

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5895712号
(P5895712)

(45) 発行日 平成28年3月30日 (2016. 3. 30)

(24) 登録日 平成28年3月11日 (2016. 3. 11)

(51) Int. Cl.

F I

C 2 3 C 16/455 (2006. 01)

H O 1 L 21/31 (2006. 01)

H O 1 L 21/285 (2006. 01)

C 2 3 C 16/455

H O 1 L 21/31

H O 1 L 21/285

B

C

請求項の数 6 (全 15 頁)

(21) 出願番号 特願2012-124713 (P2012-124713)
 (22) 出願日 平成24年5月31日 (2012. 5. 31)
 (65) 公開番号 特開2013-249511 (P2013-249511A)
 (43) 公開日 平成25年12月12日 (2013. 12. 12)
 審査請求日 平成26年10月1日 (2014. 10. 1)

(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 100091513
 弁理士 井上 俊夫
 (72) 発明者 和村 有
 東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
 zタワー 東京エレクトロン株式会社内
 (72) 発明者 島 裕巳
 東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
 z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、成膜装置、原料ガスの供給方法及び記憶媒体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基板に対する成膜を行う成膜処理部を備えた成膜装置に用いられる原料ガス供給装置であって、

液体または固体の原料を収容し、その内部温度を調節するための第1の温度調節部を備えた原料容器と、

キャリアガスの流量を調節する第1の流量調節部が設けられ、前記原料容器内の原料を収容する空間の気相部にキャリアガスを供給するためのキャリアガス供給部と、

前記気相部から、気化した原料を含む原料ガスを抜き出すための抜出部と、

原料ガスに混合される希釈ガスの流量を調節する第2の流量調節部と、この希釈ガスの温度を調節する第2の温度調節部とを備え、前記抜出部から抜き出された原料ガスに混合される希釈ガスを供給するための希釈ガス供給部と、

前記希釈ガスで希釈された後の原料ガスの濃度を検出する濃度検出部と、

希釈後の原料ガスの総流量を予め設定した範囲内の流量に保ちながら、前記濃度検出部にて検出された原料ガスの濃度が予め設定された範囲の濃度を越える場合には、前記希釈ガスの流量比を上げ、検出された原料ガスの濃度が前記範囲の濃度を下回る場合には、前記キャリアガスの流量比を上げるように前記第1の流量調節部及び第2の流量調節部に制御信号を出力すると共に、前記希釈ガスを混合した後の原料ガスの温度が、前記原料の液化温度または固化温度よりも高くなるように、前記第1の温度調節部及び第2の温度調節部に制御信号を出力し、且つ、前記キャリアガスの流量が前記第1の流量調節部の流量調

10

20

節範囲を超えるか、または前記希釈ガスの流量が前記第2の流量調節部の流量調節範囲を下回る場合には、前記原料容器の内部温度を上げ、前記キャリアガスの流量が前記第1の流量調節部の流量調節範囲を下回るか、または前記希釈ガスの流量が前記第2の流量調節部の流量調節範囲を越える場合には、前記原料容器の内部温度を下げるように前記第1の温度調節部に制御信号を出力する制御部と、を備え、

前記制御部からの制御信号の出力による制御は、基板に対する成膜を行っている前記成膜処理部に対して希釈後の原料ガスを供給する期間中に行われることを特徴とする原料ガス供給装置。

【請求項2】

前記濃度検出部への原料ガスの取込部には、第3の温度調節部が設けられ、前記制御部は、前記濃度検出部に取り込まれる希釈後の原料ガスの温度が、前記原料の液化温度または固化温度以上となるように、前記第3の温度調節部に制御信号を出力する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】

請求項1または2に記載の原料ガス供給装置と、

この原料ガス供給装置の下流側に設けられ、当該原料ガス供給装置から供給された原料ガスを用いて基板に成膜処理を行う成膜処理部と、を備えたことを特徴とする成膜装置。

【請求項4】

基板への成膜を行う成膜処理部に対する原料ガスの供給方法であって、

液体または固体の原料を収容する原料容器内の空間の気相部にキャリアガスを供給し、原料を気化させて原料ガスを得る工程と、

前記気相部から前記原料ガスを抜き出す工程と、

原料容器から抜き出された原料ガスに希釈ガスを混合する工程と、

前記希釈ガスで希釈された後の原料ガスの濃度を検出する工程と、

希釈後の原料ガスの総流量を予め設定した範囲内の流量に保ちながら、前記原料ガスの濃度を検出する工程にて検出された原料ガスの濃度が予め設定された範囲の濃度を越える場合には、前記希釈ガスの流量比を上げ、検出された原料ガスの濃度が前記範囲の濃度を下回る場合には、前記キャリアガスの流量比を上げる流量比調節工程と、

前記希釈ガスを混合した後の原料ガスの温度が、前記原料の液化温度または固化温度よりも高くなるように、前記原料容器内の温度、及び希釈ガスの温度を調節する気化温度維持工程と、

前記キャリアガスの流量調節は、第1の流量調節部を用いて行われ、前記希釈ガスの流量調節は、第2の流量調節部を用いて行われ、前記キャリアガスの流量が前記第1の流量調節部の流量調節範囲を超えるか、または前記希釈ガスの流量が前記第2の流量調節部の流量調節範囲を下回る場合には、前記原料容器の内部温度を上げる工程と、前記キャリアガスの流量が前記第1の流量調節部の流量調節範囲を下回るか、または前記希釈ガスの流量が前記第2の流量調節部の流量調節範囲を越える場合には、前記原料容器の内部温度を下げる工程と、を含む原料容器温度調節工程と、を含み、

前記流量比調節工程、気化温度維持工程、及び原料容器温度調節工程は、基板に対する成膜を行っている成膜処理部に対して前記希釈後の原料ガスを供給する期間中に行われることを特徴とする原料ガスの供給方法。

【請求項5】

前記原料ガスの濃度を検出する工程の前に、希釈後の原料ガスの温度が、前記原料の液化温度または固化温度以上となるように温度調節を行う工程を含むことを特徴とする請求項4に記載の原料ガスの供給方法。

