(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)公開番号
特開2025-34868
(P2025-34868A)
(43)公開日　令和7年3月13日(2025.3.13)

(51)国際特許分類		FI			テーマコード（参考）
C23C	*16/448 (2006.01)*	C23C	16/448		4K030
H01L	*21/31 (2006.01)*	H01L	21/31	F	5F045

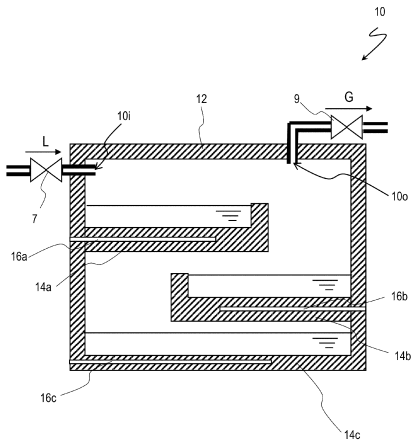
審査請求　未請求　請求項の数　7　OL　（全15頁）

(21)出願番号　特願2023-141531(P2023-141531)
(22)出願日　令和5年8月31日(2023.8.31)

(71)出願人　390033857
株式会社フジキン
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
(74)代理人　100129540
弁理士　谷田 龍一
(74)代理人　100137648
弁理士　吉武 賢一
(72)発明者　綾井 裕太
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
株式会社フジキン内
(72)発明者　徳田 伊知郎
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
株式会社フジキン内
(72)発明者　中川 瑞貴
大阪府大阪市西区立売堀２丁目３番２号
最終頁に続く

(54)【発明の名称】　気化装置およびガス供給方法

(57)【要約】
【課題】　トレイに貯留された液体材料の状態を検知することができる気化装置を提供する。
【解決手段】
　気化装置１０は、液体入口１０ｉとガス出口１０ｏとを有する筐体１２と、筐体内に設けられ、液体入口１０ｉから落下した液体材料Ｌを貯留することができるトレイ１４ａ、１４ｂ、１４ｃと、トレイ１４ａ、１４ｂ、１４ｃに貯留された液体材料を加熱するためのヒータと、トレイ１４ａ、１４ｂ、１４ｃに設けられた振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃとを備える。
【選択図】　図２



【特許請求の範囲】
【請求項１】
液体入口とガス出口とを有する筐体と、
前記筐体内に設けられ、前記液体入口から落下した液体材料を貯留することができるトレイと、
前記トレイに貯留された液体材料を加熱するためのヒータと、
前記トレイに設けられた振動センサと
を備える気化装置。
【請求項２】
前記振動センサは、前記液体材料の落下および前記液体材料の沸騰の少なくともいずれかを検知可能なセンサである、請求項１に記載の気化装置。
【請求項３】
前記振動センサは、前記トレイの底部材に埋め込まれて設けられる、請求項１に記載の気化装置。
【請求項４】
複数の前記トレイを有し、前記複数のトレイは、上段トレイと、前記上段トレイの下方に設けられた下段トレイと、前記筐体の底部によって構成される底トレイとを含み、
前記液体入口から前記上段トレイに前記液体材料が落下し、前記上段トレイからあふれた液体材料が前記下段トレイに落下し、前記下段トレイからあふれた液体材料が前記底トレイに落下するように構成されている、請求項１に記載の気化装置。
【請求項５】
前記複数のトレイのそれぞれに、前記振動センサが設けられている、請求項４に記載の気化装置。
【請求項６】
前記上段トレイは、最上段のトレイであって、少なくとも前記液体材料の沸騰を検知可能な振動センサが設けられており、前記底トレイは、最下段のトレイであって、少なくとも前記液体材料の落下を検知可能な振動センサが設けられている、請求項４または５に記載の気化装置。
【請求項７】
液体入口およびガス出口を有する筐体と、
前記筐体内に設けられ、前記液体入口から落下した液体材料を貯留することができる複数のトレイであって、液体入口から供給された液体材料が順々に落下するように配置された複数のトレイと、
前記複数のトレイに貯留された液体材料を加熱するためのヒータと、
それぞれが前記複数のトレイのそれぞれに設けられた複数の振動センサと
を有する気化装置を用いて行うガス供給方法であって、
前記複数のトレイに液体材料が貯留された状態で、前記ヒータを用いて前記液体材料を気化させることによって原料ガスを生成し、生成した原料ガスを送出する工程と、
前記原料ガスを送出している期間において、前記複数のトレイのうちの最も液体材料が消費されやすいトレイに設けられた第１振動センサの出力を監視して、当該トレイにおける液体材料の枯渇を検知する工程と、
前記当該トレイにおける液体材料の枯渇を検知した後に、前記原料ガスの送出を停止し、前記液体入口から液体を補充する工程と、
前記液体を補充している期間において、前記複数のトレイのうちの最下段のトレイに設けられた第２振動センサの出力を監視して、当該トレイへの液体材料の落下開始を監視する工程と、
前記第２振動センサによる当該トレイへの液体材料の落下開始の検知に基づいて、前記液体材料の補充を停止する工程と
を含む、ガス供給方法。
【発明の詳細な説明】

