

# Product Introduction

新製品紹介

## MV-2000シリーズ 高効率気液混合式気化器

MV-2000 Series  
High Efficiency Mixed Injection

西川 一郎

Ichiro NISHIKAWA

近年の半導体製造プロセスは、デバイス構造の微細化のみならず材料の新規開発による対応や生産性向上を目指し、450 mmウエハへの大口径化に向けての検討が進んでいる。これらの動向に伴い、半導体製造に使用される液体材料においても多様化と大流量化が進んでいる。気化器への市場要求としては、大流量気化、低温度気化、使用するキャリアガス流量の低減などがある。本稿では、市場ニーズに応えるべく従来製品に比べて気化性能を大幅に向上した高効率気液混合式気化器「MV-2000」に関して紹介する。

The recent semiconductor manufacturing process carries out correspondence by miniaturization of the device structure and the new development of materials. In addition, aiming at productivity improvement, examination toward becoming it goes ahead the large diameter to a 450mm wafer. With these trends, it goes to improvement that diversification and large flow rate in the liquid material used for semiconductor production. As a market demand to a vaporizer, there are big flow quantity vaporization, low temperature vaporization, reduction of the carrier gas flow rate to use. This report introduce about high efficiency mixed injection “MV-2000” that largely improved vaporization performance in comparison with a product conventionally in order to meet market needs.

### はじめに

近年、半導体製造に使用される液体材料において多様化と大流量化が進んでいる。液体材料の気化供給方法は、直接気化方式、バブリング方式、ベーキング方式の3方式に大別できる(Figure 1)。MVシリーズは、直接気化方式に該当し、材料を液体状態で搬送し、ユースポイント近くで直接気化させ流量制御する方式である。直接気化方式のメリットとしては、バブリング方式、ベーキング方式と比べ、コンパクトサイズであり、設置面積の削減や、コストダウンが可能である。一方、課題としては、液体材料の熱分解による反応物の生成や閉塞、コンパクトサイズゆえの大流量の気化発生が困難であるなどの課題もある。また、近年の半導体市場における直接気化方式気化器に対する要求としては、次の4点に集約される。

①液体材料の熱分解抑制のための一層の低温度気化

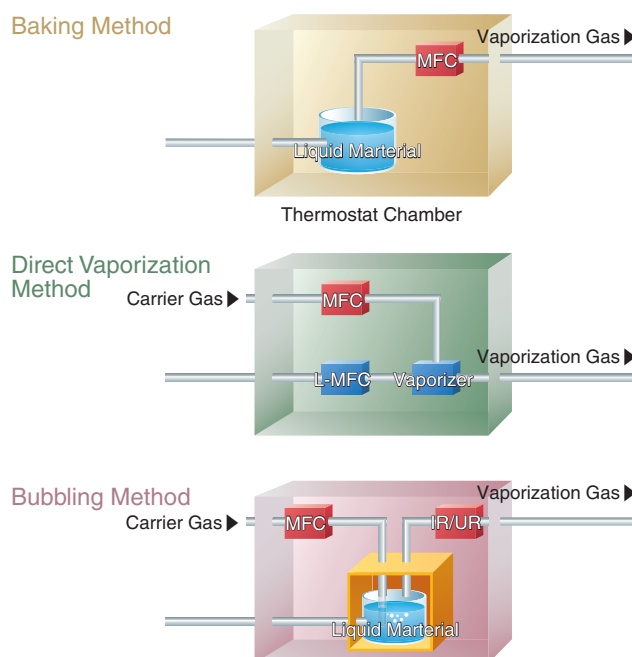


Figure 1 Three vaporization method

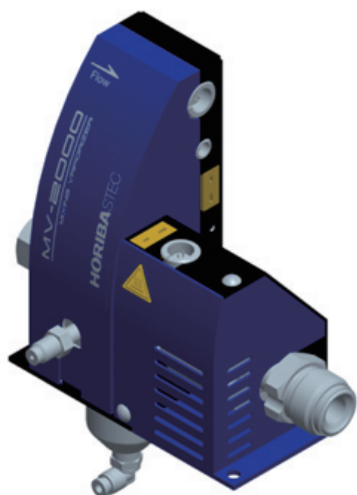


Figure 2 MV-2000

- ②450 mmプロセスに対応するための大流量気化
- ③He価格高騰におけるキャリアガス流量低減化
- ④微細化対応のためのミストパーティクル低減

いずれも、気化性能を向上させることで、ソリューションの提供が可能と考えた。本稿では、それらの要望に対応すべく開発した高効率気液混合式気化器「MV-2000」に関して紹介する(Figure 2)。