【請求項6】

基板に対する成膜を行う成膜処理部を備えた成膜装置に用いられ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格納した記憶媒体であって、

前記プログラムは請求項4または5に記載された原料ガスの供給方法を実行するため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。

10

20

30

40

50

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、基板に対する成膜が行われる成膜処理部に原料ガスを供給する技術に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体ウエハなどの基板（以下「ウエハ」と言う）に対して成膜を行う手法には、ウエハの表面に原料ガスを供給し、ウエハを加熱することなどにより原料ガスを反応させて成膜を行うCVD（Chemical Vapor Deposition）法や、ウエハの表面に原料ガスの原子層や分子層を吸着させた後、この原料ガスを酸化、還元する反応ガスを供給して反応生成物を生成し、これらの処理を繰り返して反応生成物の層を堆積させるALD（Atomic Layer Deposition）法などがある。これらの処理は、ウエハを収容し、真空雰囲気が形成された反応チャンバーに原料ガスを供給することにより行われる。

10

【0003】

引用文献1には、液体原料（液体原料化合物や固体原料化合物を溶媒中に溶解した液状原料）をキャリアガスでバブリングして原料ガス（キャリアガスとソースガスとの混合ガス）を得た後、希釈ガス（不活性ガス）で原料ガスを希釈し、濃度調節を行ってから反応チャンバー（処理容器）に供給する原料供給装置が記載されている（括弧内の単語は引用文献1にて使用している用語である）。

20

【0004】

この原料供給装置には、例えば希釈後の原料ガスの供給ライン（原料供給ライン）に原料ガスの濃度検出部（分析器）が設けられている。原料供給装置は、この濃度検出部による原料ガスの濃度の検出結果に基づき、キャリアガス及び希釈ガスの合計の供給量を一定に保ちつつこれらのガスの供給比を変化させて、一定濃度の原料ガスを反応チャンバーに供給する。

【0005】

ここで既述のように、引用文献1に記載の原料供給装置はバブリングにより原料ガスを発生させる手法を採用しているが、この手法はキャリアガスの流量変更に対する原料ガス濃度の変化が大きく、感度が敏感なため、濃度調節の際にハンチングなどが発生しやすい。そこで発明者らは、原料容器内に収容された液体原料の表面にキャリアガスを通過させ、液体表面から原料を蒸発させて原料ガスを得る手法（以下、この種の原料供給法をアンブル式という）にて安定して濃度調節を行うことを検討している。

30

【0006】

しかしながら、CVDやALDなどで利用される原料には蒸気圧の低いものが多く、一旦、気化したガスが、希釈ガスなどと混合された際の温度変化の影響で容易に液化し、原料供給ラインの配管表面に付着してしまう場合がある。このように原料ガス中の原料が液化したり、配管表面に付着した原料が再度、蒸発したりすると、原料容器から供給される原料ガスの濃度と、濃度検出部にて分析された原料ガスの濃度との間にずれが発生してしまい、正確な量の原料ガスを供給することができない。

40

【0007】

特に、バブリング式に比べて感度が低いアンブル式の原料ガス供給では、このような濃度変化の影響を静定するまでに長い時間がかかってしまうため、キャリアガスと希釈ガスとの混合比により原料ガスの濃度を調節するシステムをアンブル式の原料ガス供給装置に適用するうえでの大きな課題となっている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】特開2004-91917号公報：請求項7、段落0044～0048、0069～0074、図3

50

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

本発明はこのような事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、成膜処理部に、予め設定した濃度の原料ガスを安定して供給することが可能な原料ガス供給装置、成膜装置、原料ガス供給方法及びこの方法を記憶した記憶媒体を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明に係る原料ガス供給装置は、基板に対する成膜を行う成膜処理部を備えた成膜装置に用いられる原料ガス供給装置であって、

10

液体または固体の原料を収容し、その内部温度を調節するための第1の温度調節部を備えた原料容器と、

キャリアガスの流量を調節する第1の流量調節部が設けられ、前記原料容器内の原料を収容する空間の気相部にキャリアガスを供給するためのキャリアガス供給部と、

前記気相部から、気化した原料を含む原料ガスを抜き出すための抜出部と、

原料ガスに混合される希釈ガスの流量を調節する第2の流量調節部と、この希釈ガスの温度を調節する第2の温度調節部とを備え、前記抜出部から抜き出された原料ガスに混合される希釈ガスを供給するための希釈ガス供給部と、

前記希釈ガスで希釈された後の原料ガスの濃度を検出する濃度検出部と、

希釈後の原料ガスの総流量を予め設定した範囲内の流量に保ちながら、前記濃度検出部にて検出された原料ガスの濃度が予め設定された範囲の濃度を越える場合には、前記希釈ガスの流量比を上げ、検出された原料ガスの濃度が前記範囲の濃度を下回る場合には、前記キャリアガスの流量比を上げるように前記第1の流量調節部及び第2の流量調節部に制御信号を出力すると共に、前記希釈ガスを混合した後の原料ガスの温度が、前記原料の液化温度または固化温度よりも高くなるように、前記第1の温度調節部及び第2の温度調節部に制御信号を出力し、且つ、前記キャリアガスの流量が前記第1の流量調節部の流量調節範囲を超えるか、または前記希釈ガスの流量が前記第2の流量調節部の流量調節範囲を下回る場合には、前記原料容器の内部温度を上げ、前記キャリアガスの流量が前記第1の流量調節部の流量調節範囲を下回るか、または前記希釈ガスの流量が前記第2の流量調節部の流量調節範囲を超える場合には、前記原料容器の内部温度を下げるように前記第1の

20

30

温度調節部に制御信号を出力する制御部と、を備え、
前記制御部からの制御信号の出力による制御は、基板に対する成膜を行っている前記成膜処理部に対して希釈後の原料ガスを供給する期間中に行われることを特徴とする。

【0011】

上述の原料ガス供給装置は以下の特徴を備えていてもよい。

(a) 前記濃度検出部への原料ガスの取込部には、第3の温度調節部が設けられ、前記制御部は、前記濃度検出部に取り込まれる希釈後の原料ガスの温度が、前記原料の液化温度または固化温度以上となるように、前記第3の温度調節部に制御信号を出力すること。

