

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公開特許公報(A)

(11)公開番号
特開2022-12502
(P2022-12502A)

(43)公開日 令和4年1月17日(2022.1.17)

(51)国際特許分類

F I

テーマコード (参考)

C 2 3 C 16/16 (2006.01) C 2 3 C 16/16 4 K 0 3 0

H 0 1 L 21/285(2006.01) H 0 1 L 21/285 C 4 M 1 0 4

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全14頁)

(21)出願番号	特願2020-114371(P2020-114371)	(71)出願人	000219967 東京エレクトロン株式会社 東京都港区赤坂五丁目3番1号
(22)出願日	令和2年7月1日(2020.7.1)	(74)代理人	100107766 弁理士 伊東 忠重
		(74)代理人	100070150 弁理士 伊東 忠彦
		(72)発明者	古屋 雄一 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650 東京 エレクトロン テクノロジーソリューシ ョンズ株式会社内
		(72)発明者	佐藤 耕一 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650 東京 エレクトロン テクノロジーソリューシ ョンズ株式会社内
		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 成膜方法及び成膜装置

(57)【要約】

【課題】パーティクルを低減する技術を提供する。

【解決手段】原料容器に収容された原料のRu₃(CO)₁₂をチャンバに供給するソースラインと、キャリアガスのCOガスを前記原料容器に供給するCOガスラインと、前記ソースラインと前記COガスラインとを接続し、前記原料容器を介さないラインを形成するバイパスラインと、前記ソースラインに接続された第1のバルブと、を有する成膜装置にて実行する成膜方法であって、(a)前記第1のバルブを開き、前記原料容器から前記ソースラインを介してRu₃(CO)₁₂とCOガスとを供給し、前記チャンバにて基板にルテニウム膜を形成する工程と、(b)前記(a)の工程を終了した後、前記ソースラインを予め定められた第1の圧力以上に制御し、前記第1のバルブを閉じ、前記チャンバに対するRu₃(CO)₁₂とCOガスとの供給を停止する工程と、を含む、成膜方法が提供される。

【選択図】図4

TMP	CO分圧制御	パーティクル数
Normal TMP	なし (比較例1)	最大74
Large TMP	なし (比較例2)	最大137
	あり (本実施形態)	43

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

原料容器に収容された原料の $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ をチャンバに供給するソースラインと、キャリアガスの CO ガスを前記原料容器に供給する CO ガスラインと、前記ソースラインと前記 CO ガスラインとを接続し、前記原料容器を介さないラインを形成するバイパスラインと、前記ソースラインに接続された第 1 のバルブと、を有する成膜装置にて実行する成膜方法であって、

(a) 前記第 1 のバルブを開き、前記原料容器から前記ソースラインを介して $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ と CO ガスとを供給し、前記チャンバにて基板にルテニウム膜を形成する工程と、

10

(b) 前記 (a) の工程を終了した後、前記ソースラインを予め定められた第 1 の圧力以上に制御し、前記第 1 のバルブを閉じ、前記チャンバに対する $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ と CO ガスとの供給を停止する工程と、

を含む、成膜方法。

【請求項 2】

前記 (b) の工程は、前記チャンバ内を予め定められた第 2 の圧力以上に制御し、前記ソースラインを前記第 1 の圧力以上に維持する、

請求項 1 に記載の成膜方法。

【請求項 3】

前記成膜装置は、前記バイパスラインに接続された第 2 のバルブを有し、

20

(c) 前記 (b) の工程の後、前記ソースラインを前記第 1 の圧力以上に維持した状態で前記第 2 のバルブを開き、前記バイパスラインを介して CO ガスを前記チャンバに供給する工程を含む、

請求項 1 又は 2 に記載の成膜方法。

【請求項 4】

前記成膜装置は、前記バイパスラインと前記ソースラインとの接続位置よりも前記原料容器側の前記ソースラインに接続された前記第 1 のバルブと、前記バイパスラインと前記ソースラインとの接続位置よりも前記チャンバ側の前記ソースラインに接続された第 3 のバルブと、を有し、

(d) 前記第 1 のバルブと前記第 3 のバルブとを閉じ、前記第 2 のバルブを開け、前記バイパスラインを介して前記第 1 のバルブと前記第 3 のバルブとの間の前記ソースラインに CO ガスを充填する工程を含む、

30

請求項 3 に記載の成膜方法。

【請求項 5】

前記成膜装置は、前記第 1 のバルブと前記第 3 のバルブとの間の前記ソースラインに赤外線モニタを接続し、

(e) 前記ソースラインの中の $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ の原料ガスをモニタする工程を含む、請求項 4 に記載の成膜方法。

【請求項 6】

原料容器に収容された原料の $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ をチャンバに供給するソースラインと、キャリアガスの CO ガスを前記原料容器に供給する CO ガスラインと、前記ソースラインと前記 CO ガスラインとを接続し、前記原料容器を介さないラインを形成するバイパスラインと、前記ソースラインに接続された第 1 のバルブと、制御部と、を有し、前記制御部は、

40

(a) 前記第 1 のバルブを開き、前記原料容器から前記ソースラインを介して $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ と CO ガスとを供給し、前記チャンバにて基板にルテニウム膜を形成する工程と、

(b) 前記 (a) の工程を終了した後、前記ソースラインを予め定められた第 1 の圧力以上に制御し、前記第 1 のバルブを閉じ、前記チャンバに対する $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ と CO ガスとの供給を停止する工程と、を制御する、

50

成膜装置。

【請求項 7】

前記第 1 のバルブは、前記バイパスラインと前記ソースラインとの接続位置よりも前記原料容器側の前記ソースラインに接続され、

前記成膜装置は、前記バイパスラインと前記ソースラインとの接続位置よりも前記チャンバ側の前記ソースラインに接続された第 3 のバルブと、

前記第 1 のバルブと前記第 3 のバルブとの間の前記ソースラインに接続された赤外線モニタと、を有する、

請求項 6 に記載の成膜装置。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本開示は、成膜方法及び成膜装置に関する。

