

明 細 書

発明の名称：

気化システムの制御方法、半導体装置の製造方法、基板処理装置、気化システムおよびプログラム

技術分野

[0001] 本開示は、気化システムの制御方法、半導体装置の製造方法、基板処理装置、気化システムおよびプログラムに関する。

背景技術

[0002] 特許文献1には、気化容器内に貯留された液体原料を気化することで気化ガスを生成する気化システム、および生成された気化ガスを用いて基板処理を行う基板処理装置が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：WO 2018／056346

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 気化容器内に貯留された液体原料が減少すると、気化容器内への液体原料の補充が行われることがある。しかし、液体原料が気化容器内に注入される際に生じる気化容器内の圧力変動などにより、液体原料の気化不良が生じやすくなることがある。本開示は、気化容器内への液体原料の注入に起因して発生し得る液体原料の気化不良の発生を抑制することが可能な技術を提供する。

課題を解決するための手段

[0005] 本開示によれば、（a）気化容器内に液体原料を供給する工程と、（b）（a）が終了した時点、またはその時点から第1の所定時間が経過した後、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う工程と、（c）（b）の後、

前記液体原料を気化させながら、前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する工程と、（d）（c）の後、前記気化容器内で前記液体原料が気化したことにより生成される気化ガスを、基板が処理される処理容器内に供給する工程と、を行う技術が提供される。

発明の効果

[0006] 本開示によれば、気化容器内への液体原料の注入に起因して発生し得る液体原料の気化不良の発生を抑制することができる。

図面の簡単な説明

[0007] [図1]本開示の一態様で好適に用いられる基板処理装置の縦型処理炉の概略構成図であり、処理炉202部分を縦断面図で示す図である。

[図2]本開示の一態様で好適に用いられる基板処理装置の縦型処理炉の概略構成図であり、処理炉202部分を図1のL線断面図で示す図である。

[図3]本開示の一態様で好適に用いられる基板処理装置に備えられた気化システムを示した構成図である。

[図4]本開示の一態様で好適に用いられる基板処理装置のコントローラ121の概略構成図であり、コントローラ121の制御系をブロック図で示す図である。

[図5]本開示の一態様における、ウエハに成膜処理を行う場合の成膜シーケンスを示した図面である。

[図6]本開示の一態様における、時間経過と気化容器内の圧力との関係を示す図である。

[図7]本開示の他の態様における、時間経過と気化容器内の圧力との関係を示す図である。

[図8]本開示の比較例における、時間経過と気化容器内の圧力との関係を示す図である。

[図9]本開示の他の態様で好適に用いられる基板処理装置に備えられた気化システムを示した構成図である。

発明を実施するための形態

[0008] <本開示の一態様>

以下、本開示の一態様について、主に、図1～図6、図8を参照しつつ説明する。なお、以下の説明において用いられる図面は、いずれも模式的なものであり、図面に示される、各要素の寸法の関係、各要素の比率等は、現実のものとは必ずしも一致していない。また、複数の図面の相互間においても、各要素の寸法の関係、各要素の比率等は必ずしも一致していない。

[0009] (1) 基板処理装置の構成

図1に示されるように、後述する気化システム(図3参照)を備えた基板処理装置10は、基板としてのウエハ200を処理する処理炉202を備えている。処理炉202は、装置上下方向に延びる円筒形状のヒータ207を有し、ヒータ207は、保持板としてのヒータベース(図示せず)に支持されている。そして、ヒータ207は、後述する処理室201内を所定温度に加熱するようになっている。

[0010] さらに、ヒータ207の内側には、ヒータ207と同心の円筒形状とされる処理部としての処理管203が配設されている。そして、処理管203の内部には、複数のウエハ200を処理する処理室201が形成されている。具体的には、基板支持具としてのボート217によって、複数(例えば25～200枚)のウエハ200が上下方向に積載され、このボート217によって積載された状態の複数のウエハ200が、処理室201の内部に配設されている。ボート217の下部には、円筒形状の断熱筒218が配設されている。

[0011] また、処理管203の下方には、処理管203と同心の円筒形状とされているマニホールド209が配設されている。マニホールド209の上端は、処理管203の下端に対向しており、マニホールド209は、シール部材としてのリング220を介して処理管203を支持している。

[0012] また、処理室201には、処理管203の壁面と、ボート217によって積載された複数のウエハ200との間で、上下方向に延びるノズル410、420が、配設されている。さらに、ノズル410、420において、ウエハ

200と水平方向において対向する範囲には、ガスを供給する複数の供給孔410a、420aがそれぞれ形成されている。これにより、供給孔410a、420aから噴出したガスは、ウエハ200に向けて流れるようになっている。

[0013] さらに、ノズル410、420の下端側の部分は、マニホールド209の側壁を貫通し、ノズル410、420の下端側の端部はマニホールド209の外部に突出している。そして、ノズル410、420の下端側の端部には、ガス供給ラインとしてのガス供給管310、320がそれぞれ接続されている。

[0014] ガス供給管310、320には、ガス供給管310、320を流れるガスの流れ方向（以下「ガス流れ方向」）の上流側から順に、流量制御器（流量制御部）であるマスフローコントローラ（MFC）312、322および開閉弁であるバルブ314、324がそれぞれ設けられている。また、ガス供給管310、320において、バルブ314、324に対してガス流れ方向の下流側の部分には、不活性ガスを供給するガス供給ラインとしてのガス供給管510、520の端部がそれぞれ接続されている。ガス供給管510、520には、ガス供給管510、520を流れるガスの流れ方向の上流側から順に、MFC512、522およびバルブ514、524がそれぞれ設けられている。

[0015] ガス供給管310からは、後述する貯留タンク610内で液体原料が気化することにより生成された処理ガスとしての原料ガスが、MFC312、バルブ314、ノズル410を介して処理室201へ供給されようになっている。ガス供給管310、MFC312、及びバルブ314により、原料ガス供給系もしくは原料ガス供給部が構成される。（以下同様に、「供給系」を「供給部」と称することができる。）ノズル410を原料ガス供給系に含めて考えてもよい。また、後述する気化システム500を原料ガス供給系に含めて考えてもよい。原料ガス供給系を原料供給系、または気化ガス供給系と称することもできる。

- [0016] これに対して、ガス供給管320からは、処理ガスとしての反応ガスが、MFC322、バルブ324、及びノズル420を介して処理室201へ供給されようになっている。
- [0017] ガス供給管320から反応ガス（リアクタント）を供給する場合、主に、ガス供給管320、MFC322、バルブ324により、反応ガス供給系（リアクタント供給系）が構成される。ノズル420を反応ガス供給系に含めて考えてもよい。ノズル420から反応ガスを流す場合、ノズル420を反応ガスノズルと称してもよい。
- [0018] さらに、ガス供給管510、520からは、不活性ガスが、MFC512、522、バルブ514、524、及びノズル410、420を介して処理室201へ供給されようになっている。
- [0019] 主に、ガス供給管510、520、MFC512、522、及びバルブ514、325により、不活性ガス供給系が構成される。
- [0020] 一方、マニホールド209の壁面には、処理室201の雰囲気気を排気する排気流路としての排気管231の一端が接続されている。排気管231には、処理室201の圧力を検出する圧力検出器（圧力検出部）としての圧力センサ245および排気バルブ（圧力調整部）としてのAPC（Auto Pressure Controller）バルブ243が取り付けられ、排気管231の端部には、真空排気装置としての真空ポンプ246が取り付けられている。
- [0021] APCバルブ243は、真空ポンプ246を作動させた状態で弁を開閉することで、処理室201の真空排気および真空排気停止を行うことができ、さらに、真空ポンプ246を作動させた状態で、圧力センサ245により検出された圧力情報に基づいて弁開度を調節することで、処理室201の圧力を調整することができるように構成されているバルブである。主に、排気管231、APCバルブ243、及び圧力センサ245により、排気系が構成される。真空ポンプ246を排気系に含めて考えてもよい。
- [0022] マニホールド209の下方には、マニホールド209の下端開口を気密に閉