【0012】

また、他の発明に係わる成膜装置は、上述のいずれかの原料ガス供給装置と、

40

この原料ガス供給装置の下流側に設けられ、当該原料ガス供給装置から供給された原料ガスを用いて基板に成膜処理を行う成膜処理部と、を備えたことを特徴とする。

【発明の効果】

【0013】

本発明は、原料容器内で気化する原料の量が変化したことなどによる原料ガス濃度の変化を打ち消すために、キャリアガスや希釈ガスの供給比を調節する。この際に、希釈ガスの温度が温度調節されているので、原料ガスに希釈ガスが混合された後の原料の液化や固化を防ぎ、濃度検出部にて正しい原料ガス濃度を検出することができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

50

【図 1】本発明の原料ガス供給装置を備えた成膜装置の全体構成図である。

【図 2】前記成膜装置の作用を示す第 1 の説明図である。

【図 3】前記成膜装置の作用を示す第 2 の説明図である。

【図 4】前記原料ガス供給装置の動作の流れを示すフロー図である。

【図 5】原料ガスの濃度調節に係わる動作の流れを示すフロー図である。

【図 6】原料容器の温度調節に係わる動作の流れを示すフロー図である。

【図 7】第 2 の実施の形態に係わる成膜装置の全体構成図である。

【図 8】前記成膜装置の作用を示す第 1 の説明図である。

【図 9】前記成膜装置の作用を示す第 2 の説明図である。

【発明を実施するための形態】

10

【0015】

以下、本発明の原料ガス供給装置を備えた成膜装置の構成例について、図 1 を参照しながら説明する。成膜装置は、基板例えばウエハ W に対して CVD 法による成膜処理を行うための成膜処理部 1 と、この成膜処理部 1 に原料ガスを供給するための原料ガス供給装置と、を備えている。

【0016】

本例の成膜処理部 1 は、バッチ式の CVD 装置の本体として構成され、例えば縦型の反応チャンバー 11 内に、ウエハ W を多数枚搭載したウエハポート 12 を搬入し、排気ライン 110 を介して真空ポンプなどからなる真空排気部 15 により反応チャンバー 11 内を真空排気すると共に、原料ガス供給装置から原料ガスを導入して、反応チャンバー 11 の外側に設けられた加熱部 13 によりウエハ W を加熱することによって成膜処理が行われる。

20

【0017】

原料ガス供給装置から供給される原料ガスとしては、例えばテトラジメチルアミノハフニウム (TDMAH) やテトラキスエチルメチルアミノハフニウム (TEMAH)、テトラキスエチルメチルアミノジルコニウム (TEMAZ) などを例示することができ、これらの原料ガスからハフニウムやジルコニウムを含む薄膜などが成膜される。以下、原料ガスを供給する原料ガス供給装置の構成について説明する。

【0018】

本例の原料ガス供給装置は、成膜処理部 1 に供給される原料ガスの濃度を検出する濃度検出部であるフーリエ変換型赤外分光分析器 (Fourier Transform Infra-Red Spectroscopy、以下 FTIR という) 2 と、原料の液体を収容したアンプル式の原料容器 3 と、この原料容器 3 にキャリアガスを供給するキャリアガス供給部と、原料容器 3 から取り出された原料ガスを希釈するための希釈ガスを供給する希釈ガス供給部と、を備えている。

30

【0019】

FTIR 2 は、成膜処理部 1 に原料ガスを供給する原料ガス供給ライン 210、220 上に設けられている。FTIR 2 は、レーザ光を使った波数モニタと、移動鏡と、干渉計と、赤外線検出手段と、演算処理部とを備え、干渉計を介して分析対象のガスに対して赤外光を照射し、赤外線検出手段により検出した出力値を演算処理することにより、当該ガスに含まれる各成分の吸収スペクトルから、前記ガス中に含まれるガス成分の濃度を検出する。

40

【0020】

FTIR 2 の上流側の原料ガス供給ライン 220 は、FTIR 2 に原料ガスを取り込むための取込部としての役割を果たす。この原料ガス供給ライン 220 には、FTIR 2 の吸収スペクトルの検出結果に基づいて原料ガス濃度を算出する計算に用いるために、原料ガス供給ライン 220 の配管内の圧力を検出する圧力検出部 21 と、原料ガス供給ライン 220 の配管を加熱するためのテープヒーターなどからなる加熱部 23 と、この配管内の温度を検出する温度検出部 22 と、加熱部 23 への給電量を調節するための給電部 24 と、が設けられている。

【0021】

50

加熱部 2 3、給電部 2 4 及び温度検出部 2 2 は、本例の第 3 の温度調節部に相当し、温度検出部 2 2 による温度検出結果に基づいて、加熱部 2 3 の配管内を流れる原料ガスの温度が予め設定した範囲内の温度となるように給電部 2 4 からの給電量が調節される。この原料ガスが、液体原料を気化させて得たものである場合には、原料ガスの温度は、原料ガスが再び液化する温度（例えば露点）よりも高く、且つ、原料が分解する温度より低くなるように調節される。

【 0 0 2 2 】

さらに、F T I R 2 の下流側に位置する原料ガス供給ライン 2 1 0 の配管にも加熱部を設けたり、保温部材で覆ったりして、原料ガスの液化を防止してもよい。

また、F T I R 2 の下流側の原料ガス供給ライン 2 1 0 から分岐した成膜処理部バイパスライン 2 3 0 は、成膜処理部 1 をバイパスするラインである。

10

【 0 0 2 3 】

原料ガス供給ライン 2 2 0 の上流側は、原料容器 3 から原料ガスを抜き出すための原料ガス抜き出しライン 3 1 0 と、この原料ガスを希釈するための希釈ガスが供給される希釈ガス供給ライン 4 1 0 と、に分岐している。

原料容器 3 には、原料ガスのソースとなる液体原料が収容されており、前記原料ガス抜き出しライン 3 1 0 は、この液体原料の上方側の空間（気相部）に開口する抜き出しノズル 3 3 に接続されている。原料ガス抜き出しライン 3 1 0、抜き出しノズル 3 3 は本例の抜出部に相当する。