【背景技術】

【0002】

例えば、特許文献 1 には、 $Ru_3(CO)_{12}$ は比較的容易に分解してルテニウム (Ru) が析出されること、及び $Ru_3(CO)_{12}$ の分解反応の反応物である CO の分圧が低いと $Ru_3(CO)_{12}$ の分解が促進されることが開示されている。そして、 $Ru_3(CO)_{12}$ が輸送される雰囲気中に CO を添加し、その分圧を制御することにより $Ru_3(CO)_{12}$ の分解反応を抑制することを提案する。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献 1】特開 2008 - 244298 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

本開示は、パーティクルを低減する技術を提供する。

【課題を解決するための手段】

【0005】

30

本開示の一の態様によれば、原料容器に収容された原料の $Ru_3(CO)_{12}$ をチャンバに供給するソースラインと、キャリアガスの CO ガスを前記原料容器に供給する CO ガスラインと、前記ソースラインと前記 CO ガスラインとを接続し、前記原料容器を介さないラインを形成するバイパスラインと、前記ソースラインに接続された第 1 のバルブと、を有する成膜装置にて実行する成膜方法であって、(a) 前記第 1 のバルブを開き、前記原料容器から前記ソースラインを介して $Ru_3(CO)_{12}$ と CO ガスとを供給し、前記チャンバにて基板にルテニウム膜を形成する工程と、(b) 前記 (a) の工程を終了した後、前記ソースラインを予め定められた第 1 の圧力以上に制御し、前記第 1 のバルブを閉じ、前記チャンバに対する $Ru_3(CO)_{12}$ と CO ガスとの供給を停止する工程と、を含む、成膜方法が提供される。

40

【発明の効果】

【0006】

一の側面によれば、パーティクルを低減することができる。

【図面の簡単な説明】

【0007】

【図 1】一実施形態に係る成膜装置の一例を示す断面模式図である。

【図 2】一実施形態に係るガス供給部の構成例を示す図である。

【図 3】成膜プロセス後のソースラインの圧力の測定結果の一例を示す図である。

【図 4】一実施形態に係る成膜方法による CO 分圧制御の結果の一例を示す図である。

【図 5】一実施形態に係る成膜装置が実行する成膜方法の一例を示す流れ図である。

50

【図 6】図 5 の成膜方法を説明するための図である。

【図 7】一実施形態に係る成膜装置が実行する成膜方法の一例を示す流れ図である。

【図 8】図 7 の成膜方法を説明するための図である。

【発明を実施するための形態】

【0008】

以下、図面を参照して本開示を実施するための形態について説明する。各図面において、同一構成部分には同一符号を付し、重複した説明を省略する場合がある。

【0009】

まず、本開示の一実施形態に係る成膜装置 1 の構成例について、図 1 及び図 2 を参照しながら説明する。図 1 は、一実施形態に係る成膜装置 1 の処理位置における断面模式を示した図である。図 2 は、一実施形態に係る成膜装置 1 の受け渡し位置における断面模式図、及びガス供給部の構成例を示した図である。

10

【0010】

成膜装置 1 は、CVD (Chemical Vapor Deposition) 装置であって、例えば、ルテニウム膜を成膜する装置である。例えば、ドデカカルボニル三ルテニウム $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ 等のルテニウム含有ガス（原料ガス、前駆体）と CO 等のキャリアガスとを含む処理ガスを供給して基板 W 上にルテニウム膜を成膜する。

【0011】

成膜装置 1 は、チャンバ 101 を有する。チャンバ 101 は、上側に開口を有する有底の容器である。チャンバ 101 は、成膜の際に内部が真空雰囲気とされる。チャンバ 101 は、内部に、ウェハを一例とする基板 W を載置するための載置台 105 と、載置台 105 と対向するようにチャンバ 101 の上部に設けられ、基板 W の表面にガスを供給するためのガス吐出機構 103 とを有する。ガス吐出機構 103 は、ガスを導入する空間を画成する。

20

【0012】

ガス吐出機構 103 の天井部の中央には、ガス導入口 16 が設けられている。ガス導入口 16 は、ガスライン 43 を介してガス供給部 40 に接続され、ガス吐出機構 103 内に原料ガスとキャリアガスとを含む処理ガスを導入する。本実施形態では、原料は $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ であり、キャリアガスは CO ガスである。

【0013】

ガス吐出機構 103 内には、上から順に第 1 の板状部材 10、第 2 の板状部材 11 及びシャワープレート 12 が設けられている。第 1 の板状部材 10、第 2 の板状部材 11 及びシャワープレート 12 は、いずれも円盤状の部材であり、ガス吐出機構 103 内にて載置台 105 に対向して略平行に水平方向に離隔して設けられる。ガス導入口 16 から導入された処理ガスは、第 1 の板状部材 10 の外周側に流れ、第 2 の板状部材 11 の中央の開口 11a を通り、シャワープレート 12 に設けられた複数のガス孔 12a から処理室 101c 内に供給される。

30

【0014】

支持部材 102 は、ガス吐出機構 103 を支持する。また、支持部材 102 がチャンバ 101 の上側の開口を塞ぐことにより、チャンバ 101 は密閉され、処理室 101c が形成される。

40

【0015】

載置台 105 は、例えば、窒化アルミニウムや石英などを材料として、扁平な円板状に形成された板部 105a を有している。載置台 105 の内部には、基板 W を加熱する加熱手段の一例として、ヒータ 106 が埋設されている。ヒータ 106 は、例えば、シート状の抵抗発熱体より構成されている。ヒータ 106 は、チャンバ 101 の外部に設けられた電源 126 から電力が供給されて発熱し、載置台 105 の載置面を加熱することにより、成膜に適した所定のプロセス温度まで基板 W を昇温する。ヒータ 106 は、載置台 105 上に載置された基板 W を、例えば、130 ~ 300 に加熱する。

【0016】

50

また、載置台 105 は、載置台 105 の下面中心部から下方に向けて伸び、チャンバ 101 の底部を貫通する支持部材 105 b を有する。支持部材 105 b の一端は、昇降板 109 を介して昇降機構 110 に支持されている。