【技術分野】
【０００１】
本発明は、気化装置に関し、特に、気化室内の液体材料の状態を確認することができる機能を有する気化装置に関する。
【背景技術】
【０００２】
半導体製造設備又は化学プラント等において、原料ガスやエッチングガスなどの種々のプロセスガスがプロセスチャンバに供給される。供給されるガスの流量を制御する装置としては、マスフローコントローラ（熱式質量流量制御器）や圧力式流量制御装置が知られている。
【０００３】
有機金属気相成長法（ＭＯＣＶＤ）などによって成膜を行う半導体製造装置において、液体材料を気化させてから原料ガスとしてプロセスチャンバに供給するための気化供給装置が用いられている。特許文献１には、ＴＥＯＳ（Ｔｅｔｒａｅｔｈｙｌ　ｏｒｔｈｏｓｉｌｉｃａｔｅ）などの有機金属原料を、例えば２００℃などの比較的高温にまで加熱して気化させ、ガスの温度を維持したままプロセスチャンバに供給する気化供給装置が開示されている。気化供給装置は、絶縁膜を形成するための材料となるＨＣＤＳ（Si_2Cl_6）ガスの供給のためなどにも用いられている。
【０００４】
液体材料の気化装置としては、気化室内に多段に配置された複数のトレイに液体材料を貯留したうえで気化させるものも提案されている。特許文献２に記載の気化装置では、液体材料が多段のトレイに貯留され、トレイまたは筐体に設けたヒータによって各トレイ内の液体材料が気化される。
【０００５】
このように、複数のトレイを用いることによって、気化室における液体材料の表面積を大きくすることができ、気化量を増加させることができ、従来に比べて、より大流量の原料ガスをプロセスチャンバに供給することができる。また、大流量のガスを供給するときにも、気化装置のサイズを大きくしなくて済むので、省スペース化が図れ、プロセスチャンバの周りに適切に配置することができる。この場合、気化させたガスの再液化を防止するための要保温流路が短くて済むという利点も得られる。
【０００６】
近年では、プロセスチャンバの周囲に配置する装置のより一層の省占有スペース化が求められており、一方で、ＡＬＤ（原子層堆積）プロセスなどでは、大流量気化供給化および大排気量化が求められている。このため、複数のトレイなどを用いて、例えば約５０ｍｍ幅と小型ながらも気化供給量が大きい気化装置の開発が進められている。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００７】
【特許文献１】国際公開第２０１９／０２１９４８号
【特許文献２】特開２０２３－８７２３６号公報
【特許文献３】国際公開第２０２２／１９０７１１号
【特許文献４】国際公開第２０２１／２００２２７号
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００８】
上記のような気化装置において、タンクやトレイに貯留された液体材料の分量を随時検知できることが好ましい。液供給時には、適量の液体がトレイに供給され貯留される必要があり、また、気化供給時には、材料の消費によって減少した液量を検知して、不足している場合には液体材料を補充し、ガス供給量の低下や空焚きの発生を防止しなければならない。

【０００９】
気化装置におけるタンク内の液量検出手段として、液面センサを用いることが知られている。特許文献３には、超純水の気化供給装置において、タンク内に液面レベルを測定するためのフロートセンサを配置する構成が開示されている。フロートセンサを用いれば、タンク内の液不足を検知することができ、バルブを開いて液を補充することによって、気化室に一定量以上の液体を貯留させておくことができる。
【００１０】
ただし、フロートセンサは、比較的大きいサイズを有しているため、トレイに貯留された浅い液溜まりの液面レベルを、精度よく検知するためには不向きである。特に、小型化が求められている気化装置内に配置する場合は、フロートセンサのサイズによっては、搭載自体が困難なものとなる。
【００１１】
また、フロートセンサを各トレイに配置してしまうと、液面表面積を低下させてしまうため、複数のトレイを用いて液表面積を増加させているのにも関わらず、気化量の増加を妨げてしまうことになる。このため、特に小型の装置で大流量のガス供給が求められる用途においては、フロートセンサを使用することが適切でない場合もあった。
【００１２】
さらに、フロートセンサは、液体に浸漬して用いられるため、用いる液体材料によっては、腐食するおそれがあり、また、高温の液体材料を用いる場合には、温度変化に耐えきれずに破損してしまう恐れもあった。
【００１３】
したがって、フロートセンサを用いることなく、小型でありながらも気化量を大きく維持したまま、トレイに貯留された液体材料の状態を検知することができる気化装置が望まれていた。
【００１４】
本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、比較的小型でありながらも、気化室内の液体材料の状態を把握しながら、適切に比較的大流量の原料ガスを生成することができる気化装置を提供することをその主たる目的とする。
【課題を解決するための手段】
【００１５】
本発明の実施形態による気化装置は、液体入口とガス出口とを有する筐体と、前記筐体内に設けられ、前記液体入口から落下した液体材料を貯留することができるトレイと、前記トレイに貯留された液体材料を加熱するためのヒータと、前記トレイに設けられた振動センサとを備える。
【００１６】
ある実施形態において、前記振動センサは、前記液体材料の落下および前記液体材料の沸騰の少なくともいずれかを検知可能なセンサである。
【００１７】
ある実施形態において、前記振動センサは、前記トレイの底部材に埋め込まれて設けられる。
【００１８】
ある実施形態において、前記気化装置は、複数の前記トレイを有し、前記複数のトレイは、上段トレイと、前記上段トレイの下方に設けられた下段トレイと、前記筐体の底部によって構成される底トレイとを含み、前記液体入口から前記上段トレイに前記液体材料が落下し、前記上段トレイからあふれた液体材料が前記下段トレイに落下し、前記下段トレイからあふれた液体材料が前記底トレイに落下するように構成されている。
【００１９】
ある実施形態において、前記複数のトレイのそれぞれに、前記振動センサが設けられている。
【００２０】