【 0 0 2 4 】

20

原料容器 3 は、例えば抵抗発熱体を備えたジャケット状の加熱部 3 1 で覆われており、温度検出部 3 4 にて検出した原料容器 3 内の気相部の温度に基づいて、給電部 3 5 から供給される給電量を増減することにより、原料容器 3 内の温度を調節することができる。加熱部 3 1 の設定温度は、液体原料が十分に気化し、且つ、原料が分解しない温度範囲に設定される。加熱部 3 1、温度検出部 3 4、給電部 3 5 は、本例の第 1 の温度調節部に相当する。ここで、原料ガス抜き出しライン 3 1 0 にも加熱部を設けたり、保温部材で覆ったりして、原料ガスの液化を防止してもよいことは勿論である。

【 0 0 2 5 】

さらに原料容器 3 の気相部には、原料容器 3 内にキャリアガスを供給するためのキャリアガスノズル 3 2 が開口している。キャリアガスには、例えば窒素ガスなどの不活性ガスが用いられ、気化した原料と混合され、原料ガスとして原料容器 3 から抜き出される。

30

【 0 0 2 6 】

キャリアガスノズル 3 2 は、流量調節部（第 1 の流量調節部）5 2 が介設されたキャリアガス供給ライン 5 1 0 に接続されており、このキャリアガス供給ライン 5 1 0 の上流側にはキャリアガス供給源 5 1 が設けられている。これらキャリアガス供給源 5 1、流量調節部 5 2、キャリアガス供給ライン 5 1 0 は本例におけるキャリアガス供給部に相当する。

またキャリアガス供給ライン 5 1 0 と原料ガス抜き出しライン 3 1 0 との間には、キャリアガスバイパスライン 5 2 0 が設けられており、原料容器 3 をバイパスしてキャリアガスを原料ガス供給ライン 2 2 0、2 1 0 側へと流すことができる。

40

【 0 0 2 7 】

次に、原料ガス供給ライン 2 2 0 から分岐したもう一方側の希釈ガス供給ライン 4 1 0 には、希釈ガスを加熱するための加熱部 4 3 と、流量調節部（第 2 の流量調節部）4 2 とが介設されており、その上流側には希釈ガス供給源 4 1 が設けられている。希釈ガス供給源 4 1、流量調節部 4 2、希釈ガス供給ライン 4 1 0 は本例の希釈ガス供給部に相当し、希釈ガス供給源 4 1 からは窒素ガスなどの不活性ガスが供給される。

【 0 0 2 8 】

ここで、希釈ガス供給ライン 4 1 0 に介設された加熱部 4 3 は、例えば希釈ガス供給ライン 4 1 0 の配管を覆うジャケット内に抵抗発熱体が設けられた構成となっている。加熱部 4 3 は、温度検出部 4 4 にて希釈ガス供給ライン 4 1 0 内の希釈ガスの温度を検出し

50

た結果に基づいて、給電部 4 5 から供給される給電量を増減することにより、希釈ガスの温度を調節できる。加熱部 4 3、温度検出部 4 4、給電部 4 5 は、本例の第 2 の温度調節部に相当する。

【 0 0 2 9 】

加熱部 4 3 の温度は、希釈ガス供給ライン 4 1 0 と原料ガス抜き出しライン 3 1 0 との合流地点にて、原料ガスと希釈ガスとが混合されることにより希釈後の原料ガスの温度が大幅に低下せず、原料ガスが再び液化しない温度であって、原料が分解しない温度に調節される。好適には、加熱部 3 1 による原料容器 3 の加熱温度に一致するように設定される。

【 0 0 3 0 】

また、各配管ライン 2 1 0、2 3 0、3 1 0、4 1 0、5 1 0、5 2 0 には開閉バルブ V 1 ~ V 7 が設けられており、これら開閉バルブ V 1 ~ V 7 の開閉により、各ラインを流れるガスの給断が行われる。

【 0 0 3 1 】

以上に説明した構成を備えた成膜装置（成膜処理部 1 及び原料ガス供給装置）は、制御部 6 と接続されている。制御部 6 は例えば図示しない C P U と記憶部とを備えたコンピュータからなり、記憶部には成膜装置の作用、即ちウエハポート 1 2 を反応チャンバー 1 1 内に搬入し、真空排気後、原料ガス供給装置から原料ガスを供給して成膜を行い、原料ガスの供給を停止してからウエハポート 1 2 を搬出するまでの動作に係わる制御についてのステップ（命令）群が組まれたプログラムが記録されている。このプログラムは、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、そこからコンピュータにインストールされる。

【 0 0 3 2 】

ここで原料ガス供給装置から成膜処理部 1 に原料ガスを供給する機能に関し、制御部 6 は、F T I R 2 にて検出した原料ガス濃度に基づいて、キャリアガスの供給量及び希釈ガスの供給量を調節する機能を備えている。

【 0 0 3 3 】

アンブル式の原料容器 3 においては、原料容器 3 に供給するキャリアガス流量を増やすと原料ガスの発生量が増加し、キャリアガス流量を減らすと原料ガスの発生量が減少する。またアンブル式の原料容器 3 は、キャリアガス流量を一定にしても、原料容器 3 内の液体原料の液位が低下すると気化する原料の量が低下する。

【 0 0 3 4 】

このため、希釈ガスによる希釈を行わずにキャリアガスの増減のみによって一定濃度の原料ガスを供給しようとする、液体原料の液位の低下に伴って原料ガスの量（キャリアガス及び気化した原料の合計の流量）が変化してしまう。この結果、反応チャンバー 1 1 内における原料ガスの滞留時間が変化して C V D の成膜結果に影響を与えてしまう場合がある。

【 0 0 3 5 】

そこで本例では、原料ガスに希釈ガスを混合して濃度調節を行い、これら原料ガス及び希釈ガスの総流量が一定となるように流量調節が行われる。これにより、キャリアガス、希釈ガス及び気化した原料の総体積流量がほぼ一定に維持され、反応チャンバー 1 1 内の原料ガスの滞留時間の変動を抑制できる。ここで「流量が一定」とは、流量調節部 4 2、5 2 を構成するマスフローコントローラー（M F C）などの流量設定値を固定したとき、実流量が変動する範囲内（予め設定された流量の範囲内）でほぼ一定であることを意味している。

