

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4064525号
(P4064525)

(45) 発行日 平成20年3月19日 (2008. 3. 19)

(24) 登録日 平成20年1月11日 (2008. 1. 11)

(51) Int. Cl.

F 1

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

H O 1 L 21/31 B

B O 1 J 4/00 (2006. 01)

B O 1 J 4/00 1 O 2

C 2 3 C 16/448 (2006. 01)

C 2 3 C 16/448

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-142075
 (22) 出願日 平成10年5月11日 (1998. 5. 11)
 (65) 公開番号 特開平11-330061
 (43) 公開日 平成11年11月30日 (1999. 11. 30)
 審査請求日 平成17年4月28日 (2005. 4. 28)

(73) 特許権者 391029369
 アドバンスド エナジー ジャパン株式会
 社
 東京都八王子市石川町2971番地-8
 (74) 代理人 230101177
 弁護士 木下 洋平
 (74) 代理人 100093296
 弁理士 小越 勇
 (72) 発明者 永野 勝久
 東京都八王子市石川町2971-8 日本
 アエラ株式会社 八王子技術センター内
 審査官 山本 雄一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液体材料気化供給装置の気化器

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体材料導入口、ガス流出通路及び加熱手段を具えた液体材料気化供給装置の気化器であって、

前記液体材料導入口が形成された上部材、前記ガス流出通路が形成された中間部材及び開口部が形成された下部材からなり、

前記上部材の中央下端面に、前記液体材料導入口が開口する凹部が形成され、前記中間部材内に、前記凹部に対向し、且つ、前記凹部を覆う弁体を有し、

前記弁体の上面と前記上部材の中央下端面の接触部分により気化部が形成され、

前記下部材の前記開口部内に、前記弁体を前記部材の中央下端面と密接する方向に付勢する付勢手段を具え、

前記凹部内の液体圧力による前記弁体を押し下げる力が前記弁体の付勢力を超えたとき前記弁体が開くようにしたことを特徴とする、

液体材料気化供給装置の気化器。

【請求項 2】

前記上部材と中間部材、又は前記中間部材と下部材が一体に形成されている、請求項 1 の液体材料気化供給装置の気化器。

【請求項 3】

前記付勢手段が、スプリング、上部スプリング保持部材及び下部スプリング部材からなり、

10

20

前記下部スプリング保持部材は、前記スプリングが伸縮する方向に移動可能になっている、請求項 1 又は 2 の液体材料気化供給装置の気化器。

【請求項 4】

前記下部材に外部と連通する圧力調整孔が形成され、前記下部材に前記開口部を閉塞する閉塞蓋を具えた、請求項 1 から 3 のいずれかの液体材料気化供給装置の気化器。

【請求項 5】

前記中間部材にアシストガス供給通路を設けた、請求項 1 から 4 までのいずれかの液体材料気化供給装置の気化器。

【請求項 6】

前記付勢手段が前記下部材の前記開口部を閉塞する閉塞蓋と、内部に密封されたガスからなる、請求項 1 又は 2 の液体材料気化供給装置の気化器。

10

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、半導体製造ライン等に液体から気化された特殊ガスを供給するための液体材料気化供給装置に使用される気化器の技術分野に属する。

【0002】

【従来の技術】

半導体デバイス等の製造工程では、化学気相成長法（CVD法）等によって、気化したテトラエトキシシラン（TEOS）等の成膜材料を基板上に堆積させて、薄膜を形成している。

20

取り扱い時の安全性等の観点から、上記の成膜材料は液体の状態で装置に供給され、装置内部の気化器において必要量だけ加熱気化された後、半導体製造ライン等に供給されるようになっている。

【0003】

特開平 7-230841 号公報に、従来の液体材料気化供給装置の気化器が記載されている。

この気化器は、ガス流量制御部とともに 1 つの本体ブロック上に設けられており、ピエゾスタックによって上下動する弁部を具え、液体材料が気化室内に流入する際の液体圧力の降下及びカートリッジヒータの加熱によって、液体材料を気化させるようになっている。