【0017】

また、載置台 105 の下部には、温調部材として、温調ジャケット 108 が設けられている。温調ジャケット 108 は、上部に載置台 105 と同程度のサイズの板部 108 a を有し、下部に支持部材 105 b よりも径の大きい軸部 108 b を有する。また、温調ジャケット 108 は、中央の上下方向に板部 108 a および軸部 108 b を貫通する穴部 108 c が形成されている。温調ジャケット 108 は、穴部 108 c に支持部材 105 b を収容している。

10

【0018】

温調ジャケット 108 は、板部 108 a の内部に冷媒流路 108 d が形成され、軸部 108 b の内部に 2 本の冷媒配管 115 a, 115 b が設けられている。冷媒流路 108 d は、一方の端部が冷媒配管 115 a に接続され、他方の端部が冷媒配管 115 b に接続されている。冷媒配管 115 a, 115 b は、冷媒ユニット 115 に接続されている。

【0019】

冷媒ユニット 115 は、例えばチラーユニットである。冷媒ユニット 115 は、所定の温度の冷媒を冷媒配管 115 a から冷媒流路 108 d に供給する。冷媒流路 108 d に供給された冷媒は、冷媒配管 115 b を介して冷媒ユニット 115 に戻る。温調ジャケット 108 は、冷媒流路 108 d の中に冷媒、例えば、冷却水等を循環させることによって、温度調整が可能とされている。

20

【0020】

載置台 105 と温調ジャケット 108 との間には、断熱部材として、断熱リング 107 が配置されている。断熱リング 107 は、例えば、SUS316、A5052、Ti (チタン)、セラミックなどによって円盤状に形成されている。

【0021】

温調ジャケット 108 の軸部 108 b は、チャンバ 101 の底部を貫通する。温調ジャケット 108 の下端部は、チャンバ 101 の下方に配置された昇降板 109 を介して、昇降機構 110 に支持される。チャンバ 101 の底部と昇降板 109 との間には、ベローズ 111 が設けられており、昇降板 109 の上下動によってもチャンバ 101 内の気密性は保たれる。

30

【0022】

昇降機構 110 が昇降板 109 を昇降させることにより、シャワープレート 12 と載置台 105 との距離を制御できる。チャンバ 101 の側壁には、基板 W を搬入出するための搬入出口 101 a と、搬入出口 101 a を開閉するゲートバルブ 118 とが設けられている。図 1 では、載置台 105 は、搬入出口 101 a を介して外部の搬送機構との間で基板 W の受け渡しが行われる受け渡し位置にある。図 2 では、載置台 105 が上昇し、基板 W の処理が行われる処理位置にある。

【0023】

昇降ピン 112 は、外部の搬送機構との間で基板 W の受け渡しを行う際、基板 W の下面から支持して、載置台 105 の載置面から基板 W を持ち上げる。載置台 105 及び温調ジャケット 108 には、昇降ピン 112 の軸部が挿通する貫通穴が形成されている。昇降ピン 112 の下方には、当接部材 113 が配置されている。

40

【0024】

載置台 105 を基板 W の処理位置 (図 2 参照) まで移動させた状態において、昇降ピン 112 の頭部は載置台 105 内に収納され、基板 W は載置台 105 の載置面に載置される。

【0025】

環状部材 114 は、載置台 105 の上方に配置されている。図 2 に示すように、載置台 105 を基板 W の処理位置まで移動させた状態において、環状部材 114 は、基板 W の上面外周部と接触し、環状部材 114 の自重により基板 W を載置台 105 の載置面に押し付け

50

る。一方、載置台 105 を基板 W の受け渡し位置（図 1 参照）まで移動させた状態において、環状部材 114 は、搬入出口 101 a よりも上方で図示しない係止部によって係止されており、搬送機構による基板 W の受け渡しを阻害しないようになっている。

【0026】

図 1 の伝熱ガス供給部 116 は、配管 116 a、温調ジャケット 108 及び載置台 105 に形成された流路（図示せず）を介して、載置台 105 に載置された基板 W の裏面と載置台 105 の載置面との間に、例えば He ガス等の伝熱ガスを供給する。

【0027】

パージガス供給部 117 は、配管 117 a、載置台 105 の支持部材 105 b と温調ジャケット 108 の穴部 108 c の間に形成された隙間を通り、CO ガス等のパージガスを環状部材 114 の下面と載置台 105 の上面との間に供給する。つまり、前記隙間を通ったパージガスは、載置台 105 と断熱リング 107 の間に形成され径方向外側に向かって延びる流路、及び載置台 105 の外周部に形成された上下方向の流路を介して、環状部材 114 の下面と載置台 105 の上面との間に供給される。これにより、環状部材 114 の下面と載置台 105 の上面との間の空間に処理ガスが流入することを抑制して、環状部材 114 の下面や載置台 105 の外周部の上面に成膜されることを防止する。

【0028】

チャンバ 101 の下方の側壁には、排気管 101 b を介して、ターボ分子ポンプ（TMP）及びドライポンプを含む排気部 119 が接続される。排気部 119 によりチャンバ 101 内が排気され、処理室 101 c 内が所定の真空雰囲気設定され、維持される。チャンバ 101 には、圧力計 CM1 が取り付けられ、チャンバ 101 の圧力を測定する（図 2 参照）。排気管 101 b 及び排気部 119 は、載置台 105 より下方に位置する。

【0029】

図 2 に示すように、載置台 105 の径方向上の外側には、処理室 101 c を排気する排気口 13 が形成されている。載置台 105 は、外周部にカバーリング 104 が係合され、カバーリング 104 に位置決めされた環状部材 114 が基板 W の周縁部を押圧する。これにより、基板 W の周縁部を押圧する環状部材 114 の上面とシャワープレート 12 の下面との間に形成された排気口 13 によって、処理ガスが径方向外側に排気される。排気口 13 は、環状部材 114 の上面とシャワープレート 12 の外周部に設けられた突起部の下面との間に設けられた開口である。