【 0 0 3 6 】

そして、原料容器 3 内の液体原料の液位低下などにより、原料ガスの濃度が低下した場合には、キャリアガスと希釈ガスとの総流量を一定に保ちつつキャリアガスの流量を増やす一方、希釈ガスの流量を減らす（キャリアガスの供給比を上げる）ことにより、原料ガス濃度を増加させることができる。

10

20

30

40

50

【 0 0 3 7 】

また、原料容器 3 内の温度上昇などにより、原料ガスの濃度が上昇した場合には、キャリアガスと希釈ガスとの総流量を一定に保ちつつ希釈ガスの流量を増やす一方、キャリアガスの流量を減らす（希釈ガスの供給比を上げる）ことにより、原料ガス濃度を低下させることができる。

【 0 0 3 8 】

以上に述べた原料ガスの濃度調節の内容を表 1 に示す。

【表 1】

原料ガス濃度	キャリアガス流量	希釈ガス流量	総流量
上昇	増	減	一定
低下	減	増	一定

10

【 0 0 3 9 】

上述のようにキャリアガス及び希釈ガスの総流量を一定に保ちながら、各ガスの供給比を変化させて原料ガスの濃度を調節する場合には、キャリアガスや希釈ガスの流量が流量調節部 5 2、4 2 を構成する M F C の制御可能範囲の上限や下限に近づく場合がある。

【 0 0 4 0 】

このような場合に、加熱部 3 1 により、原料容器 3 の加熱温度を上昇 / 低下させることによりキャリアガスの流量を変化させずに原料ガスの濃度を調節できる（表 2 ）。

20

【表 2】

原料ガス濃度	原料タンク温度
上昇	上昇
低下	低下

【 0 0 4 1 】

そこで制御部 6 は、各流量調節部 5 2、4 2 の負荷を監視し、キャリアガスの流量が流量調節部 5 2 の制御可能範囲の上限近傍に設定された流量調節範囲を超えるか、希釈ガスの流量が流量調節部 4 2 の制御可能範囲の下限近傍に設定された流量調節範囲を下回った場合には、原料容器 3 の温度を上昇させる。この結果、原料ガス濃度が設定値よりも高くなるので、キャリアガス流量を減らし、希釈ガス流量を増やすことが可能になり、流量調節部 4 2、5 2 の負荷を軽減できる。

30

【 0 0 4 2 】

また、キャリアガスの流量が流量調節部 5 2 の制御可能範囲の下限近傍に設定された流量調節範囲を下回るか、希釈ガスの流量が流量調節部 4 2 の制御可能範囲の上限近傍に設定された流量調節範囲を超えた場合には、原料容器 3 の温度を低下させる。この結果、原料ガス濃度が設定値よりも低くなるので、キャリアガス流量を増やし、希釈ガス流量を減らすことが可能になり、流量調節部 4 2、5 2 の負荷を軽減できる。

40

【 0 0 4 3 】

以下、図 2 ～ 図 6 を参照しながら本例の成膜装置の作用について説明する。なお、図 2、図 3 の各開閉バルブ V 1 ～ V 7 に付した「O」の符号はバルブが「開状態」であることを示し、「S」の符号は「閉状態」であることを示している（図 8、図 9 の開閉バルブ V 1 ～ V 8 において同じ）。

【 0 0 4 4 】

はじめに、反応チャンバー 1 1 にウエハポート 1 2 を搬入する。この期間中は、例えば図 3 に示すようにキャリアガス供給ライン 5 1 0 から供給されたキャリアガスは、原料容器 3 をバイパスしてキャリアガスバイパスライン 5 2 0 を通り、希釈ガス供給ライン 4 1

50

0 から供給された希釈ガスと混合され、原料ガス供給ライン 2 2 0、成膜処理部バイパスライン 2 3 0 を通って排気される。

【 0 0 4 5 】

そしてウエハポート 1 2 が反応チャンバー 1 1 に搬入され、処理を開始する準備が整ったら、図 2 に示すようにキャリアガスバイパスライン 5 2 0 の開閉バルブ V 5 を閉じ、原料容器 3 の入口、及び原料ガス抜き出しライン 3 1 0 の開閉バルブ V 3、V 4 を開いて原料ガスを発生させる。また、成膜処理部バイパスライン 2 3 0 の開閉バルブ V 2 を閉じ、原料ガス供給ライン 2 1 0 の開閉バルブ V 2 を開いて成膜処理部 1 (反応チャンバー 1 1) への原料ガスの供給を開始する (図 4 のステップ S 1)。

【 0 0 4 6 】

ここで、原料ガスの供給停止中に開閉バルブ V 7 を閉じてキャリアガス供給ライン 5 1 0 を流れるキャリアガスを停止してしまうと、原料ガスの供給開始時に、圧力の低い原料容器 3 内にキャリアガスが急激に流れ込んで液体原料の液面を叩き、パーティクル発生の原因となってしまう。そこで、キャリアガスバイパスライン 5 2 0 に原料ガス発生時と同量のキャリアガスを流しておき、原料容器 3 の下流側の配管ライン 3 1 0、2 2 0 内の圧力を原料ガス供給時と同程度の圧力に維持しておくことにより、原料ガスの供給開始時に、原料ガス供給ライン 2 2 0 を流れるガス圧力の急激な増加によるパーティクル発生を抑えることができる。また、原料ガス供給ライン 2 2 0 の内壁面などに付着しているパーティクルなどの飛散も抑制し、成膜処理部 1 内のウエハ W の汚染を抑えることができる。また、原料容器 3 をバイパスすることにより、原料のロスも低減できる。

【 0 0 4 7 】

反応ガスの供給を開始し、原料ガス濃度が一定になるのに十分な時間が経過したら、F T I R 2 にて希釈後の原料ガス濃度を検出し (図 4 のステップ S 2)、その検出結果に基づいてキャリアガスと希釈ガスとの混合比を調節する (図 4 のステップ S 3)。