30

【0004】

上記以外にも、流量制御部と気化器を別体とし、それぞれを配管で連結した液体材料気化供給装置がある。

【0005】

また、気化器の構成としては、液体材料を混合させた搬送ガスをノズルから噴出させ、霧状となった液体材料を加熱して気化させるものや、高温に加熱した積層したディスクや、ビーズ等に液体材料を接触させて気化させるもの等がある。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、特開平 7-230941 号公報の液体材料気化供給装置は、気化器とガス流量制御部が一体であるため、ガス流量制御部のセンサとして使用されている感熱抵抗体が気化器の加熱手段で発生する熱の影響を受け、正確な流量の検出が困難であるという問題を有する。

40

また、ガス流量制御部のバルブ駆動への熱影響を考慮しなければならず、この気化器の加熱手段では、バルブ駆動機構の耐熱温度（約 150 °C）以上に加熱することができない。

さらに、この気化器は液体材料を直接加熱して気化させる構成のため、液体材料が高温となったとき、脈動や気泡が発生することがある。

【0007】

また、霧状の液体材料を加熱するもの及び液体材料を高温部に接触させるものでは、液体

50

材料のデッドボリュームが多く、且つ、ガス発生の停止やガス発生量の変更等、制御部からの指示に対する応答性が悪いという問題を有する。

【０００８】

【課題を解決するための手段】

本発明は、液体材料導入口、ガス流出通路及び加熱手段を具えた液体材料気化供給装置の気化器であって、

前記液体材料導入口が形成された上部材、前記ガス流出通路が形成された中間部材及び開口部が形成された下部材からなり、

前記上部材の中央下端面に、前記液体材料導入口が開く凹部が形成され、前記中間部材内に、前記凹部に対向し、且つ、前記凹部を覆う弁体を有し、

前記弁体の上面と前記上部材の中央下端面の接触部分により気化部が形成され、

前記下部材の前記開口部内に、前記弁体を前記部材の中央下端面と密接する方向に付勢する付勢手段を具え、

前記凹部内の液体圧力による前記弁体を押し下げる力が前記弁体の付勢力を超えたとき前記弁体が開くようにしたことを特徴とする、

液体材料気化供給装置の気化器によって前記の課題を解決した。

【０００９】

請求項２に記載したように、上部材と中間部材、又は中間部材と下部材が一体に形成されたものであってもよい。

【００１０】

また、請求項３に記載したように、付勢手段が、スプリング、上部スプリング保持部材及び下部スプリング部材からなり、下部スプリング保持部材がスプリングが伸縮する方向に移動可能であると、弁体に加える付勢力の大きさを調整することができ好適である。

【００１１】

さらに、請求項４のように、下部材に圧力調整孔を形成し、下部材の開口部を閉塞する閉塞蓋を具えたものによっても、弁体に加える付勢力の大きさを調整することができる。なお、請求項６のように、付勢用ガスを密封することもある。

【００１２】

【作用】

供給された液体材料は、気化部で拡散することによって著しく表面積が増大し、効率よく熱を吸収し、瞬時に気化する。

また、弁体がスプリングによって上部材と密着する方向に付勢されているため、増圧部内の液体材料の圧力が、常に一定以上となるように保持される。

【００１３】

【発明の実施の形態】

図１に、本発明の第１実施形態の気化器１０を示し、図１（ａ）は上面図、図１（ｂ）は図１（ａ）のｂ－ｂ線縦断面図、図１（ｃ）はこの気化器１０において後述する増圧部の部分拡大縦断面図である。

なお、図１（ａ）には、気化器１０内部に具えられたヒータＨの位置を併せて示した。

この気化器１０は、液体材料導入口２２を具えた上部材２０、ガス流出通路３２とアシストガス供給通路３４が形成された中間部材３０、そして、開口部４２が形成された下部材４０で構成され（図１（ｂ）参照。）、上部材２０、中間部材３０及び下部材４０を積層した後、これらが一体となるように、ボルトＢ等で固定されている。

