

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号
特許第5017913号
(P5017913)

(45) 発行日 平成24年9月5日 (2012.9.5)

(24) 登録日 平成24年6月22日 (2012.6.22)

(51) Int. Cl.

F I

H O 1 L 21/31 (2006.01)

H O 1 L 21/31 B

C 2 3 C 16/455 (2006.01)

C 2 3 C 16/455

請求項の数 15 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2006-114979 (P2006-114979)	(73) 特許権者	000219967
(22) 出願日	平成18年4月18日 (2006.4.18)		東京エレクトロン株式会社
(65) 公開番号	特開2007-81365 (P2007-81365A)		東京都港区赤坂五丁目3番1号
(43) 公開日	平成19年3月29日 (2007.3.29)	(74) 代理人	100091513
審査請求日	平成21年1月6日 (2009.1.6)		弁理士 井上 俊夫
(31) 優先権主張番号	特願2005-236928 (P2005-236928)	(72) 発明者	加藤 寿
(32) 優先日	平成17年8月17日 (2005.8.17)		東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター 東京エレクトロン株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	牛窪 繁博
			東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター 東京エレクトロン株式会社内
		(72) 発明者	石井 勝利
			東京都港区赤坂五丁目3番6号 TBS放送センター 東京エレクトロン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 熱処理装置及び熱処理方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

反応容器内の基板保持具に保持され、加熱手段により加熱されている基板に対して処理ガスにより熱処理を行う熱処理装置に用いられ、基板に前記処理ガスを供給するために反応容器内に設けられるガス供給ノズルにおいて、

内管及び外管を含む二重管を備え、内管と外管との間が処理ガスの供給路として構成され、内管の中に予備加熱ヒータが設けられていることを特徴とするガス供給ノズル。

【請求項 2】

反応容器と、この反応容器の長さ方向に沿って複数の基板を配列して保持する基板保持具と、反応容器の周囲に設けられた加熱手段と、を備え、基板保持具を反応容器内に搬入し、処理ガスを反応容器内に供給して基板に対して熱処理を行う熱処理装置において、

反応容器内に設けられ、基板に処理ガスを供給するためのガス供給ノズルを備え、前記ガス供給ノズルは、内管及び外管を含む二重管を備え、内管と外管との間が処理ガスの供給路として構成され、内管の中に予備加熱ヒータが設けられていることを特徴とする熱処理装置。

【請求項 3】

ガス供給ノズルは、反応容器内における基板の配置領域に沿って多数のガス供給孔が配列されていることを特徴とする請求項 2 記載の熱処理装置。

【請求項 4】

二重管は石英からなり、反応容器内において内管が外管の管壁を貫通して外管の外に給

電線導出管として引き出され、外管及び給電線導出管は夫々反応容器に形成されたガス供給用ポート及びヒータ用ポートに伸びていることを特徴とする請求項 2 または 3 に記載の熱処理装置。

【請求項 5】

ガス供給ノズルは、反応容器の長さ方向に伸びる第 1 部分とこの第 1 部分の基端側から反応容器の径方向に伸びて反応容器を貫通する第 2 部分とを含み、

前記内管は第 1 部分と第 2 部分との間で分割されており、第 1 部分に設けられた前記給電線導出管は第 1 の部分の基端側において外管の外に引き出され、

第 2 部分における内管内にも予備加熱ヒータが設けられていることを特徴とする請求項 4 に記載の熱処理装置。

10

【請求項 6】

ガス供給ノズルは基端部が反応容器を貫通してその外部に引き出されており、当該基端部における反応容器を貫通する部分を予備加熱する予備加熱ヒータが設けられていることを特徴とする請求項 2 ないし 4 のいずれか一つに記載の熱処理装置。

【請求項 7】

前記加熱手段とは独立して予備加熱ヒータを温度制御する温度制御部を備えていることを特徴とする請求項 2 ないし 6 のいずれか一項に記載の熱処理装置。

【請求項 8】

ガス供給ノズル内の温度を検出する温度検出手段と、この温度検出手段により検出された温度検出値に基づいて予備加熱ヒータの温度を制御する温度制御部を備えたことを特徴とする請求項 2 ないし 7 のいずれか一つに記載の熱処理装置。

20

【請求項 9】

処理ガスは、少なくとも反応容器内にて活性化されることを特徴とする請求項 2 ないし 8 のいずれか一つに記載の熱処理装置。

【請求項 10】

ガス供給ノズル内の活性種の濃度またはガス供給ノズルのガス供給口付近の活性種の濃度を検出する手段と、この手段の検出結果に基づいて予備加熱ヒータの温度を制御する温度制御部を備えたことを特徴とする請求項 9 に記載の熱処理装置。

【請求項 11】

処理ガスは、液体原料を気化させたものであることを特徴とする請求項 2 ないし 10 のいずれか一つに記載の熱処理装置。

30

【請求項 12】

複数の基板を配列して保持した基板保持具を反応容器内に搬入する工程と、
反応容器の周囲に設けられた加熱手段により反応容器内を加熱する工程と、
反応容器内に設けられたガス供給ノズルから処理ガスを反応容器内に供給する工程と、
ガス供給ノズル内の処理ガスを、ガス供給ノズルに設けた予備加熱ヒータにより加熱する工程と、を含み、

処理ガスは、ガス供給ノズルを構成する内管及び外管の間を通流する間に、内管の中に設けられた予備加熱ヒータにより予備加熱されることを特徴とする熱処理方法。

40

【請求項 13】

ガス供給ノズル内の処理ガスは、反応容器内における基板の配置領域に沿って形成された多数のガス供給孔から処理雰囲気気へ供給されることを特徴とする請求項 12 に記載の熱処理方法。

【請求項 14】

処理ガスは、活性化されて基板へ供給されることを特徴とする請求項 12 または 13 に記載の熱処理方法。

【請求項 15】

処理ガスは、液体原料を気化させたものであることを特徴とする請求項 12 ないし 14 のいずれか一に記載の熱処理方法。

【発明の詳細な説明】

50

【技術分野】

【0001】

本発明は、反応容器内に設けたガス供給ノズルから供給された処理ガスにより反応容器内の基板を熱処理例えば成膜処理する技術分野に関するものである。

【背景技術】

【0002】

半導体製造装置の一つである縦型熱処理装置は、多数枚の基板を棚状に基板保持具に保持して縦型の反応容器内に搬入し、例えばガス供給ノズルからの処理ガスにより基板の熱処理が行われる。この種の熱処理装置の中には、例えば処理ガスを適切な温度で基板に供給するために、または液化ソースを気化した蒸気が再液化しないようにするために、あるいは処理ガスの一部を反応させて例えば微量水蒸気を生成するために、処理ガスを熱処理炉の外部で予め加熱する構造のものが知られている。