【 0 0 4 8 】

詳細には、図 5 に示すように原料ガス濃度の検出結果が設定濃度範囲を下回る場合には (ステップ S 3 0 1 ; Y E S)、キャリアガスと希釈ガスとの総流量を一定に保ちつつキャリアガスの供給比を上げる (ステップ S 3 0 3)。一方、前記検出結果が、設定濃度範囲を超える場合には (ステップ S 3 0 2 ; Y E S)、同じく総流量を一定に保ちつつ希釈ガスの供給比を上げる (ステップ S 3 0 4)。また、前記検出結果が設定濃度の範囲内である場合には (ステップ S 3 0 1、3 0 3 のいずれも N O)、流量調節は行わない (図 4 のステップ S 4 へ)。

【 0 0 4 9 】

次いで、ステップ S 3 にて原料ガスの濃度調節を行った結果、キャリアガスや希釈ガスの流量が、流量調節部 4 2、5 2 の流量設定値を超えている (既述の流量調節範囲を外れている) か否かを判断する (ステップ S 4)。これらの流量調節部 4 2、5 2 の設定値を超えている場合には (ステップ S 4 ; Y E S)、原料容器 3 の温度を調節する (ステップ S 5)。詳細には図 6 に示すように、キャリアガス流量が流量調節範囲を超えている場合 (図 6 のステップ S 5 0 1 ; Y E S、同図には「流量大」と記してある) や、希釈ガス流量が流量調節範囲を下回っている場合 (ステップ S 5 0 3 ; Y E S、同図には「流量小」と記してある) は、加熱部 3 1 により原料容器 3 の温度を上げる (ステップ S 5 0 5)。

【 0 0 5 0 】

このとき、原料容器 3 の温度上昇に合わせて希釈ガス供給ライン 4 1 0 の加熱部 4 3 や原料ガス供給ライン 2 2 0 の加熱部 2 3 の温度を上げてよいし、希釈ガスと混合後の原料ガスの温度が、原料が液化する温度以上に維持される場合には、これら加熱部 4 3、2 3 の温度変更を行わなくてもよい。

【 0 0 5 1 】

また、キャリアガス流量が流量調節範囲を下回っている場合 (図 6 のステップ S 5 0 2 ; Y E S) や、希釈ガス流量が流量調節範囲を超えている場合 (ステップ S 5 0 4 ; Y E S) は、加熱部 3 1 により原料容器 3 の温度を下げる (ステップ S 5 0 6)。

【 0 0 5 2 】

このとき、原料容器 3 の温度を低下させる一方、希釈ガス供給ライン 4 1 0 の加熱部 4 3 や原料ガス供給ライン 2 2 0 の加熱部 2 3 の温度は変更しなくてもよいし、希釈ガスと混合後の原料ガスの温度が、原料が液化する温度以上に維持される場合には、これら加熱部 4 3、2 3 の温度を原料容器 3 の温度に合わせて下げてもよい。

一方、キャリアガス、希釈ガスの流量が流量調節部 4 2、5 2 の流量調節範囲内である場合（設定値を超えていない場合）には（図 4 のステップ S 4 ; N O）、原料容器 3 の温度調節は行わない（ステップ S 6 へ）

【 0 0 5 3 】

こうして、予め設定した時間が経過するまで（図 4 のステップ S 6 ; N O）、所定のサンプリング間隔で原料ガス濃度の検出（ステップ S 2）キャリアガスと希釈ガスの混合比調節（ステップ S 3）流量調節部 4 2、5 2 の監視（ステップ S 4）を行い、流量調節部 4 2、5 2 の設定値を超えている場合には、原料容器 3 の温度調節を行う動作（ステップ S 4）を繰り返す。

【 0 0 5 4 】

そして、予め設定した時間が経過したら（ステップ S 6 ; Y E S）、原料容器 3 及び成膜処理部 1 がバイパスされるようにキャリアガス及び希釈ガスの流路を変更して（図 3）、成膜処理部 1 への原料ガスの供給を停止する（図 4 のステップ S 7）。しかる後、反応チャンパー 1 1 からウエハポート 1 2 を搬出して一連の動作を終える（エンド）。

【 0 0 5 5 】

本実施の形態に係わる原料ガス供給装置によれば以下の効果がある。原料容器 3 内で気化する原料の量が変化したことなどによる原料ガス濃度の変化を打ち消すために、キャリアガスや希釈ガスの供給比を調節する。この際に、希釈ガスの温度が温度調節されているので、原料ガスに希釈ガスが混合された後、原料の液化を防ぎ、F T I R 2 にて正しい原料ガス濃度を検出することができる。この結果、F T I R 2 を利用した正確な濃度調節が実施され、安定した濃度の原料ガスが成膜処理部 1 に供給されて、均一な成膜結果を得ることができる。

【 0 0 5 6 】

また、バブリング式に比べて感度の低いアンブル式の原料容器 3 を用いることにより、ハンチングの発生を抑えて安定な原料ガス濃度調節を行うことができる。

さらに、流量調節部 4 2、5 2 に対するキャリアガスや希釈ガスの負荷に応じて原料容器 3 の温度を調節するので、流量制御範囲の広い大型の M F C 等を用いなくても幅広い範囲の原料ガス濃度調節を行うことができる。

【 0 0 5 7 】

ここで、本発明の原料ガス供給装置は、図 1 ~ 図 3 に例示した C V D 装置に適用して成膜装置を構成する場合に限定されるものではなく、A L D 装置の本体を成す成膜処理部 1 にも適用することができる。図 7 は、本例の原料ガス供給装置を A L D 装置の本体に適用した成膜装置の構成例を示し、図 8、図 9 はその作用図を示している。

【 0 0 5 8 】

図 7 ~ 図 9 に示した成膜装置においては、原料ガス供給ライン 2 1 0 の開閉バルブ V 1 の下流に、ウエハ W の表面に吸着した原料ガスと反応して反応生成物を生成させる反応ガスを供給するための反応ガス供給ライン 7 1 0 及び反応ガス供給源 7 が設けられている点が図 1 ~ 図 3 に示した成膜装置（C V D 装置）と異なる。