塞可能な炉口蓋体としてのシールキャップ219が設けられている。シールキャップ219は、マニホールド209の下端に、リング220を介して鉛直方向下側から当接されるように構成されている。シールキャップ219に対して処理室201の反対側には、後述するポート217を回転させる回転機構267が設置されている。回転機構267の回転軸255は、ポート217に接続されている。回転機構267は、ポート217を回転させることでウエハ200を回転させるように構成されている。

[0023] シールキャップ219は、処理管203の外部に鉛直に設置された昇降機構としてのポートエレベータ115によって鉛直方向に昇降されるように構成されている。ポートエレベータ115は、シールキャップ219を昇降させることで、ポート217を処理室201内外に搬入および搬出することが可能のように構成されている。ポートエレベータ115は、ポート217すなわちウエハ200を、処理室201内外に搬送する搬送装置として構成されている。また、マニホールド209の下方には、ポートエレベータ115によりシールキャップ219を降下させている間、リング220cを介してマニホールド209の下端開口を気密に閉塞可能な炉口蓋体としてのシャッタ219sが設けられている。シャッタ219sの開閉動作は、シャッタ開閉機構115sにより制御される。

[0024] また、処理室201には、温度検出器としての温度センサ263が配設されている。温度センサ263により検出された温度情報に基づきヒータ207への通電具合を調整することで、処理室201の温度が所望の温度分布となるようになっている。温度センサ263は、ノズル410、420と同様に処理管203の内壁に沿って設けられている。

[0025] [気化システム]

次に、気化システム500について、図3を用いて説明する。気化システム500は、貯留タンク610に貯留されている液体原料を気化させて、原料ガスとしての気化ガスを生成し、ガス供給管310を介して、気化ガスを処理室201内に供給するシステムである。気化システム500は、後述する

気化部６００、補充部７００および圧力調整部８００を備えている。気化システム５００は、原料ガス供給系の少なくとも一部を含むものと捉えることもできる。

[0026] 〔気化部６００〕

気化部６００は、気化することで原料ガスとなる液体原料を貯留する、気化容器としての貯留タンク６１０と、貯留タンク６１０を加熱することで液体原料を気化させる加熱部（加熱装置）としてのヒータ６３０と、貯留タンク６１０内の圧力を検出する圧力センサ６４０とを備えている。

[0027] 貯留タンク６１０は、例えば直方体状や円筒体状に形成されている。貯留タンク６１０の内部に形成された貯留空間は、バルブ６２０、７２０が閉鎖されることにより、外部から密閉された空間となる。ガス供給管３１０の下端側は、貯留タンク６１０の天井部を貫通して貯留空間内に連通するように接続されている。

[0028] バルブ６２０、７２０が閉鎖された状態の貯留タンク６１０内において液体原料が気化することにより、貯留タンク６１０内に気化ガスが充填される。充填された気化ガスは、貯留タンク６１０内の圧力によりガス供給管３１０へ圧送される。

[0029] なお、本実施形態における気化部６００では、貯留タンク６１０内に対して、キャリアガス等の他のガスの供給を行わない。したがって、貯留タンク６１０内の圧力上昇は、液体原料の気化による気化ガスの発生と、後述する貯留タンク６１０内への液体原料の供給（補充）によって主にもたらされる。

[0030] 〔補充部７００〕

液体原料供給系としての補充部７００は、補充タンク７６０から圧送される液体原料を貯留タンク６１０に補充する装置であって、液体原料が流れる液体原料供給ラインとしての液体供給管７５４と、開閉弁であるバルブ７２０とを備えている。また、液体原料の供給源としての補充タンク７６０を補充部７００に含めてもよい。また、バルブ７２０は、開閉動作（フルオープン／フルクローズ動作）に限らず、制御部１２１により開度が制御されること

により、液体原料の流量（もしくは圧送圧力）が調整可能なように構成されていてもよい。バルブ720は、液体原料の補充を行わない時には、閉鎖されている。

[0031] 液体供給管754は、貯留タンク610の天井部を貫通し、一端が貯留タンク610内に連通するように接続されている。バルブ720を開くことにより、液体供給管754内の液体原料が貯留タンク610内に圧送される。その際、バルブ620が閉鎖され、密閉空間となっている貯留タンク610内に液体原料が圧送されることにより、貯留タンク610内の圧力が急速に上昇することがある。

[0032] 補充タンク760は、貯留タンク610の外部に配設され、液体供給管754の他端に接続されている。補充タンク760の上部には、圧送配管761が接続されている。圧送配管761から圧送ガスが補充タンク760へ送り込まれ、補充タンク760に貯留された液体原料は、補充タンク760内の圧送圧力により液体供給管754内に圧送される。

[0033] なお、補充タンク760内の圧送圧力は、貯留タンク610内の圧力よりも大きい。例えば、貯留タンク610内の圧力は100Pa～10000Pa、補充タンク760からの圧送圧力は0.1MPa～10MPaなどが例示される。

[0034] [圧力調整部800]

圧力調整部800は、一端が貯留タンク610に直接または間接に接続された排気ラインとしての排気管810と、排気管810に設けられた開閉弁であるバルブ820と、バルブ820の下流側で排気管810に接続される排気装置としての排気ポンプ830と、を備えている。本実施形態では、排気管810は、ガス供給管310のバルブ620の下流側に接続され、ガス供給管310を介して貯留タンク610内に連通するように接続されている。この場合、バルブ620は、圧力調整部800を構成するものと捉えることもできる。

[0035] なお、他の態様として、図9に示すように、排気管810は、ガス供給管3

10を介することなく、貯留タンク610に直接接続するように設けられてもよい。

[0036] また、真空ポンプ830を備える代わりに、排気管810を排気管231（APCバルブ245の下流側）に接続し、真空ポンプ246により、排気管810からの排気が行われるようにしてもよい。また、真空ポンプ830を備える代わりに、排気管810を、基板処理装置10が設置される施設に設けられた排気ラインに接続し、当該排気ラインを介して、排気管810からの排気が行われるようにしてもよい。

[0037] また、バルブ820は、開閉動作（フルオープン／フルクローズ動作）に限らず、制御部121により開度が制御されることにより、排気の流量（排気速度）が調整可能なように構成されていてもよい。バルブ820は、後述する貯留タンク610内の圧力調整を行わない時には、閉鎖されている。