ある実施形態において、前記上段トレイは、最上段のトレイであって、少なくとも前記液体材料の沸騰を検知可能な振動センサが設けられており、前記底トレイは、最下段のトレイであって、少なくとも前記液体材料の落下を検知可能な振動センサが設けられている。

【００２１】

本発明の実施形態によるガス供給方法は、液体入口およびガス出口を有する筐体と、前記筐体内に設けられ、前記液体入口から落下した液体材料を貯留することができる複数のトレイであって、液体入口から供給された液体材料が順々に落下するように配置された複数のトレイと、前記複数のトレイに貯留された液体材料を加熱するためのヒータと、それぞれが前記複数のトレイのそれぞれに設けられた複数の振動センサとを有する気化装置を用いて行われ、前記複数のトレイに液体材料が貯留された状態で、前記ヒータを用いて前記液体材料を気化させることによって原料ガスを生成し、生成した原料ガスを送出する工程と、前記原料ガスを送出している期間において、前記複数のトレイのうちの最も液体材料が消費されやすいトレイに設けられた第１振動センサの出力を監視して、当該トレイにおける液体材料の枯渇を検知する工程と、前記当該トレイにおける液体材料の枯渇を検知した後に、前記原料ガスの送出を停止し、前記液体入口から液体を補充する工程と、前記液体を補充している期間において、前記複数のトレイのうちの最下段のトレイに設けられた第２振動センサの出力を監視して、当該トレイへの液体材料の落下開始を監視する工程と、前記第２振動センサによる当該トレイへの液体材料の落下開始の検知に基づいて、前記液体材料の補充を停止する工程とを含む。

【発明の効果】

【００２２】

本発明の実施形態によれば、気化量が比較的大きく、気化室内の液体材料の状態を検知することができる気化装置が提供される。

【図面の簡単な説明】

【００２３】

【図１】本発明の実施形態に係る気化装置が組み込まれたガス供給系を模式的に示す図である。

【図２】本発明の実施形態に係る気化装置を模式的に示す図である。

【図３】振動センサの出力波形を示す図であり、（ａ）は液体静止状態、（ｂ）は液体沸騰状態を示す。

【図４】図３に示した出力波形を周波数解析（高速フーリエ変換）した結果を示す図であり、（ａ）は液体静止状態、（ｂ）は液体沸騰状態を示す。

【図５】本発明の実施形態に係る気化装置を用いたガス供給方法を示す例示的なフローチャートである。

【図６】本発明の別の実施形態に係る気化装置を模式的に示す図である。

【発明を実施するための形態】

【００２４】

以下、図面を参照しながら本発明の実施形態を説明するが、本発明は以下の実施形態に限定されるものではない。

【００２５】

図１は、本発明の実施形態による気化装置１０を含むガス供給系１００を示す。ガス供給系１００は、液体材料供給源２と、液体材料供給源２からの液体材料Ｌを気化させて原料ガスＧを生成する気化装置１０と、気化装置１０で生成された原料ガスＧの流量を制御するための流量制御装置２０と、流量制御装置２０の下流側に接続されたプロセスチャンバ４と、プロセスチャンバ４に接続された真空ポンプ６とを含んでいる。

【００２６】

液体材料供給源２と気化装置１０との間には、液体補充バルブ７が設けられている。液体補充バルブ７は、液体材料供給源２から気化装置１０への液体材料Ｌの供給を制御するために設けられており、例えば、液体補充バルブ７が開いている期間だけ、所望量の液体

材料Ｌを気化装置１０に圧送するために用いられる。液体補充バルブ７は、気化装置１０の原料供給配管に固定されていてもよい（図２参照）。液体補充バルブ７としては、例えば、空気駆動弁（ＡＯＶ）を用いることができる。

【００２７】

また、流量制御装置２０とプロセスチャンバ４との間には、ストップバルブ８が設けられており、プロセスチャンバ４への原料ガスＧの供給の停止を確実に行うために設けられている。ストップバルブ８は、流量制御装置２０に組み込まれていても良い。ストップバルブ８としては、例えば、空気駆動弁（ＡＯＶ）を用いることができる。

【００２８】

真空ポンプ６は、プロセスチャンバ４および流路を真空引きすることができる。流量制御装置２０は、下流側が減圧された状態で、プロセスチャンバ４に供給されるガスの流量を制御することができる。また、本実施形態では、流量制御装置２０として、圧力式の流量制御装置が用いられている。流量制御装置２０は、コントロール弁２２と、その下流側の絞り部２４と、コントロール弁２２と絞り部２４との間のガス圧力（上流圧力Ｐ１）を測定する上流圧力センサ２６を備えている。

【００２９】

絞り部２４としては、例えば、オリフィスプレートや臨界ノズルなどを用いることができる。流量制御装置２０では、例えば、圧力センサ２８の出力に基づいてコントロール弁２２の開度をフィードバック制御することによって、上流圧力Ｐ１ひいては絞り部２４の下流側に流れるガス流量を制御することができる。コントロール弁２２としては、例えば、ピエゾアクチュエータによって任意開度に調整可能に構成されたピエゾ素子駆動型バルブを用いることができる。