上記のように、この実施形態の気化器１０は上部材２０、中間部材３０及び下部材４０の３部材からなるが、必ずしも３つの部材を必要とするものではなく、構造上可能ならば、上部材２０と中間部材３０を一体に、又は中間部材３０と下部材４０を一体に形成したものでよい。この場合、ガス漏れ防止用のＯリングを設ける場所は、当然、異なってくる。但し、このような実施形態の図示は省略する。

【００１４】

この気化器１０内には、上部材２０、中間部材３０、弁体５０、ダイヤフラム５４及び断

10

20

30

40

50

面L字状のフランジ52で囲まれた気化室56が形成され、気化室56内のガスは、中間部材30のガス流出通路32から流出側継手320へと流過する。

また、気化室56内には、図示しないアシストガス供給部からアシストガス継手340及び中間部材30に形成されたアシストガス供給通路34を介して、ヘリウム等の安定、且つ、反応性の低い搬送ガスが供給されている。

【0015】

フランジ52とダイアフラム54は一体的に形成されており、上部材20と中間部材30及び中間部材30とフランジ52の間にはそれぞれOリングO、Oが配置されているので、気化室56内は気密性が保たれ、気化したガスが外部に漏洩することがない。

【0016】

上部材20の下端面には、液体材料導入口22が開口する凹部24が形成され、この凹部24を覆うように弁体50が配置されて、上部材20の凹部24と弁体50の上面で、後述する増圧部58が形成されている。

【0017】

弁体50の下面は、ダイアフラム54を介してスプリングホルダ60の突部と接触しており、スプリングホルダ60内に配置された2つのスプリング保持部材62、64の間にスプリングSが保持されている。

スプリングホルダ60の下端部と下部材40の肩部41の間には、約0.2～0.3mm程度の隙間が形成されている。

上部スプリング保持部材62は、下部スプリング保持部材64及び調整ねじ68の中心部を貫通し、軸方向に摺動可能に軸支されたシャフト66と一体的に形成されている。

シャフト66の下端部にはストップリングR1が設けられているので、シャフト66が調整ねじ及び下部スプリング保持部材64に対して軸方向に摺動しても、調整ねじ68から抜けることはない。

【0018】

下部スプリング保持部材64は、スプリングSの押圧力によって下方方向に付勢されて、調整ねじ68に圧接している。

調整ねじ68は上下方向に移動可能であり、調整ねじ68の固定位置によって下部スプリング保持部材64の位置決めがなされ、スプリングの付勢力を調整することができる。

なお、スプリングホルダ60に設けられたストップリングR2によって、下部スプリング保持部材64がスプリングホルダ60から抜け落ちないようにになっている。

【0019】

この気化器10には、ヒータH及び温度計Tが設けられ、予め、気化器10全体が所定の温度になるように加熱されている。

この気化器10を構成する上部材20、中間部材30及び下部材40は、熱伝導性の高い材料で構成されているので熱効率が良好であり、ヒータHの加熱によって気化器10全体がほぼ同じ温度となっているが、後述する気化部26における温度を計測するために、温度計Tが気化部26近傍に設けられている。

また、この気化器10は耐熱性の高い材料で形成し、ヒータHによって約200℃の高温に加熱されても使用できるようにする。

【0020】

気化器10の設定温度は、使用する液体材料の種類、流量及び発生させる気体の圧力等の条件によって、適宜設定される。

このヒータHは、図1(a)に示す位置に配置され、且つ、図1(b)に示すように中間部材30内部に埋め込まれている。

なお、ヒータHの設置場所や設置数等は、効率よく気化器10全体を加熱できれば、上記のものに限定されない。

【0021】

次に、図4は、本発明の気化器10に従来の液体用マスフローコントローラCを連結して構成された液体材料気化供給装置の全体図である。

なお、図４の気化器１０は、アシストガス供給流路を具えていない。

液体用マスフローコントローラＣの構成は、従来のものと同様であるから、説明を省略する。

【００２２】

次に、図１（ｂ）及び図４によって、本発明の気化器１０の動作を説明する。

この気化器１０は、予め、弁体５０にスプリングＳによる所定の付勢力を与えるように調整ねじ６８が所定の場所に位置決めされており、また、内部に設けられたヒータＨによって加熱されて、設定温度に保たれている。