[0038] また、排気管810には、バルブ820に加えて、排気管810内の排気の流量を調整可能に構成されたMFCが更に設けられていてもよい。制御部121により当該MFCによる流量制御が行われることにより、貯留タンク610内の圧力調整を行う際に、排気速度を調整することが可能となる。

[0039] 次に、基板処理装置10に備えられた制御部としての制御部121について説明する。制御部121は、図4に示されるように、CPU（Central Processing Unit）121a、RAM（Random Access Memory）121b、記憶装置121c、I/Oポート121dを備えたコンピュータとして構成されている。RAM121b、記憶装置121c、I/Oポート121dは、内部バス121eを介して、CPU121aとデータ交換可能なように構成されている。制御部121には、例えばタッチパネル等として構成された入出力装置122が接続されている。

[0040] 記憶装置121cは、例えばフラッシュメモリ、HDD（Hard Disk Drive）等で構成されている。記憶装置121c内には、基板処理装置の動作を制御する制御プログラムや、後述する液体原料補充プログラム

などの各種プログラム、各プログラム実行のためのデータ等が、読み出し可能に格納されている。RAM 121bは、CPU 121aによって読み出されたプログラムやデータ等が一時的に保持されるメモリ領域（ワークエリア）として構成されている。

- [0041] I/Oポート 121dは、MFC 312, 322, 512, 522、バルブ 314, 324, 514, 524, 620, 720, 820、圧力センサ 245, 640、APCバルブ 243、真空ポンプ 246, 830、温度センサ 263、ヒータ 207, 630、回転機構 267、ボートエレベータ 115、シャッタ開閉機構 115s等に接続されている。
- [0042] CPU 121aは、記憶装置 121cから制御プログラムを読み出して実行すると共に、入出力装置 122からの操作コマンドの入力等に応じて記憶装置 121cからデータを読み出すように構成されている。
- [0043] CPU 121aは、読み出したデータの内容に沿うように、MFC 312, 322, 512, 522による各種ガスの流量調整動作、バルブ 314, 324, 514, 524, 620, 720, 820の開閉動作、APCバルブ 243の開閉動作、圧力センサ 245に基づくAPCバルブ 243による圧力調整動作、圧力センサ 640に基づくバルブ 620, 820の開閉動作、真空ポンプ 246, 830の起動および停止、温度センサ 263に基づくヒータ 207の温度調整動作、回転機構 267によるボート 217の回転および回転速度調節動作、ボートエレベータ 115によるボート 217の昇降動作、シャッタ開閉機構 115sによるシャッタ 219sの開閉動作等を制御することが可能なように構成されている。なお、制御部 121とは別に、気化システム 500を構成する上述の被制御要素を制御することが可能に構成された他の制御部が設けられていてもよい。
- [0044] 制御部 121は、外部記憶装置（例えば、磁気テープやハードディスク等の磁気ディスク、CDやDVD等の光ディスク、USBメモリやメモリカード等の半導体メモリ）123に格納されたプログラムを、コンピュータにインストールすることにより構成することができる。

[0045] 記憶装置 1 2 1 c や外部記憶装置 1 2 3 は、コンピュータ読み取り可能な記録媒体として構成されている。以下、これらを総称して、単に、記録媒体ともいう。本明細書において記録媒体という言葉を用いた場合は、記憶装置 1 2 1 c 単体のみを含む場合、外部記憶装置 1 2 3 単体のみを含む場合、または、それらの両方を含む場合がある。なお、コンピュータへのプログラム（プログラム製品）の提供は、外部記憶装置 1 2 3 を用いず、インターネットや専用回線等の通信手段を用いて行ってもよい。

[0046] （２）基板処理工程

次に、半導体装置の製造工程の一工程として、基板処理装置 1 0 を用いて基板を処理する工程を行う、基板処理方法について説明する。また、基板を処理する工程の一工程として、貯留タンク 6 1 0 内に液体原料を補充する工程を行う、気化システム 5 0 0 の制御方法について説明する。なお、基板処理装置 1 0 を構成する各部の動作は制御部 1 2 1 によって制御される。

[0047] 先ず、基板処理装置 1 0 を用いて、ウエハ 2 0 0 に膜を形成するシーケンス例について、図 5 を用いて説明する。本実施形態では、複数のウエハ 2 0 0 が積載された状態で収容された処理室 2 0 1 を所定温度に加熱する。そして、処理室 2 0 1 に、ノズル 4 1 0 の供給孔 4 1 0 a から所定元素を含む原料ガスを供給する原料ガス供給工程と、ノズル 4 2 0 の供給孔 4 2 0 a から反応ガスを供給する反応ガス供給工程と、を所定回数（ n 回、 n は 1 以上の整数）行う。これにより、ウエハ 2 0 0 上に、所定元素を含む膜を形成する。ここでの所定回数（ n 回）は、成膜処理における 1 バッチ処理であり、予め設定されている。

[0048] 〔積載・搬入〕

先ず、複数のウエハ 2 0 0 がボート 2 1 7 に積載される。シャッタ開閉機構 1 1 5 s によりシャッタ 2 1 9 s が移動させられて、マニホールド 2 0 9 の下端開口が開放される。そして、図 1 に示すように、複数のウエハ 2 0 0 が積載されたボート 2 1 7 は、ボートエレベータ 1 1 5 によって持ち上げられて処理室 2 0 1 に搬入される。この状態で、シールキャップ 2 1 9 はマニホ

ールド２０９の下端をシールした状態となる。

[0049] 〔圧力・温度調整〕

次に、処理室２０１が所望の圧力（真空度）となるように真空ポンプ２４６によって真空脱気される。この際、処理室２０１の圧力は、圧力センサ２４５で測定され、この測定された圧力情報に基づき、ＡＰＣバルブ２４３がフィードバック制御される（圧力調整）。真空ポンプ２４６は、少なくともウエハ２００に対する処理が完了するまで常時作動させた状態を維持する。

[0050] また、処理室２０１が所望の温度となるようにヒータ２０７によって加熱される。ヒータ２０７による処理室２０１の加熱は、少なくともウエハ２００に対する処理が完了するまでの間は継続して行われる。

[0051] さらに、ボート２１７及びウエハ２００が、回転機構２６７により回転する。回転機構２６７によるボート２１７及びウエハ２００の回転は、少なくとも、ウエハ２００に対する処理が完了するまでの間は継続して行われる。

[0052] 〔成膜処理（基板処理の一例）〕

〔原料ガス供給工程〕

次に、バルブ３１４，６２０を開き、貯留タンク６１０内の気化ガスである原料ガスを、ガス供給管３１０を介して処理室２０１内へ供給する。原料ガスとしては、液体原料を貯留タンク６１０内において気化させることで得られるガスのうち１以上を用いることができる。なお、後述する液体原料の補充工程が行われていない間、圧力調整部８００のバルブ８２０は常に閉鎖されている。

[0053] ここで、貯留タンク６１０および貯留された液体原料は、ヒータ６３０により加熱されており、加熱された液体原料が気化することにより原料ガス（気化ガス）が生成されている。処理室２０１への原料ガスの供給を開始する直前において、バルブ６２０は閉鎖されており、貯留タンク６１０内には原料ガスが充填された状態となっている。貯留タンク６１０内の圧力は、原料ガスの供給を行っている間（すなわちバルブ３１４，６２０を開放している間）減少し、原料ガスの供給を停止している間（すなわちバルブ３１４，６２