【0030】

成膜装置 1 は、制御部 120 を更に備え得る。制御部 120 は、プロセッサ、メモリなどの記憶部、入力装置、表示装置、信号の入出力インターフェイス等を備えるコンピュータであり得る。制御部 120 は、成膜装置 1 の各部を制御する。例えば、制御部 120 は、ガス供給部 40、ヒータ 106、昇降機構 110、冷媒ユニット 115、伝熱ガス供給部 116、パージガス供給部 117、ゲートバルブ 118、排気部 119 等を制御することにより、成膜装置 1 の動作を制御する。

【0031】

制御部 120 では、入力装置を用いて、オペレータが成膜装置 1 を管理するためにコマンドの入力操作等を行うことができる。また、制御部 120 では、表示装置により、成膜装置 1 の稼働状況を可視化して表示することができる。さらに、記憶部には、制御プログラム及びレシピデータが格納されている。制御プログラムは、成膜装置 1 で成膜処理を実行するために、プロセッサによって実行される。プロセッサが、制御プログラムを実行し、レシピデータに従って成膜装置 1 の各部を制御する。

【0032】

[ガス供給部]

次に、ガス供給部 40 の構成について、図 2 を参照して説明する。図 2 は、一実施形態に係る成膜装置 1 に設けられたガス供給部 40 の構成の一例を示す図である。ガス供給部 40 は、原料容器 41、CO ガス供給源 42、ガスライン 43、ソースライン 44、45、CO ガスライン 46、47、バイパスライン 49、及びバルブ VA、VB、VC、VD を

有する。

【 0 0 3 3 】

COガス供給源 4 2 は、COガスライン 4 6、4 7 に接続されている。COガス供給源 4 2 は、マスフローコントローラ又は圧力制御式の流量制御器を含み、COガスライン 4 6、4 7 を介して所定の流量のCOガスを原料容器 4 1 に供給する。

【 0 0 3 4 】

原料容器 4 1 は、ルテニウム膜の原料となる $Ru_3(CO)_{12}$ を収容する。原料容器 4 1 は、ヒータ等の加熱手段を有し、固体原料の $Ru_3(CO)_{12}$ を昇温させて気化させる。原料容器 4 1 は、ソースライン 4 4、4 5 に接続され、ガスライン 4 3 を介してチャンバ 1 0 1 に接続される。ガスライン 4 3 は、原料容器 4 1 からチャンバ 1 0 1 へ原料ガスを供給するソースラインの一部である。以下では、ガスライン 4 3 を含めてソースライン 4 3 ~ 4 5 ともいう。

10

【 0 0 3 5 】

原料容器 4 1 内で気化した $Ru_3(CO)_{12}$ の原料ガスは、キャリアガスのCOガスによりソースライン 4 3 ~ 4 5 を運ばれ、チャンバ 1 0 1 内の基板 W 上に供給される。なお、成膜装置 1 は、更に希ガスを供給してもよい。載置台 1 0 5 上の基板 W はヒータ 1 0 6 により所定の温度に制御され、所定の流量で供給された $Ru_3(CO)_{12}$ を熱分解させ、これによりルテニウム膜を成膜する。

【 0 0 3 6 】

バイパスライン 4 9 は、ソースライン 4 3 ~ 4 5 とCOガスライン 4 6、4 7 とを接続し、原料容器 4 1 を介さずにCOガスをチャンバ 1 0 1 内に供給するラインを形成する。バイパスライン 4 9 とソースライン 4 3 ~ 4 5 との接続位置 B 1 よりも原料容器 4 1 側のソースライン 4 5 にはバルブ V A が接続されている。バルブ V A は、第 1 のバルブの一例である。バイパスライン 4 9 にはバルブ V D が接続されている。バルブ V D は、第 2 のバルブの一例である。

20

【 0 0 3 7 】

バイパスライン 4 9 とソースライン 4 3 ~ 4 5 との接続位置 B 1 よりもチャンバ 1 0 1 側のソースライン 4 4 にはバルブ V B が接続されている。バルブ V B は、第 3 のバルブの一例である。バイパスライン 4 9 とCOガスライン 4 6、4 7 との接続位置 B 2 よりも原料容器 4 1 側のCOガスライン 4 6 にはバルブ V C が接続されている。

30

【 0 0 3 8 】

赤外線モニタ 4 8 は、V A バルブと V B バルブとの間のソースライン 4 4、4 5 に接続され、ソースライン 4 4、4 5 内の $Ru_3(CO)_{12}$ をモニタする。赤外線モニタ 4 8 は、アルミナの窓 4 8 a からソースライン 4 4 に照射した赤外線により $Ru_3(CO)_{12}$ の波長から $Ru_3(CO)_{12}$ を検出し、 $Ru_3(CO)_{12}$ の量（流量）を監視し、ソースラインのCOガスの分圧（以下、「CO分圧」という。）の管理に利用する。

【 0 0 3 9 】

V A バルブと V B バルブとの間のソースライン 4 4、4 5 には、圧力計 C M 2 が取り付けられ、ソースライン 4 4、4 5 の内部空間の圧力を測定する。本実施形態では、ソースライン 4 4 に圧力計 C M 2 が接続され、圧力計 C M 2 によりソースライン 4 4 の内部空間の圧力が測定される。

40

【 0 0 4 0 】

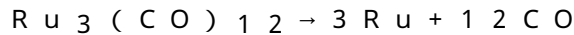
ソースライン 4 4、4 5 内のCOガスに対するルテニウムの量は微量である。このため、圧力計 C M 2 が計測する圧力はほぼCO分圧と考えてよい。従って、制御部 1 2 0 は、圧力計 C M 2 によりソースライン 4 4、4 5 の内部空間の圧力が予め定められた第 1 の圧力以上になるように制御することで、ソースライン 4 4、4 5 のCO分圧を管理できる。また、制御部 1 2 0 は、赤外線モニタ 4 8 によりソースライン 4 4、4 5 の $Ru_3(CO)_{12}$ の原料ガスの量をモニタできる。

【 0 0 4 1 】

[CO分圧制御]

50

次に、ガス供給部 40 における CO 分圧の制御について説明する。原料容器 41 内及びソースライン 43 ~ 45 では、 $Ru_3(CO)_{12}$ はガスの状態で存在することが好ましい。ところが、 $Ru_3(CO)_{12}$ は、以下の反応式 (1) の左から右に比較的容易に分解し、右に示すようにルテニウム (Ru) の析出を生じさせる。