10

【0003】

一方、シリコン酸化膜(SiO₂膜)を例えばゲート絶縁膜や層間絶縁膜として成膜する場合に、TEOS(テトラエチルオルソシリケート)とオゾンガスとを交互に反応容器内に供給し、TEOSを基板表面に吸着させ次いでオゾンガスの活性種によりTEOSを分解してSiO₂分子層を形成し、この分子層を積層してシリコン酸化膜を形成する手法が検討されている。この方法によれば、アスペクト比の高い凹部に対しても良好な埋め込みを行うことができ、しかも熱処理温度を低くすること、例えば500以下にすることができるという利点がある。

20

【0004】

この方法を実施する手法の一例としては、反応容器内に基板の配置領域に沿って伸びると共に多数のガス供給孔が各基板に対応する高さ位置に穿設されたガス供給ノズルを設け、反応容器の外のガス配管に予備加熱手段例えばテープヒータを装着してここで予め加熱されたオゾンガスをガス供給ノズルを介して基板に供給する方法がある。ここで特許文献1には、オゾンガスは300以上では1秒程度で完全に分解されることから、オゾンガスを処理室に入る直前で予備加熱しておけばオゾンガスが効率的に活性種に分解され、表面処理速度が向上することが記載されている。

【0005】

ところでオゾンガスを活性化して得られた活性種は極めて短時間(数万分の1秒程度であると考えられる)で失活してしまうことから、反応の効率化を高めようとするならば、基板上で活性種が生成されるように、詳しくはほとんどの活性種が生成されるタイミングが基板上となるように、ガス流量、温度などのパラメータを決めることが必要である。つまりオゾンガスの活性化(活性種の生成)のタイミングが早すぎても、遅すぎても効率の良いプロセスが行えなくなるので、そのタイミングを最適化することが要求され、そのためには、ガス供給ノズルのガス供給孔からオゾンガスが出るときの温度を最適な温度に調整すればよい。

30

【0006】

オゾンガスに対して活性化に必要な加熱エネルギーを与えようとする、そのエネルギーはガスの加熱温度と加熱時間とが絡んでくるため、ガス供給ノズルを出るときまでに与えられた熱エネルギーの大きさがガス流量によって変わってくる。反応容器の外でガスを予備加熱する方法では、ガスが外部で予備加熱され、続いてガスがガス供給ノズルを通るときに反応容器内の熱を受けることになるが、ガス供給ノズルの温度が反応容器内の設定温度に応じて決まってくることから、結局ガス供給ノズルを出たときのガスを適切な温度に調整することが極めて難しく、実際には最適化できない。

40

【0007】

また特許文献1のような外部予備加熱方式は、メンテナンスエリアに位置している配管に予備加熱手段が設けられていて高温部が存在するため、作業者の安全性という観点からは得策ではない。

【0008】

50

また処理ガスとして例えば金属DPM錯体を溶剤に溶かした材料あるいは室温で液体となる有機金属材料といった沸点の高い原料を気化させたガス（以下、高沸点原料ガスという。）を反応容器内に供給する場合がある。しかし高沸点原料ガスは、室温で直ぐに液化及び凝縮してしまうという問題がある。

【0009】

そこで特許文献1では、反応容器の外のガス配管を外側からパネルヒータ又はテープヒータを被せることにより、高沸点原料ガスの液化及び凝縮を防止する方法がとられているが、反応容器の中から外に引き出されるガス供給ノズルの基端部は比較的低温であるため、この部分を高沸点原料ガスが通過したときには当該原料ガスが凝固してしまい、反応容器内において発塵あるいは成膜速度の低下の原因となる。またガス供給ノズルの基端部を反応容器の下部のフランジ部内を貫通させる構造を採用する場合には、貫通領域が長く、この領域にはガス配管側のテープヒータによる加熱が及ばないので、原料ガスが凝縮し易い状態にある。

10

【0010】

【特許文献1】特開平6-84843号：段落0007、0009

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明はこのような事情の下になされたものであり、その目的は、処理ガスを適切な温度に調整して基板に供給し、良好な処理を行うことができるガス供給ノズル、熱処理装置及び熱処理方法を提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【0012】

本発明は、反応容器内の基板保持具に保持され、加熱手段により加熱されている基板に対して処理ガスにより熱処理を行う熱処理装置に用いられ、基板に前記処理ガスを供給するために反応容器内に設けられるガス供給ノズルにおいて、

内管及び外管を含む二重管を備え、内管と外管との間が処理ガスの供給路として構成され、内管の中に予備加熱ヒータが設けられていることを特徴とする。

また他の発明は、反応容器と、この反応容器の長さ方向に沿って複数の基板を配列して保持する基板保持具と、反応容器の周囲に設けられた加熱手段と、を備え、基板保持具を反応容器内に搬入し、処理ガスを反応容器内に供給して基板に対して熱処理を行う熱処理装置において、

30

反応容器内に設けられ、基板に処理ガスを供給するためのガス供給ノズルを備え、

前記ガス供給ノズルは、内管及び外管を含む二重管を備え、内管と外管との間が処理ガスの供給路として構成され、内管の中に予備加熱ヒータが設けられていることを特徴とする。

【0013】

この発明の具体的な態様例を以下に挙げる。

ガス供給ノズルは、例えば反応容器内における基板の配置領域に沿って多数のガス供給孔が配列されている。

40

【0014】

前記加熱手段とは独立して予備加熱ヒータを温度制御する温度制御部を備えている。

【0015】

二重管は石英からなり、反応容器内において内管が外管の管壁を貫通して外管の外に給電線導出管として引き出され、外管及び給電線導出管は夫々反応容器に形成されたガス供給用ポート及びヒータ用ポートに伸びている。

