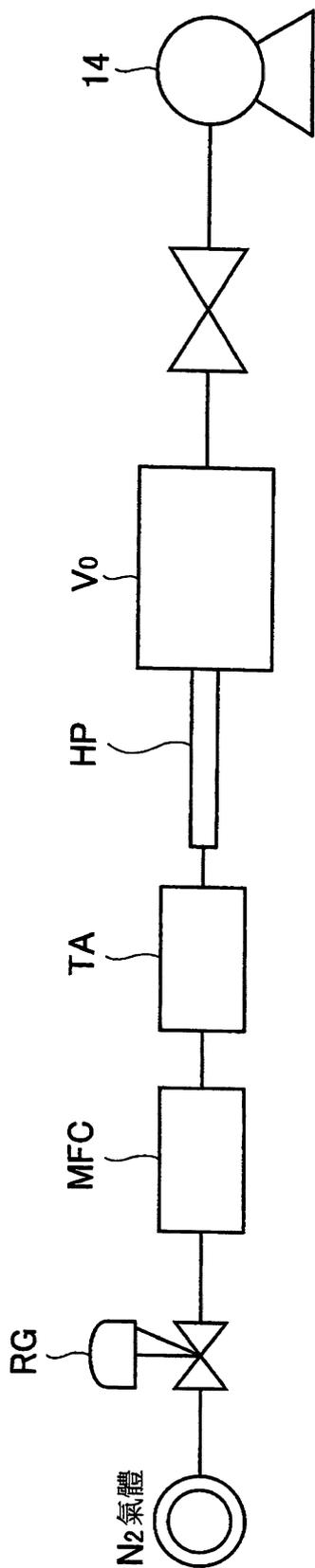


第2圖





第3圖

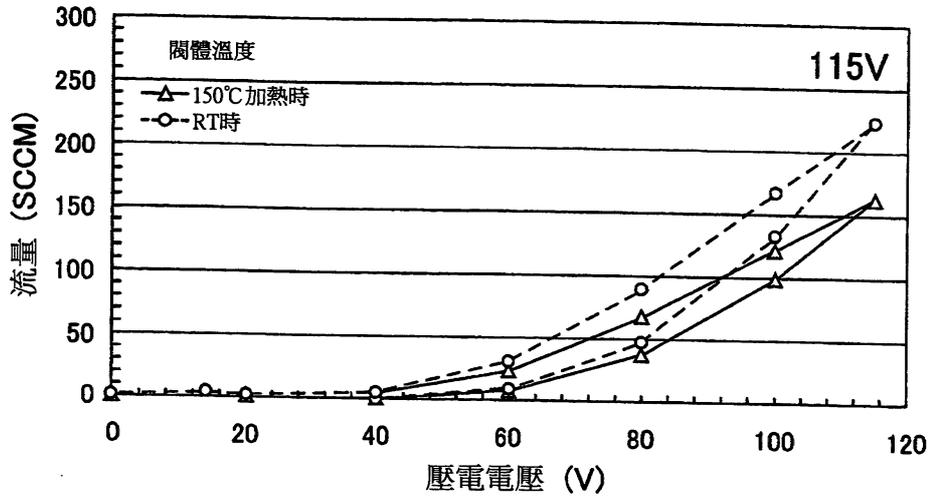


第4圖

第5圖

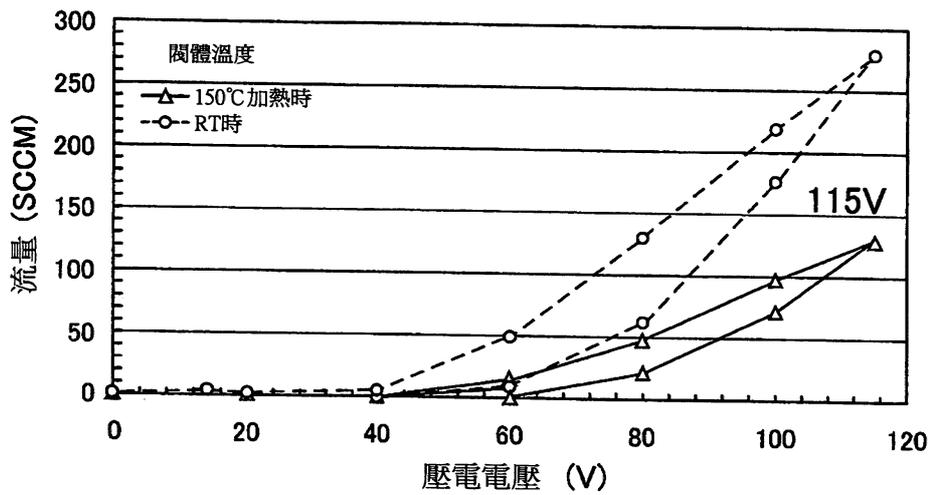
壓電電壓 - N₂ 流量特性
 (使用氣體 : N₂、密封墊徑 : φ6 隔膜壓件 : Invar36% (鍍銀))