CO の分圧が低いと $Ru_3(CO)_{12}$ の分解が促進される。反応式 (1) の左から右へ化学反応が進むことで、原料容器 41 内及びソースライン 43 ~ 45 の内部空間で、例えばファイバー状のルテニウムが析出され、ソースライン 43 ~ 45 を通ってチャンバ 101 まで輸送され、基板 W 上に飛来してパーティクルとなる。

【0042】

図 3 は、成膜プロセス後のソースライン 43 ~ 45 の圧力の測定結果の一例を示す。図 3 では、横軸の時間「0」は、ルテニウム膜の成膜プロセスの終了時を示し、縦軸は、ソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧を示す。ソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧は、圧力計 CM2 により測定されるソースライン 43 ~ 45 の内部空間の圧力である。

【0043】

成膜プロセス後、「Valve Full Close」で示したタイミングに、図 2 に示すバルブ VA、VB、VC を閉じる。バルブ VA、VB、VC を閉じると、原料ガス及び CO ガスのチャンバ 101 への供給が停止される。

【0044】

原料ガス及び CO ガスの供給が停止され後も排気部 119 によってチャンバ 101 内は排気されているため、チャンバ 101 に繋がるソースライン 43 ~ 45 の内部空間も排気され、ソースライン 43 ~ 45 の CO 圧力が下がる。図 3 の比較例 1 は排気部 119 のターボ分子ポンプにノーマル TMP (N-TMP) を使用した場合、比較例 2 は排気部 119 のターボ分子ポンプにラージ TMP (L-TMP) を使用した場合のソースライン 43 ~ 45 の CO 圧力を示す。ラージ TMP は、ノーマル TMP よりも排気容量が大きいいため、比較例 2 は比較例 1 よりもソースライン 43 ~ 45 の CO 圧力の低下が大きくなる。

【0045】

本実施形態に係る成膜装置 1 は、成膜プロセス後のソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧を制御し、ソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧の低下を防ぐことにより、 $Ru_3(CO)_{12}$ の分解を抑制する。これにより、 $Ru_3(CO)_{12}$ が分解して析出されるルテニウムのパーティクルの発生を抑制できる。

【0046】

なお、従来から成膜プロセス中、ソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧が制御されていた。加えて、本実施形態では、成膜プロセス後もソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧を制御する。すなわち、成膜プロセス後、ソースライン 43 ~ 45 の内部空間を第 1 の圧力以上に制御する。具体的には、本実施形態では、成膜プロセス後、チャンバ 101 内を予め定められた第 2 の圧力以上に制御することで、ソースライン 43 ~ 45 の内部空間を第 1 の圧力以上に維持する。例えば第 2 の圧力は、0.0166 Torr (2.213 Pa) が好ましい。第 2 の圧力を 0.0166 T に制御すると、第 1 の圧力は 0.053 Torr (7.066 Pa) に制御される。

【0047】

ソースライン 43 ~ 45 の CO 分圧の制御により、ソースライン 43 ~ 45 の内部空間における $Ru_3(CO)_{12}$ の分解、及び原料容器 41 内における $Ru_3(CO)_{12}$ の分解が抑制され、パーティクルの発生を低減できる。特に、VA バルブ及び VB バルブの開閉動作が、VC バルブの開閉動作よりも遅い場合、図 3 において「Valve Full Close」で示したタイミングに、制御部 120 が VA バルブ、VB バルブ、VC バルブを同時に閉制御しても最初に VC バルブが閉じる。その後、VA バルブ及び VB バルブが閉じる。このタイミングのずれにより、原料容器 41 内への CO ガスの供給が先に停止され、その後に VA バルブ及び VB バルブが閉じる。この場合、原料容器 41 及びソースライン 43 ~ 45 の内部空間の CO 分圧が更に下がり、次の成膜プロセスが開始される前に原料容器 4

10

20

30

40

50

１及びソースライン４３～４５の内部空間のＣＯ分圧が更に低くなる。これにより、原料容器４１及びソースライン４３～４５における $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ の分解が更に促進される。そこで、本実施形態に係る成膜方法によれば、原料容器４１及びソースライン４３～４５における $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ の分解を抑制し、パーティクルを低減する技術を提供する。

【００４８】

図４は、本実施形態に係る成膜方法によるＣＯ分圧制御の結果の一例を示す図である。本実施形態に係る成膜方法では、成膜プロセス後、チャンバ１０１内を予め定められた第２の圧力以上に制御することで、ソースライン４３～４５の内部空間を第１の圧力以上に維持する「ＣＯ分圧制御」を行った。これに対して、比較例１、２では、ＣＯ分圧制御を行 10
ななかった。この結果、比較例１、２では、ソースライン４３～４５のＣＯ分圧の低下により原料容器４１及びソースライン４３～４５における $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ の分解が促進された。特に比較例２では、比較例１のノーマルＴＭＰよりも排気容量の大きいラージＴＭＰを用いてソースライン４３～４５のＣＯ分圧が更に低下した。これにより、更に原料容器４１及びソースライン４３～４５における $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ の分解が促進された。この結果、基板Ｗ上のパーティクル数は、複数枚の基板Ｗに対する成膜プロセス後の測定において比較例１が最大７４、比較例２が最大１３７となった。これに対して、本実施形態に係る成膜方法では上記ＣＯ分圧制御により、パーティクル数が４３と最も低減できた。

【００４９】

[成膜装置１の動作]

次に、成膜装置１の動作の一例について、図５及び図６を参照して説明する。図５は、一実施形態に係る成膜装置１が実行する成膜方法ＭＴ１の一例を示す流れ図である。図６は、図５の成膜方法ＭＴ１を説明するための図である。成膜方法ＭＴ１は、制御部１２０により制御される。なお、開始時において、チャンバ１０１内は、排気部１１９により真空雰囲気となっている。また、載置台１０５は受け渡し位置に移動している。