【0016】

ガス供給ノズルは、反応容器の長さ方向に伸びる第1部分とこの第1部分の基端側から反応容器の径方向に伸びて反応容器を貫通する第2部分とを含み、

前記内管は第1部分と第2部分との間で分割されており、第1部分に設けられた前記給

50

電線導出管は第１の部分の基端側において外管の外に引き出され、
第２部分における内管内にも予備加熱ヒータが設けられている。

【００１７】

ガス供給ノズルは基端部が反応容器を貫通してその外部に引き出されており、当該基端部における反応容器を貫通する部分を予備加熱する予備加熱ヒータが設けられている。

【００１８】

ガス供給ノズル内の温度を検出する温度検出手段と、この温度検出手段により検出された温度検出値に基づいて予備加熱ヒータの温度を制御する温度制御部を備えている。

【００１９】

処理ガスは、少なくとも反応容器内にて活性化され、その場合、ガス供給ノズル内の活性種の濃度またはガス供給ノズルのガス供給口付近の活性種の濃度を検出する手段と、この手段の検出結果に基づいて予備加熱ヒータの温度を制御する温度制御部を備えた構成とすることが好ましい。また処理ガスは、高沸点（沸点が２９０（圧力０．１Ｔorr）以上）の液体原料を気化させたものであってもよい。

【００２０】

本発明の熱処理方法は、複数の基板を配列して保持した基板保持具を反応容器内に搬入する工程と、

反応容器の周囲に設けられた加熱手段により反応容器内を加熱する工程と、

反応容器内に設けられたガス供給ノズルから処理ガスを反応容器内に供給する工程と、

ガス供給ノズル内の処理ガスを、ガス供給ノズルに設けた予備加熱ヒータにより加熱する工程と、を含み、

処理ガスは、ガス供給ノズルを構成する内管及び外管の間を通流する間に、内管の中に設けられた予備加熱ヒータにより予備加熱されることを特徴とする。

【発明の効果】

【００２１】

本発明によれば、ガス供給ノズルに予備加熱ヒータを設けているため、処理ガスがガス供給ノズルを通過する間にその温度を反応容器内の温度とは独立して設定できる。従って処理ガスを適切な温度で処理雰囲気へ供給することができる。例えば処理ガスを活性化して活性種により基板の表面を処理するにあたって、活性種が基板の処理にほどよいタイミングで生成できるように予備加熱ヒータの温度を調整することができ、それによって効率のよい処理ができる。また例えば石英製の二重管によりガス供給ノズルを形成し、内管内に予備加熱ヒータを収納すると共に内管を通じてヒータの給電線を引き出すようにすれば、ヒータの構成部材や給電線からの汚染物が処理ガスに混入することを避けることができ、このため基板の汚染を抑えることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【００２２】

（第１の実施の形態）

本発明に係る熱処理装置を縦型熱処理装置に適用した実施の形態について説明する。またこの縦型熱処理装置は本発明の熱処理方法を実施するための装置である。図１において、１０は熱処理炉であり、両端が開口している内管１a及び上端が閉塞している外管１bからなる例えば透明石英製の二重管構造の反応管１と、この反応管１の周囲を囲むように設けられる加熱手段例えば抵抗加熱体からなるヒータ（メインヒータ）２と、を備えている。前記ヒータ２は、温度コントローラ２１により電力供給部２２を介して供給電力を制御することにより発熱量がコントロールされる。なお実際の装置では、ヒータ２は、図示しない断熱材を含む炉本体の内壁に沿って設けられ、反応管１内の熱処理雰囲気を上下に複数分割して各々のゾーンを独立して各温度コントローラにより加熱制御できるように、複数段に分割して構成されているが、図では略解して記載してある。

【００２３】

また図１中３は反応管１の長さ方向に沿って複数の基板である半導体ウエハ（以下、ウ

10

20

30

40

50

エハという。)Wを棚状に配列して保持する基板保持部であるウエハポートであり、このウエハポート3は、ポートエレベータ31により上昇し、熱処理炉10内に搬入される構成とされている。

【0024】

前記内管1a及び外管1bの下部側は筒状のマニホールド11により支持されており、前記マニホールド11には内管1aと外管1bとの間から排気するように真空排気手段である真空ポンプ12に一端側が接続された排気管13が接続されている。この例では、反応管1(前記内管1a及び外管1b)とマニホールド11とにより反応容器が構成されている。また前記マニホールド11の下端開口部は、蓋体32により塞がれる構成とされており、この蓋体32とウエハポート3との間は、例えば駆動部33により回転する回転軸34が設けられている。この例では蓋体32上に回転軸34は筒状体35により囲まれて断熱領域を形成しているが、このような断熱構造の代わりに、蓋体32上に回転台を設け、この回転台上に保温ユニットを載せてその上にウエハポート3を載置する構造であってもよい。23はベースプレートであり、図示しない炉本体及びマニホールド11はこのベースプレート23に固定されている。

10

【0025】

マニホールド11には、第1のガス供給ノズル4及び第2のガス供給ノズル5が挿入されている。第1のガス供給ノズル4は、具体的にはマニホールド11における図示しないポートにて基端側が配管41に接続され、そのポートから水平に伸びてその先端がガス供給口として開口している。配管41はバルブ、流量計などのガス供給制御機器群42を介してTEOSの供給源43に接続されている。TEOSの供給源43は、有機ソースであるTEOSの液体源や気化器などを含んでいる。

20

【0026】

第2のガス供給ノズル5は、水平部分とウエハWの配列方向に伸びる垂直部分とを備えており、垂直部分は図2に示すように例えば石英製の内管61及び外管62を含む二重管を備え、内管61と外管62との間が処理ガスの供給路として構成され、内管61の中には図3に示すように予備加熱ヒータ6と温度検出部7例えば熱電対とが設けられている。

【0027】

予備加熱ヒータ6は、この例ではセラミックス例えばアルミナからなる筒状体63内に基端側から先端側に抵抗発熱線64を通し、先端側から抵抗発熱線64を筒状体63の外周面に沿って下端側(基端側)に巻き付けて構成される。内管61はL字型に屈曲され、更に外管62を突き抜けて水平に給電線導出管61aとして引き出されている。筒状体63の下端側における抵抗発熱線64に連続する導線はヒータ用給電線64aであり、内管61から給電線導出管61a内を配線されて外部の電力供給端子に接続される。また温度検出部7に給電する温度検出用給電線71も、給電線導出管61a内を配線されて引き出されているが、図1では示していない。

