

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2013年11月21日(21.11.2013)



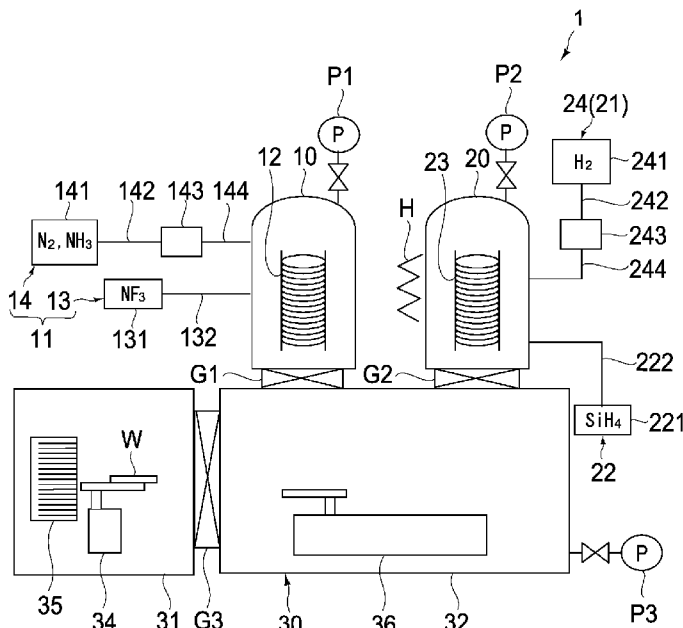
(10) 国際公開番号
WO 2013/171988 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/205 (2006.01) C30B 25/20 (2006.01)
C23C 16/02 (2006.01)
 - (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/002842
 - (22) 国際出願日: 2013年4月26日(26.04.2013)
 - (25) 国際出願の言語: 日本語
 - (26) 国際公開の言語: 日本語
 - (30) 優先権データ:
特願 2012-112085 2012年5月16日(16.05.2012) JP
 - (71) 出願人: 株式会社アルバック (ULVAC, INC.)
[JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園250番地 Kanagawa (JP).
 - (72) 発明者: 高橋 誠一 (TAKAHASHI, Seichi); 〒4101231 静岡県裾野市須山1220-14 株式会社アルバック 富士裾野工場内 Shizuoka (JP).
 - (74) 代理人: 大森 純一 (OMORI, Junichi); 〒1070052 東京都港区赤坂7-5-47 U&M赤坂ビル2F Tokyo (JP).
 - (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
 - (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第21条(3))
— 補正された請求の範囲 (条約第19条(1))

(54) Title: FILM DEPOSITION METHOD AND FILM DEPOSITION APPARATUS

(54) 発明の名称: 成膜方法及び成膜装置

【図1】



(57) Abstract: [Problem] To provide a film deposition method and film deposition apparatus with which it is possible to clean the surface of a silicon substrate and to grow a single crystal film with good crystal structure on such surface. [Solution] A film deposition method in one embodiment of the present invention includes a step in which a native oxide film formed on the surface of the silicon substrate is etched. The surface of the silicon substrate is cleaned. A film containing at least either silicon or germanium is grown on the cleaned surface of the silicon substrate.

(57) 要約: 【課題】シリコン基板の表面を清浄化し、当該表面に結晶性が良好な単結晶膜を成長させることが可能な成膜方法及び成膜装置を提供する。【解決手段】本発明の一形態に係る成膜方法は、シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングする工程を含む。上記シリコン基板の表面がクリーニングされる。クリーニングされた上記シリコン基板の表面に、シリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜が成長させられる。

WO 2013/171988 A1

明 細 書

発明の名称：成膜方法及び成膜装置

技術分野

[0001] 本発明は、シリコン基板上にエピタキシャル気相成長法等により膜を成長させるための成膜方法及び成膜装置に関する。

背景技術

[0002] DRAM (Dynamic Random Access Memory)、フラッシュメモリ等の半導体素子には、複数の薄膜トランジスタが形成されている。このような薄膜トランジスタは、典型的には、不純物イオンが拡散されたシリコン基板の表面に、シリコン (Si)、ゲルマニウム (Ge) 又はこれらの合成物等からなるソース及びドレインが形成された構成を有する。当該ソース及びドレインは、エピタキシャル気相成長法によりシリコン基板の表面に単結晶膜を成長させることで形成することができる。

[0003] エピタキシャル気相成長法では、シリコン基板の表面が清浄であれば、下地のシリコン結晶面に揃って結晶が配列するので、単結晶膜を得ることができる。一方で、活性なシリコン基板の表面は清浄な状態を保持することが非常に難しく、例えば、シリコン基板を大気中に曝すと、直ちにその表面に自然酸化膜が形成される。このようにシリコン基板の表面が清浄でない場合は、膜の結晶方位が一方向に揃わずに、所期の単結晶膜を形成することができなかった。

[0004] そこで、特許文献1には、自然酸化膜を室温程度の温度で揮発性物質に変換し、さらに100℃以上に熱して揮発性物質を分解させることで、自然酸化膜をエッチングにより除去する方法について記載されている。当該方法によれば、シリコン基板にドーパされた不純物イオンの拡散を抑制しつつ、自然酸化膜を低温でエッチングすることが可能となる。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：国際公開第2008/044577号

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] 一方、真空雰囲気にて維持された成膜装置内であっても、炭素（C）やフッ素（F）等の単体もしくはこれらを含む化合物が装置に付着し、また空間中に浮遊していることがある。また、自然酸化膜のエッチング処理を行った直後のシリコン基板の表面は非常に活性な状態となっている。したがって、例えば自然酸化膜のエッチング処理を行った場合でも、成膜室への搬送中あるいは搬送後にこれらの物質によりシリコン基板表面が汚染される可能性があり、所期の膜質を得られないことがあった。

[0007] 以上のような事情に鑑み、本発明の目的は、シリコン基板の表面を清浄化し、当該表面に結晶性が良好な単結晶膜を成長させることが可能な成膜方法及び成膜装置を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0008] 上記目的を達成するため、本発明の一形態に係る成膜方法は、シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングする工程を含む。

上記シリコン基板の表面がクリーニングされる。

クリーニングされた上記シリコン基板の表面に、シリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜が成長させられる。

[0009] 上記目的を達成するため、本発明の一形態に係る成膜装置は、エッチング室と、成膜室と、搬送機構と、を具備する。

上記エッチング室は、シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングするための第1の反応ガスを供給する第1の供給機構を有する。

上記成膜室は、上記シリコン基板の表面をクリーニングするための第2の反応ガスを供給する第2の供給機構と、上記シリコン基板の表面にシリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む原料ガスを供給する第3の供給機構と、上記シリコン基板を加熱するための加熱機構と、を有する。

上記搬送機構は、上記シリコン基板を上記エッチング室から上記成膜室へ

と真空搬送することが可能である。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]本発明の第1の実施形態に係る成膜装置を示す概略構成図である。

[図2]本発明の第1の実施形態に係る成膜装置の要部を示す概略構成図である。

[図3]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法を説明するフローチャートである。

[図4A]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法について、シリコン基板のエッチング室への搬送工程におけるシリコン基板の態様を示す模式的な図である。

[図4B]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法について、エッチング工程における自然酸化膜の揮発性物質への変換後のシリコン基板の態様を示す模式的な図である。

[図4C]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法について、エッチング工程後のシリコン基板の態様を示す模式的な図である。

[図4D]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法について、真空搬送工程後のシリコン基板の態様を示す模式的な図である。

[図4E]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法について、クリーニング工程後のシリコン基板の態様を示す模式的な図である。

[図4F]本発明の第1の実施形態に係る成膜方法について、成膜工程後のシリコン基板の態様を示す模式的な図である。

[図5]本発明の第2の実施形態に係る成膜装置の要部を示す概略構成図である。

[図6]本発明の第3の実施形態に係る成膜方法を説明するフローチャートである。

発明を実施するための形態

[0011] 本発明の一実施形態に係る成膜方法は、シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングする工程を含む。

上記シリコン基板の表面がクリーニングされる。

クリーニングされた上記シリコン基板の表面に、シリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜が成長させられる。

[0012] 上記方法により、シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜がエッチングにより除去でき、かつ、当該表面をさらにクリーニングすることができる。したがって、より確実にシリコン基板の表面を清浄化することができ、当該表面に結晶性が良好な単結晶膜を成長させることが可能となる。

[0013] 上記成膜方法は、上記シリコン基板をエッチング室から成膜室へ真空搬送する工程をさらに含んでもよい。

また、上記自然酸化膜は、エッチング室内でエッチングされ、

上記膜は、成膜室内で成長させられてもよい。

これにより、シリコン基板を、エッチング室から成膜室へ大気に曝さずに搬送することができ、シリコン基板の表面に自然酸化膜の再付着を抑制することが可能となる。したがって、クリーニングする工程における基板表面の清浄化をより効率的に、かつ確実に行うことが可能となる。

[0014] 上記シリコン基板の表面は、上記成膜室内でクリーニングされてもよい。

これにより、シリコン基板を成膜室へ搬入した後にクリーニングすることができる。したがって、成膜室への搬送中あるいは搬入後に基板表面と反応した物質もクリーニングすることができ、清浄なシリコン基板の表面上に当該膜を成長させることが可能となる。

[0015] 上記シリコン基板の表面は、水素ラジカルを含むガスを用いてクリーニングされてもよい。

これにより、例えばC、F又はOの単体あるいは化合物等の浮遊物がシリコン基板表面と反応し、反応物が生成された場合に、これらの反応物を水素ラジカルが還元等することで、基板表面からこれらの物質を除去することが可能となる。また、水素ラジカルは活性で、通常の水素（水素イオン、水素分子）よりも還元力が強いため、通常の水素よりも低温で上記反応を行うことが可能となる。