0を閉鎖している間)、液体原料が気化することにより上昇する。

- [0054] 図6は、本実施形態における貯留タンク610内の圧力の時間に対する推移を示している。例えば、図6において示された時間T0以前の圧力の推移では、原料ガスの供給による圧力の減少と、原料ガスの供給停止による圧力の上昇とが、成膜処理における1バッチ処理の間で所定回数(n回)起こることが示されている。このように液体原料の気化と供給が1または複数回繰り返されることにより、貯留タンク610内の液体原料は消費される。本実施形態では、1バッチ処理ごとに、貯留タンク610内への液体原料の補充(補充工程)を行う。ただし、液体原料の補充工程は、複数のバッチ処理ごと行うようにしてもよい。
- [0055] 貯留タンク610から供給される原料ガスは、MFC312により流量調整され、ノズル410の供給孔410aから処理室201へ供給される。このとき同時に、バルブ514を開き、ガス供給管510内にキャリアガスを流す。キャリアガスは、MFC512により流量調整され、原料ガスと一緒にノズル410の供給孔410aから処理室201内に供給され、排気管231から排気される。
- [0056] さらに、ノズル420への原料ガスの侵入を防止するため、バルブ524を開き、ガス供給管520内へキャリアガスを流す。キャリアガスは、ガス供給管520、ノズル420を介して処理室201へ供給され、排気管231から排気される。
- [0057] このとき、APCバルブ243を調整して、処理室201の圧力を、例えば1~1000Paの範囲内の圧力とする。なお、本明細書では、数値範囲として、例えば1~1000Paと記載した場合は、1Pa以上1000Pa以下を意味する。すなわち、数値範囲内には1Paおよび1000Paが含まれる。本明細書に記載される他の数値範囲について同様である。
- [0058] MFC312で制御する原料ガスの供給流量は、例えば、10~2000sccm、好ましくは50~1000sccm、より好ましくは100~500sccmの範囲内の流量とする。原料ガスをウエハ200に対して供給す

る1サイクル当たりの時間は、例えば、1～60秒の範囲内とする。ヒータ207は、ウエハ200の温度が、例えば、400～600℃の範囲内となるように制御される。

[0059] 前述の条件下で処理室201へ原料ガスを供給した場合、ウエハ200の最表面上には、原料ガスに含まれる所定元素の含有層が形成される。

[0060] 不活性ガスとしては、例えば、窒素(N_2)ガスや、アルゴン(Ar)ガス、ヘリウム(He)ガス、ネオン(Ne)ガス、キセノン(Xe)ガス等の希ガスを用いることができる。不活性ガスとしては、これらのうち1以上を用いることができる。この点は、後述する各ステップにおいても同様である。

[0061] また、原料ガスとしては、例えば、半導体元素であるシリコン(Si)等や、金属元素であるチタン(Ti)、ジルコニウム(Zr)、ハフニウム(Hf)、タンタル(Ta)、アルミニウム(Al)、モリブデン(Mo)、タングステン(W)等の所定元素を含むガスであって、常温常圧において液体の状態を有するもの(すなわち液体原料であるもの)を用いることができる。これらのガスの液体原料を貯留タンク610内で気化させることにより原料ガスを得ることができる。

[0062] 例えば、Si含有原料としてのモノクロロシラン(SiH_3Cl)ガス、ジクロロシラン(SiH_2Cl_2)ガス、トリクロロシラン($SiHCl_3$)ガス、テトラクロロシラン($SiCl_4$)ガス、ヘキサクロロジシラン(Si_2Cl_6)ガス、オクタクロロトリシラン(Si_3Cl_8)ガス、1,2-ビス(トリクロロシリル)エタン($(SiCl_3)_2C_2H_4$)ガス、ビス(トリクロロシリル)メタン($(SiCl_3)_2CH_2$)ガス、1,1,2,2-テトラクロロ-1,2-ジメチルジシラン($(CH_3)_2Si_2Cl_4$)ガス、1,2-ジクロロ-1,1,2,2-テトラメチルジシラン($(CH_3)_4Si_2Cl_2$)ガス、1-モノクロロ-1,1,2,2,2-ペンタメチルジシラン($(CH_3)_5Si_2Cl$)ガス、トリフルオロシラン($SiHF_3$)ガス、テトラフルオロシラン(SiF_4)ガス、トリブロモシラン($SiHBr_3$)ガス、テトラ

ブロモシラン (SiBr_4) ガス等のハロシラン原料ガス、トリシラン (Si_3H_8) ガス、テトラシラン (Si_4H_{10}) ガス、ペンタシラン (Si_5H_{12}) ガス、ヘキサシラン (Si_6H_{14}) ガス等のその他の無機シラン原料ガス、テトラキスジメチルアミノシラン ($\text{Si}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$) ガス、トリスジメチルアミノシラン ($\text{Si}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_3\text{H}$) ガス、ビスジエチルアミノシラン ($\text{Si}[\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2]_2\text{H}_2$)、ビスターシャリーブチルアミノシラン ($\text{SiH}_2[\text{NH}(\text{C}_4\text{H}_9)]_2$) ガス等の各種アミノシラン原料ガス、1, 4-ジシラブタン ($\text{Si}_2\text{C}_2\text{H}_{10}$) ガス等のその他の有機シラン原料ガス、等の液体原料を用いることができる。

[0063] また、例えば、Ti 含有原料としてのテトラキス(ジメチルアミノ)チタン ($\text{Ti}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$) ガスや、チタニウムテトラクロライド (TiCl_4) ガス、Hf 含有原料としてのテトラキス(エチルメチルアミノ)ハフニウム ($\text{Hf}[\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{CH}_3)]_4$) ガスや、ハフニウムテトラクロライド (HfCl_4) ガス、Zr 含有原料としてのテトラキス(エチルメチルアミノ)ジルコニウム ($\text{Zr}[\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)(\text{CH}_3)]_4$) ガス、Al 含有原料としてのトリメチルアルミニウム ($\text{Al}(\text{CH}_3)_3$) ガス、Ta 含有原料としてのテトラエトキシタンタル ($\text{Ta}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$)、トリスエチルメチルアミノターシャリーブチルイミノタンタル ($\text{Ta}[\text{NC}(\text{CH}_3)_3][\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)\text{CH}_3]_3$)、ペンタエトキシタンタル ($\text{Ta}(\text{OC}_2\text{H}_5)_5$) ガス等の液体原料を用いることができる。

[0064] [残留ガス除去工程]

所定元素の含有層が形成された後、バルブ314, 620を閉じ、原料ガスの供給を停止する。このとき、APCバルブ243は開いたままとして、真空ポンプ246により処理室201を真空排気し、処理室201に残留する未反応又は所定元素の含有層の形成に寄与した後の原料ガスを処理室201から排除する。バルブ514, 524は開いた状態でキャリアガスの処理室201への供給を維持する。キャリアガスはパージガスとして作用し、処理室201に残留する未反応又は所定元素の含有層の形成に寄与した後の原料

ガスを処理室201内から排除する効果を高めることができる。

[0065] [反応ガス供給工程]