30

【0028】

一方外管62の下端部(基端部)は、図2及び図4に示すように水平に屈曲され、更にマニホールド11の壁面側に屈曲されて水平に伸びだしている。即ち、外管62と給電線導出管61aとは概ね横方向に並んだ格好になっており、図4及び図5に示すように夫々マニホールド11の側壁に形成されたガス供給用ポート50及びヒータ用ポート60内に図示しないシール部材を介して気密に挿入されている。ガス供給用ポート50には、外部から配管51が外嵌されて接続されており、これによりガス供給ノズル5内のガス供給路が配管51に連通することになる。配管51はバルブ、流量計などのガス供給制御機器群52を介してオゾンガス(O₃ガス)の供給源53に接続されている。またガス供給ノズル5には外管62の管壁に長さ方向に沿って(ウエハWの配置領域に沿って)例えばウエハポート3上の各ウエハWに対応する位置に多数のガス供給孔54(図2では隠れて見えない)が穿設されてガスインジェクタを構成している。

40

【0029】

図1に戻って予備加熱ヒータ6のヒータ用給電線64aは、温度制御部である温度コン

50

トローラ 6 5 により供給電力が制御される電力供給部 6 6 に接続されている。また温度検出用給電線 7 1 (図 2 ~ 図 4 参照) は、温度コントローラ 6 5 に接続されて予備加熱ヒータ 6 の温度検出値をフィードバックしている。従って予備加熱ヒータ 6 は、温度検出部 7 の温度検出値と設定温度とに基づいて温度コントローラ 6 5 により発熱量のコントロールが行われる。即ち第 2 のガス供給ノズル 5 内に設けられた予備加熱ヒータ 6 は、反応管 1 内の処理雰囲気を加熱するヒータ 2 とは独立して、温度コントローラ 6 5 により温度制御され、例えば 3 0 0 から 1 0 0 0 の範囲で第 2 のガス供給ノズル 5 内を加熱することができる。

【 0 0 3 0 】

なお図 1 では示していないが、マニホールド 1 1 には、前記ガス供給ノズル 4、5 の他、不活性ガス例えば窒素ガスを供給するためのノズルも設けられている。

10

【 0 0 3 1 】

次に上述の縦型熱処理装置を用いて実施する熱処理方法の一例について、成膜ガスとして有機系ソースである例えば T E O S とオゾンガスとを用いて S i O₂ 膜を成膜する場合を挙げて説明する。先ず基板であるウエハ W を所定枚数ウエハポート 3 に保持し、ポートエレベータ 3 3 を上昇させることにより、反応管 1 及びマニホールド 1 1 にて構成される反応容器内に搬入 (ロード) する。

【 0 0 3 2 】

ウエハポート 3 が搬入されてマニホールド 1 1 の下端開口部が蓋体 3 2 により塞がれた後、反応容器内の温度を例えば 5 0 0 まで昇温させると共に、図示しない排気用のバルブを開いて反応容器内を排気管 1 3 を通じて真空ポンプ 1 2 により、所定の真空度例えば 6 6 6 P a まで真空排気する。

20

【 0 0 3 3 】

そして T E O S の供給源 4 3 とオゾンガスの供給源 5 3 から例えば T E O S の蒸気とオゾンガスとを、夫々所定の流量で反応容器内に交互に供給する。例えば T E O S を第 1 のガス供給ノズル 4 を通じて反応容器内に 1 秒間供給し、次いで T E O S の供給を止め、更に図示しないガス供給ノズルから不活性ガスである窒素ガスをパージする。続いて窒素ガスのパージを停止してオゾンガスを第 2 のガス供給ノズル 5 を通じて反応容器内に 1 秒間供給し、次いでオゾンガスの供給を止め、更に窒素ガスをパージする。

ここでオゾンガスの供給について詳述すると、オゾンガスはオゾンガスの供給源 5 3 から、ガス供給制御機器群 5 2 を通じて予め設定された流量で配管 5 1 内を流れ、マニホールド 1 1 のガス供給ポート 5 0 を介してガス供給ノズル 5 の外管 6 2 の延長部分内に入った後、外管 6 2 と内管 6 1 との間を上昇する。一方、電力供給部 6 6 から給電線 6 4 a を介して予備加熱ヒータ 6 (図 3 参照) に電力が供給され、予備加熱ヒータ 6 が発熱している。このためオゾンガスはガス供給ノズル 5 内を上昇する間に予備加熱され、温度検出部 7 の温度検出値と設定温度とに基づく温度制御により、温度コントローラ 6 5 により設定された温度まで昇温し、そして各ガス供給孔 5 4 から処理雰囲気内に吹き出してウエハ W の表面に供給される。

30

【 0 0 3 4 】

オゾンガスは、所定の熱エネルギーが加えられると活性化されて活性種である活性酸素を発生するため、活性種の発生がウエハ W の表面上で起こるように、温度コントローラ 6 5 によりオゾンガスの流量に応じた温度で予備加熱される。オゾンガスの流量と予備加熱温度の最適な関係は、例えば予めパラメータを振ってウエハ W の膜質、膜厚などを解析した成膜処理の評価結果から求めることができる。

40

【 0 0 3 5 】

こうしてオゾンガスは、適切な温度で予備加熱されるため、ガス供給ノズル 5 からウエハ W 上に到達した時点で活性化され、既にウエハ W 上に吸着している T E O S を活性酸素により分解することで S i O₂ の分子層を形成し、このプロセスを繰り返すことで当該分子層が積層されてシリコン酸化膜が成膜される。

【 0 0 3 6 】

50

これら一連の工程を行っている間、ウエハポート 3 は駆動部 3 3 により回転している。成膜処理後に反応容器 1 内を排気してから、パージガスである窒素ガスの供給を開始してパージを行い、反応容器 1 内の圧力を大気圧に戻すと共に、ウエハポート 3 を反応容器から搬出（アンロード）する。