[0016] あるいは、上記シリコン基板の表面は、成膜ガスを用いてクリーニングされてもよい。

これにより、クリーニングする工程と膜を成長させる工程とで同一のガスを用いることができ、成長する膜へのクリーニングに用いるガスによるコンタミネーションが発生しない。また、雰囲気を変えることなく連続的に行うことができるため、クリーニングする工程から膜を成長させる工程への移行時間を短くすることが可能となる。

[0017] また、シラン系ガスを用いて上記シリコン基板の表面にシリコンを含む膜を成長させる場合は、上記シラン系ガスを用いて上記シリコン基板の表面がクリーニングされてもよい。

上記シラン系ガスは、シリコンを含む膜の成膜にも用いることができるため、クリーニングする工程の時間的な条件を厳密に管理せずとも、シリコン基板表面にシリコンを含む膜を適切に成長させることが可能となる。

[0018] 上記シリコン基板の表面にシリコンを含む膜を成長させる際は、第1の流量の上記シラン系ガスを用い、

上記シリコン基板の表面をクリーニングする際は、上記第1の流量よりも少ない第2の流量の上記シラン系ガスを用いてもよい。

これにより、クリーニングをする工程でシリコン基板表面にシリコンを含む膜を成長させることなく、基板表面に付着した物質等を還元し、当該表面をクリーニングすることが可能となる。

[0019] また、ゲルマン系ガスを用いて上記シリコン基板の表面にゲルマニウムを含む膜を成長させる場合は、上記ゲルマン系ガスを用いて上記シリコン基板の表面がクリーニングされてもよい。

上記ゲルマン系ガスは、ゲルマニウムを含む膜の成膜にも用いることができる。これにより、クリーニングする工程の時間的な条件を厳密に管理せずとも、シリコン基板表面にゲルマニウムを含む膜を適切に成長させることが可能となる。

[0020] 上記シリコン基板の表面をクリーニングする工程及び上記膜を成長させる

工程では、上記シリコン基板が800℃以下に加熱されてもよい。

上記温度により、シリコン基板内にドーパされた不純物イオンの拡散プロファイルが変化することを防止することができる。

[0021] 上記自然酸化膜をエッチングする工程では、上記自然酸化膜がフッ化アンモニウムガスと反応させられ、揮発性を有するケイフッ化アンモニウムに変換されてもよい。

これにより、ケイフッ化アンモニウムを揮発させることで、自然酸化膜を除去することが可能となる。

[0022] また、複数のシリコン基板に対して同時に上記シリコン基板の表面がクリーニングされ、

複数のシリコン基板に対して同時に膜が成長させられてもよい。

これにより、いわゆるバッチ処理が可能となり、生産性を高めることができる。

[0023] 本発明の一実施形態に係る成膜装置は、エッチング室と、成膜室と、搬送機構と、を具備する。

上記エッチング室は、シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングするための第1の反応ガスを供給する第1の供給機構を有する。

上記成膜室は、上記シリコン基板の表面をクリーニングするための第2の反応ガスを供給する第2の供給機構と、上記シリコン基板の表面にシリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む原料ガスを供給する第3の供給機構と、上記シリコン基板を加熱するための加熱機構と、を有する。

上記搬送機構は、上記シリコン基板を上記エッチング室から上記成膜室へと真空搬送することが可能である。

[0024] 上記構成により、エッチング室内で自然酸化膜をエッチングした後、搬送機構により真空搬送され、成膜室で基板表面のクリーニングと膜の成長とを行うことが可能となる。したがって、シリコン基板表面の自然酸化膜がエッチング室内で除去でき、かつ、成膜室内にて、膜を成長させる前にクリーニングすることができ、より確実に基板表面の清浄化を行うことができる。ま

た、エッチング室と成膜室との間を真空搬送できるため、自然酸化膜の再付着を抑制し、クリーニングする工程をより効率的に行うことが可能となる。

[0025] 上記第2の供給機構は、水素ラジカルを供給することが可能な第1の供給部を有してもよい。

これにより、水素ラジカルを用いてクリーニングすることができる。水素ラジカルは通常の水素よりも還元力が強いため、通常の水素よりも低温でクリーニングを行うことが可能となる。

[0026] あるいは、上記第2の供給機構は、シラン系ガスを供給することが可能な第2の供給部を有してもよい。

これにより、シラン系ガスをを用いてクリーニングすることができる。シラン系ガスは、シリコンを含む膜の成膜にも用いることができるため、クリーニングする工程の時間的な条件を厳密に管理せずとも、シリコン基板表面にシリコンを含む膜を適切に成長させることが可能となる。

[0027] 上記第1の供給機構は、フッ化窒素ガスを供給することが可能な第3の供給部と、水素ラジカルを供給することが可能な第4の供給部と、を有してもよい。

これにより、自然酸化膜をフッ化アンモニウムガスと反応させて、揮発性を有するケイフッ化アンモニウムに変換することができる。さらにケイフッ化アンモニウムを揮発させることで、自然酸化膜を除去することが可能となる。

[0028] 上記加熱機構は、上記成膜室内を800℃以下に加熱するように構成されてもよい。

上記温度により、シリコン基板内部にドーパされた不純物イオンの拡散プロファイルが崩れることを防止することができる。

[0029] 上記エッチング室及び上記成膜室は、複数のシリコン基板を保持可能に構成された基板保持具をそれぞれ有してもよい。

これにより、複数のシリコン基板に対して同時にクリーニングし、かつ、複数のシリコン基板に対して同時に膜を成長させることが可能となる。すな

わち、バッチ処理が可能となり、生産性を高めることが可能となる。

[0030] 以下、図面を参照しながら、本発明の実施形態を説明する。

[0031] <第1の実施形態>

[成膜装置]

図1は、本発明の一実施形態に係る成膜装置を示す概略構成図である。成膜装置1は、エッチング室10と、成膜室20と、搬送機構30と、を具備する。成膜装置1は、本実施形態において、バッチ処理方式のエピタキシャル気相成長装置として構成される。

[0032] 成膜装置1は、本実施形態において、基板（シリコン基板）Wの表面にエピタキシャル気相成長法により膜を成長させる装置である。基板Wは、所定領域に例えばリン（P）、ボロン（B）等の不純物イオンがドーピングされたシリコンウェハであり、例えば径が約300mmで形成される。本実施形態においては、成膜装置1を用いて、基板Wの表面にシリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜を成長させる。当該膜は、例えば薄膜トランジスタのソース及びドレインとして用いられる。

[0033] 図1に示すように、エッチング室10と成膜室20とは、搬送機構30の搬送室32を介して接続されている。基板Wは、エッチング室10内で自然酸化膜をエッチングされた後成膜室20に搬送される。さらに、成膜室20内で基板Wの表面がクリーニングされ、エピタキシャル気相成長法により当該表面にシリコン単結晶膜が成膜される。

[0034] 以下、各部の構成について説明する。

[0035] （エッチング室）

図2は、エッチング室10の要部を示す概略構成図である。エッチング室10は、第1の反応ガスを供給する反応ガス供給機構（第1の供給機構）11と、ウェハポート（基板保持具）12と、を有する。エッチング室10は、ウェハポート12によって基板Wを保持し、基板Wの表面に形成された自然酸化膜を第1の反応ガスによりエッチングする。

[0036] エッチング室10は、例えば縦型のエッチング装置として構成される。す

なわち、全体として筒型であり、軸芯方向（以下、エッチング室10の高さ方向とする）が鉛直方向と略平行に配置されている。またエッチング室10は、ゲートバルブG1を介して搬送室32と接続されている。

[0037] エッチング室10は、ドライポンプ或いはターボ分子ポンプからなる排気ポンプP1と接続され、内部が真空排気可能に構成される。また、エッチング室10の内部には、ランプヒータ等のヒータが配置されていてもよい（図示せず）。当該ヒータは、後述するケイフッ化アンモニウムを揮発させる程度（約100℃）に基板Wを加熱するように構成される。ヒータは、ランプヒータに限られず、例えば抵抗加熱ヒータ等でもよい。またヒータは、エッチング室10の外部に配置されてもよい。

[0038] ウェハポート12は、例えば50枚の基板Wを保持するように構成される。ウェハポート12は、例えば基板Wの厚み方向に相互に対向するように基板Wを保持し、当該厚み方向がエッチング室10の高さ方向と略平行になるように、エッチング室10内に配置される。これにより、複数の基板Wに対して、同時にエッチング処理を行うことが可能となる。

[0039] 反応ガス供給機構11は、エッチング室10内に、基板W上の自然酸化膜をエッチングするための第1の反応ガスを供給する。本実施形態において、第1の反応ガスは、フッ化アンモニウムガスである。すなわち、フッ化アンモニウムガスが基板Wの表面の自然酸化膜と反応することにより、揮発性のケイフッ化アンモニウムに変換され、除去される。フッ化アンモニウムガスは、エッチング室10内で、フッ化窒素ガスと水素ラジカルとが反応することにより生成される。

[0040] 反応ガス供給機構11は、フッ化窒素ガスを供給することが可能なフッ化窒素ガス供給部（第3の供給部）13と、水素ラジカルを供給することが可能な水素ラジカル供給部（第4の供給部）14と、を有し、エッチング室10内にフッ化窒素ガス及び水素ラジカルを導入するように構成される。

[0041] 水素ラジカル供給部14は、アンモニア（ NH_3 ）を励起して水素ラジカルを発生させる。水素ラジカル供給部14は、アンモニアガス及びそのキャリ

アガスである窒素 (N_2) ガスが供給されるガス供給源 141 と、ガス供給路 142 と、マイクロ波励起部 143 と、水素ラジカル供給路 144 と、水素ラジカル導入ヘッド 145 と、を含む。図示はしないが、ガス供給路 142 には、ガスの流量を制御するためのマスフローコントローラが配置されていてもよい。

[0042] マイクロ波励起部 143 は、ガス供給路 142 を介して導入されたアンモニアガスに対してマイクロ波を照射して励起させ、水素ガスをプラズマ状態とすることで水素ラジカル (H^*) を発生させる。