(a)



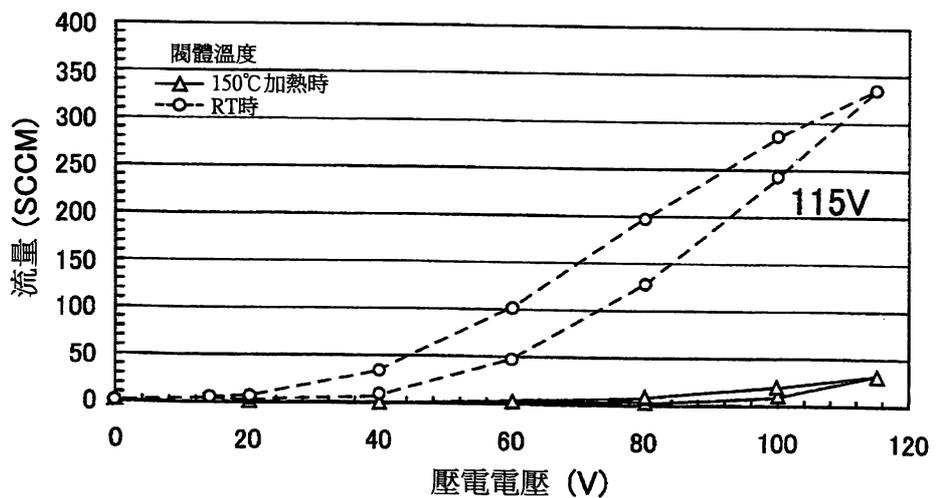
壓電電壓 - N₂ 流量特性
 (使用氣體 : N₂、密封墊徑 : φ6 隔膜壓件 : SUS316)

(b)