### MVシリーズ構造

High-k材料として、代表的なTEMAZr(テトラキスエチルメチルアミノジルコニウム)は、キャパシタの高誘電率の絶縁膜(ZrO<sub>2</sub>)として用いられるが、低蒸気圧であるため、気化するためには高温が必要となる。しかし長時間高温にさらされると、熱分解しやすい材料であり、気化器にとって難しい材料である。MVシリーズは、このような

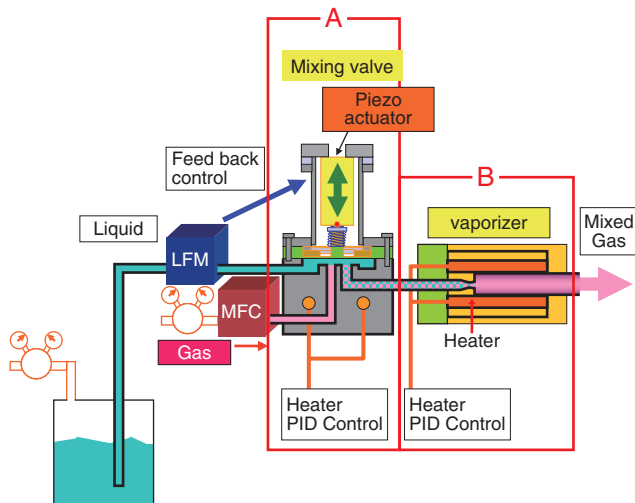


Figure 3 Structure of MV series

材料に対応するために、2つの部分に分かれた構造を有する(Figure 3)。

Figure 3のA部分が気液混合バルブ(Mixing valve)。B部分が気化部(Vaporizer)である。この方式のメリットは、各部分で独立した温度制御が可能となることである。液体滞留部であるMixing valve部を低温に設定可能で、液体材料の熱分解リスクを低減できる。(液体材料が熱分解すると分解生成物により、バルブ部或いはノズル部で閉塞が生じる。)逆に気化部に関しては、高温設定(Max 200℃)が可能で、低蒸気圧材料に対しても対応が可能となった。気化の流れとしては、Liquid Flow Meter(LFM)で、液体流量をセンシングし、ピエゾアクチュエータバルブと、フィードバック制御で、液体流量を精密制御する。MFCによって流量制御されたキャリアガスと、Mixing valve部で気液混合し、気化部の噴霧ノズルで、微細化し、加熱気化することによって、効率良く安定した蒸気を得る。

### 気化性能向上に向けて

従来製品(MV-1000)では、気化部内が中空構造であり、液体が大流量になると、気化部内で十分に熱交換されず2次側にミストが飛散するため、大流量対応が困難であった(Figure 4a)。新製品(MV-2000)では、改善策として気化部内の熱交換効率を向上させるため、低圧力損失で、流体を攪拌させられるような構造の熱交換素子を内蔵した(Figure 4b)。