[0043] 水素ラジカル供給路 144 は、エッチング室 10 に連結される。すなわち、図 2 を参照し、水素ラジカル供給路 144 は、エッチング室 10 の内壁面に高さ方向に沿って配置された水素ラジカル導入ヘッド 145 に接続されている。この水素ラジカル導入ヘッド 145 には、エッチング室 10 の内方に向けて略均一な分布で複数の孔が形成されており、当該孔から水素ラジカルがエッチング室 10 内に導入されるように構成される。なお、図 2 に示すように、マイクロ波励起部 143 及び水素ラジカル供給路 144 は、ガス供給路 142 から 2 本に分岐し、それぞれが水素ラジカル導入ヘッド 145 に接続されてもよい。

[0044] フッ化窒素ガス供給部 13 は、フッ化窒素ガス供給源 131 と、フッ化窒素ガス供給路 132 と、シャワーノズル 133 と、を含む。フッ化窒素ガスとしては、例えば三フッ化窒素ガスが用いられる。また、フッ化窒素ガス供給路 132 には、ガスの流量を制御するためのマスフローコントローラ (図示せず) が配置されていてもよい。

[0045] 図 2 を参照し、本実施形態においてフッ化窒素ガス供給路 132 の先端部は、エッチング室 10 の天井から底部に向かって挿入されている。当該先端部は、例えばエッチング室 10 の径方向に水素ラジカル導入ヘッド 145 と対向して配置される。当該先端部の側面には、複数の孔を備えたシャワーノズル 133 が形成されている。シャワーノズル 133 は、エッチング室 10 の高さ方向に対して略均一な分布での複数の孔が形成されており、当該孔か

ら三フッ化窒素ガスがエッチング室10内に導入されるように構成される。

[0046] 三フッ化窒素ガスおよび水素ラジカルがエッチング室10内で混合されて反応することで、フッ化アンモニウム (NH_xF_y) ガスが生成される。本実施形態においては、水素ラジカル導入ヘッド145及びシャワーノズル133が、エッチング室10の高さ方向にそれぞれ略均一に分布されていることにより、複数の基板Wに対して均等にフッ化アンモニウムガスを作用させることが可能となる。

[0047] (成膜室)

成膜室20は、第2の反応ガスを供給する反応ガス供給機構(第2の供給機構)21と、膜を形成するための原料ガスを供給する原料ガス供給機構(第3の供給機構)22と、ウェハポート(基板保持具)23と、ヒータ(加熱機構)Hと、を有する。成膜室20は、ウェハポート23によって基板Wを保持し、第2の反応ガスにより基板Wの表面をクリーニングした後、エピタキシャル気相成長法により、基板Wの表面にシリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜を成長させる。

[0048] 成膜室20は、例えば縦型のエピタキシャル気相成長装置として構成される。すなわち、全体として筒型であり、軸芯方向(以下、成膜室20の高さ方向とする)が鉛直方向と平行に配置されている。また成膜室20は、ゲートバルブG2を介して搬送室32と接続されている。また成膜室20は、ドライポンプ或いはターボ分子ポンプからなる排気ポンプP2と接続され、内部が真空排気可能に構成される。

[0049] ヒータHは、本実施形態において、成膜室20の外壁を加熱するための抵抗加熱炉で構成される。すなわち、ヒータHは、ホットウォール方式を採用している。ヒータHは、成膜室20内を800℃以下、例えば400℃~700℃に加熱することで、基板Wを加熱する。このような温度であれば、基板Wの表面にシリコン等を含む膜を成長させることができるとともに、基板W内にドーパされた不純物イオンの拡散プロファイルが崩れることを抑制することができる。

- [0050] ウェハポート23は、例えば25枚の基板Wを保持するように構成される。ウェハポート23は、複数の基板Wを、例えば基板Wの厚み方向に相互に対向するように保持する。これにより、複数の基板Wに対して、同時に処理を行うことが可能となる。
- [0051] 反応ガス供給機構21は、基板Wの表面をクリーニングするための第2の反応ガスを供給する。本実施形態において、第2の反応ガスは、水素ラジカルである。すなわち、水素ラジカルが基板Wの表面に形成されたC、F等との反応物等を還元することにより、あるいは、基板Wの表面に形成されたC、F等の反応物等を水素と化合させて除去することにより、基板Wの表面を清浄化することが可能となる。
- [0052] 反応ガス供給機構21は、本実施形態において、水素ラジカルを供給することが可能な水素ラジカル供給部（第1の供給部）24を有する。水素ラジカル供給部24は、水素ガス（ H_2 ）を励起して水素ラジカルを発生させる。水素ラジカル供給部24は、水素ガスの供給源241と、水素ガス供給路242と、マイクロ波励起部243と、水素ラジカル供給路244と、を含む。
- [0053] マイクロ波励起部243は、水素ラジカル供給部14のマイクロ波励起部143と同様に構成され、ガス供給路242を介して導入された水素ガスに対してマイクロ波を照射して励起させ、水素ガスをプラズマ状態とすることで水素ラジカルを発生させる。
- [0054] 水素ラジカル供給路244から成膜室20内へ水素ラジカルを供給する方法については特に限られず、高さ方向に沿って配列された複数の基板Wに対して、均一に水素ラジカルを供給することができればよい。例えば、水素ラジカル供給路244は、先端部が成膜室20内に挿入され、高さ方向に均一に分布するように配置された複数の噴出孔から、基板Wに対して水素ラジカルが供給されてもよい。あるいは、成膜室20の内壁面に高さ方向に沿って配置された水素ラジカル導入ヘッド等に接続されていてもよい。
- [0055] 原料ガス供給機構22は、基板Wの表面にシリコン及びゲルマニウムの少

なくともいずれか一方を含む原料ガスを供給する。原料ガスは、本実施形態において、シラン (SiH_4) ガスである。これにより、基板Wの表面に、シリコンの単結晶膜を成長させることが可能となる。

[0056] 原料ガス供給機構22は、原料ガス源221と、原料ガス供給路222とを有する。さらに、原料ガス供給路222には、ガスの流量を制御するためのマスフローコントローラ（図示せず）が配置されていてもよい。原料ガス供給路222の先端部は、噴出孔から基板Wに対してシランガスが供給される。当該噴出孔は、排気ポンプP2等によって形成される成膜室20内のガスの流れを鑑み、シランガスが複数の基板Wに対して均一に供給することができる構成であれば特に限られない。例えば、排気ポンプP2が成膜室20の上端付近に配置される場合には、下方から上方に向かうガスの流れが形成され得るため、当該噴出孔は、成膜室20の下端部に配置され、上方に向かってガスを噴出するように構成されてもよい。

[0057] (搬送機構)

搬送機構30は、クリーンブース31と、搬送室32とを有する。クリーンブース31は、移載ロボット34と、基板Wを収容することが可能なウェハカセット35とを有し、成膜装置1における基板Wの仕込室及び取出室としての機能を有する。搬送室32は、移載ロボット36を有し、クリーンブース31と、エッチング室10と、成膜室20との間で基板Wを搬送する。搬送機構30は、複数枚の基板Wを、クリーンブース31、エッチング室10及び成膜室20との間で真空搬送することが可能に構成される。

[0058] クリーンブース31は、搬送室32とゲートバルブG3を介して接続されている。クリーンブース31では、移載ロボット34により、ウェハカセット35から搬送室32に配置された移載ロボット36へ基板Wが移載される。

[0059] 搬送室32は、エッチング室10とゲートバルブG1を介して接続し、成膜室20とゲートバルブG2を介して接続する。搬送室32は、ドライポンプ或いはターボ分子ポンプからなる排気ポンプP3が接続され、内部が真空

排気可能に構成される。これにより、基板Wは、エッチング室10から成膜室20へ真空搬送されることが可能となる。

[0060] 搬送室32は、移載ロボット36により、クリーンブース31からエッチング室10へと基板Wを搬送し、さらにエッチング室10から成膜室20へと基板Wを搬送するように構成される。例えば移載ロボット36は、基板Wを収容可能なウェハカセット（図示せず）を有していてもよい。これにより、移載ロボット36は、エッチング室10のウェハポート12、あるいは成膜室20のウェハポート23との間で基板Wの受け渡しを容易に行うことができる。

[0061] 以上の構成により、成膜装置1は、エッチング室10と成膜室20との間を真空搬送できるため、自然酸化膜の再付着を抑制し、成膜室20における基板Wのクリーニングをより効率的に行うことが可能となる。また、成膜装置1は、エッチング室10と成膜室20とを有しているため、それぞれ別個の装置で行うことがなく、一連の処理を短時間で行うことができる。

[0062] さらに、成膜装置1は、バッチ処理方式を採用しているため、多数の基板Wに対して同時に処理を行うことができ、生産性を向上させることが可能となる。

[0063] 次に、本実施形態に係る成膜方法について説明する。

[0064] [成膜方法]

図3は、本実施形態に係る成膜方法を説明するフローチャートである。図4A, B, C, D, E, Fは、本実施形態に係る成膜方法の各工程における基板Wの態様を示す模式的な図である。本実施形態に係る成膜方法は、シリコン基板をエッチング室へ搬送する工程と、シリコン基板表面の自然酸化膜をエッチングする工程と、シリコン基板をエッチング室から成膜室へ真空搬送する工程と、シリコン基板の表面をクリーニングする工程と、シリコン基板の表面に膜を成長させる工程と、を有する。以下、各工程について説明する。

[0065] (エッチング室への搬送工程)

まず、基板Wをエッチング室10へ搬送する。具体的には以下のように行う。すなわち、基板Wを搭載したウェハカセット35をクリーンブース31に導入する。次に、ゲートバルブG3を開いて移載ロボット34を駆動し、ウェハカセット35から移載ロボット36に基板Wを移載し、基板Wを搬送室32へ搬送する（ステップST10）。そして、ゲートバルブG3を閉じて排気ポンプP3を駆動し、搬送室32を排気する。さらにゲートバルブG1を開いて、移載ロボット36により、基板Wを搬送室32からエッチング室10へ搬送する（ステップST11）。なお、エッチング室10は予め排気ポンプP1により排気されている。