【 0 0 3 7 】

上述の実施の形態によれば、第 2 のガス供給ノズル 5 に予備加熱ヒータ 6 を設けているため、オゾンガスがガス供給ノズル 5 を通過する間にその温度を反応容器内の温度とは独立して設定できる。従ってオゾンガスが処理雰囲気中に吹き出す直前までに、その流量に見合った予備加熱温度に調整することで適切な熱エネルギーをオゾンガスに与えることができるため、オゾンガスの活性化を適切なタイミングで行うことができる。特許文献 1 のように反応容器の外部でオゾンガスを予備加熱する場合には、外部の予備加熱部で供給された熱エネルギーの他に反応容器内で加えられる熱エネルギーが加わり、後者の熱エネルギーは反応容器内の温度により左右されるので、適切な熱エネルギーをオゾンガスに与えるということができなくなる。

【 0 0 3 8 】

これに対して上述の実施の形態によれば、オゾンガスの活性化をウエハ W の表面上で行うことができることになり、生成された活性種のライフタイムが極めて短くても、この活性種を成膜処理に十分活用することができるようになり、それによって効率の良い、また良好な成膜処理を行うことができる。そしてこのようにオゾンガスから得られる活性種を活用することで、成膜処理の低温化を図ることができる。

【 0 0 3 9 】

また石英製の二重管によりガス供給ノズル 5 を形成し、内管 6 1 内に予備加熱ヒータ 6 を収納すると共に、反応容器内にて内管 6 1 を外管から分離し、内管 6 1 に連続する給電線導出管 6 1 a により予備加熱ヒータ 6 の給電線 6 4 a 及び温度検出用の給電線 7 1 を外部に引き出す構成としている。このため、ガス流路と予備加熱ヒータ 6 及び給電線 6 4 a、7 1 とが分離されていて、予備加熱ヒータ 6 や給電線 6 4 a、7 1 からの汚染物が処理ガスに混入することを避けることができ、このため基板の汚染を抑えることができると共に、その分離を反応容器内にて行っているため、気密性の確保も容易である。

【 0 0 4 0 】

更に反応容器の中に予備加熱ヒータを設けることにより、外部に配置する場合に比較してメンテナンス領域に高温部を設けなくて済むので作業者の安全を確保できる利点がある。

【 0 0 4 1 】

本発明は、オゾンガスを活性化することに限らず、アンモニアを活性化することであるいは N_2O 及び水素を活性化することで NH_2^* を得てこのラジカルにより SiN 膜（シリコン窒化膜）を成膜する場合などにも有効な構造である。また処理ガスを活性化させずにそのまま反応容器内に供給する場合にも、その処理ガスがウエハ上で反応するために適切な温度に設定できるため有効である。

【 0 0 4 2 】

更に第 2 のガス供給ノズル 5 の下部構造については、例えば図 6 に示すように内管 6 1 を外管 6 2 から引き出す位置を外管 6 2 の屈曲位置よりも高くして、引き出された給電線導出管 6 1 a と外管 6 2 とが上下方向に並ぶように構成してもよい。

【 0 0 4 3 】

また予備加熱ヒータ 6 の構造についても、上述の例に限られるものではなく、例えば 1 本の管を用い、その管壁内に例えばメッシュ上の発熱体を埋め込む構造などでもよい。

【 0 0 4 4 】

更にまた第 2 のガス供給ノズル 5 は、図 7 に示すように複数例えばショートノズル 5 A、ミドルノズル 5 B 及びロングノズル 5 C の 3 本に分割し、各ノズル 5 A ~ 5 B により、ウエハ W の配置領域の上部側、中央部、下部側に対するガスの供給を分担させると共に、各ノズル 5 A ~ 5 B を夫々温度コントローラ 6 5 A ~ 6 5 C により電力供給部 6 6 A ~ 6

10

20

30

40

50

6 Cを介して、互いに独立して予備加熱温度の制御を行うようにしてもよい。

【0045】

そしてまた本発明は、処理ガスを活性化して基板に供給する場合、活性種の検出手段を設け、その検出結果に基づいて予備加熱制御を行うようにしてもよい。例えば活性化すべき処理ガスを供給するガス供給ノズル内の活性種の濃度を検出するようにしてもよいしあるいはガス供給ノズルのガス供給口もしくはその付近の活性種の濃度を検出してもよい。そして活性種の濃度検出値に応じて例えば濃度が小さいときには予備加熱温度を高め、逆に濃度が大きいときには予備加熱温度を下げるといった温度制御を行うようにしてもよく、これにより基板上にてできるだけ多くの活性種が存在するようにすることができる。なおこのような制御は一例を示したにすぎず、実際には活性種のライフタイムなどを考慮して制御方式を決定することになる。

10

【0046】

例えば上述の実施の形態のようにオゾンガスを活性化する場合には、活性酸素が極めて短時間で失活することから、基板上あるいはその直前で活性化させることが必要である。このためガス供給ノズル内あるいはガス供給口付近で活性酸素が生成されることは避けなければならない、そのためには例えば図8に示す構成を採用することが好ましい。

【0047】

図8において、8は活性種を検出する手段に相当する白金線であり、ガス供給ノズル5のガス供給口54の付近にガス供給ノズル5に沿って配線されている。なおガス供給口54の付近とは、例えばウエハポート3よりも外側であって、ウエハポート3の昇降の妨げにならない位置と、ガス供給口54との間である。また白金線8は反応容器の外にて電流検出部81に接続されており、上位のコンピュータである制御部82が電流検出部81の検出結果に基づいて予備加熱用の温度コントローラ65に制御信号を送る。

20

【0048】

具体的な制御方式としては、活性酸素が白金線に触れると電流が流れるため、制御部82は、温度コントローラ65に設定温度を下げるように指示する。設定温度の下げ幅は、例えば電流検出値に応じて予め決めておけばよいが、電流を検出したことに基づいてその検出値にかかわらず所定の温度だけ下げるようにしてもよい。また制御部82は、電流検出結果に基づいてオゾンガスの流量を調整するようにしてもよい。この場合には電流が検出されるとオゾンガスの流量を多くするようにコントロールされる。なお活性種を検出する導電部材は白金線に限らず、活性種が接触すると電流が流れる材料であればよい。

30

(第2の実施の形態)