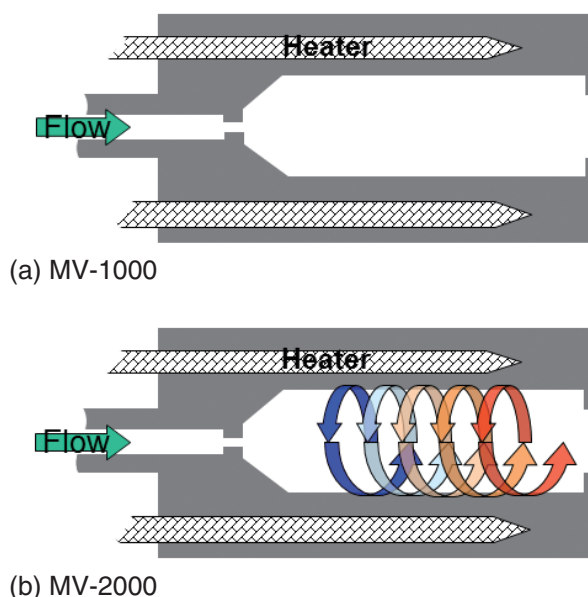


Figure 4 Structure of vaporizer

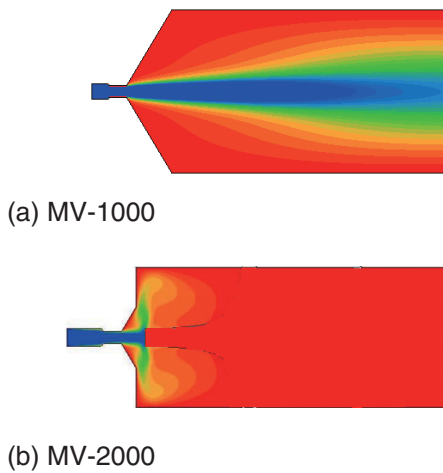


Figure 5 Temperature distribution in vaporizer

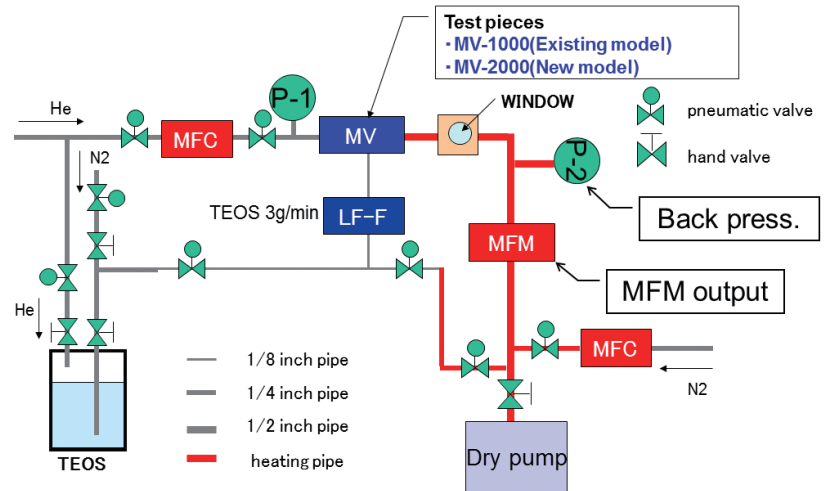
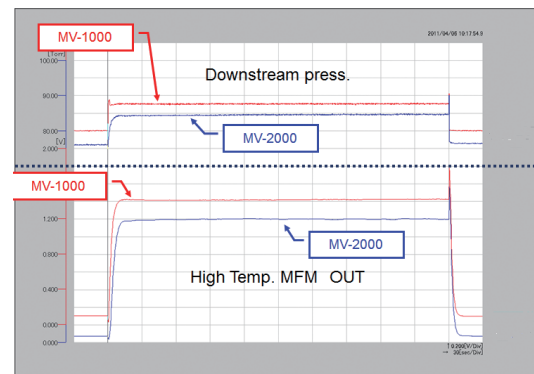


Figure 6 TEOS vaporization test flow

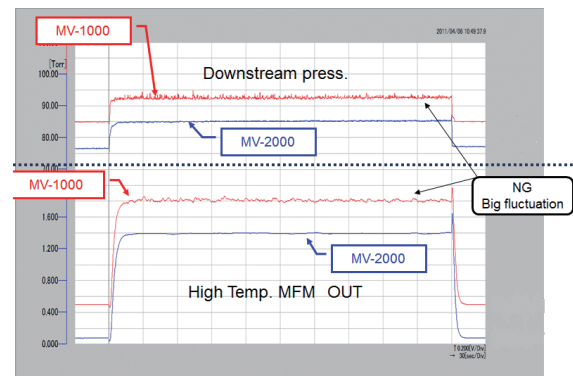
同一条件において、従来製品と新製品で、温度分布をCAE解析した結果を示す(Figure 5)。赤色が高温、青色が低温部分を示す。上側の従来製品では中心部まで熱が伝わっていない(Figure 5a)。対して、下側の新製品では、気化部に導入直後に渦を巻いているような状態が確認され熱交換が促進し温度が均一になっている(Figure 5b)。CAEにおいて、熱交換効率の改善を確認した。