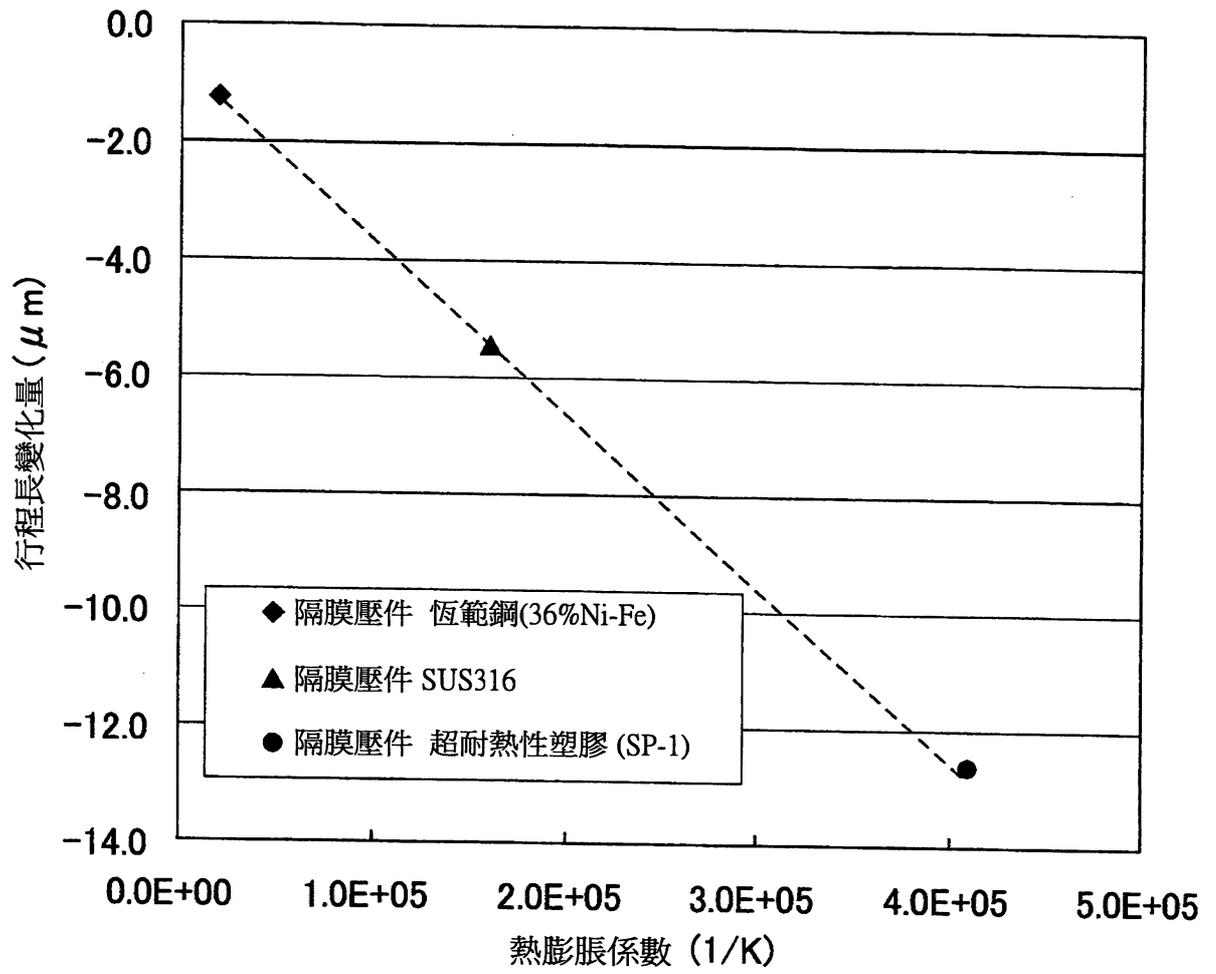


壓電電壓 - N₂ 流量特性
 (使用氣體 : N₂、密封墊徑 : φ6 隔膜壓件 : 超耐熱性塑膠 (SP-1))

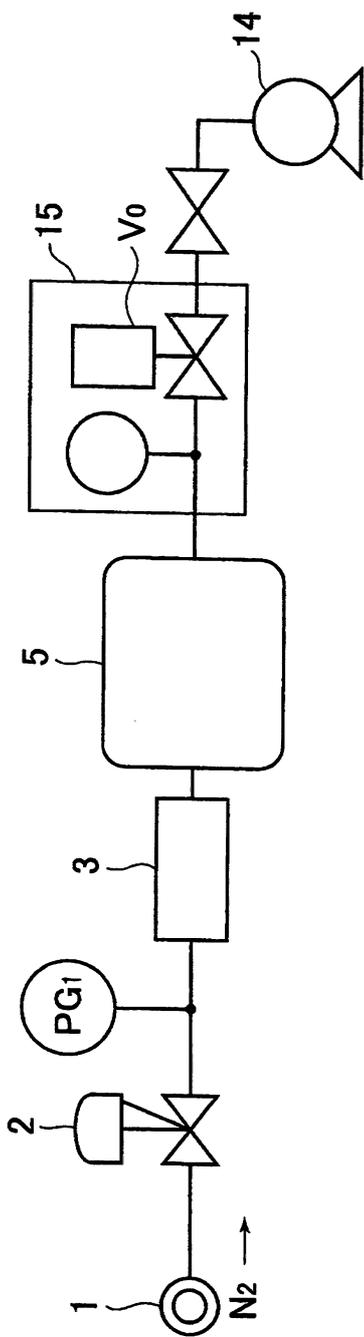
(c)