さらに本発明の他の実施の形態について説明する。この実施の形態では、反応容器1内に処理ガスとして例えば金属DPM(ジピバロイアルメタナト)錯体を溶剤に溶かした材料あるいは室温で液体となる有機金属材料例えばテトラキスジメチルアミドハフニウム($\text{Hf}[\text{N}(\text{CH}_3)_2]_4$)といった高沸点原料を気化させたガス(原料ガス)を供給している。以下において先の実施の形態と同様の構成にある部分には同じ符号を付し、またその説明を省略する。なお、高沸点原料とは、例えば190(常圧)以上の沸点の原料である。

【0049】

図9の中の9は、反応容器1内に原料ガスを供給するためのガス供給ノズルである。このガス供給ノズル9は、垂直部分(第1の部分)と水平部分(第2の部分)とからなるL字状に形成され、垂直部分は例えば石英製の内管91及び外管92を含む二重管を備えている。内管91と外管92との間は原料ガスの供給路として構成され、内管91は図3に示すように予備加熱ヒータ6と温度検出部7例えば熱電対とが設けられると共に、外管92の上端側にガス供給口93が形成されている。

40

【0050】

前記内管91は垂直部分の基端部から外管92を突き抜け、水平方向に伸び出し、給電線導出管91aとしてヒータ用ポート60を介して引き出されている。また前記給電線導出管91a内には内管91に設けられたヒータ用給電線64a及び温度検出用電線71が

50

配線されて引き出されている。

【 0 0 5 1 】

一方前記外管 9 2 の下端側は、水平に屈曲され、更にマニホールド 1 1 の壁面側に屈曲されて水平に伸びだしている。即ち、外管 9 2 と給電線導出管 9 1 a とは概ね横方向に並んだ格好になっており、マニホールド 1 1 の側壁に形成されたガス供給用ポート 5 0 内に図示しないシール部材を介して気密に挿入されている。

【 0 0 5 2 】

前記ガス供給ポート 5 0 には、外部から配管 4 1 が螺合されて接続されている。前記配管 4 1 の先端部と前記外管 9 2 の下端側の先端部とはガス供給ポート 5 0 内で嵌合あるいは当接されている。前記配管 4 1 はバルブ、流量計、及び気化器 1 0 2 などのガス供給制御機器群 1 0 0 を介して液体原料の供給源 1 0 1 に接続されている。また前記配管 4 1 の基端側は L 字型に屈曲している。

【 0 0 5 3 】

また図 9 に示すように前記外管 9 2 の下端側（水平部分）の内部にも、内管 9 1 b が設けられて二重構造になっており、前記内管 9 1 b と外管 9 2 との間は原料ガスの供給路として構成され、この内管 9 1 b には既述の図 3 に示すように予備加熱ヒータ 6 と温度検出部 7 例えば熱電対とが設けられている。前記内管 9 1 b は配管 4 1 の管壁を突き抜けて水平に給電線導出管 9 1 c として引き出されており、前記給電線導出管 9 1 c 内には内管 9 1 b に設けられたヒータ用給電線 6 4 a 及び温度検出用電線 7 1 が配線されて引き出されている。

【 0 0 5 4 】

図 9 に示す二つのヒータ用給電線 6 4 a は、例えば夫々別々の図 1 に示す温度コントローラ 6 5 により供給電力が制御される電力供給部 6 6 に接続されている。また図 9 に示す二つの温度検出用給電線 7 1 は、例えば夫々別々の温度コントローラ 6 5 に接続されて予備加熱ヒータ 6 の温度検出値をフィードバックしている。従ってこれらの予備加熱ヒータ 6 は、温度検出部 7 の温度検出値と、各ヒータに割り当てられた温度設定値とに基づいて各温度コントローラ 6 5 により発熱量のコントロールが行われている。即ち、ガス供給ノズル 9 の垂直部分及び水平部分に設けられた予備加熱ヒータ 6 は、反応容器 1 内の処理雰囲気を加熱するヒータ 2 とは独立して、各温度コントローラ 6 5 により温度制御され、例えば室温 ~ 3 5 0 の範囲でガス供給ノズル 9 の垂直部分及び水平部分を加熱することができる。

【 0 0 5 5 】

ここで原料ガスの供給について詳述すると、液体原料は供給源 1 0 1 から、ガス供給機器群 1 0 0 内の気化器 1 0 2 で気化されてガスとなり、予め設定された流量で配管 4 1 内を流れ、配管 4 1 と内管 9 1 b との間に入る。そしてガス供給ノズル 9 の水平部分の外管 9 2 と内管 9 1 b との間に入り、ガス供給ノズル 9 の垂直部分の外管 9 2 と内管 9 1 との間を上昇する。一方、電力供給部 6 6 から給電線 6 4 a を介してガス供給ノズル 9 の垂直部分及び水平部に設けられた予備加熱ヒータ 6 に電力が供給され、予備加熱ヒータ 6 が発熱している。このため原料ガスはガス供給ノズル 9 の水平部分及び垂直部分を通流する間に予備加熱されるので、当該ガスが凝縮することなくガス供給口 9 3 から反応容器 1 内に供給される。

【 0 0 5 6 】

上述したようにガス供給ノズル 9 の垂直部分及び水平部分に、予備加熱ヒータ 6 を各々設けているので、原料ガスがガス供給ノズル 9 を通ってガス供給口 9 3 から吐出される間に再液化するといったおそれがない。特に、ガス供給用ポート 5 0 内や反応容器 1 のフランジ部内においても予備加熱ヒータ 6 によってガスが加熱されるため、原料ガスの一部が凝固してしまうというおそれがない。従って、反応容器 1 内において発塵及び成膜速度の低下を抑えることができる。また L 字状の外管 9 2 内において、垂直部分の基端部（下端部）から内管 9 1 を外に引き出し、水平部分については別途内管 9 1 b を設けているため、ガラス加工を行いやすい構造となっている。

【 0 0 5 7 】

また図 9 を用いて説明したガス供給ノズル 9 の他に、図 1 0 に示すように水平部分の内管 9 1 b を、垂直部分から外に引き出された給電線導出管 9 1 a に接続して当該給電線導出管 9 1 a を通じて一括して給電線等を外に引き出すようにしてもよい。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 5 8 】