### 低温度気化発生確認

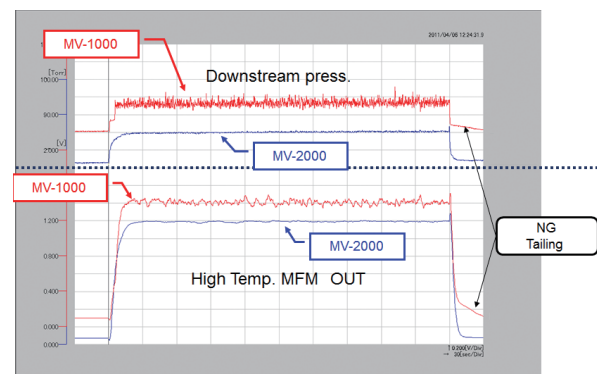
CVD(Chemical Vapor Deposition)材料として、代表的なTEOSを用いて従来品よりも、低温度気化が可能かどうかを検証した。気化可否の判定は、観察窓による目視確認と、MFMによる流量出力の安定性で判定を行った(Figure 6)。150℃では、MV-1000でもMV-2000でも、安定した発生が可能であった(Figure 7a)。120℃では、MV-1000では、MFM出力や、圧力指示値に、大きなふらつきが発生していた。これは気化不良によるミスト発生した影響である。一方、MV-2000では、120℃でも安定気化が可能であった(Figure 7b)。さらに、低温度の80℃(Figure 7c)では、MV-1000では、更にふらつきが大きくなり、テーリング現象も発生していた。このテーリングは、発生停止した際に未気化のTEOSが内部に溜まっていて、遅れて気化している状況を示唆している。一方、MV-2000では、80℃でも安定している結果が得られ、従来製品では、150℃必要だった条件で、80℃で対応可能と70℃の低温化を実現している。これは液体材料の熱分解リスクを大きく低減し、閉塞に対する寿命を向上させると考える。また、同一温度において発生する場合は、従来よりも大流量気化が可能となる。



(a) 150℃



(b) 120℃



(c) 80℃

Figure 7 TEOS vaporization result

Table 1 Summary of TEOS vaporization

	Test condition					results		
	TEOS	Carrier He	Main temp.	Vaporizer temp.	Back pressure	DUT	MFM output fluctuation	Visual inspection of mist
01	3 g/min	1.5 SLM (He)	150°C	150°C	75torr	MV-1000	37 mV	○ : no mist
						MV-2000	8 mV	○ : no mist
02	3 g/min	1.5 SLM (He)	100°C	120°C	75torr	MV-1000	85 mV	× : mist
						MV-2000	11 mV	○ : no mist
03	3 g/min	1.5 SLM (He)	80°C	80°C	75torr	MV-1000	98 mV	× : mist
						MV-2000	16 mV	○ : no mist

MFM output fluctuation

Less than 20 mV	Full vaporization
20 mV-50 mV	Vaporization is possible
50 mV or more	Imperfect vaporization

Table 2 Conventional vaporizer

	Conventional	Carrier He	Judgement of vaporization				
			TEOS				
	temp. [°C]	[SCCM]	1.4	2.8	4.2	5.6	7.0
01	180	1000	OK	NG	NG	NG	NG
02	180	500	OK	NG	NG	NG	NG
03	180	300	OK	NG	NG	NG	NG
04	180	100	OK	NG	NG	NG	NG
05	150	1000	OK	NG	NG	NG	NG
06	150	500	OK	NG	NG	NG	NG
07	150	300	OK	NG	NG	NG	NG
08	150	100	OK	NG	NG	NG	NG
09	150	5000	OK	OK	NG	NG	NG
10	180	5000	OK	OK	OK	NG	NG
11	200	5000	OK	OK	OK	NG	NG

Table 3 MV-2000

	MV-2000		Carrier He	Judgement of vaporization				
	TEOS							
	Valve [°C]	VAPO [°C]	[SCCM]	1.4	2.8	4.2	5.6	7.0
01	140	200	1000	OK	OK	OK	OK	OK
02	140	200	500	OK	OK	OK	OK	OK
03	140	200	300	OK	OK	OK	OK	OK
04	140	200	100	OK	OK	OK	OK	OK
05	140	180	100	OK	OK	OK	OK	OK
06	120	180	100	OK	OK	OK	OK	NG
07	110	170	100	OK	OK	NG	NG	NG

## キャリアガス使用量低減

従来の弊社製キャリアガス式気化器との比較結果を、Table 1に示す。従来品はキャリアガス5 SLMでも、TEOS 7 g/minを安定発生できなかったが、同じ温度条件において、MV-2000では、1/50の100 SCCMのキャリアガス流量で対応可能と、大幅にキャリアガスの使用量低減が可能となった(Table 2, 3)。

## おわりに

今回開発したMV-2000は、従来型に比べ気化性能が大幅に向上し、気化性能向上分を、気化量の増大、キャリアガス流量の低減、気化温度の低温化による熱分解の抑制に振り分けられる。現在、様々な液体の気化供給が要求されているが、そのソリューションの一つとして提供できると考える。



西川 一郎

Ichiro NISHIKAWA

株式会社 堀場エステック  
開発本部 開発設計2部