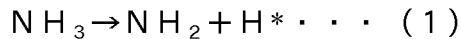
[0066] 図4Aは、エッチング室への基板Wの搬送工程における基板Wの態様を示す図である。図4Aを参照し、基板Wの表面には、自然酸化膜41が形成されている。自然酸化膜41の厚みは、たとえば約2~3nm程度である。なお図4A~Fでは、説明のために、基板Wの表面に形成される自然酸化膜41等の膜の厚みを実際よりも誇張して記載している。基板Wは、典型的には、クリーンブース31に導入される前に、ウェット洗浄等により基板Wの表面に付着した有機物や金属等が予め除去される。しかしながら、シリコン基板の表面は非常に活性であるため、クリーンブース31等で大気に曝されるとSiO₂からなる自然酸化膜41が容易に形成される。また、基板Wの表面には、自然酸化膜41のみならず、C、Fを含む化合物等も付着し、反応しやすい。

[0067] (エッチング工程)

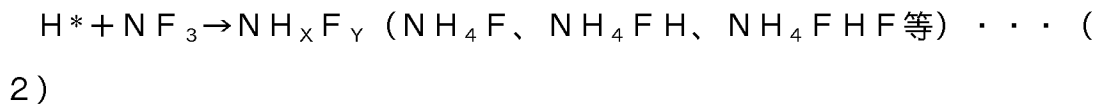
本実施形態に係るエッチング工程は、基板Wの表面に形成された自然酸化膜を揮発性物質に変換する工程と、基板W上に生成された揮発性物質を分解させ、除去する工程とを含む。

[0068] 図4Bは、自然酸化膜41が揮発性物質（ケイフッ化アンモニウム）42に変換された後の基板Wの態様を示す図である。図4Bに示すように、エッチング室10に反応ガスを導入し、基板Wの表面に形成された自然酸化膜を揮発性物質に変換する（ステップST12）。具体的には、反応ガス供給部

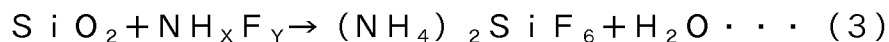
13により三フッ化窒素ガスを導入し、水素ラジカル供給部14により水素ラジカルを導入する。水素ラジカル供給部14では、ガス供給源141からアンモニアガスを供給し、マイクロ波励起部143において例えば、約2.45GHzのマイクロ波を照射する。これにより、次式のようにアンモニアガスを励起して、水素ラジカル(H*)を発生させる。



[0069] エッチング室10では、導入された三フッ化窒素ガスおよび水素ラジカルが反応して、次式のようにフッ化アンモニウム(NH_xF_y)ガスが生成される。



生成されたフッ化アンモニウムガスが、基板Wの表面に形成された自然酸化膜に作用して、次式のように揮発性を有するケイフッ化アンモニウム((NH₄)₂SiF₆)が生成される。



[0070] 上記工程の処理条件としては、例えば、エッチング室10内の処理圧力は約300Pa(水素プラズマを生成するためのアンモニアガスの流量は10~1500sccm、三フッ化窒素ガスの流量は500~5000sccm)とする。また、処理温度は100℃以下であり、例えば室温(25℃程度)で行うことができる。上記条件で、自然酸化膜41が全て揮発性物質に変換されるまで所定時間反応させた後、反応ガスの供給およびマイクロ波の照射を停止し、排気ポンプP1によりエッチング室10を排気する。

[0071] 次に、ランプヒータ等を駆動して基板Wを加熱し、基板W上に生成されたケイフッ化アンモニウム42を分解させ、除去する(ステップST13)。本工程では、シリコン基板を100℃以上に、好ましくは200~250℃に加熱する。これにより、揮発性物質であるケイフッ化アンモニウム42を分解させ、揮発させて、除去することができる。ケイフッ化アンモニウム42が全て揮発するまで上記温度で所定時間維持した後、ヒータを停止する。

[0072] 図4Cは、エッチング工程後の基板Wの態様を示す図である。本工程の終了後は、図4Cに示すように、基板Wの表面が清浄化され、自然酸化膜41が除去される。

[0073] (真空搬送工程)

真空搬送工程では、基板Wをエッチング室10から成膜室20へ真空搬送する。具体的には、まず、ゲートバルブG1を開いて、搬送ロボット36により基板Wを搬送室32に搬送する(ステップST14)。そして、ゲートバルブG1を閉じ、移載ロボット36により基板Wを搬送し、ゲートバルブG2を開いて、基板Wを成膜室20へ搬送する(ステップST15)。その際、搬送室32は排気ポンプP3により排気される。これにより、基板Wは搬送室32内で真空搬送されるため、基板W表面における自然酸化膜の再形成が阻止される。

[0074] 図4Dは、真空搬送工程後の基板Wの態様を示す図である。基板Wの表面には、自然酸化膜はほぼ形成されていないが、反応物43が形成されている。反応物43は、C等の単体もしくは化合物、F等の化合物、あるいはO等を含む化合物等に由来する。

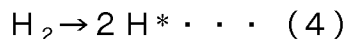
[0075] 例えば、Cの化合物等は、通常真空雰囲気維持されているエッチング室10、搬送室32及び成膜室20が、メンテナンス等により定期的に大気に暴露されることで、これらの内部に付着する。また、F等を含む化合物は、成膜室20内の各部材の潤滑剤等に含まれるため、エッチング室10、搬送室32及び成膜室20内に浮遊している可能性がある。ここで、自然酸化膜41が除去された直後の基板Wの表面は、非常に活性な状態となっている。このため、F等を含む化合物、あるいはC等の単体もしくは化合物が基板Wの表面と容易に反応し、反応物43が生成され得る。

[0076] 反応物43が付着したシリコン基板Wの表面にシリコン単結晶膜等を成長させた場合には、Siの結晶配列が乱れ、結晶欠陥の原因となる。また、膜の成長が阻害されるおそれもある。そこで、これらを除去するために、基板Wの表面をクリーニングする。

[0077] (クリーニング工程)

基板Wの表面をクリーニングする工程は、まず、成膜室20のヒータHを駆動して、シリコン基板Wを800℃以下、例えば400～700℃に加熱する(ステップST16)。そして、水素ラジカルを含むガスを用いて基板Wの表面をクリーニングする(ステップST17)。具体的には、水素ラジカル供給部24から成膜室20に水素ラジカルを導入し、基板W表面の反応物を還元する。これにより、これらの物質が揮発等することで除去され、基板Wの表面が清浄化される。

[0078] 水素ラジカル供給部24では、水素ガス(H₂)を励起して水素ラジカルを発生させる。すなわち、水素ガスの供給源241から水素ガスを供給し、マイクロ波励起部243においてマイクロ波を照射する。マイクロ波励起部243では、例えば、約2.45GHzのマイクロ波が照射される。これにより、次式のように水素ガスを励起して、水素ラジカル(H*)を発生させる。



水素ラジカルは、通常の水素(水素分子、水素イオン)よりも活性であり、還元力が強い。これにより、800℃以下の温度で物質を還元し、除去することが可能となる。

[0079] 上記工程の処理条件としては、例えば、成膜室20内の処理圧力は約100～500Pa(水素プラズマの流量は5～1000sccm)とする。1～60分程度のクリーニングの後、マイクロ波の照射及び水素プラズマの供給を停止し、排気ポンプP2により成膜室20を排気する。

[0080] 図4Eは、クリーニング工程後の基板Wの態様を示す図である。基板Wの表面には、自然酸化膜41も反応物43も吸着しておらず、清浄な状態となっている。

[0081] (成膜工程)

続いて、クリーニングされた基板Wの表面に、シリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜を成長させる(ステップST18)。本実施形態においては、シリコン単結晶膜を成長させるために、原料ガス供給

機構 2 2 により原料ガスであるシランガスを導入する。原料ガスであるシランガスは熱分解され、基板 W の表面に Si の結晶が配列し、シリコン単結晶膜が成長する。なお、基板 W 上に膜を成長させる本工程を、以下、「成膜工程」と称する。

[0082] 上記工程の処理条件としては、例えば、成膜室 2 0 内の処理圧力は約 0.1 ~ 266 Pa (シランガスの流量は 10 ~ 500 sccm) とする。このような条件であれば、シリコン単結晶膜を所期の膜厚に成長させることができる。なお、本実施形態においても、成膜室 2 0 内は、クリーニング工程における温度と略同一の温度 (例えば 400 ~ 700 °C) に制御される。

[0083] その後、ヒータ H を停止し、原料ガスの供給を停止して、排気ポンプ P 2 により成膜室 2 0 を排気する。続けて、移載ロボット 3 6 により基板 W を搬送室 3 2 に搬送し (ステップ S T 1 9)、さらに基板 W を搬送室 3 2 からクリーンブース 3 1 のウェハカセット 3 5 に移載することで、基板 W を取り出す (ステップ S T 2 0)。

[0084] 図 4 F は、成膜工程後の基板 W の態様を示す図である。基板 W の表面には、シリコン単結晶膜 4 4 が形成されている。本実施形態においては、図 4 E に示す清浄な状態の基板 W の表面に膜を成長させるため、基板 W の表面と同様に配向した結晶性が良好な単結晶膜 4 4 が形成される。

[0085] 以上により、本実施形態に係る成膜方法は、基板 W の表面に形成された自然酸化膜がエッチングにより除去でき、かつ、当該表面をクリーニングすることができる。したがって、成膜室 2 0 内で付着した物質や、エッチング工程によって除去できなかった物質をクリーニングし、より確実に基板 W の表面を清浄化することができる。これにより、基板 W の表面に所期の単結晶膜を成長させることが可能となる。

[0086] また、上記方法では、成膜室 2 0 内で、成膜工程の直前に基板 W をクリーニングする。これにより、真空搬送中や成膜室 2 0 内で付着した物質等も除去することができ、より清浄な基板 W の表面上に膜を成長させることが可能となる。