【００５０】

方法ＭＴ１が開始されると、基板を準備する（ステップＳ１）。ステップＳ１では、まず、ゲートバルブ１１８を開け、外部の搬送機構により、昇降ピン１１２の上に基板Ｗを載置する。搬送機構が搬入出口１０１ａから出ると、ゲートバルブ１１８を閉じる。昇降機構１１０を制御して載置台１０５を処理位置に移動させる。この際、載置台１０５が上昇することにより、昇降ピン１１２の上に載置された基板Ｗが載置台１０５の載置面に載置 30
される。また、環状部材１１４が基板Ｗの上面外周部と接触し、環状部材１１４の自重により基板Ｗを載置台１０５の載置面に押し付ける。これにより、処理室１０１ｃには、載置台１０５より上側にプロセス空間が形成される。

【００５１】

制御部１２０は、ヒータ１０６を動作させるとともに、ガス供給部４０を制御して、ＶＡバルブ、ＶＢバルブ及びＶＣバルブを開き、ＶＤバルブを閉じる（ステップＳ２）。これにより、ＣＯガスが、ＣＯガス供給源４２からＣＯガスライン４７を介して原料容器４１内に供給される。原料容器４１内の $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ は加熱されて気化し、ＣＯガスを 40
キャリアガスとして、ソースライン４３～４５からチャンバ１０１内に供給される（ステップＳ３）。これにより、処理室１０１ｃ内へ供給された $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ とＣＯガスとにより、基板Ｗにルテニウム膜が形成される（ステップＳ４）。処理後のガスは、処理室１０１ｃから環状部材１１４の上面側の排気口１３を通過し、排気管１０１ｂを介して排気部１１９により排気される。

【００５２】

次に、成膜プロセスが終了したかを判定する（ステップＳ５）。成膜プロセスは終了していないと判定した場合、ステップＳ３に戻り、ステップＳ３～Ｓ５の成膜プロセスを続ける。一方、成膜プロセスが終了したと判定した場合、チャンバ１０１内を予め定められた第２の圧力以上に制御することで、ソースライン４３～４５を第１の圧力以上に維持する 50

(ステップ S 6)。

【 0 0 5 3 】

次に、赤外線モニタ 4 8 を用いてソースライン 4 4、4 5 中の $Ru_3(CO)_{12}$ の量をモニタする(ステップ S 7)。モニタ結果に基づき、ソースライン 4 3 ~ 4 5 の内部空間の CO 分圧を管理する。

【 0 0 5 4 】

次に、ソースライン 4 3 ~ 4 5 を第 1 の圧力以上に維持した状態で、VA バルブ、VB バルブ、VC バルブを閉じる(ステップ S 8)。これにより、処理室 1 0 1 c 内への $Ru_3(CO)_{12}$ の原料ガスと CO ガスとの供給が停止される。このとき、ソースライン 4 3 ~ 4 5 は、 $Ru_3(CO)_{12}$ の分解が抑制されるように、内部空間の CO 分圧が制御されている。これにより、ソースライン 4 3 ~ 4 5 及び原料容器 4 1 の $Ru_3(CO)_{12}$ の分解を抑制でき、パーティクルを低減できる。

10

【 0 0 5 5 】

次に、VB バルブ及び VC バルブを開き、CO ガスライン 4 7、バイパスライン 4 9 及びソースライン 4 3 ~ 4 5 を介して CO ガスをチャンバ 1 0 1 内に供給する(ステップ S 9)。CO ガスをチャンバ 1 0 1 内に供給することで、各基板 W の成膜プロセス毎に、成膜プロセス後のソースライン 4 3 ~ 4 5 の内部に残留した CO ガスを排気することができる。

【 0 0 5 6 】

以上、本実施形態に係る成膜方法 MT 1 について説明した。これによれば、図 6 (a) に示すように、成膜プロセス中は、VA バルブ、VB バルブ及び VC バルブを開き、VD バルブを閉じている(図 5 : S 2)。

20

【 0 0 5 7 】

成膜プロセス終了後、図 6 (b) に示すように、VA バルブ、VB バルブ及び VC バルブを閉じる(図 5 : S 8)前に、チャンバ 1 0 1 内を第 2 の圧力以上に制御することで、ソースライン 4 3 ~ 4 5 を第 1 の圧力以上に維持する(図 5 : S 6)。これにより、ソースライン 4 3 ~ 4 5 及び原料容器 4 1 の $Ru_3(CO)_{12}$ の分解を抑制でき、パーティクルを低減できる。

【 0 0 5 8 】

なお、ステップ S 6 ~ S 9 の処理が実行された後、基板 W をチャンバ 1 0 1 から搬出する。基板 W の搬出時には、昇降機構 1 1 0 を制御して載置台 1 0 5 を受け取り位置に移動させる。昇降ピン 1 1 2 の下端が当接部材 1 1 3 と当接することにより、昇降ピン 1 1 2 の頭部が載置台 1 0 5 の載置面から突出し、載置台 1 0 5 の載置面から基板 W を持ち上げる。

30

【 0 0 5 9 】

次に、ゲートバルブ 1 1 8 を開け、外部の搬送機構により昇降ピン 1 1 2 の上に載置された基板 W が搬出される。搬送機構が搬入出口 1 0 1 a から出ると、ゲートバルブ 1 1 8 が閉じられる。

【 0 0 6 0 】

[成膜装置 1 のその他の動作]

40

次に、成膜装置 1 のその他の動作の例について、図 7 及び図 8 を参照して説明する。図 7 は、一実施形態に係る成膜装置 1 が実行する成膜方法 MT 2 の一例を示す流れ図である。図 8 は、図 7 の成膜方法 MT 2 を説明するための図である。成膜方法 MT 2 は、制御部 1 2 0 により制御される。図 7 の成膜方法 MT 2 は、図 5 の成膜方法 MT 1 を実行した後に実行してもよい。成膜方法 MT 2 は、成膜プロセスを行っていない間に実行可能である。

【 0 0 6 1 】

方法 MT 2 が開始されると、ガス供給部 4 0 を制御し、VA バルブ、VB バルブ及び VC バルブを閉じ、VD バルブを開く(ステップ S 1 1)。これにより、CO ガス供給源 4 2 から CO ガスライン 4 7、バイパスライン 4 9 を介して VA バルブと VB バルブとの間のソースライン 4 4、4 5 に CO ガスが供給される(ステップ S 1 2)。