【００２３】

液体用マスフローコントローラＣによって流量調節された液体材料は、液体材料導入口２２を介して増圧部５８に流入する。

増圧部５８に液体材料が流入して増圧部５８の内部圧力が次第に高まり、弁体５０にかかる液体圧力がスプリングＳの付勢力より大きくなると、スプリングＳの付勢力に逆らって弁体５０が下方方向に移動して、弁体５０と上部材２０下面との間に生じた僅かな隙間からなる気化部２６に、液体材料が流出する。この液体材料が流出する時の圧力は、例えば、 $1.7 \sim 1.9 \text{ kg/cm}^2$ となるように、スプリングＳによって設定されている。

【００２４】

気化部２６内の液体材料は圧縮されることのない材料であり、隙間流れの状態となって拡散するため、表面積が急激に増大する。

そのため、気化部２６を拡散する単位量当たりの液体材料が吸収する熱量も急増し、同時に、弁体５０の下方方向移動によって増圧部５８内の圧力が減少するため、気化部２６を通過することによって液体材料は瞬間的に気化する。

【００２５】

気化したガスは、アシストガスによって、気化室５６内から流出側継手３２０へと搬送される。

【００２６】

ところで、弁体５０は、液体材料が供給されていないときは上部材２０に強力に密着して気化室５６内への液体材料の漏洩を確実に防止させる機能上、スプリングＳによって、なるべく大きな付勢力をかけることが要求される。

増圧部５８は、このように大きな付勢力に抗して弁体５０を下に押し下げるべく、液体材料の内部圧力によって生じる下向きの力を大きくさせるために設けられている。

【００２７】

上部材２０の凹部２４と弁体５０によって構成される増圧部５８の部分拡大断面図である図１（ｃ）を用いて、気化部２６を液体材料が通過するための条件について説明する。

なお、Ａは増圧部５８の直径である。

増圧部５８内にある液体が弁体５０を押し下げる力Ｆ１は、増圧部５８の面積Ｓ１と増圧部５８内部の液体圧力Ｐ１の積として、式 $F1 = P1 \times S1$ で表される。

一方、弁体５０にかけられる上方向の付勢力Ｆ２は、スプリングＳによる付勢力と、外部と連通した下部材４０の開口部４２を介してかけられる大気圧の合計であり、Ｆ１がＦ２よりも大きくなると、液体材料は気化部２６を通過することができるようになる。

ここで、Ｆ１が概ね $0.7 \sim 0.9 \text{ kgf}$ 、Ｐ１が概ね $1.7 \sim 1.9 \text{ kg/cm}^2$ となるように設定すると、 $F1 > F2$ となるための条件として、増圧部５８の面積Ｓ１は、ほぼ 0.444 cm^2 となる。

従って、上記の条件において気化部２６を液体材料が通過するための増圧部５８の直径Ａは、約８ｍｍとなる。

【００２８】

一方、反応プロセスが減圧条件下で、気化室５６の内部圧力が大気圧よりも低圧となった場合、弁体５０には、スプリングＳによる付勢力に加えて、外部と連通する開口部４２から、ダイヤフラム５４を介して、大気圧による上方向への付勢力がかけられることになる。

10

20

30

40

50

この場合、大気圧による付勢力は、最大で2.1kgf程度になると推定され、既にスプリングSの付勢力がかけられた状態で、このように大きな大気圧がかかると、全体として弁体50にかかる付勢力が強くなりすぎ、液体材料が気化部26を通過することができなくなることが考えられる。