【００３０】

より具体的には、流量制御装置２０は、臨界膨張条件：Ｐ１／Ｐ２≧約２（アルゴンガスの場合）を満たすとき、流量Ｑが、絞り部２４の下流側の圧力である下流圧力Ｐ２によらず、上流圧力Ｐ１によって決まるという原理を利用して流量制御を行うことができる。臨界膨張条件を満たすとき、絞り部２４の下流側の流量Ｑは、Ｑ＝Ｋ１・Ｐ１（Ｋ１は流体の種類と流体温度に依存する定数）によって与えられ、流量Ｑは上流圧力Ｐ１に比例する。また、流量制御装置２０は、下流圧力Ｐ２を測定する下流圧力センサ（図示せず）を備えていてもよく、この場合、臨界膨張条件を満足しない場合であっても流量を算出することができ、$Q=K2\cdot P2^{m}(P1-P2)^{n}$（ここでＫ２は流体の種類と流体温度に依存する定数、ｍ、ｎは実際の流量を元に導出される指数）から流量Ｑを算出することができる。

【００３１】

流量制御装置２０は、臨界膨張条件または非臨界膨張条件における流量計算式を用いてＱ＝Ｋ１・Ｐ１または$Q=K2\cdot P2^{m}(P1-P2)^{n}$から演算流量を随時算出し、絞り部２４を通過するガスの流量が設定流量に近づくように（すなわち、演算流量と設定流量との差が０に近づくように）コントロール弁２２をフィードバック制御する。これにより、絞り部２４の下流側に所望の設定流量でガスを流すことができる。

【００３２】

ただし、流量制御装置２０は、気化装置１０によって生成された原料ガスの流量を適切に制御することができる限り、圧力式流量制御装置に限られず、他の態様を有していてもよく、例えば、熱式質量流量装置であってもよい。また、図示する流量制御装置２０は、コントロール弁２２の上流側の圧力（供給圧力Ｐ０）を測定する圧力センサ２８を有しているが、必ずしも設けられていなくても良い。ただし、圧力センサ２８を有している場合、供給圧力Ｐ０を監視することによって、気化装置１０からのガス量の異常な低下を検知することができる。このため、供給圧力Ｐ０が閾値以下になった場合には、気化装置１０の動作異常が生じたものと判断し、警告を発するようにしてもよい。

【００３３】

また、比較的大流量のＡＬＤプロセスを行う場合には、流量制御装置２０として、絞り

部２４を有さず、圧力センサ２８の出力に基づいてコントロール弁２２の開閉動作を制御するタイプの流量制御装置を利用してもよい。このような流量制御装置は、例えば、特許文献４に開示されている。圧力センサ２８によって検出した供給圧力Ｐ０の時間変化に基づいてパルス流量制御を行うことによって、毎回のガス供給量を略一定にして、比較的大流量のガスによるＡＬＤプロセスを適切に実行し得る。

【００３４】

次に、図２を参照しながら、本実施形態の気化装置１０の詳細について説明する。気化装置１０は、液体材料Ｌを受け取る液体入口１０ｉと、液体材料Ｌを気化させて得られる原料ガスＧを排出するガス出口１００ｏとが設けられた筐体１２を有している。

【００３５】

気化装置１０は、図示しないヒータによって供給された液体材料Ｌを加熱し、気化させることができるように構成されている。なお、図示する気化装置１０では、その開口端において液体入口１０ｉを形成する液供給管（液体流入路）に図１に示した液体補充バルブ７が設けられており、その開口端においてガス出口１００ｏを形成するガス排出管（ガス流出路）においてガス排出バルブ９が設けられている。

【００３６】

気化装置１０において、液体材料Ｌを気化させるヒータとしては、例えば、筐体１２の外側から内部（気化室）を加熱するように配置されたスペースヒータやジャケットヒータを用いることができる。気化装置１０には、液体材料Ｌの温度を測定するための図示しない温度センサが設けられていても良く、温度センサの出力に基づいて温調器を用いてヒータを作動させることによって、液体材料Ｌおよび気化室の温度を所望の温度に設定することができる。

【００３７】

また、図２に示すように、気化装置１０は、筐体１２の内部に、複数の中間トレイ１４ａ、１４ｂ（ここでは、上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂ）を有している。複数の中間トレイ１４ａ、１４ｂは、本実施形態では、異なる高さ位置において、筐体１２の対向する内側面（図２においては、左右の内側面）から交互に延びるように配置されている。各中間トレイ１４ａ、１４ｂの水平方向の端部と、対面する筐体１２の内側面との間には空隙が設けられており、各中間トレイ１４ａ、１４ｂであふれた液体材料Ｌは、この空隙を介して下に移動することができる。

【００３８】

各中間トレイ１４ａ、１４ｂは、その内側に液を貯めることができるように側壁を持った皿状の形状を有しており、筐体１２において各中間トレイ１４ａ、１４ｂに貯められた液体材料の総表面積が増加している。また、筐体１２の底部も液体材料を貯留するトレイとして機能し（ここでは、底トレイ１４ｃと称することがある）、液体材料の総表面積が増加している。上段トレイ１４ａ、下段トレイ１４ｂ、底トレイ１４ｃ（および筐体１２の全体）は、例えば、ステンレス鋼（例えばＳＵＳ３１６Ｌ）などの耐食性に優れた材料から形成される。

【００３９】

気化装置１０への液体材料Ｌの供給は、本実施形態では、液体補充バルブ７を開くことによって、筐体１２の上部に接続された供給管の開口端である液体入口１０ｉから上段トレイ１４ａに落下または滴下させる形式で行われる。

【００４０】

この態様において、まずは、上段トレイ１４ａに液体材料Ｌが供給され、上段トレイ１４ａが液で満たされると、上段トレイ１４ａの側壁を越えて、下段トレイ１４ｂに液体材料Ｌが落下する。さらに、下段トレイ１４ｂが液で満たされると、下段トレイ１４ｂの側壁を越えて、底トレイ１４ｃに液体材料Ｌが落下する。このようにして、上側のトレイから順々に下側のトレイまで液を順々に供給することができる。上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂの側壁の内側高さ（最大液面高さ）は、例えば５ｍｍ程度に設定される。