[0087] さらに、本実施形態においては、還元力が強い水素ラジカルを用いて基板W表面をクリーニングする。これにより、400～700℃といった比較的低い温度で還元処理を行うことができる。したがって、基板Wにドーピングされた不純物イオンの拡散プロファイルを崩すことなく、クリーニング及びその後の膜の成長を行うことが可能となる。

[0088] <第2の実施形態>

図5は、本発明の第2の実施形態に係る成膜装置の要部を示す概略構成図である。なお、図において上述の第1の実施形態と対応する部分については同一の符号を付し、その詳細な説明は省略するものとする。

[0089] 第2の実施形態に係る成膜装置2は、基板Wの表面をクリーニングするための第2の反応ガスとして成膜ガスであるシラン (SiH_4) ガスを用いる点において、第1の実施形態に係る成膜装置1と異なる。これにより、成膜室20の反応ガス供給機構(第2の供給機構)25が、シラン系ガスを供給することが可能なシランガス供給部(第2の供給部)26を有する。すなわち、本実施形態においては、シランガスが基板Wの表面に形成された反応物を還元等することで、基板Wの表面を清浄化する。

[0090] シランガス供給部26は、シランガス供給源261と、シランガス供給路262と、を含む。また、シランガス供給路262には、図示しないマスフローコントローラが配置されている。これにより、成膜室20内に供給されるシランガスの流量を制御することが可能となる。

[0091] シランガス供給路262から成膜室20内へシランガスが供給される方法については特に限られず、高さ方向に沿って配列された複数の基板Wに対して、均一にシランガスを供給することができればよい。例えば、第1の実施形態に係る水素ラジカル供給路244と同様に、先端部が成膜室20内に挿入され、高さ方向に均一に分布するように配置された複数の噴出孔から基板Wに対してシランガスが供給されてもよい。あるいは、成膜室20の内壁面に高さ方向に沿って配置されたシランガス導入ヘッド等に接続されていてもよい。

- [0092] 原料ガス供給機構22は、原料ガスとしてシランガスを用い、第1の実施形態と同様に構成される。すなわち、原料ガス供給機構22は、原料ガス源221と、原料ガス供給路222と、を有する。さらに、原料ガス供給路222には、ガスの流量を制御するためのマスフローコントローラ（図示せず）が配置されている。原料ガス供給路222の先端部は、噴出孔から複数の基板Wに対して均一にシランガスが供給されるように構成される。
- [0093] 本実施形態の成膜方法に係るクリーニング工程は、第1の実施形態と同様に、基板Wを800℃以下、例えば400～700℃に加熱して行う。そして、シランガスを含むガスを用いて基板Wの表面をクリーニングする。具体的には、シランガス供給部26から成膜室20にシランガスを導入し、基板W表面に形成された反応物を還元等する。これにより、これらの物質が揮発等することで除去され、基板Wの表面がクリーニングされる。
- [0094] ここで、クリーニング工程に用いられるシランガスの流量（第2の流量）は、例えば20～70cc/分である。このような流量のシランガスであれば、物質等の還元作用が十分に発揮される。
- [0095] 1～60分程度のクリーニングの後、シランガス供給部26からのシランガスの供給を停止する。ここで、本実施形態では、引き続きシランガスの雰囲気にて成膜工程を行うため、排気ポンプP2により成膜室20を排気する必要はなく、効率的に処理を進めることができる。
- [0096] 次に、成膜室20内を400～700℃の温度に制御した状態で、原料ガス供給機構22によりシランガスを導入し、基板Wの表面にシリコン単結晶膜を成長させる。
- [0097] 成膜工程に用いられるシランガスの流量（第1の流量）は、例えば約500cc/分である。すなわち、クリーニング工程に用いられるシランガスの流量は例えば20～70cc/分であるため、成膜工程に用いられるシランガスよりも少ない流量に制御される。このようにシランガスの流量を制御することにより、クリーニング工程でシリコン基板Wの表面にシリコンを含む膜を成長させることなく、当該表面をクリーニングすることが可能となる。

[0098] 以上により、本実施形態においては、成膜ガスを用いて基板Wの表面をクリーニングする。これにより、成長する膜へのクリーニングに用いるガスによるコンタミネーションが発生しない。また、クリーニング工程と成膜工程とで雰囲気を変えることなく連続的に行うことができることから、排気ポンプP2により成膜室20内を排気することなく、クリーニング工程と膜を成長させる工程とを短時間で行うことが可能となる。さらに、クリーニング工程の時間的な条件を厳密に管理せずとも、シリコン基板Wの表面に良質な単結晶シリコン膜を成長させることが可能となる。

[0099] <第3の実施形態>

図6は、本発明の第3の実施形態に係る成膜方法のフローチャートである。なお、上述の第1の実施形態と対応する部分については同一の符号を付し、その詳細な説明は省略するものとする。

[0100] 第3の実施形態に係る成膜方法は、成膜室20内で基板W上に生成された揮発性のケイフッ化アンモニウムを分解させる工程を行う点において、第1の実施形態に係る成膜方法と異なる。

[0101] エッチング室への搬送工程は、第1の実施形態と同様に行われる。すなわち、クリーンブース31に配置されたウェハカセット35から移載ロボット36に基板Wを移載し、基板Wを搬送室32へ搬送する（ステップST30）。続いて、移載ロボット36により、基板Wを搬送室32からエッチング室10へ搬送する（ステップST31）。

[0102] 次に、第1の実施形態と同様に、エッチング室10に反応ガスを導入し、基板Wの表面に形成された自然酸化膜を揮発性物質であるケイフッ化アンモニウムに変換する（ステップST32）。

[0103] 続いて、揮発性物質が基板Wの表面に付着した状態で、基板Wを搬送室32に搬送する（ステップST33）。さらにゲートバルブG2を開いて、基板Wを成膜室20に搬送する（ステップST34）。

[0104] 次に、成膜室20のヒータHを駆動して、基板Wを400～700℃に加熱し、基板W上に生成された揮発性物質を分解、揮発させ、除去する（ステ

ップST35)。これにより、基板W上に形成された自然酸化膜が除去される。

[0105] 以下のクリーニング工程及び成膜工程に関しては、第1の実施形態と同様に行われるため、説明を省略する。すなわち、図6のステップST36～ST39は、図4のステップST17～ST20にそれぞれ対応する。

[0106] 本実施形態では、エッチング工程にて自然酸化膜が変換されて生成された揮発性物質を、エッチング室10内で分解させずに、成膜室20内で分解させる。揮発性物質であるケイフッ化アンモニウムは、約250℃で分解し、揮発する。一方、成膜室20は、クリーニング工程及び成膜工程を行うために、ヒータHによる400～700℃程度の加熱が必須となる。したがって、ヒータHによる加熱を利用してケイフッ化アンモニウムを分解させることができ、工程を簡略化することができる。これにより、全体の処理時間を短くし、生産性を向上させることができる。

[0107] また、エッチング室10がヒータを有しない構成とすることができ、装置構成を簡略化することができる。

[0108] 以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明はこれに限定されることはなく、本発明の技術的思想に基づいて種々の変形が可能である。

[0109] 例えば、第2の実施形態の変形例として、基板Wの表面にゲルマニウム(Ge)を含む膜を成長させる場合は、成膜ガスであるゲルマンガス(GeH₄)を用いて基板Wの表面をクリーニングしてもよい。ゲルマンガスは、シランガスと同様に、基板Wの表面に形成されたC、F等との物質を還元し、基板Wの表面を清浄化することが可能である。

[0110] なお、本変形例に係る成膜装置2は、クリーニングガスを供給する第2の供給部26及び原料ガスを供給する原料ガス供給機構22が、シランガスの供給源に替えてゲルマンガスの供給源を有するように構成することができる。

[0111] また、クリーニング工程の処理条件として、処理温度は400～700℃とすることができる。また、クリーニング工程の処理時間については、基板

W表面の自然酸化膜が完全に除去されればよく、本変形例においても、クリーニング工程の時間的な条件を厳密に管理することなくシリコン基板表面にゲルマニウムを含む膜を適切に成長させることが可能となる。

[0112] また、基板Wの表面に成長させる膜は、シリコン膜、ゲルマニウム膜に限られず、例えばシリコン及びゲルマニウムの合成膜であってもよい。この場合は、成膜ガスとして、水素ガス、シランガス及びゲルマンガスを採用することができる。また、クリーニングガスとしては、上述の水素ラジカルを含むガス、シランガス、ゲルマンガス等を適宜採用することができる。特にクリーニングガスとしてシランガス、ゲルマンガスを用いた場合には、クリーニングガスとして成膜ガスを用いる第2の実施形態の変形例となり、コンタミネーションの発生を抑制し、また処理時間を短縮し生産性を高めることができる。

[0113] また、以上の実施形態において、エッチング工程における水素ラジカルの生成にはアンモニアガスを用いたが、例えば窒素ガスや水素ガス等を用いてもよい。また、アンモニアガス等の励起についても、マイクロ波を照射する方法に限られない。さらに、エッチング工程として、三フッ化窒素ガス及び水素ラジカルを用いる方法に限られず、シリコン基板W上に形成形成された自然酸化膜を除去できれば他の方法を適宜採用することができる。

[0114] 第1の実施形態において、クリーニング工程における水素ラジカルの生成には、水素ガスに限られず、窒素ガス、アンモニアガス等を用いてもよい。また、第2の実施形態において、クリーニング工程に用いられるガスはシランガス、ゲルマンガスに限られず、ジシラン (Si_2H_6) ガス等の他のシラン系ガス、ジゲルマン (Ge_2H_6) ガス等の他のゲルマン系ガスを用いることができる。

[0115] 第2の実施形態において、クリーニングガスとして用いられるシランガスと、原料ガスとして用いられるシランガスとは、それぞれ第2, 3の供給機構22, 25から供給されると説明したが、これらの供給機構が一体として構成され、同一の配管系統から供給されてもよい。これにより、装置構成を