50

【 0 0 6 2 】

ソースライン 4 4 , 4 5 に C O ガスを供給した後、V D バルブを閉じ、ソースライン 4 4 , 4 5 の内部空間に C O ガスを封じ込める (ステップ S 1 3) 。これにより、ソースライン 4 4 , 4 5 に C O ガスを充填し、ソースライン 4 4 , 4 5 の内部空間における R u 3 (C O) 1 2 の分解を抑制し、パーティクルを低減できる。

【 0 0 6 3 】

ソースライン 4 3 ~ 4 5 の内部は、各基板 W の成膜プロセス後に排気することでソースライン 4 3 ~ 4 5 内に R u 3 (C O) 1 2 を残さないようにしている。しかし、ソースライン 4 3 ~ 4 5 内を十分に排気するには相当程度の時間を要し、スループットを低下させる。そこで、成膜プロセスの間に成膜方法 M T 2 を実行することで、ソースライン 4 4 , 4 5 の空間内に C O ガスを封じ込め、C O 分圧を上げる。これにより、ソースライン 4 4 , 4 5 の内部空間において R u 3 (C O) 1 2 の分解を抑制でき、パーティクルを低減できる。

10

【 0 0 6 4 】

今回開示された実施形態に係る成膜方法及び成膜装置は、すべての点において例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。実施形態は、添付の請求の範囲及びその主旨を逸脱することなく、様々な形態で変形及び改良が可能である。上記複数の実施形態に記載された事項は、矛盾しない範囲で他の構成も取り得ることができ、また、矛盾しない範囲で組み合わせることができる。

20

【 0 0 6 5 】

例えば、本開示の成膜装置は、A L D 装置、プラズマ A L D 装置、熱 C V D 装置、プラズマ C V D 装置等であってもよい。

【 符号の説明 】

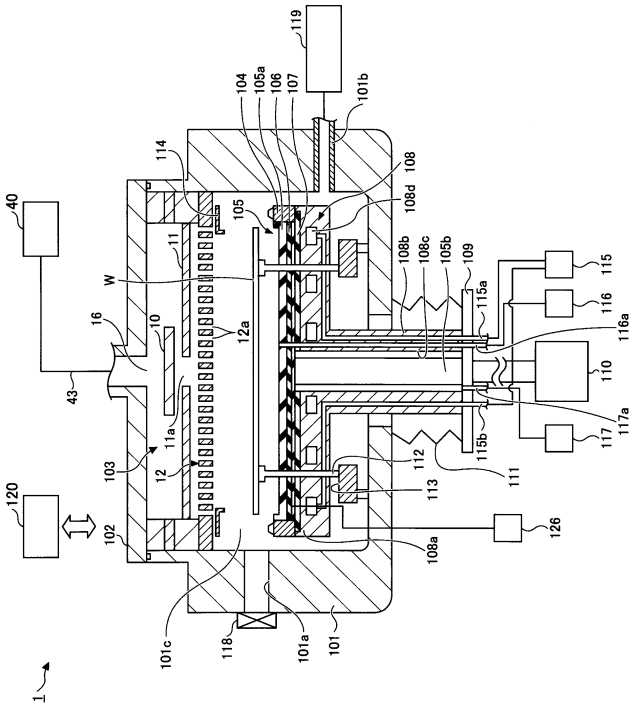
【 0 0 6 6 】

1 成膜装置
 1 2 シャワープレート
 1 6 ガス導入口
 4 0 ガス供給部
 4 1 原料容器
 4 2 C O ガス供給源
 4 3 ガスライン
 4 4 、 4 5 ソースライン
 4 6 , 4 7 C O ガスライン
 4 8 赤外線モニタ
 4 9 バイパスライン
 1 0 1 チャンバ
 1 0 1 c 処理室
 1 0 5 載置台
 1 0 6 ヒータ
 1 2 0 制御部
 V A 、 V B 、 V C 、 V D バルブ
 W 基板

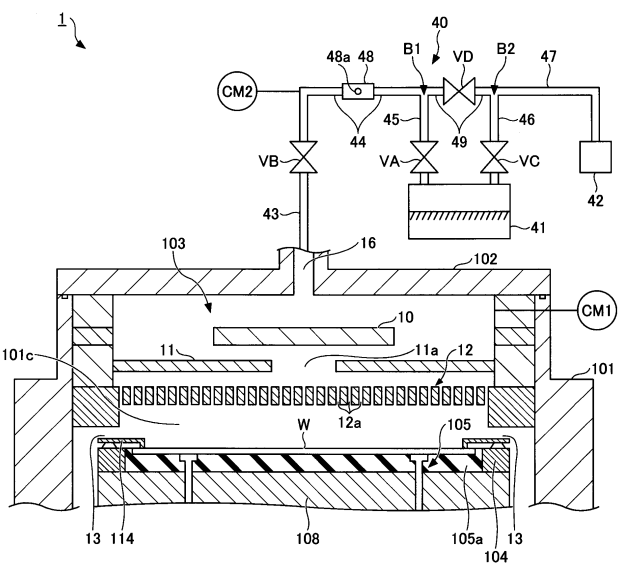
30

40

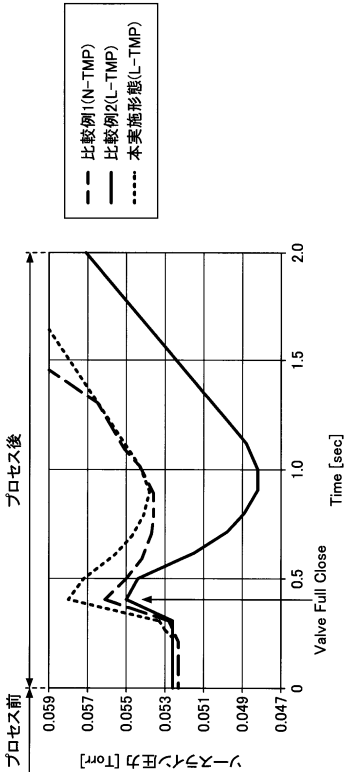
【 図 面 】
【 図 1 】



【 図 2 】



【 図 3 】



【 図 4 】

TMP	CO分圧制御	パーティクル数
Normal TMP	なし (比較例1)	最大74
Large TMP	なし (比較例2)	最大137
	あり (本実施形態)	43