【００４１】

なお、トレイの壁高さ（トレイの液貯留量）は必ずしも同じでなくともよく、一部のトレイの壁高さを比較的低くして浅いトレイとしてもよい。この場合、液消費時に、浅いトレイから優先的に液体が枯渇することになる。なお、高さが同じトレイを用いる場合、通常は、気化室内の圧力勾配の影響により、より圧力が低い最上段のトレイにおいて最も早く液体材料が枯渇することになる。

【００４２】

上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂは、液体を貯留できる形状を有する限り、任意の態様で設けられていてよい。上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂは、必ずしも筐体１２の側面の交互から延びるように配置されている必要はなく、同じ側面から延びるように配置されていてもよい。この場合、上段トレイ１４ａからあふれた液体材料を受け取ることができるように、下段トレイ１４ｂのサイズがより大きくなっていても良い。また、上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂの底面に、側壁よりも低く形成された突出管を設け、突出管の高さを超えた液体材料を、突出管を通って下に落とすようにしても良い。また、中心軸に沿って、下段に向かう程サイズが大きくなるトレイを配列させてもよく、シャンパンタワー状にトレイを配列させてもよい。

【００４３】

また、図２には、底トレイ１４ｃ以外の上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂの２段の中間トレイ（液体入口１０ｉと底トレイ１４ｃとの間に配置されるトレイ）を設けた態様を示したが、１段の中間トレイのみが設けられていても良いし、３段以上の任意の数の中間トレイが設けられていても良いことは言うまでもない。さらに、後述するように、気化装置は、底トレイのみを有し、中間トレイを有していなくてもよい。

【００４４】

以下、本実施形態の気化装置１０における、気化室内の液体材料の状態を確認するための機構について説明する。

【００４５】

図２に示すように、本実施形態の気化装置１０は、上段トレイ１４ａ、下段トレイ１４ｂ、および底トレイ１４ｃの底部材にそれぞれ埋め込まれた振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃを有している。振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃは、典型的には、各トレイの底部材において、ガス系外として外側から形成された薄型のスペースに設置されている。振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃとしては、例えば、振動センサ、加速度センサ、渦電流センサ、ピエゾフィルムセンサなどを用いることができる。振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃとしては、角型で薄い形状を有したものが好適に用いられる。ただし、他の態様の振動センサであってもよく、例えば、圧電ワイヤセンサ、ピエゾ電線ワイヤなどを用いても良く、この場合、ワイヤ形状のセンサを棒状にまとめて設置することによって、所望の振動を検知しやすい。各振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃは、同じ態様の振動センサであってもよいし、別々の態様の振動センサであってもよい。

【００４６】

振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃは、各トレイに生じた振動を検出することができる。このため、トレイへの液供給時には、落下する液体材料によってトレイに生じた振動を検出し、各トレイへの液体の供給開始を検知することができる。このとき、最下段の底トレイ１４ｃに設けられた振動センサ１６ｃが液体供給開始を検知したときは、より上段のトレイ１４ａ、１４ｂには略満量の液体材料が貯留されていると判断でき、この時点で気化装置１０には十分な液体材料が貯留されたと判断することもできる。また、通常は、トレイ内の液量が増加（すなわち、液面が上昇）するにつれて、振動の大きさ（振幅）はより小さいものに変化すると考えられるので、振動の大きさから、各トレイに溜まっている液量を推定することも可能である。

【００４７】

また、トレイに貯留された液体材料を加熱して気化させるときには、液体材料が沸騰し、多数の気泡が特に底部近傍から発生するため、トレイに振動が生じる。このため、振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃによって、気化時の振動を検出することによって、沸騰状

態を検知することができる。そして、トレイ内の液体材料が消費されて枯渇したときは、沸騰が生じなくなり、振動が停止する。したがって、沸騰に伴い継続して発生していた振動の減少を検知することによって、トレイ内の液体材料の枯渇（トレイ内の液体材料の存否）を知ることができる。

【００４８】

図３（ａ）および（ｂ）は、試験的な気化装置における静止状態および沸騰状態の振動センサの出力波形を示す。また、図４（ａ）および（ｂ）は、図３（ａ）および（ｂ）に示した出力波形を周波数解析（ここでは、高速フーリエ変換）したものである。

【００４９】

図３（ａ）および図４（ａ）からわかるように、貯留された液体に沸騰が生じていない静止状態においては、振動センサの出力はごく小さいものであり、また、いずれの周波数においても大きなピークは観察されない。一方で、図３（ｂ）および図４（ｂ）からわかるように、貯留された液体が沸騰している状態では、振動センサの出力は大幅に増加し、また、固有周波数でのピークが観察される。このようにして、振動センサを用いて気化装置の振動を検出することによって、内部での沸騰状態を検知することができる。また、振動センサの出力波形の周波数解析を行うことによって、ピークが発現した周波数に基づいて、沸騰している液体量などを推定できる可能性がある。

【００５０】

このように、気化装置１０では、振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃの出力から、特に、液供給時の液量や、気化時の沸騰状態を知ることができる。これは、フロートセンサを用いたときのように、随時、液面レベルを直接測定する場合に比べると、内部の液体の状態について得られる情報は減少する可能性がある。