従って、このような場合には、調整ねじ68を下方向に移動させると、ストップリングR1を介してシャフト66が下向きに移動し、これによりスプリングSが上部スプリング保持部材62によって圧縮され、下部スプリング保持部材64が下向きに付勢されて、その結果、ストップリングR2によって、ダイヤフラム54が下向きに引っ張られて、スプリングSの付勢力が適正に調節されることになる。

このようにして、スプリングSの付勢力は、上下両方向に作用させることができるようになる。

10

【0029】

次に、図2は、本発明の第2実施形態の気化器100の断面図である。

図2において、図1(b)と同一の符号は同一のものを示す。

この気化器100は、第1実施形態の気化器10において、下部材40に外部と連通する圧力調整孔402を形成し、開口部42を覆う閉塞蓋404を具えたものである。

その他の構成は第1実施形態のものと同一であるので、説明を省略する。

この実施形態では、閉塞蓋404で開口部42を閉塞し、圧力調整孔402から空気等の気体を送り込んで内部圧力を高めることによって、弁体50へより強い付勢力を付加することができる。

20

【0030】

図3は、本発明の第3実施形態の気化器102の断面図であり、下部材40の開口部42内部に一定圧力のガスを充填し、開口部42を閉塞蓋404で閉塞したものである。

この実施形態では、スプリングSによる付勢手段を設けずに、開口部42内部に充填したガス圧力によって、ダイヤフラム54を介して弁体50が上方向に付勢されている。

その他の構成は、第1及び第2実施形態のものと同一であるので、説明を省略する。

【0031】

図1、図2及び図3の本発明の気化器10、100、102において、気化室56内にアシストガス（パージガスであることもある。）を供給することは必ずしも必要ではない。

その場合には、中間部材30にアシストガス供給通路34を形成する必要がない。

30

【0032】

液体材料の種類や気化効率等の条件によって、弁体50上面と上部材20下面とで構成される気化部26の面積を、適宜、設定することができる。

また、調整ねじ68を上下方向に移動させることによって、弁体50に与える付勢力を調整することができる。

【0033】

なお、液体材料導入口22には、閉塞弁を設置して、液体材料の気化器側への漏洩を防止し、機器の信頼性を高めることが望ましい。

【0034】

【発明の効果】

40

本発明の気化器は、液体材料を気化部である微小隙間で拡散させる構成であるので、液体材料が効率よく熱を吸収して瞬時に気化されるという効果を奏する。

すなわち、液体材料が気化部を拡散する際に、弁体が僅かに下方向へ移動することによって増圧部内の液体圧力が直ちに減少されて、液体材料が瞬間的に気化される。

【0035】

また、本発明によると、弁体が上方向に付勢されているため、増圧部及び液体材料導入口内にある液体材料の圧力が常に一定以上となるように保持され、液体材料導入口内で液体材料に気泡が生じたり、液体材料が脈動することなく、安定して供給されるという効果を奏する。

【0036】

50

なお、液体材料は非圧縮性であるから、上流での圧力上昇は直ちに増圧部に伝播されて、弁体を作動させることができるので、応答性にすぐれたものとなる。

【0037】

さらに、調整ねじを具えてその位置を変更して弁体に与える付勢力を調整することができるようにしておけば、液体材料の種類や気化条件等に応じて、最も適した状態で液体材料の気化を行なうことができる。