【図 1】本発明の実施の形態である縦型熱処理装置を示す縦断面図である。

【図 2】上記の縦型熱処理装置に設けられるガス供給ノズルを示す概略斜視図である。

【図 3】ガス供給ノズル内に設けられた予備加熱ヒータを示す概略斜視図である。

【図 4】ガス供給ノズルをマニホールドに装着する構造を示す概略斜視図である。

10

【図 5】マニホールドのガス供給用ポートにガス供給ノズルの外管を接合した構造を示す断面図である。

【図 6】ガス供給ノズルの他の構成例を示す概略斜視図である。

【図 7】本発明の他の実施の形態である縦型熱処理装置を示す縦断面図である。

【図 8】本発明の更に他の実施の形態の要部を示す概略斜視図である。

【図 9】本発明の他の実施の形態の要部を示す概略斜視図である。

【図 1 0】本発明の他の実施の形態の要部を示す概略斜視図である。

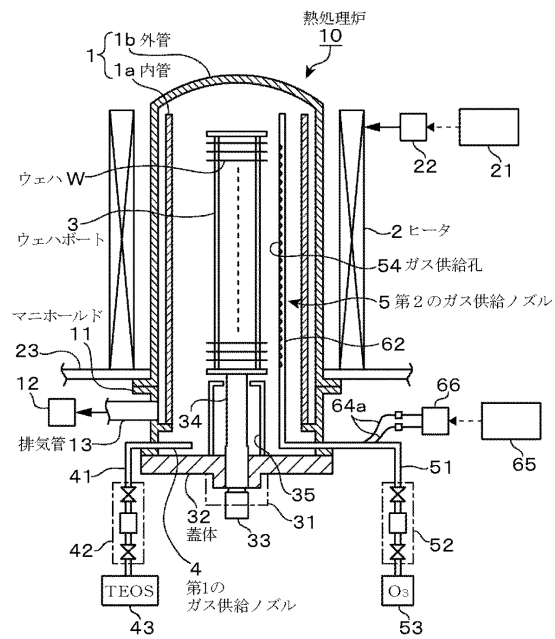
【符号の説明】

【 0 0 5 9 】

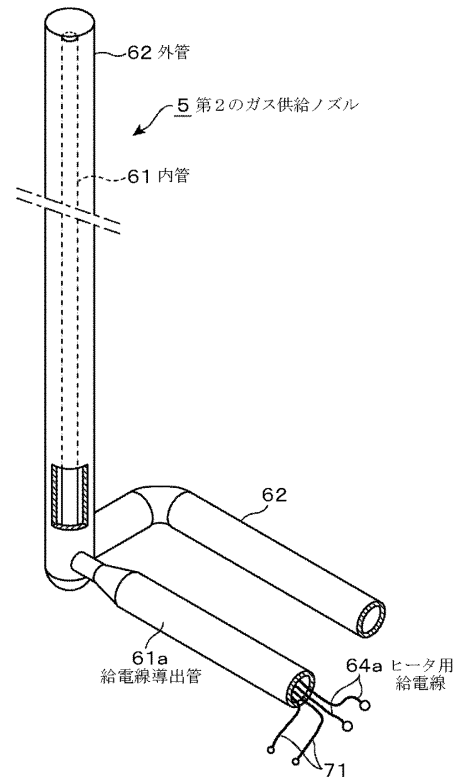
1	反応管	20
1 3	排気管	
2	ヒータ	
2 1	温度コントローラ	
3	ウエハポート	
W	ウエハ	
4	第 1 のガス供給ノズル	
5、5 A ~ 5 C	第 2 のガス供給ノズル	
5 4	ガス供給孔	
6	予備加熱ヒータ	
6 1	内管	30
6 1 a	給電線導出管	
6 2	外管	
6 3	筒状体	
6 4	抵抗発熱線	
6 4 a	給電線	
6 5、6 5 A ~ 6 5 C	温度コントローラ	
7	温度検出部	
8	白金線	
8 1	電流検出部	