【００５１】

しかしながら、振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃは、直接液体に触れないので腐食や破損の可能性が低く、また、浅いトレイに対して適用可能である。その上で、特に液量等の液体状態の検知が求められる液供給時および気化時においては液体状態を推定するための重要な情報が得られる。したがって、特に小型で大流量ガスを供給する場合の実際の運用においては大きな利点がある。また、振動センサ１６ａ、１６ｂ、１６ｃを用いる場合、メンテナンスもしやすく、故障発生による誤検出を認識しやすいので、正常な状態を維持して、安全性も向上させることができる。

【００５２】

また、気化装置１０は、振動センサの出力と、温度センサとの出力とを用いて、内部の液体の状態を把握するように構成されていてもよい。温度センサは、例えば、各トレイの底部材に設けた細穴内にそれぞれ配置されていてもよい。気化装置１０は、気化室の前段に予加熱タンクを有している場合も考えられ、比較的高温の液体材料が供給されるときもある。この場合、振動センサの出力とともに、温度センサの出力も参照することによって、より正確に各トレイへの液供給の開始やその液量を検出し得る。また、沸騰時にも、振動センサの出力とともに温度センサの出力をも参照することによって、実際に沸騰が生じて気化により液消費が進んでいる状態が継続しているか否かをより正確に検知し得る。

【００５３】

このように構成された気化装置１０を用いて、原料ガスＧの供給を行う場合、例えば、複数のトレイのうち、いずれかの液体材料が枯渇した時点で、半導体製造プロセスを一旦終了させて液体材料の補充を行う工程に移行するようにしてもよい。このとき、実施中のプロセスについては、気化装置１０内の残留液を用いて完了させてから、液体材料補充モードに移行してもよい。また、気化供給中、圧力勾配の発生により上段のトレイから優先的に沸騰が生じ、液体材料の消費が進むと考えられるため、最下段のトレイ（ここでは底トレイ１４ｃ）において沸騰が検知されなくなったときには、気化室内の液体材料が払底したものと判断して異常停止させるようにしてもよい。

【００５４】

なお、ガスの供給を停止すると、生成されたガスの気化室内での圧力減少が生じなくな

るため、沸騰も生じなくなる。そのため、その後に液体補充を行うときに、残留液体が沸騰している状態である可能性は極めて低い。したがって、液体補充の際には、液体の落下による振動発生だけを振動センサが検知することができ、液体の供給量を適切に知ることができる。

【００５５】

また、液表面積を効率的に向上させるためには、液体補充時に、液面レベルが、最下段の中間トレイ（ここでは、下段トレイ１４ｂ）の高さ位置よりも下方であることが好ましい。このため、液補充時においては、底トレイ１４ｃにおいて振動が検出された時点で、液体材料の供給を停止するようにしてもよい。これによって、液面レベルが上側のトレイの位置よりも高くなることが防止され、液表面積を最大限に増加させることができて気化量を増大させることができる。また、気化時の液消費によっても液表面積が変動しないので、気化室でのガス生成能を安定させて、継続的に適切なガス供給を行うことができる。

【００５６】

また、沸騰状態と、液落下状態と、沸騰および液落下状態（例えば気化ガス供給中における液体補充バルブの意図しないシートリークによって液落下が生じた状態）と、静止状態の判定は、振動センサの出力を周波数解析することによってより正確に実施し得る。

【００５７】

以下、図５を参照して、気化装置１０を用いたガス供給のフローの一例について説明する。まず、図５のステップＳ１に示されるように、気化装置１０に十分な液体材料が供給されている状態でヒータ等を用いて原料ガスを生成し、典型的には気化室内の圧力（供給圧力Ｐ０）が飽和蒸気圧に達した状態にしてプロセス開始の準備が完了する。このとき、液体補充バルブ７およびガス排出バルブ９は閉じられている。

【００５８】

次に、ステップＳ２に示すように、ガス排出バルブ９を開放して、プロセスを開始する。このとき、プロセスチャンバ４に供給されるガスの流量は、流量制御装置２０によって制御される。また、プロセスが進むにつれて、気化装置１０の内部の液体材料は消費され、徐々に少なくなっていく。

【００５９】

この過程において、ステップＳ３に示すように、第１振動センサによって、液体が枯渇された否かが監視される。液体が枯渇したか否かは、トレイでの沸騰が生じなくなり、第１振動センサの出力が閾値を下回るまで急激に低下したか否かによって判断することができる。

【００６０】

ここで、本実施形態において、第１振動センサは、気化供給中に最初に枯渇が生じるものと想定されるトレイに設けられた振動センサであり、より具体的には、上段トレイ１４ａに設けられた振動センサ１６ａである。各トレイの容量が同じである場合、圧力勾配の影響により、最も上部のトレイ（あるいは、最もガス出口に近いトレイ）に貯留された液体材料が沸騰しやすく消費されやすい。ただし、各トレイの容量が異なる場合、最も容量が小さいトレイが、最初に枯渇が生じると想定されるトレイとなることもある。この場合、第１振動センサは、最も上部の振動センサ１６ａではなく、例えば、底浅に形成された下段トレイ１４ｂに設けられた振動センサ１６ｂであり得る。

【００６１】

ステップＳ３において、第１振動センサ（ここでは振動センサ１４ａ）が液体枯渇を検知しなかった場合、ステップＳ４に示すように、気化装置１０にはまだ十分な液体材料が残存していると判定することができ、ステップＳ５に示すように、実行中のプロセスを継続するとともに、バッチ式でプロセスが行われる場合等は、現プロセスを完了後、次のプロセスも開始する。