10

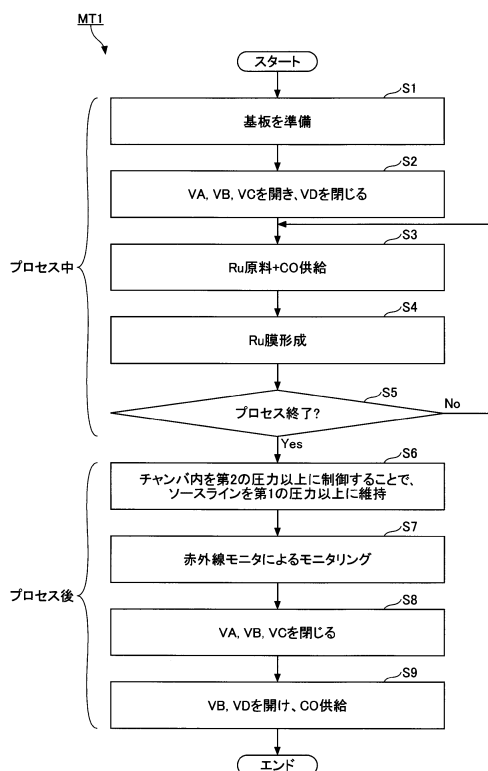
20

30

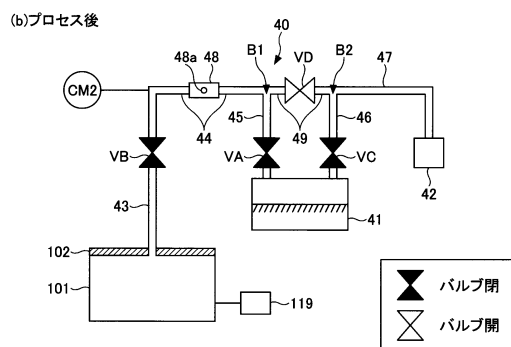
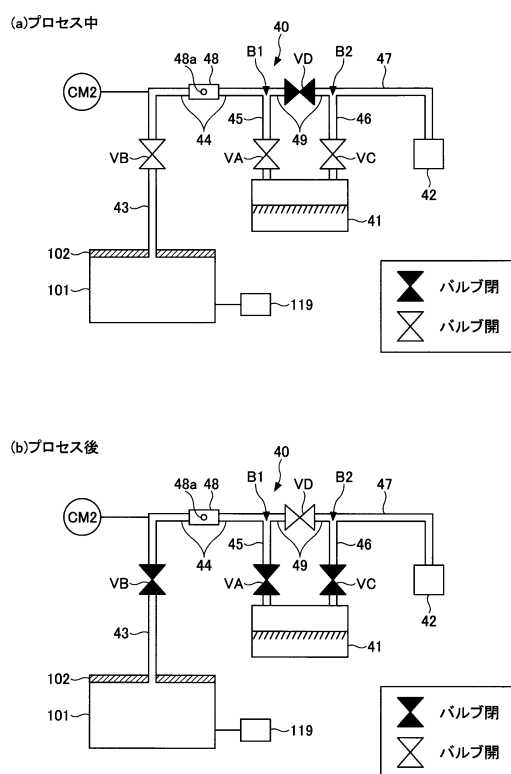
40

50

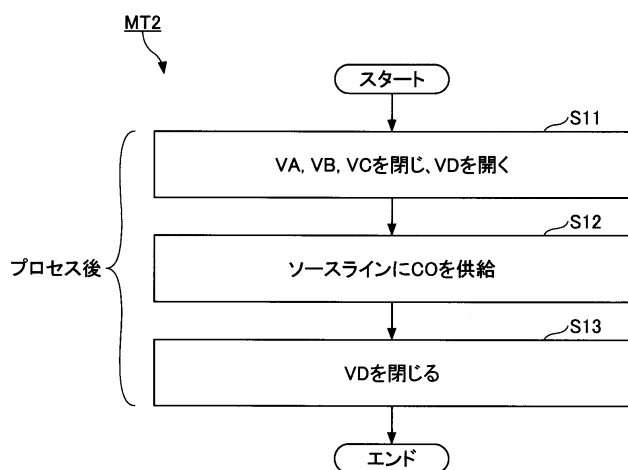
【图 5】



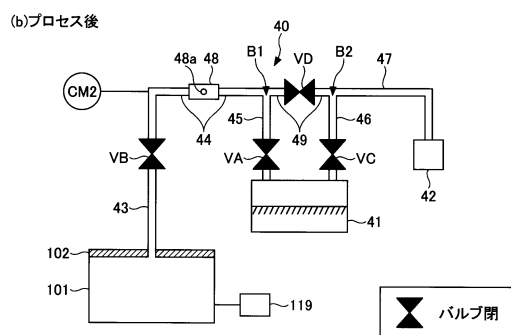
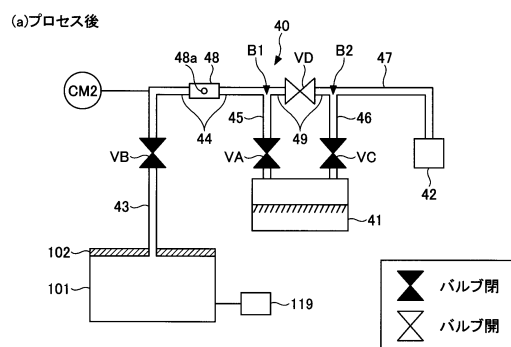
【图 6】



【 図 7 】



【 図 8 】



フロントページの続き

(72)発明者 荒木 真人

山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢 6 5 0 東京エレクトロン テクノロジーソリューションズ株式会社内

F ターム (参考) 4K030 AA14 AA16 BA01 EA01 FA10 GA02 JA09 KA22 KA23 KA39
 4M104 BB04 DD43 DD44 DD45