単純化することができる。

[0116] 第1の実施形態において、成膜装置1は、エッチング室10及び成膜室20の内壁面に、水素ラジカルの失活を防止するための処理（具体的には、アルマイト膜等のアルミニウム水和物からなる被膜によるコーティング）が施されていてもよい。これにより、エッチング室10及び成膜室20の内壁面と水素ラジカルとの相互反応を抑制して、水素ラジカルを安定して基板処理に費やすことが可能になり、基板Wの面内均一性を高めることができる。また、第2の実施形態においても、水素ラジカルを導入するエッチング室10の内壁に同様の処理を施すことが可能である。

[0117] また成膜装置の有するエッチング室及び成膜室の数は特に限られず、設置場所、所望の処理能力等に応じて適宜設定することができる。例えば、エッチング室1つ、成膜室2つとすることもできるし、エッチング室、成膜室ともに2つとする構成を採用することもできる。また、エッチング室及び成膜室を3個以上配置する構成とすることも可能である。これにより、より生産性を高めることが可能となる。

[0118] また、以上の実施形態において、成膜装置内のエッチング室及び成膜室が、いずれもバッチ処理方式を採用すると説明したが、これに限られない。例えば、エッチング室及び成膜室の内部に基板を一枚ずつ配置する、いわゆる枚葉式を採用してもよい。

[0119] また、成膜室のヒータHが、抵抗加熱炉によるホットウォール方式を採用すると説明したが、これに限られない。例えばランプヒータを成膜室内部に配置することにより基板を加熱する、いわゆるコールドウォール方式のヒータを採用してもよい。

符号の説明

- [0120] 1, 2・・・成膜装置
10・・・エッチング室
11・・・反応ガス供給機構（第1の供給機構）
12, 23・・・ウェハポート（基板保持具）

- 13 . . . フッ化窒素ガス供給部（第3の供給部）
- 14 . . . 水素ラジカル供給部（第4の供給部）
- 20 . . . 成膜室
- 21, 25 . . . 反応ガス供給機構（第2の供給機構）
- 24 . . . 原料ガス供給機構（第3の供給機構）
- 22 . . . 水素ラジカル供給部（第1の供給部）
- 26 . . . シランガス供給部（第2の供給部）
- 30 . . . 搬送機構
- H . . . ヒータ（加熱機構）

請求の範囲

- [請求項1] シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングし、
前記シリコン基板の表面をクリーニングし、
クリーニングされた前記シリコン基板の表面に、シリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜を成長させる
成膜方法。
- [請求項2] 請求項1に記載の成膜方法であって、
前記シリコン基板をエッチング室から成膜室へ真空搬送する工程を
さらに含み、
前記自然酸化膜をエッチングする工程は、前記自然酸化膜をエッチング室内でエッチングし、
前記膜を成長させる工程は、前記膜を成膜室内で成長させる
成膜方法。
- [請求項3] 請求項2に記載の成膜方法であって、
前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記シリコン基板の表面を前記成膜室内でクリーニングする
成膜方法。
- [請求項4] 請求項1～3のいずれか一項に記載の成膜方法であって、
前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、水素ラジカルを含むガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする
成膜方法。
- [請求項5] 請求項1～3のいずれか一項に記載の成膜方法であって、
前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程では、成膜ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする
成膜方法。
- [請求項6] 請求項5に記載の成膜方法であって、
前記膜を成長させる工程は、シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面にシリコンを含む膜を成長させ、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする成膜方法。

[請求項7]

請求項6に記載の成膜方法であって、

前記膜を成長させる工程は、第1の流量の前記シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面にシリコンを含む膜を成長させ、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記第1の流量よりも少ない第2の流量の前記シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする

成膜方法。

[請求項8]

請求項5に記載の成膜方法であって、

前記膜を成長させる工程は、ゲルマン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面にゲルマニウムを含む膜を成長させ、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記ゲルマン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする

成膜方法。

[請求項9]

請求項1～8のいずれか一項に記載の成膜方法であって、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程及び前記膜を成長させる工程では、前記シリコン基板を800℃以下に加熱する

成膜方法。

[請求項10]

請求項1～9のいずれか一項に記載の成膜方法であって、

前記自然酸化膜をエッチングする工程は、前記自然酸化膜をフッ化アンモニウムガスと反応させて、揮発性を有するケイフッ化アンモニウムに変換する

成膜方法。

[請求項11]

請求項1～10のいずれか一項に記載の成膜方法であって、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、複数のシリコン基板に対して同時に前記シリコン基板の表面をクリーニングし、

前記膜を成長させる工程は、複数のシリコン基板に対して同時に膜を成長させる

成膜方法。

[請求項12] シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングするための第1の反応ガスを供給する第1の供給機構を有するエッチング室と、

前記シリコン基板の表面をクリーニングするための第2の反応ガスを供給する第2の供給機構と、前記シリコン基板の表面にシリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む原料ガスを供給する第3の供給機構と、前記シリコン基板を加熱するための加熱機構と、を有する成膜室と、

前記シリコン基板を前記エッチング室から前記成膜室へと真空搬送することが可能な搬送機構と

を具備する成膜装置。

[請求項13] 請求項12に記載の成膜装置であって、

前記第2の供給機構は、水素ラジカルを供給することが可能な第1の供給部を有する

成膜装置。

[請求項14] 請求項13に記載の成膜装置であって、

前記第2の供給機構は、シラン系ガスを供給することが可能な第2の供給部を有する

成膜装置。

[請求項15] 請求項12～14のいずれか一項に記載の成膜装置であって、

前記第1の供給機構は、フッ化窒素ガスを供給することが可能な第3の供給部と、水素ラジカルを供給することが可能な第4の供給部と、を有する

成膜装置。

[請求項16] 請求項12～15のいずれか一項に記載の成膜装置であって、

前記加熱機構は、前記成膜室内を800℃以下に加熱するように構成される

成膜装置。

[請求項17]

請求項12～16のいずれか一項に記載の成膜装置であって、

前記エッチング室及び前記成膜室は、複数のシリコン基板を保持可能に構成された基板保持具をそれぞれ有する

成膜装置。

補正された請求の範囲
[2013年9月6日 (06.09.2013) 国際事務局受理]

[請求項1] (補正後) シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチング室内でエッチングし、

前記シリコン基板を前記エッチング室から成膜室へ真空搬送し、

前記シリコン基板の表面を前記成膜室内でクリーニングし、

クリーニングされた前記シリコン基板の表面に、シリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む膜を前記成膜室内で成長させる

成膜方法。

[請求項2] (補正後) 請求項1に記載の成膜方法であって、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、水素ラジカルを含むガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする

成膜方法。

[請求項3] (補正後) 請求項1に記載の成膜方法であって、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程では、成膜ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする

成膜方法。

[請求項4] (補正後) 請求項3に記載の成膜方法であって、

前記膜を成長させる工程は、シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面にシリコンを含む膜を成長させ、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする

成膜方法。

[請求項5] (補正後) 請求項4に記載の成膜方法であって、

前記膜を成長させる工程は、第1の流量の前記シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面にシリコンを含む膜を成長させ、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記第1の流量よりも少ない第2の流量の前記シラン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする

成膜方法。

[請求項6] (補正後) 請求項3に記載の成膜方法であって、

前記膜を成長させる工程は、ゲルマン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面にゲルマニウムを含む膜を成長させ、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、前記ゲルマン系ガスを用いて前記シリコン基板の表面をクリーニングする成膜方法。

[請求項7] (補正後) 請求項1～6のいずれか一項に記載の成膜方法であって、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程及び前記膜を成長させる工程では、前記シリコン基板を800℃以下に加熱する

成膜方法。

[請求項8] (補正後) 請求項1～7のいずれか一項に記載の成膜方法であって、

前記自然酸化膜をエッチングする工程は、前記自然酸化膜をフッ化アンモニウムガスと反応させて、揮発性を有するケイフッ化アンモニウムに変換する

成膜方法。

[請求項9] (補正後) 請求項1～8のいずれか一項に記載の成膜方法であって、

前記シリコン基板の表面をクリーニングする工程は、複数のシリコン基板に対して同時に前記シリコン基板の表面をクリーニングし、

前記膜を成長させる工程は、複数のシリコン基板に対して同時に膜を成長させる成膜方法。

[請求項10] (補正後) シリコン基板の表面に形成された自然酸化膜をエッチングするための第1の反応ガスを供給する第1の供給機構を有するエッチング室と、

前記シリコン基板の表面をクリーニングするための第2の反応ガスを供給する第2の供給機構と、前記シリコン基板の表面にシリコン及びゲルマニウムの少なくともいずれか一方を含む原料ガスを供給する第3の供給機構と、前記シリコン基板を加熱するための加熱機構と、を有する成膜室と、

前記シリコン基板を前記エッチング室から前記成膜室へと真空搬送することが可能な搬送機構と

を具備する成膜装置。

[請求項 1 1] (補正後) 請求項 1 0 に記載の成膜装置であって、

前記第 2 の供給機構は、水素ラジカルを供給することが可能な第 1 の供給部を有する

成膜装置。

[請求項 1 2] (補正後) 請求項 1 1 に記載の成膜装置であって、

前記第 2 の供給機構は、シラン系ガスを供給することが可能な第 2 の供給部を有する

成膜装置。

[請求項 1 3] (補正後) 請求項 1 0 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の成膜装置であって、

前記第 1 の供給機構は、フッ化窒素ガスを供給することが可能な第 3 の供給部と、水素ラジカルを供給することが可能な第 4 の供給部と、を有する

成膜装置。

[請求項 1 4] (補正後) 請求項 1 0 ~ 1 3 のいずれか一項に記載の成膜装置であって、

前記加熱機構は、前記成膜室内を 8 0 0 °C 以下に加熱するように構成される成膜装置。

[請求項 1 5] (補正後) 請求項 1 0 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の成膜装置であって、