【００６２】

一方、ステップＳ３において、第１振動センサが液体枯渇を検知した場合、ステップＳ６に示すように、現在実行中のプロセスを完了させた後に気化装置１０への液体またの補

充を行うために、現プロセスの完了をもっていったん中断と判定する。このとき、第１振動センサは、最も枯渇しやすいトレイに設けられた振動センサであるので、このトレイでの枯渇を検知した時点では、他のトレイには相応の量の液体材料は残存しているものと考えられる。このため、現プロセスまで即座に中止する必要はなく、現プロセスまでは完了させ、製品を無駄にすることなく、その後に、液体補充を行うことができる。

【００６３】

次に、ステップＳ７に示すように現プロセスが終了し、ガス排出バルブ９が閉じられた後に、ステップＳ８に示すように、液体補充バルブ７を開いて液体補充工程が開始される。

【００６４】

このとき、ステップＳ９に示すように、所定のトレイに設けられた第２振動センサが液体の落下開始を検知したかどうかが監視される。液体の落下は、例えば、第２振動センサの出力が所定の時間以上にわたって閾値を超えたかどうか否かによって検知することができる。

【００６５】

ここで、本実施形態において、第２振動センサは、最下段のトレイに設けられた振動センサであり、より具体的には、底トレイ１４ｃに設けられた振動センサ１６ｃである。振動センサ１６ｃでの液体の落下が検知されるまでは、ステップＳ１０で示されるように、供給された液体量がまだ十分でないと判断して、液体材料の補充を継続する。

【００６６】

一方、ステップＳ９において、第２振動センサ（ここでは振動センサ１６ｃ）において液体の落下開始が検知されたとき、典型的には、より上段のトレイ（すなわち、上段トレイ１４ａおよび下段トレイ１４ｂ）は、液体材料によって満たされている。また、最下段のトレイ（ここでは底トレイ１４ｃ）にも液体材料の供給が開始されている。

【００６７】

したがって、気化装置１０には十分かつ過剰でない適量の液体材料が供給されたと判断することができ、ステップＳ１１に示すように、液体補充バルブ７が閉じられ、液体の補充が完了する。

【００６８】

なお、ステップＳ９において、最下段のトレイへの液体の落下を検知した後、最下段のトレイへの液の供給を所定の短時間だけ行ってから液体補充バルブ７を閉じるようにしてもよい。また、最下段のトレイでは、液が補充されるにしたがって、液面の上昇に伴い、第２振動センサの出力が徐々に小さくなることも考えられる。このため、第２振動センサの出力が閾値を下回った時点で、液体補充バルブ７を閉じるようにしてもよい。また、液体補充バルブ７を閉じた後も、流路に残る液体は気化装置１０に供給されるので、その量が適量であれば、検知と同時に液体補充バルブ７を閉鎖してもよい。

【００６９】

このようにして、気化装置１０に適量の液体材料が補充された後は、再びステップＳ１に戻ってプロセスが行われ、その後も同様のフローにしたがって、プロセスを実行することができる。このような方法では、その後に液体の補充が必要な場合であっても、液量に余裕を持たせた状態で、現プロセスを完了することができ、また、液体補充を毎回適量に行うことができるので、安定したプロセスの実行を効率よく継続することができる。

【００７０】

図６は、他の態様の気化装置１０Ｂを示す。なお、図１に示した気化装置１０と同様の構成要素については、同じ参照符号を付すとともに説明を省略する場合がある。

【００７１】

気化装置１０Ｂは、底トレイ１４ｃのみを有し、中間トレイを有しておらず、液体補充バルブ７を介して供給された液体材料Ｌが、上部の液体入口１０ｉから筐体１２の底面に直接的に落下し、貯留されるように構成されている。貯留された液体材料Ｌは、図１に示した気化装置１０と同様に、図示しないヒータによって加熱されて気化される。生成され

た原料ガスＧは、上部のガス出口１００ｏからガス排出バルブ９を介して流量制御装置などに送出される。

【００７２】

気化装置１０Ｂにおいて、筐体１２の上面には、上面振動センサ１８ａが設けられ、筐体１２の下面には、下面振動センサ１８ｂが設けられている。上面振動センサ１８ａおよび下面振動センサ１８ｂとしては、ｚ軸方向の振動を検知する加速度センサを用いることができる。

【００７３】

液供給時において、液の落下によって振動が生じるが、液量が少ないときには、下面振動センサ１８ｂの出力は大きくなり、液量が多いときには、下面振動センサ１８ｂの出力が小さくなるものと考えられる。一方で、上面振動センサ１８ａの出力は、液量が少ないときに小さくなり、液量が多いときに大きくなるものと考えられる。これは、液が落下するときに液面に衝突したときに生じる振動を検知しているため、液量が多い時には、より液面に近い上面振動センサ１８ａが検出する振動がより大きくなり、液量が少ない時には下面振動センサ１８ｂが検出する振動がより大きくなるからである。このようにして、上面振動センサ１８ａおよび下面振動センサ１８ｂの出力に基づいて、液供給時の液量を推定することができる。

【００７４】

また、気化供給時において、貯留された液体に沸騰が生じるが、下面振動センサ１８ｂは、沸騰時に特に底面（伝熱面）の近傍で生じた気泡の発生による振動を主として検出するため、液量にかかわらず、出力は大きくなるものと考えられる。一方で、上面振動センサ１８ａの出力は、液量が少ないときに小さくなり、液量が多いときに大きくなるものと考えられる。これは、上面振動センサ１８ａが、沸騰時において液面部において生じる気泡音による振動を検出しやすいため、液面が近いほどより大きな振動を検知すると考えられるからである。このようにして、上面振動センサ１８ａおよび下面振動センサ１８ｂの出力に基づいて、気化供給時の沸騰状態および残留液量（あるいは液消費量）を推定することができる。