【0038】

また、気化器全体を、耐熱性及び熱伝導性の高い材料で形成することにより、高温下においても気化器の機能を損なうことなく使用することができる。

【図面の簡単な説明】

10

【図1】 本発明の第1実施形態の気化器であり、図1（a）は上面図、図1（b）は図1（a）のb－b線縦断面図、図1（c）は増圧部の拡大縦断面図。

【図2】 本発明の第2実施形態の気化器の縦断面図。

【図3】 本発明の第3実施形態の気化器の縦断面図。

【図4】 本発明の気化器を使用した液体材料気化供給装置の全体図。

【符号の説明】

10, 100, 102：液体材料気化供給装置の気化器

20：上部材

22：液体材料導入口

24：凹部

20

26：気化部

30：中間部材

32：ガス流出通路

34：アシストガス供給通路

40：下部材

42：開口部

50：弁体

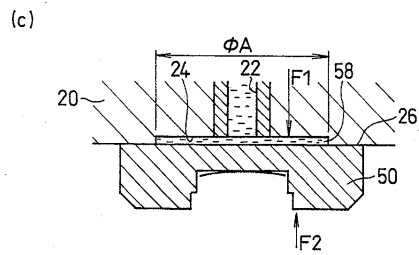
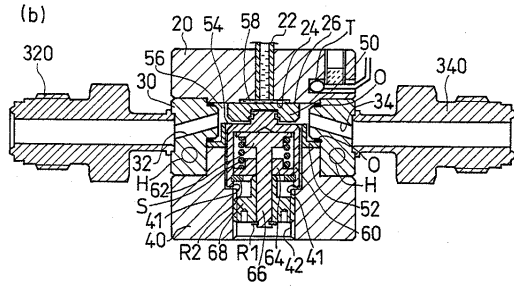
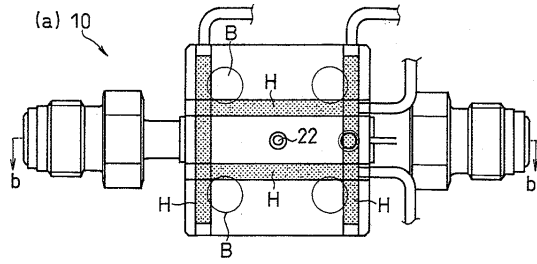
S：スプリング

62：上部スプリング保持部材

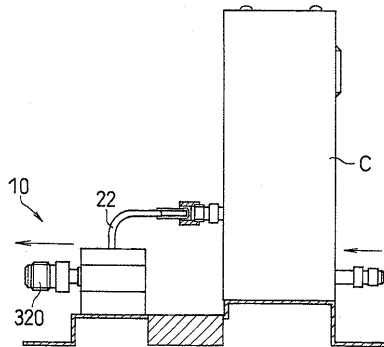
64：下部スプリング保持部材

30

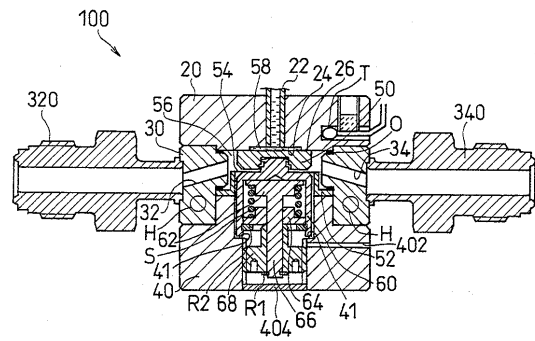
【図 1】



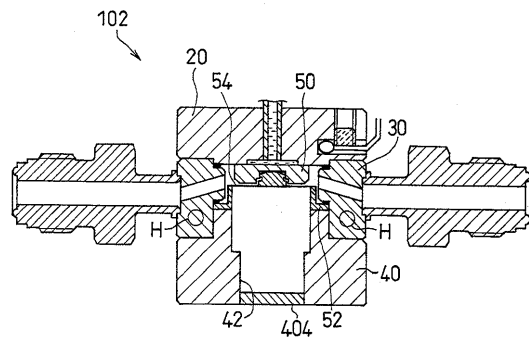
【図 4】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開平07-227536 (JP, A)
特開平08-200525 (JP, A)
特開平05-253402 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 21/205
H01L 21/31
C23C 16/00-16/56
B01J 4/00-7/02