【 0 0 5 9 】

この成膜装置（A L D 装置）では、本例の原料ガス供給装置を用いて原料ガスを供給するステップ（図 8）と、反応ガス供給源 7 から反応ガスを供給するステップ（図 9）と、が交互に繰り返し実施され、これによりウエハ W の表面に反応生成物の層が堆積して成膜が行われる。この場合にも、原料ガス供給装置にて正確に濃度調節された原料ガスを供給することにより、成膜処理部 1 内の各ウエハ W に適正量の原料ガスが供給され、均一な原子層や分子層を吸着させることができるので、各ウエハ W 間で均一な成膜結果を得ること

10

20

30

40

50

ができる。

【 0 0 6 0 】

この他、原料容器 3 にてガス化される原料は、液体原料に限定されるものではなく、固体をキャリアガス中に昇華させて原料ガスを得てもよい。この場合には、希釈ガス供給ライン 4 1 0 の加熱部 4 3 や原料ガス供給ライン 2 2 0 の加熱部 2 3 の設定温度は、希釈後の原料ガスの温度が、原料ガスの固化する(析出する)温度以上に保たれるように調節される。

【 0 0 6 1 】

さらには、本例の原料ガス供給装置は、図 1、図 7 に示したようにウエハポート 1 2 に多数枚のウエハ W を搭載して成膜処理を行うバッチ式の成膜装置に適用する場合に限られない。例えば、ウエハ W に対する成膜処理を一枚ずつ行う枚葉式の成膜装置にも適用することができる。

10

【符号の説明】

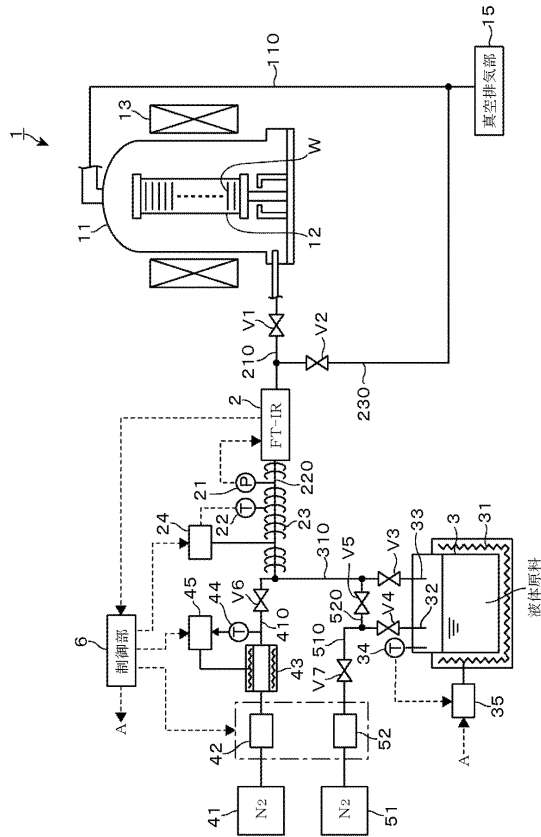
【 0 0 6 2 】

W	ウエハ
1	成膜処理部
2	F T - I R
2 2	温度検出部
2 3	加熱部
2 4	給電部
2 1 0、2 2 0	
3	原料容器
3 1	加熱部
3 3	抜き出しノズル
3 4	温度検出部
3 5	給電部
3 1 0	原料ガス抜き出しライン
4 1	希釈ガス供給源
4 2	流量調節部
4 3	加熱部
4 4	温度検出部
4 5	給電部
4 1 0	希釈ガス供給ライン
5 1	キャリアガス供給源
5 2	流量調節部
5 1 0	キャリアガス供給ライン
6	制御部