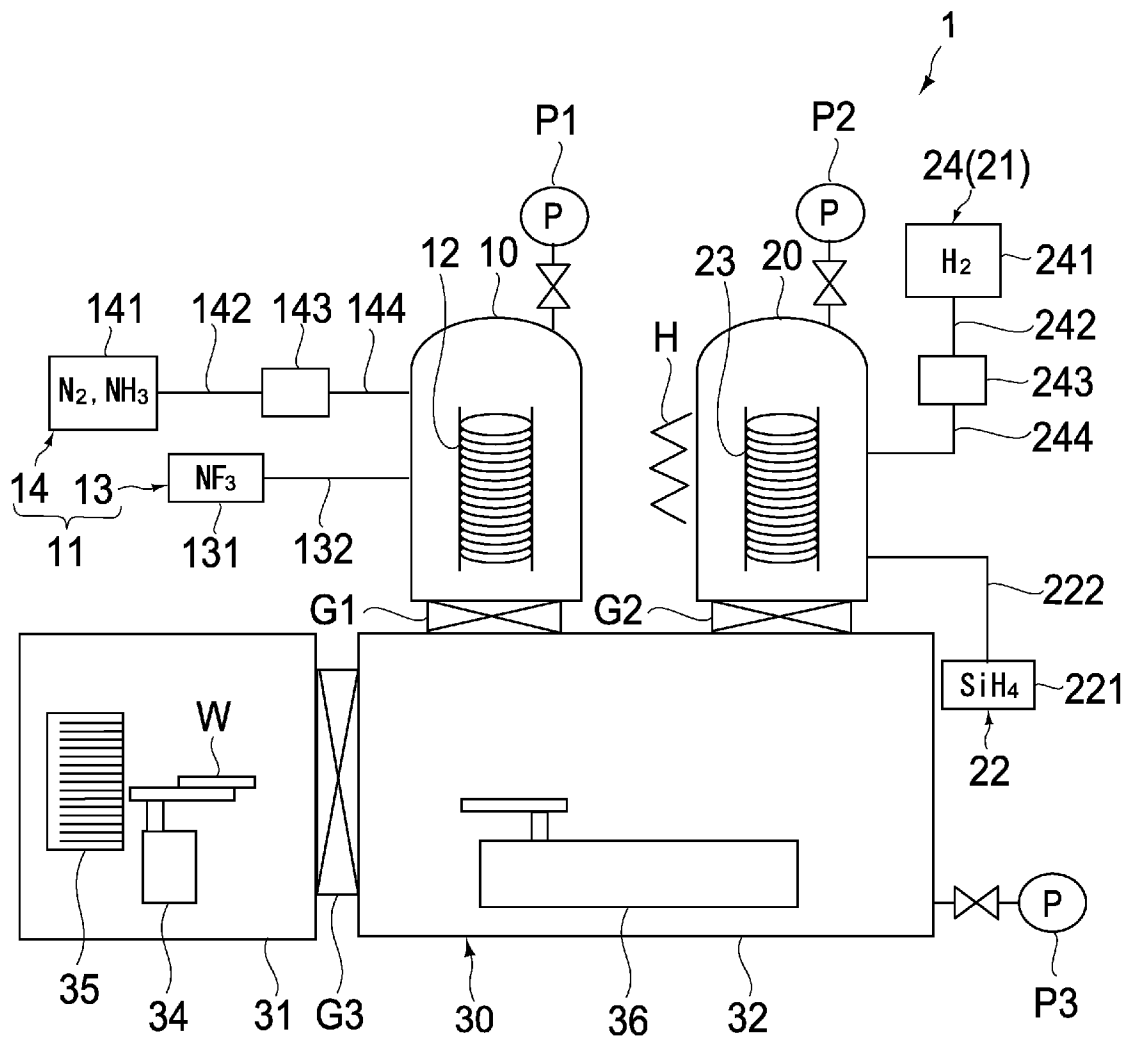
前記エッチング室及び前記成膜室は、複数のシリコン基板を保持可能に構成された基板保持具をそれぞれ有する

成膜装置。

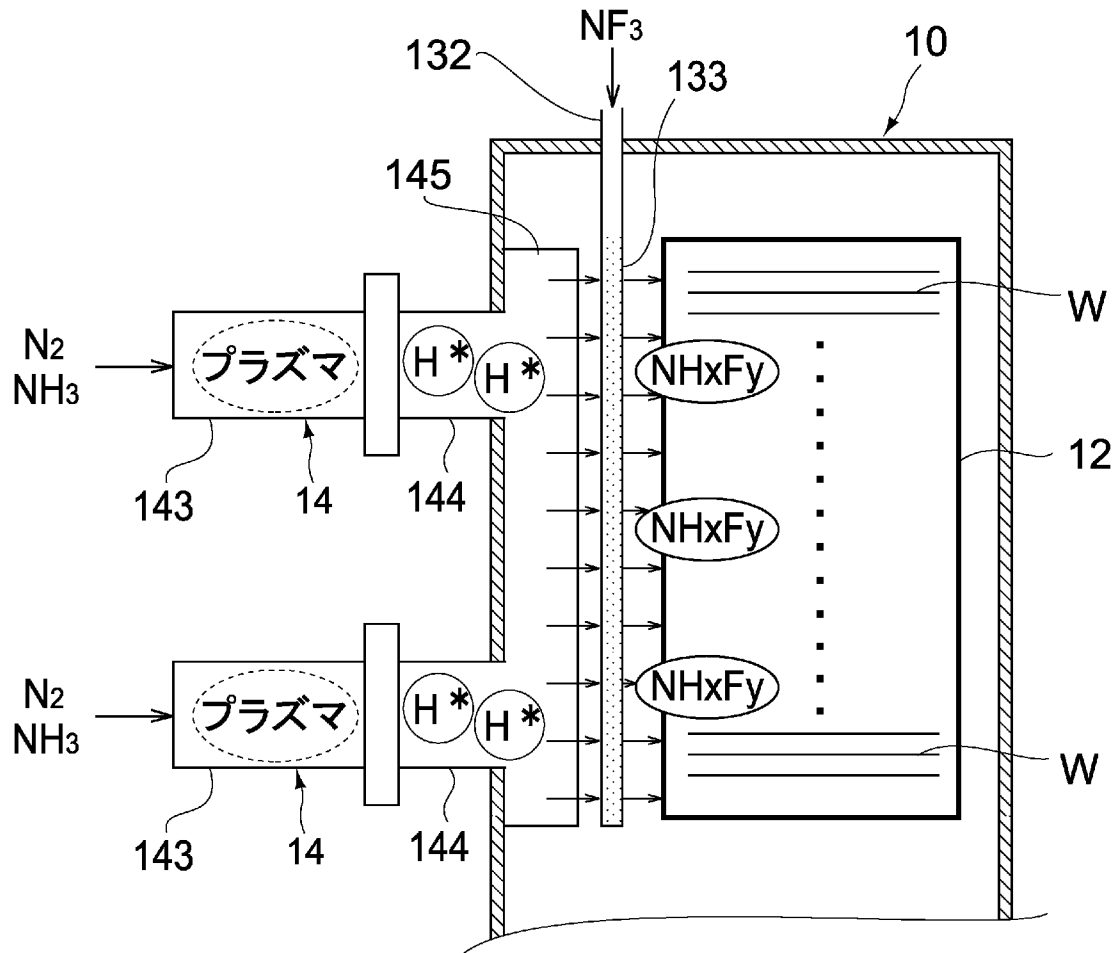
[請求項 1 6] (削除)

[請求項 1 7] (削除)

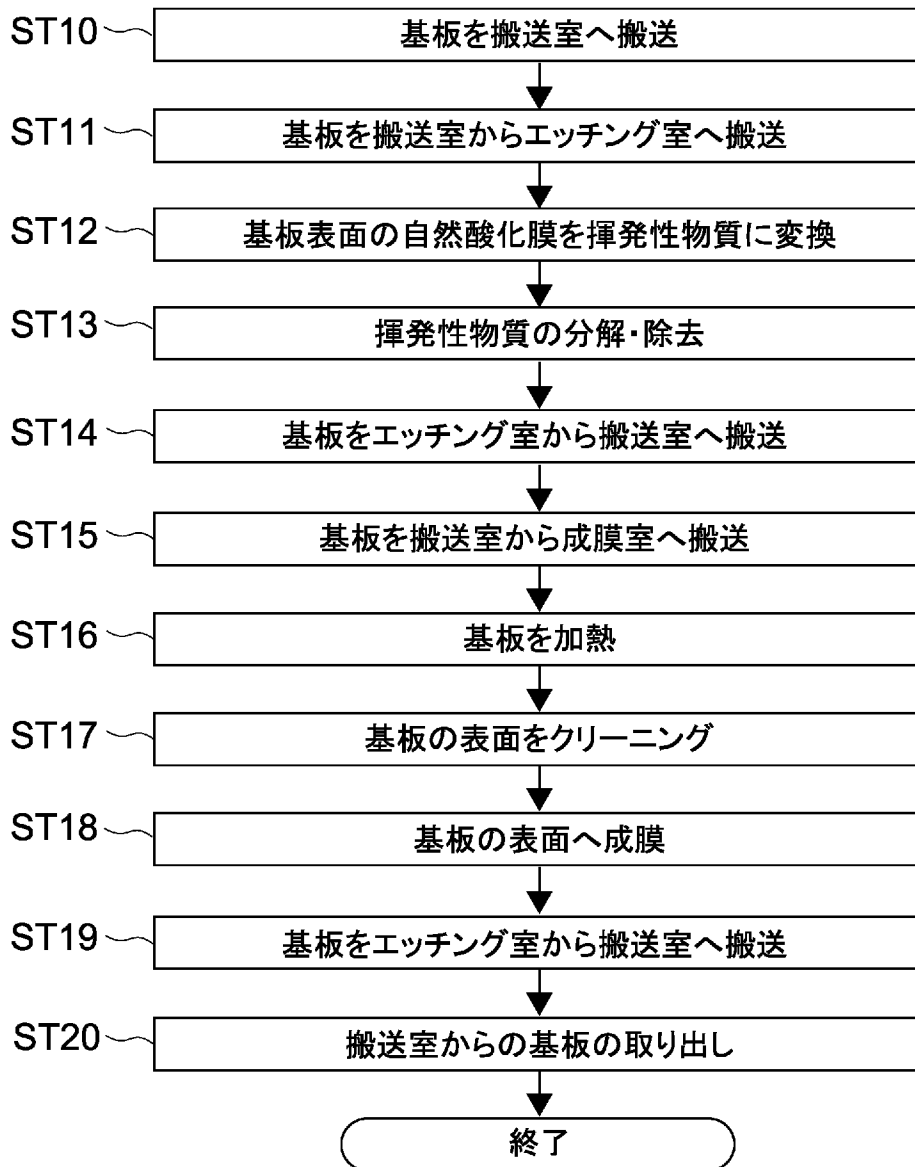
[図1]