第6圖

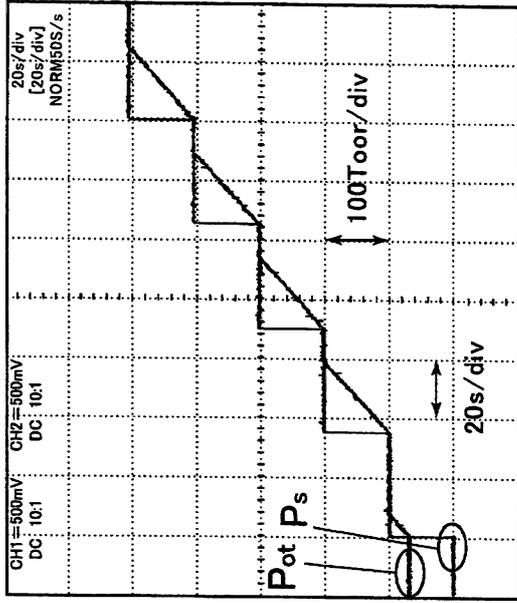


第7圖

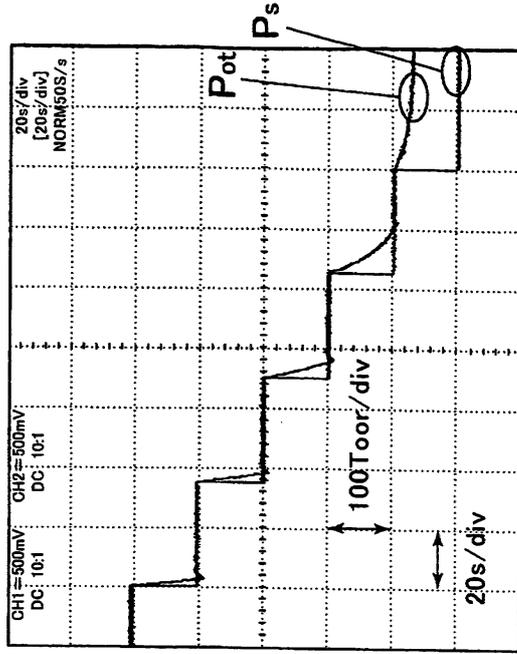


第8圖

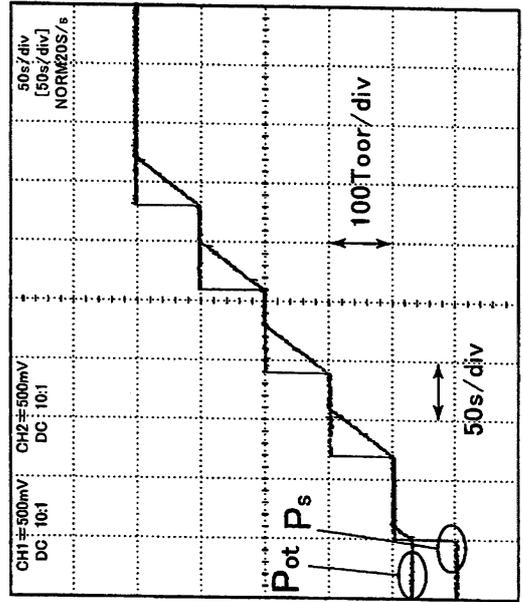
控制容量：300cc(N₂ 流量：150SCCM) 狀況下的響應特性



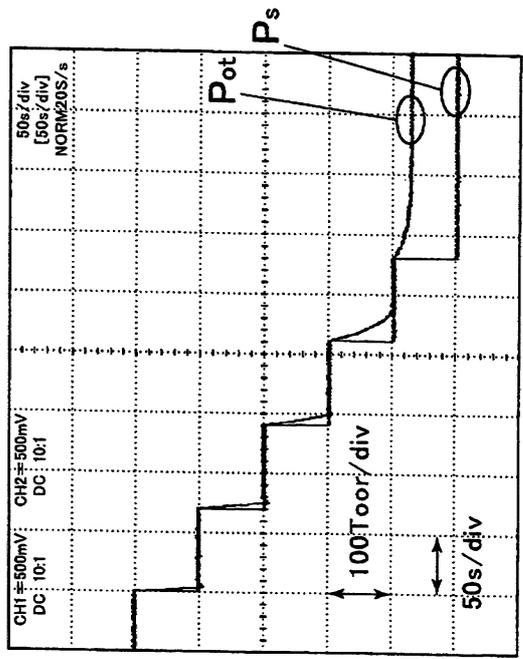
(a)