【産業上の利用可能性】

【００７５】

本発明の実施形態による気化装置は、例えば半導体製造装置においてプロセスチャンバに供給する各種ガスを液体材料から生成するときに好適に利用される。

【符号の説明】

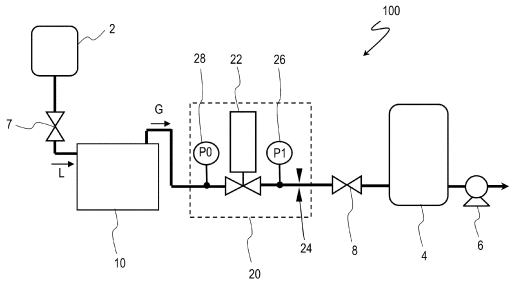
【００７６】

２　液体材料供給源
４　プロセスチャンバ
６　真空ポンプ
７　液体補充バルブ
８　ストップバルブ
９　ガス排出バルブ
１０　気化装置
１０ｉ　液体入口
１００　ガス出口
１２　筐体
１４ａ　上段トレイ
１４ｂ　下段トレイ
１４ｃ　底トレイ
１６ａ、１６ｂ、１６ｃ　振動センサ
１８ａ　上面振動センサ
１８ｂ　下面振動センサ
２０　流量制御装置

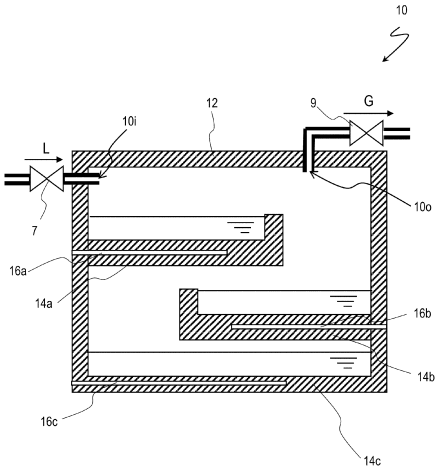
L　液体材料
G　原料ガス

【図面】

【図１】

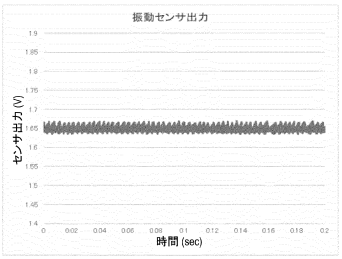


【図２】

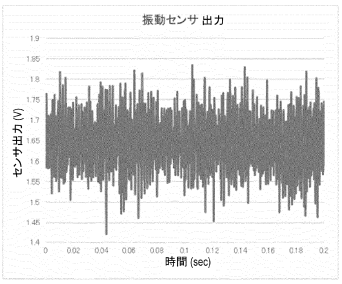


【図３】

(a)

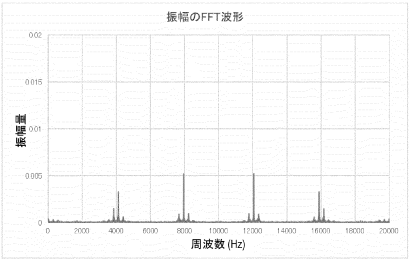


(b)

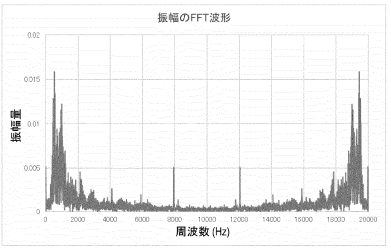


【図４】

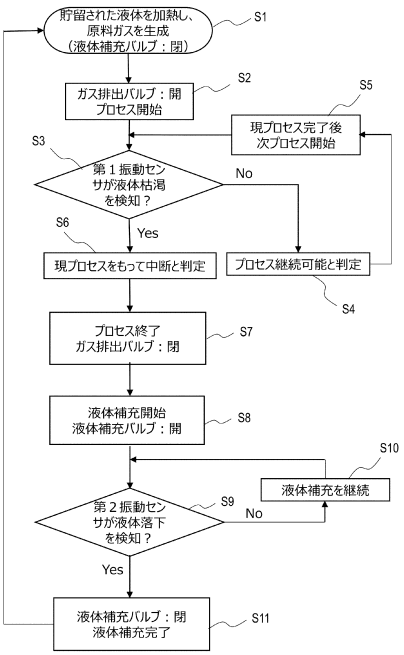
(a)



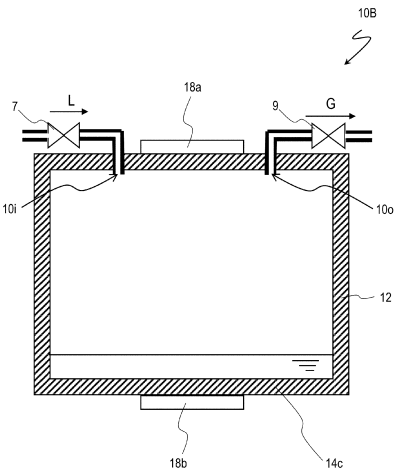
(b)



【図５】



【図６】



フロントページの続き

株式会社フジキン内

Ｆターム（参考） 4K030 AA03 AA11 CA04 CA12 EA01 KA25 KA39 KA41 KA45
5F045 AC03 AC07 AD01 AE01 EE02