処理室201の残留ガスを除去した後、バルブ324を開き、ガス供給管320内に反応ガスを流す。反応ガスとして、例えば、酸素(O)を含み、原料ガスに含まれる所定元素と反応する反応ガス(リアクタント)としての酸素含有ガス(酸化ガス、酸化剤)が用いられる。酸素含有ガスとしては、例えば、酸素(O₂)ガス、オゾン(O₃)ガス、プラズマ励起されたO₂ガス(O₂*)、O₂ガス及び水素(H₂)ガスを含む混合ガス、水蒸気(H₂Oガス)、過酸化水素(H₂O₂)ガス、亜酸化窒素(N₂O)ガス、一酸化窒素(NO)ガス、二酸化窒素(NO₂)ガス、一酸化炭素(CO)ガス、二酸化炭素(CO₂)ガス等を用いることができる。反応ガスとしては、これらのうち1以上を用いることができる。

[0066] 反応ガスは、MFC322により流量調整され、ノズル420の供給孔420aから処理室201内のウエハ200に対して供給され、排気管231から排気される。すなわちウエハ200は反応ガスに暴露される。

[0067] このとき、バルブ524を開き、ガス供給管520内にキャリアガスを流す。キャリアガスは、MFC522により流量調整され、反応ガスと共に処理室201内に供給されて、排気管231から排気される。このとき、ノズル410内への反応ガスの侵入を防止するために、バルブ514を開き、ガス供給管510内へキャリアガスを流す。キャリアガスは、ガス供給管510、ノズル410を介して処理室201内に供給され、排気管231から排気される。

[0068] このとき、APCバルブ243を適正に調整して、処理室201の圧力を、例えば1～1000Paの範囲内の圧力とする。MFC322で制御する反応ガスの供給流量は、例えば、5～40slm、好ましくは5～30slm、より好ましくは10～20slmの範囲内の流量とする。反応ガスをウエハ200に対して供給する1サイクル当たりの時間は、例えば、1～60秒の範囲内とする。その他の処理条件は、前述の原料ガス供給工程と同様の処

理条件とする。

[0069] 前述の条件下で処理室 201 へ反応ガスとして酸素含有ガスを供給した場合、反応ガスが原料ガス供給工程でウエハ 200 上に形成された所定元素の含有層の少なくとも一部と反応して所定元素の含有層を酸化し、所定元素と O を含む酸化層が形成される。すなわち所定元素の含有層は所定元素を含む酸化層へと改質される。

[0070] [残留ガス除去工程]

酸化層が形成された後、バルブ 324 を閉じて、反応ガスの供給を停止する。そして、原料ガス供給工程後の残留ガス除去工程と同様の処理手順により、処理室 201 内に残留する未反応もしくは酸化層の形成に寄与した後の反応ガスや反応副生成物を処理室 201 内から排除する。

[0071] 以上説明した気化工程、原料ガス供給工程、残留ガス除去工程、反応ガス供給工程、残留ガス除去工程を順に行うサイクルを所定回数（n 回）行う。このように、1 回のバッチ処理で複数の工程が所定回数行われることで、ウエハ 200 上に酸化層が積層されることで得られる酸化膜が形成される。

[0072] なお、本明細書におけるバッチ処理とは、原料ガス供給工程、残留ガス除去工程、反応ガス供給工程、残留ガス除去工程を順に行うサイクルを予め決められた回数（n 回）行い、ウエハ 200 上に所定の厚さの膜を形成する処理を意味することがある。そして、1 バッチで、ウエハ 200 上に所定の厚さの膜が形成される。

[0073] [排気・圧力調整]

ウエハ 200 上に所定の厚さの膜が形成され、残留ガス除去工程が終了した後、バルブ 514, 524 を開き、ガス供給管 310, 320 のそれぞれからキャリアガスを処理室 201 へ供給し、排気管 231 から排気する。キャリアガスはパージガスとして作用し、処理室 201 内に残留するガスや副生成物が処理室 201 内から除去される。その後、処理室 201 の雰囲気キャリアガスに置換され、処理室 201 内の圧力は常圧に復帰される（大気圧復帰）。

[0074] 〔搬出・取出し〕

その後、ポートエレベータ 115 によりシールキャップ 219 が下降され、マニホールド 209 の下端が開口され、処理済のウエハ 200 が、ポート 217 に支持された状態でマニホールド 209 の下端から処理管 203 の外部に搬出される。

[0075] 搬出の後、シャッタ 219 s が移動させられ、マニホールド 209 の下端開口がシャッタ 219 s によりシールされる。処理済のウエハ 200 は、処理管 203 の外部に搬出された後、ポート 217 より取り出される。なお、本実施形態では、1 バッチごとに、処理管 203（処理室 201）内へのウエハ 200 の搬入および搬出を行う。

[0076] 以上説明したように、各処理（工程）を経て、所定の厚さの膜が形成されたウエハ 200 が取り出された後に、さらに、他のウエハ 200 に膜を形成する場合には、「積載・搬入」、「圧力・温度調整」、「成膜処理」、「排気・圧力調整」、及び「搬出・取出し」が再度行われる。つまり、ウエハ 200 に対するバッチ処理が再度行われる。なお、本明細書におけるバッチ処理とは、「積載・搬入」から「搬出・取出し」までの一連の処理を、1 バッチ処理と捉えることもできる。

[0077] 上述の成膜処理により、ウエハ 200 上には、原料ガスに含まれる所定元素を含む酸化膜を形成することができる。例えば、上述の原料ガスを用いて、チタン酸化膜（TiO 膜）、ジルコニウム酸化膜（ZrO 膜）、ハフニウム酸化膜（HfO 膜）、タンタル酸化膜（TaO 膜）、アルミニウム酸化膜（AlO 膜）、モリブデン酸化膜（MoO 膜）、タングステン酸化膜（WO 膜）等の酸化膜を形成することができる。また、例えば反応ガスとして酸素含有ガスに替えて窒素含有ガス（窒化ガス、窒化剤）を用いることで、チタン窒化膜（TiN 膜）、ジルコニウム窒化膜（ZrN 膜）、ハフニウム窒化膜（HfN 膜）、タンタル窒化膜（TaN 膜）、アルミニウム窒化膜（AlN 膜）、モリブデン窒化膜（MoN 膜）、タングステン窒化膜（WN 膜）等の窒化膜を形成することもできる。

[0078] 〔液体原料の補充工程〕

1 バッチの処理における原料ガス供給工程が終了した後、貯留タンク 6 1 0 内への液体原料の補充（補充工程）を行う。補充工程は、1 バッチの処理における原料ガス供給工程が終了し、バルブ 3 1 4, 6 2 0 が閉鎖された後、次のバッチ処理における原料ガス供給工程が開始し、バルブ 3 1 4, 6 2 0 が開放されるまでの間に行われる。補充工程は、1 バッチの処理における他の工程と同時に行われてもよく、また、それ以外の工程と同時に行われてもよい。また、本実施形態では 1 バッチごとに補充工程を行うが、上述の通り、複数回のバッチごとに 1 回、補充工程を行うようにしてもよい。