40

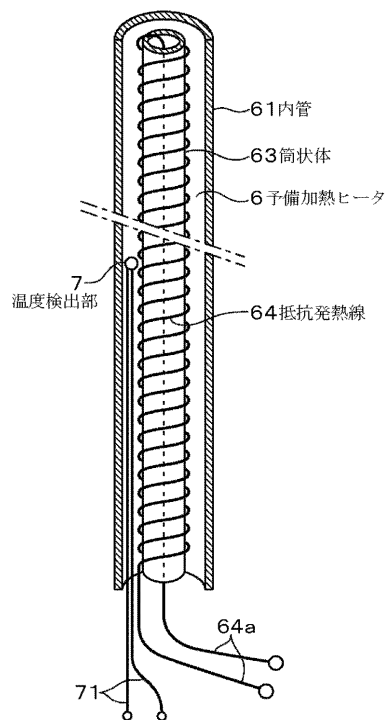
【図 1】



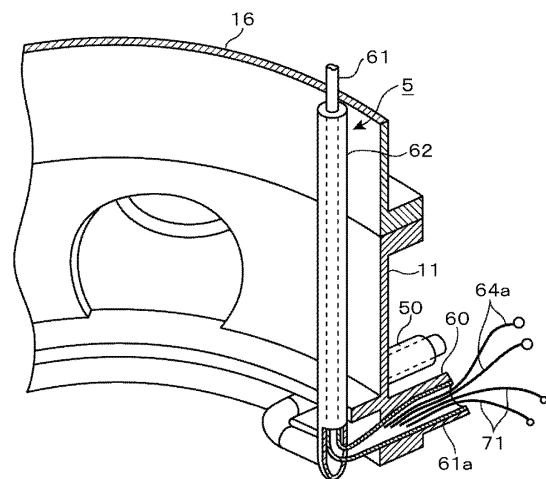
【図 2】



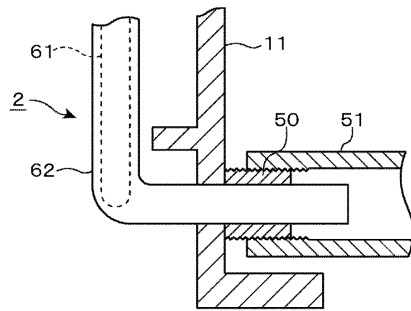
【図 3】



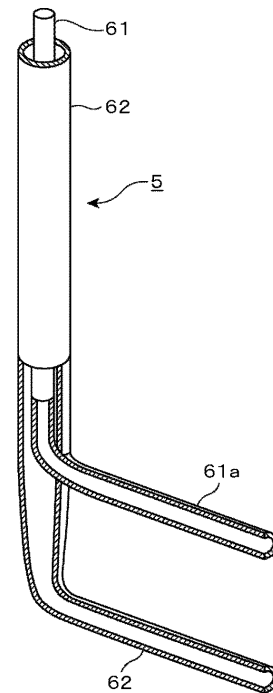
【図 4】



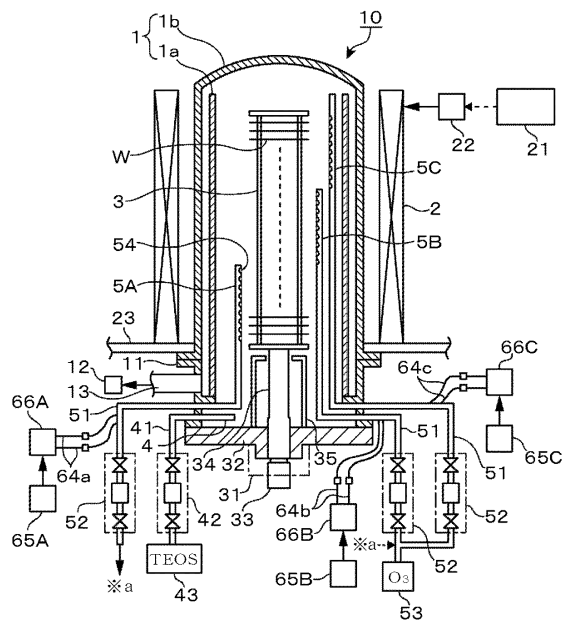
【図 5】



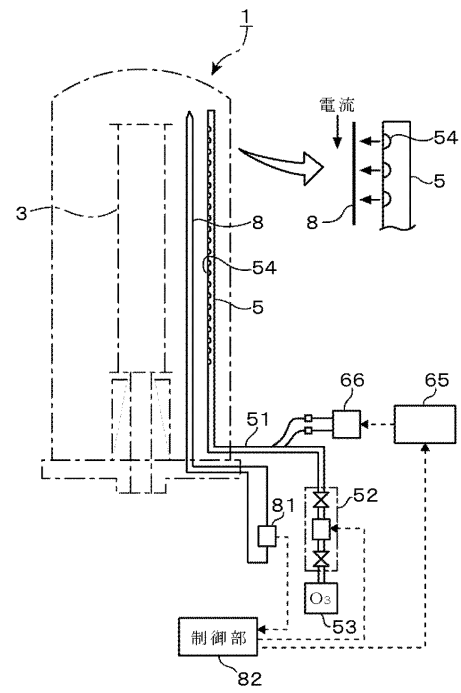
【図 6】



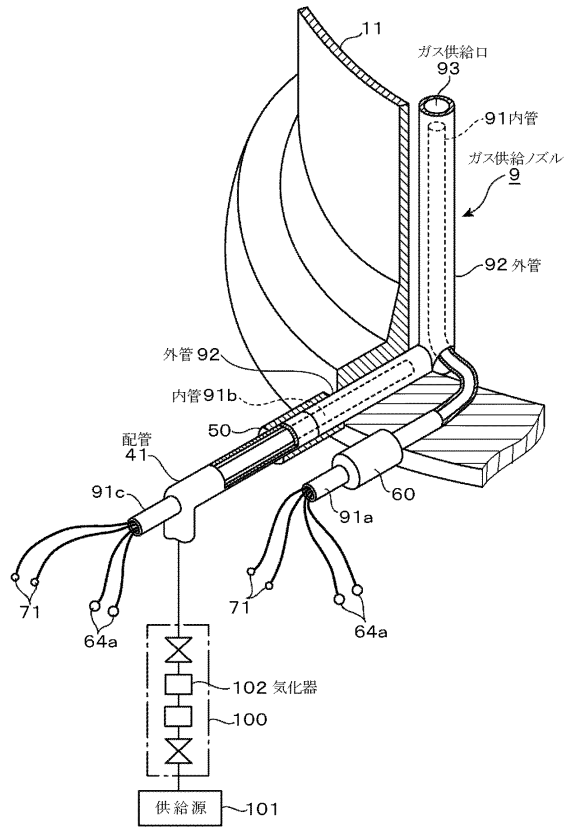
【図 7】



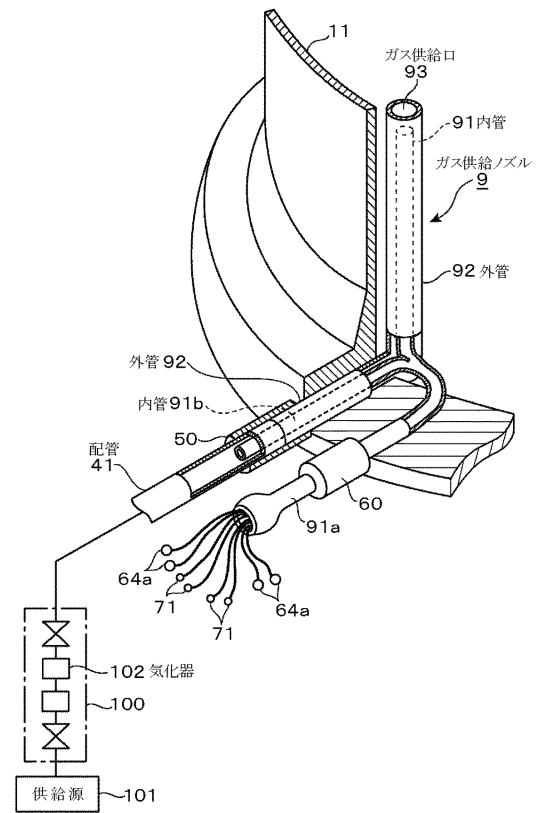
【図 8】



【図 9】



【図 10】



フロントページの続き

審査官 今井 拓也

(56)参考文献 特開平09-148315(JP,A)
特開平05-006858(JP,A)
特開平05-085890(JP,A)
特開平11-087327(JP,A)
特開2002-305194(JP,A)
特開平05-093274(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
H01L 21/31
H01L 21/205
C23C 16/455