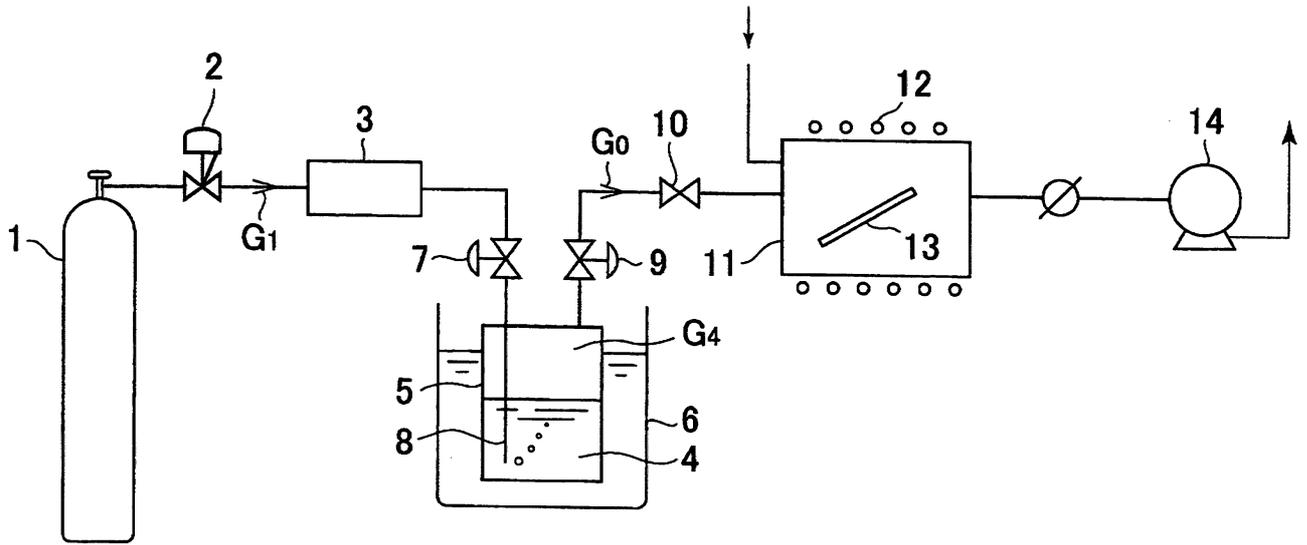
控制容量：530cc(N₂ 流量：150SCCM) 狀況下的響應特性



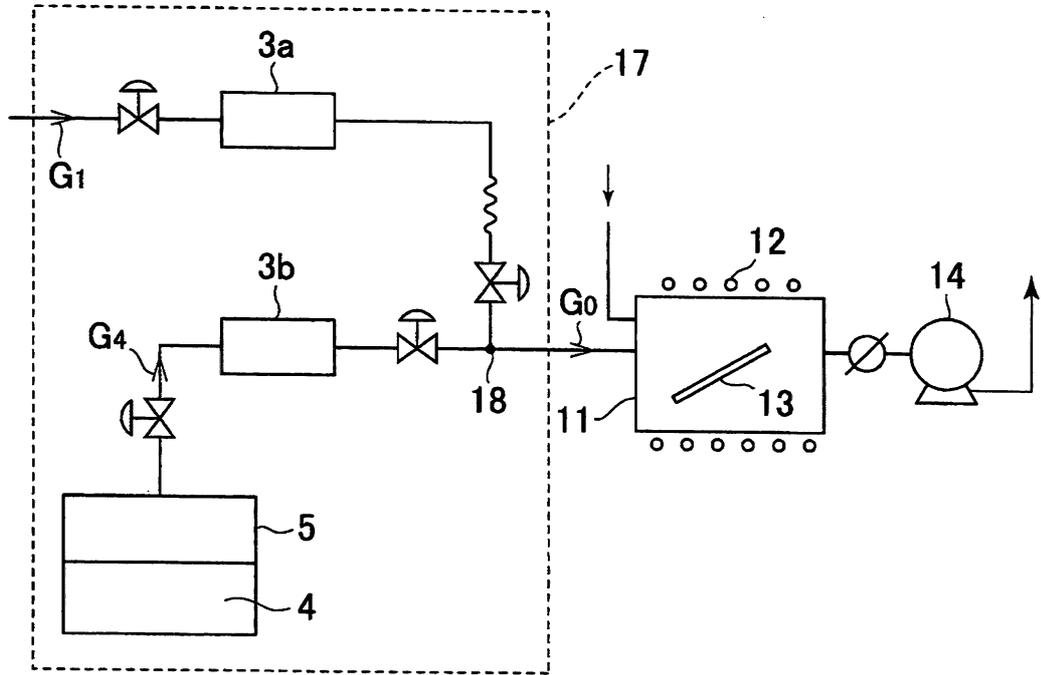
(b)



第9圖



第10圖



七、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第(1)圖

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：

1：運載氣體；2：減壓裝置；3：質量流量控制裝置；
4：原料；5：原料槽(容器)；6：高溫加熱部；
7：入口閥；8：導入閥；9：出口閥；10：閥；
11：處理室(結晶成長爐)；12：加熱器；13：基板；
14：真空泵浦；15：原料槽用自動壓力調整裝置；
16：運算控制部；17：輸入訊號端子(設定輸入訊號)；
18：輸出訊號端子(壓力輸出訊號)； G_1 ：運載氣體；
 G_4 ：原料飽和蒸氣； G_0 ：混合氣體；
 G_5 ：薄膜形成用氣體； L_1 ：一次配管路；
 P_0 ：壓力檢測器； P_1 ：上游側的絕對壓力；
 T_0 ：溫度檢測器； V_0 ：控制閥； $V_1 \sim V_4$ ：閥

八、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：無