[0079] 本実施形態では、成膜工程および補充工程のいずれにおいても、貯留タンク 6 1 0 および貯留された液体原料の少なくともいずれかが所定の温度となるように、ヒータ 6 3 0 による加熱制御が行われている状態が維持される。

[0080] （ステップ A：液体原料供給ステップ）

原料ガス供給工程が終了した後、バルブ 6 2 0 が閉鎖されている状態で、バルブ 7 2 0 を開放することにより、液体供給管 7 5 4 内の液体原料が貯留タンク 6 1 0 内に圧送される。バルブ 7 2 0 を所定時間の間開放した後に閉鎖することにより、所定の量の液体原料が貯留タンク 6 1 0 内に供給（補充）される。この際、上述の通り、バルブ 6 2 0 が閉鎖され、密閉空間となっている貯留タンク 6 1 0 内に液体原料が圧送されることにより、貯留タンク 6 1 0 内の圧力が急激に上昇することがある。一例として、図 6 は、時刻 T 0 において液体原料の供給を開始し、時刻 T 1 においてその供給を停止した際の貯留タンク 6 1 0 内の圧力が圧力 P f まで上昇することを示している。

[0081] ここで、時刻 T 1 における貯留タンク 6 1 0 内の圧力が高くなることにより、液体原料の気化不良が生じやすい状態となる。特に、当該圧力が液体原料の飽和蒸気圧（具体的には、当該時点の液体原料の温度における飽和蒸気圧のことを指す。以下、同様である。）を超える値まで上昇した場合、液体原料の気化不良が発生する可能性が高くなり、また、貯留タンク 6 1 0 内の気化ガスの一部が液化する可能性も生じる。気化不良により発生した微小な液滴

は、原料ガス供給工程で原料ガスと共に処理室201内に流入すると、ウエハ200の表面等に付着して製品の品質を低下させる要因となることがある。

[0082] そこで本実施形態では、ステップBにおいて貯留タンク610内の圧力調整を行う。

[0083] (ステップB：第1圧力調整ステップ)

ステップAを終了した後、バルブ314が閉鎖されている状態で、バルブ620、820を開放することにより、排気管810を介して貯留タンク610内の雰囲気を排出し、貯留タンク610内を減圧するように圧力調整を行う。真空ポンプ830は、少なくとも本ステップを実施している間は作動させた状態を維持している。

[0084] 本実施形態では、図6に示す例のように、ステップAを終了した時点（すなわち時刻T1）、またはその直後に圧力調整を開始し、所定時間（第1圧力調整時間）の間、圧力調整を行う。すなわち、時刻T1からT2の間、圧力調整が行われる。圧力調整により、貯留タンク610内の圧力は第1の所定圧力である圧力 P_t まで低減される。時刻T2においてバルブ620、820を閉鎖することにより、本ステップ（すなわち圧力調整）は終了する。

[0085] 本ステップにおいて、貯留タンク610内の圧力を低下させることにより、液体原料の気化不良が発生する可能性を低減することができる。特に、減圧後の圧力 P_t は、液体原料の飽和蒸気圧未満であることが好ましい。貯留タンク610内の圧力を飽和蒸気圧未満まで低下させることにより、液体原料の気化不良が発生する可能性を大きく低減することができる。

[0086] 本ステップにおける圧力調整は、上述のように所定時間の間行った後に終了する態様に限られず、圧力センサ640により検出された貯留タンク610内の圧力が所定の圧力以下となったタイミングに基づいて（例えば所定の圧力となった時点で）終了するようにしてもよい。この場合においても、所定の圧力は液体原料の飽和蒸気圧未満の圧力が設定されることが好ましい。

[0087] 本ステップを開始するタイミングは、図6に示す例のように、ステップAが

終了した時点、またはその直後に限られず、図7に示す例のように、ステップAが終了した時点（時刻 $T1-1$ ）から所定の時間が経過した時点（時刻 $T1-2$ ）としてもよい。このようにステップAが終了してから一定の時間間隔を設けた後に圧力調整を行うことにより、貯留タンク610内に発生している可能性のある微小な液滴などが圧力調整の際にガス供給管310内に付着して、腐食などを発生させことを抑制することができる。

[0088] 当該所定の時間（すなわち時刻 $T1-1$ から時刻 $T1-2$ までの時間）は、後述する圧力安定ステップ（ステップC）を行う時間（すなわち時刻 $T2$ から時刻 $T3$ までの時間）よりも短いことが好ましい。当該所定の時間が圧力安定ステップを行う時間以上である場合、気化不良が生じやすい状態である時刻 $T1-1$ から時刻 $T1-2$ までの期間が長くなり、気化不良の発生を抑制する本ステップの効果が十分に得られないことがある。

[0089] （ステップC：圧力安定ステップ）

ステップBを終了した後、バルブ620を閉鎖することにより、貯留タンク610内を密閉状態とする。密閉状態となった貯留タンク610内において液体原料を加熱しながら気化させることにより、貯留タンク610内の圧力を上昇（回復）させる。

[0090] 本ステップの継続時間を十分にとることにより、貯留タンク610内の液体原料の温度を安定させ、さらに貯留タンク610内の圧力を、安定した温度における液体原料の飽和蒸気圧近傍の圧力 P_s まで上昇させることができる。

[0091] 本ステップは、次のバッチ処理の実行が開始されるタイミングに基づいて終了する。例えば、次のバッチ処理における原料ガス供給工程が開始されるタイミングから、後述するステップDおよびステップEを実行する時間だけ遡ったタイミングで、本ステップを終了する。

[0092] より具体的には、例えば、予め設定されていた次のバッチ処理における原料ガス供給工程の開始時刻、または、制御部121がユーザから指示された、次のバッチ処理における原料ガス供給工程の開始時刻から、上述した時間分

だけ遡ったタイミングで、本ステップを終了する。

[0093] また、本ステップは、例えば、貯留タンク 610 内の圧力値の変化速度（すなわち時間に対する圧力値の変化の傾き）が所定の値以下となるまで少なくとも継続されるようにしてもよい。

[0094] また、本ステップは、予め定められた所定の時間（すなわち第3の所定時間）の間、少なくとも継続されるようにしてもよい。当該所定の時間は、例えば事前の実験などにより求められた、圧力値の変化速度が十分に小さくなるまでの時間が設定される。

[0095] また、本ステップは、貯留タンク 610 内の圧力値が予め定められた所定の圧力（すなわち第2の所定圧力）まで上昇するまで継続されるようにしてもよい。当該所定の圧力は、例えば事前の実験などにより求められた、圧力値の変化速度が十分に小さくなるような圧力が設定される。

[0096] （ステップD：第2圧力調整ステップ）

ステップCを終了した後、次のバッチ処理における原料ガス供給工程の前工程として、ステップBと同様に、バルブ 314 を閉鎖した状態で、排気管 810 を介して貯留タンク 610 内の雰囲気を排出し、貯留タンク 610 内を減圧するように圧力調整を行う。真空ポンプ 830 は、少なくとも本ステップを実施している間は作動させた状態を維持している。

[0097] 本実施形態では、図6に示す例のように、ステップCを終了した時点（すなわち時刻 T_3 ）、またはその直後に圧力調整を開始し、所定時間（第2圧力調整時間）の間、圧力調整を行う。すなわち、時刻 T_3 から T_4 の間、圧力調整が行われる。圧力調整により、貯留タンク 610 内の圧力は圧力 P_u まで低減される。時刻 T_4 においてバルブ 620, 820 を閉鎖することにより、本ステップは終了する。