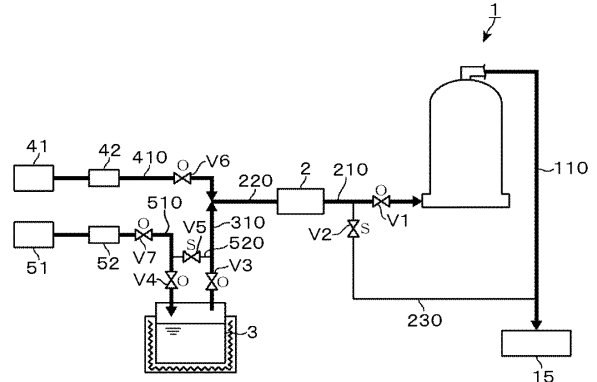
20

30

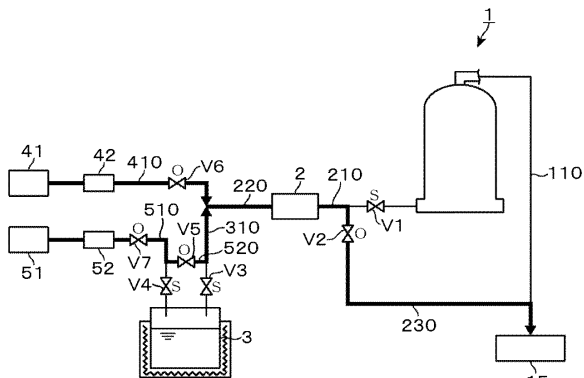
【図 1】



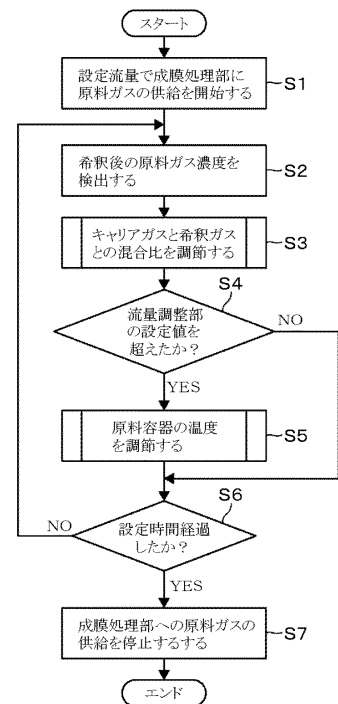
【図 2】



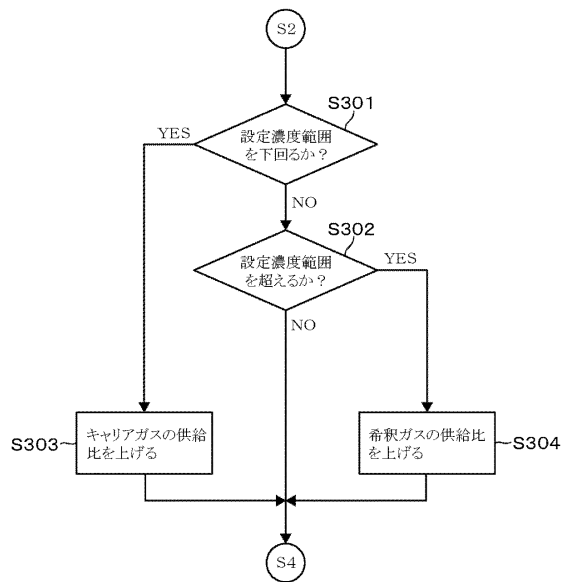
【図 3】



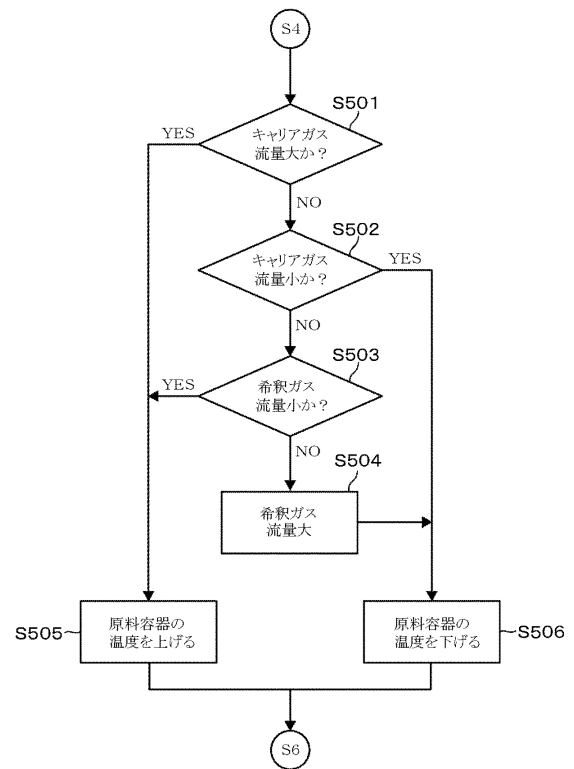
【図 4】



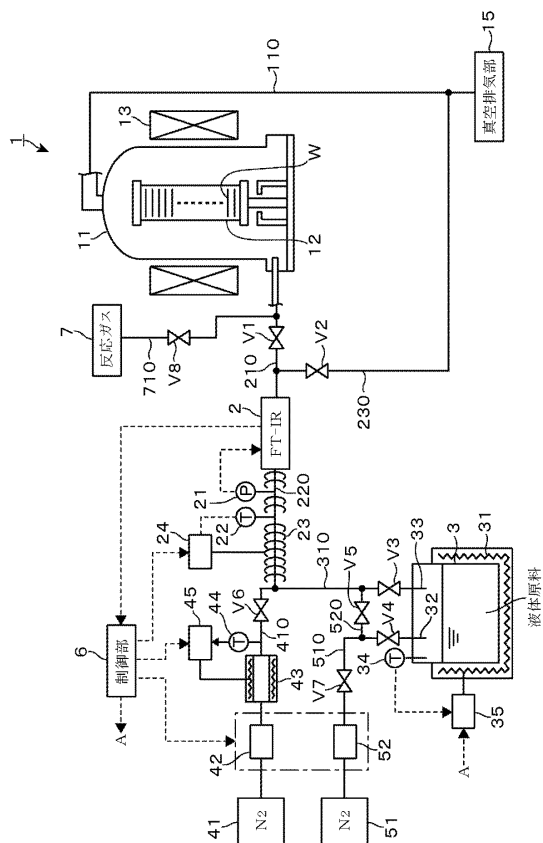
【図 5】



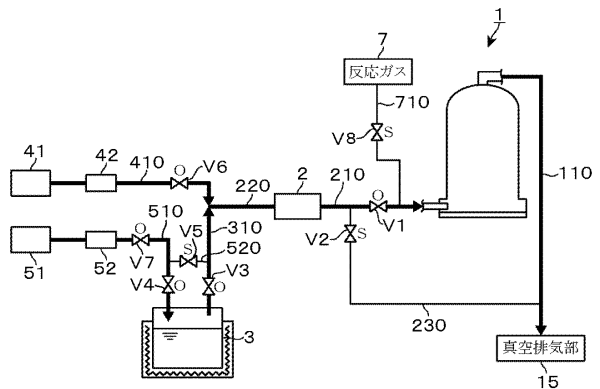
【図 6】



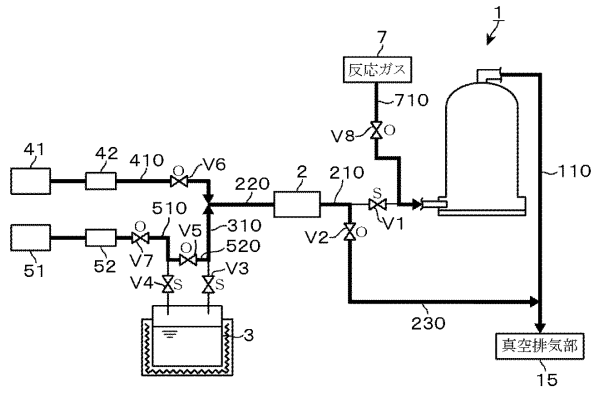
【図 7】



【図 8】



【図 9】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2002-356779(JP,A)
特開平11-278987(JP,A)
特開2001-093895(JP,A)
特開2006-324532(JP,A)
特開2001-234348(JP,A)
特開平07-018449(JP,A)
特開2001-068465(JP,A)
特開平08-188878(JP,A)
特開平6-10144(JP,A)
特開昭61-279678(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C23C 16/00 - 16/56
H01L 21/205; 21/285; 21/31; 21/365