[0098] ここで、ステップBを行う時間は、ステップDを行う時間よりも長い。ステップBが開始される時点における貯留タンク 610 内の圧力 P_f は、ステップDが開始される時点における圧力 P_s よりも高いため、ステップBにおいて減圧する時間をより長くすることにより、貯留タンク 610 内の圧力を所

望の圧力まで確実に低下させることができる。例えば、ステップBを行う時間 T_b とステップDを行う時間 T_d は、 $1 < T_b / T_d \leq 20$ となるように各ステップは行われる。

[0099] また、バルブ820の開度を調整することにより、ステップBにおける貯留タンク610の排気速度を、ステップDにおける貯留タンク610の排気速度よりも小さくしてもよい。排気速度をこのように調整することにより、ステップBにおいて貯留タンク610内の圧力が過剰に低下しないように制御することが容易となる。

[0100] なお、ステップBおよびステップDでは、バルブ820の開度を調整することにより、ステップBにおける貯留タンク610の排気速度を、ステップDにおける貯留タンク610の排気速度よりも小さくしてもよい。排気速度をこのように調整することにより、ステップBにおいて貯留タンク610内の圧力が過剰に低下して、液体原料が急速に気化・排出され、消費されてしまうことを抑制することができる。なお、排気速度の調整は、排気管810に更に設けられたMFCによって行われるようにしてもよい。

[0101] (ステップE：圧力上昇ステップ)

ステップDを終了した後、ステップCと同様に、バルブ620を閉鎖することにより、貯留タンク610内を密閉状態とする。密閉状態となった貯留タンク610内において液体原料を加熱しながら気化させることにより、原料ガス供給工程において必要な原料ガスの量が供給可能となる圧力まで貯留タンク610内の圧力を上昇（回復）させる。

[0102] 本ステップの後、バルブ314, 620を開放することにより、次のバッチ処理における原料ガス供給工程を開始する。

[0103] (3) 比較例との対比

ここで、本実施形態に対する比較例として、ステップBおよびステップDを行わない場合について説明する。図8は、比較例における貯留タンク610内の圧力の時間経過による変化の例を示している。

[0104] 比較例では、ステップAにおいて貯留タンク610内の圧力が圧力 $P_{f'}$ ま

で上昇した後、圧力調整を行うことなく、時刻 $T1'$ から時刻 $T3'$ までの間、バルブ620を閉鎖した状態を維持する。この間、貯留タンク610内の圧力は、液体原料の飽和蒸気圧に向かって下降する方向に変化し、圧力 $P_{s'}$ において安定する。しかし、比較例の場合、圧力が下降する方向に変化する間、圧力が飽和蒸気圧を超えており、気化不良が生じやすい状態が継続されることになる。したがって、 $T3'$ の後、次のバッチ処理における原料ガス供給工程が開始された際、気化不良によって生じた液体原料のミスト等が原料ガスと共に処理室201内に供給されてしまう可能性が高くなる。

[0105] 一方、本開示の実施形態では、図6に示すように、ステップBにおいて、貯留タンク610内の圧力を液体原料の飽和蒸気圧未満の圧力まで低下させる。これにより、ステップCにおいて、圧力が飽和蒸気圧に向かって上昇する方向に変化し安定する。このように、本開示の実施形態では、圧力を上昇させながら飽和に近づけることにより、液体原料の気化不良が生じにくい状態を維持しながら圧力を安定化させることができる。

[0106] 更に本開示の実施形態では、ステップDにおいて、次のバッチ処理における原料ガス供給工程の前工程として、貯留タンク610内の圧力を低下させることにより、原料ガス供給工程において処理室201内に供給される気化ガス中に、液体原料の気化不良に起因して発生し得るミスト等が含まれる可能性を更に低減させることができる。

[0107] <本開示の他の態様>

以上、本開示の態様を具体的に説明した。しかしながら、本開示は上述の態様に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で種々変更可能である。

[0108] 上述の実施形態では、液体原料の補充工程のステップAにおいて貯留タンク610内の圧力が上昇した後、ステップBにおいて圧力調整を行う場合について説明した。しかし、本開示はこのような態様に限定されない。例えば、ステップAにおいて供給される液体原料の圧送圧力、または供給流量の少なくともいずれかを、ステップA終了時における貯留タンク610内の圧力が

所定の圧力としての液体原料の飽和蒸気圧以下となる値に調整してもよい。

[0109] 具体的には、圧送圧力または供給流量の少なくともいずれかが上述のような値となるように、ステップAにおけるバルブ720の開度を調整するようにしてもよい。また、液体供給管754に液体MFCを更に設けて、この液体MFCを制御することにより、圧送圧力または供給流量の少なくともいずれかを調整するようにしてもよい。

[0110] また、液体供給管754内にオリフィス部（絞り部）を設けることや、液体供給管754の先端に絞り部を有するノズルを設けることなどにより、液体原料の圧送圧力、または供給流量の少なくともいずれかが上述の値以下となるようにしてもよい。

[0111] このように、ステップA終了時における貯留タンク610内の圧力が液体原料の飽和蒸気圧以下となる値に調整することにより、上述の実施形態と同様に、貯留タンク610内の圧力が高くなることに起因する気化不良の発生を抑制することができる。

[0112] 各処理に用いられるレシピは、処理内容に応じて個別に用意し、電気通信回線や外部記憶装置123を介して記憶装置121c内に記録し、格納しておくことが好ましい。そして、各処理を開始する際、CPU121aが、記憶装置121c内に記録され、格納された複数のレシピの中から、処理内容に応じて適正なレシピを適宜選択することが好ましい。これにより、1台の基板処理装置で様々な膜種、組成比、膜質、膜厚の膜を、再現性よく形成することができるようになる。また、オペレータの負担を低減でき、操作ミスを回避しつつ、各処理を迅速に開始できるようになる。

[0113] 上述のレシピは、新たに作成する場合に限らず、例えば、基板処理装置に既にインストールされていた既存のレシピを変更することで用意するようにしてもよい。レシピを変更する場合は、変更後のレシピを、電気通信回線や当該レシピを記録した記録媒体を介して、基板処理装置にインストールするようにしてもよい。また、既存の基板処理装置が備える入出力装置122を操作し、基板処理装置に既にインストールされていた既存のレシピを直接変更

するようにしてもよい。

[0114] 上述の態様では、一度に複数枚の基板を処理するバッチ式の基板処理装置を用いて膜を形成する例について説明した。本開示は上述の態様に限定されず、例えば、一度に1枚または数枚の基板を処理する枚葉式の基板処理装置を用いて膜を形成する場合にも、好適に適用することができる。また、上述の態様では、ホットウォール型の処理炉を有する基板処理装置を用いて膜を形成する例について説明した。本開示は上述の態様に限定されず、コールドウォール型の処理炉を有する基板処理装置を用いて膜を形成する場合にも、好適に適用することができる。

[0115] これらの基板処理装置を用いる場合においても、上述の態様や変形例と同様な処理手順、処理条件にて各処理を行うことができ、上述の態様や変形例と同様の効果が得られる。

[0116] 上述の態様や変形例は、適宜組み合わせて用いることができる。このときの処理手順、処理条件は、例えば、上述の態様や変形例の処理手順、処理条件と同様とすることができる。

符号の説明

- [0117] 10 基板処理装置
121 制御部
200 ウエハ
201 処理室
610 貯留タンク

請求の範囲

- [請求項1] (a) 気化容器内に液体原料を供給する工程と、
 (b) (a) が終了した時点、またはその時点から第1の所定時間が経過した後、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う工程と、
 、
 (c) (b) の後、前記液体原料を気化させながら前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する工程と、
 (d) (c) の後、前記気化容器内で前記液体原料が気化したことにより生成される気化ガスを、基板が処理される処理容器内に供給する工程と、
 を有する気化システムの制御方法。
- [請求項2] (e) (c) と (d) の間において、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う工程、を更に有する、請求項1に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項3] (b) において圧力調整を行う時間は、(e) において圧力調整を行う時間よりも長い、請求項2に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項4] (b) における前記気化容器内の排気速度は(e) における前記気化容器内の排気速度よりも小さい、請求項2に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項5] (f) (e) と (d) の間において、前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する工程を更に有する、請求項2～4のいずれか1項に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項6] (a) を開始してから(d) を開始するまでの間、前記気化ガスの前記処理容器内への供給を不実施とする、請求項1に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項7] (b) では、前記気化容器内の圧力が、前記気化容器内の前記液体原料の飽和蒸気圧未満となるまで圧力調整を行う、請求項1に記載の気化システムの制御方法。

- [請求項8] (b) では、第2の所定時間が経過するまでの間、圧力調整を行う、請求項1に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項9] (b) では、前記気化容器内の圧力が、第1の所定圧力に減圧されるまで圧力調整を行う、請求項1に記載の気化システムの制御方法。
- [請求項10] (a) 気化容器内に液体原料を供給する工程と、
(b) (a) が終了した時点、またはその時点から第1の所定時間が経過した後、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う工程と、
(c) (b) の後、前記液体原料を気化させながら前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する工程と、
(d) (c) の後、前記気化容器内で前記液体原料が気化したことにより生成される気化ガスを、基板が処理される処理容器内に供給する工程と、
を有する半導体装置の製造方法。
- [請求項11] (e) (d) の前に、前記処理容器内に前記基板を搬入する工程と、
(f) (d) の後、前記処理容器内から前記基板を搬出する工程と、
を更に有し、
(e) および (f) を1回ずつ行う毎に、(a)、(b) 及び (c) を少なくとも1回実行する、請求項10に記載の半導体装置の製造方法。
- [請求項12] (e) (d) の前に、前記処理容器内に前記基板を搬入する工程と、
(f) (d) の後、前記処理容器内から前記基板を搬出する工程と、
を更に有し、
(e) および (f) をそれぞれ複数回行う毎に、(a)、(b) 及び (c) を少なくとも1回実行する、請求項10に記載の半導体装置の製造方法。
- [請求項13] 液体原料を内部で気化させる気化容器と、
前記気化容器内に前記液体原料を供給する液体原料供給系と、

前記気化容器内で前記液体原料が気化したことにより生成される気化ガスを基板が処理される処理容器内に供給する気化ガス供給系と、
前記気化容器内の圧力を調整する圧力調整部と、
前記気化容器内の前記液体原料を加熱する加熱部と、
（a）前記気化容器内に前記液体原料を供給する処理と、
（b）（a）が終了した時点、またはその時点から第1の所定時間が経過した後、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う処理と、
、
（c）（b）の後、前記液体原料を気化させながら前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する処理と、
（d）（c）の後、前記気化ガスを前記処理容器内に供給する処理と、
、
を実行するように、前記液体原料供給系、前記気化ガス供給系、前記圧力調整部および前記加熱部を制御可能に構成された制御部と、
を備える基板処理装置。

[請求項14] 前記圧力調整部は、
一端が前記気化容器に直接または間接に接続され、他端が排気装置に接続された排気管と、
前記排気管上に設けられた第1開閉弁と、
により構成されており、
前記制御部は、（b）において、前記第1開閉弁の開閉又は開度の少なくとも何れかを制御することにより前記気化容器内を減圧させる、
請求項13に記載の基板処理装置。

[請求項15] 前記圧力調整部は、前記排気管に設けられた流量制御器を更に備え、
前記制御部は、（b）において、前記流量制御器を制御することで前記排気管内の流量を調整する、請求項14に記載の基板処理装置。

[請求項16] 前記液体原料供給系は、
一端が前記気化容器に接続され、他端が前記液体原料の供給源に接続

された液体原料供給管と、
前記液体原料供給管に設けられた第2開閉弁と、により構成されており、
前記制御部は、（a）において、前記第2開閉弁の開閉又は開度の少なくとも何れかを制御することにより、前記気化容器内へ前記液体原料を供給する、請求項13に記載の基板処理装置。

[請求項17] 前記気化ガス供給系は、一端が前記気化容器内と直接または間接に接続され、他端が前記処理容器内と接続された気化ガス供給管と、
前記気化ガス供給管に設けられた第3開閉弁と、により構成されており、
前記制御部は、前記第3開閉弁の開閉又は開度の少なくとも何れかを制御することにより、前記気化ガスを前記気化容器から前記処理容器内に供給するように構成されている、請求項13に記載の基板処理装置。

[請求項18] 前記液体原料供給系は、一端が前記気化容器に接続され、他端が前記液体原料の供給源に接続された液体原料供給管を含み、
前記液体原料供給管内、または前記液体原料供給管の前記一端側の先端の少なくともいずれかには、オリフィス部が設けられている、請求項13に記載の基板処理装置。

[請求項19] 液体原料を内部で気化させる気化容器と、
前記気化容器内に前記液体原料を供給する液体原料供給系と、
前記気化容器内で前記液体原料が気化したことにより生成される気化ガスを基板が処理される処理容器内に供給する気化ガス供給系と、
前記気化容器内の圧力を調整する圧力調整部と、
前記気化容器内の前記液体原料を加熱する加熱部と、
（a）前記気化容器内に前記液体原料を供給する処理と、
（b）（a）が終了した時点、またはその時点から第1の所定時間が経過した後、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う処理と

、
（c）（b）の後、前記液体原料を気化させながら前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する処理と、
（d）（c）の後、前記気化ガスを前記処理容器内に供給する処理と
、
を実行するように、前記液体原料供給系、前記気化ガス供給系、前記圧力調整部および前記加熱部を制御可能に構成された制御部と、
を備える気化システム。

[請求項20]

（a） 気化容器内に液体原料を供給する手順と、
（b） （a）が終了した時点、またはその時点から第1の所定時間が経過した後、前記気化容器内を減圧するように圧力調整を行う手順と、
（c） （b）の後、前記液体原料を気化させながら前記気化容器内の圧力調整を停止した状態を維持する手順と、
（d） （c）の後、前記気化容器内で前記液体原料が気化したことにより生成される気化ガスを、基板が処理される処理容器内に供給する手順と、
をコンピュータにより基板処理装置に実行させるプログラム。