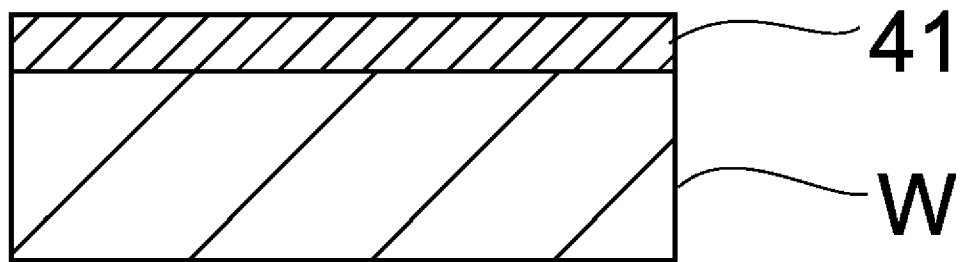
[図2]



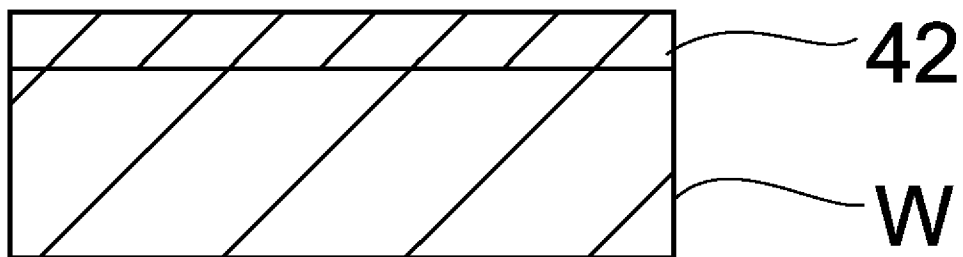
[図3]



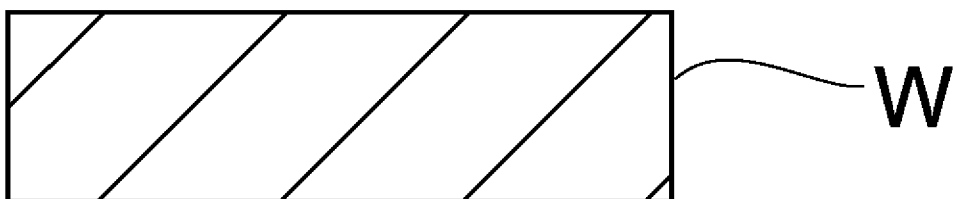
[図4A]



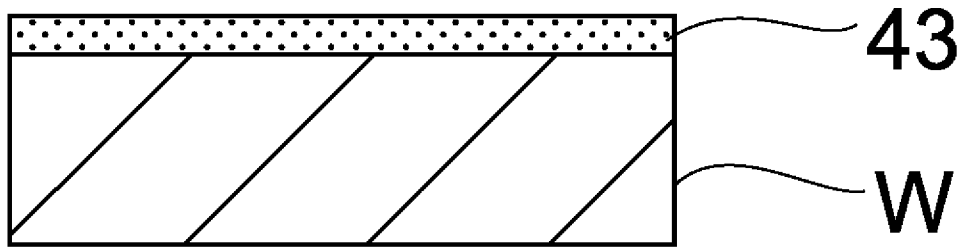
[図4B]



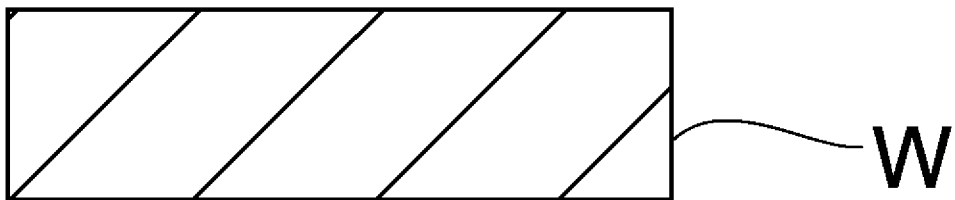
[図4C]



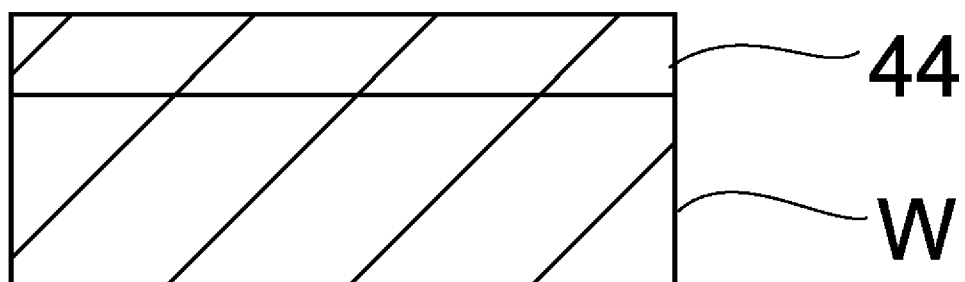
[図4D]



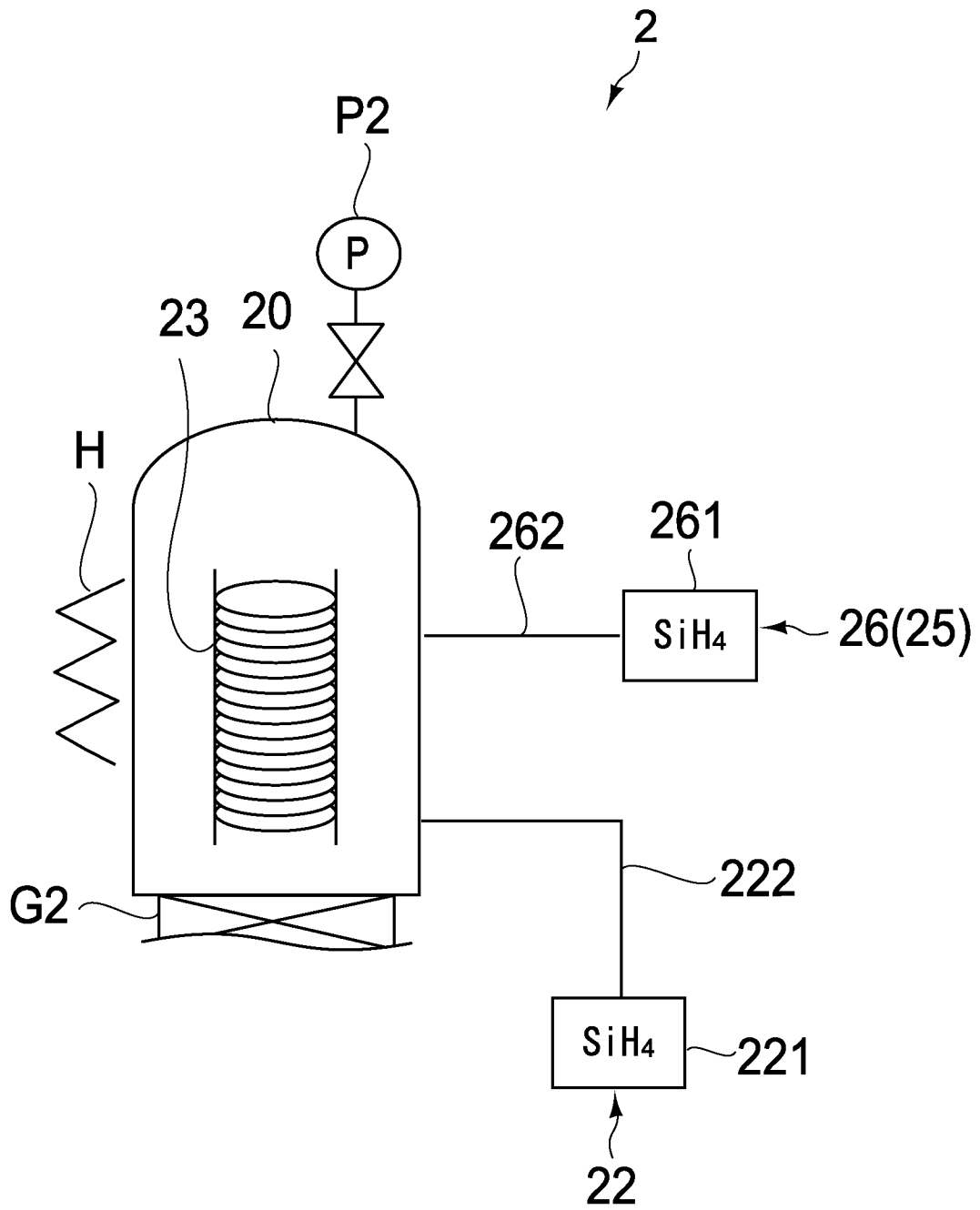
[図4E]



[図4F]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002842

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/205(2006.01)i, C23C16/02(2006.01)i, C30B25/20(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

H01L21/205, C23C16/02, C30B25/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X <u>Y</u>	JP 04-096226 A (Fujitsu Ltd.), 27 March 1992 (27.03.1992), claims; examples; fig. 4 (Family: none)	1, 4, 9 <u>1-17</u>
X <u>Y</u>	JP 04-002125 A (Fujitsu Ltd.), 07 January 1992 (07.01.1992), claims 1 to 3; examples (Family: none)	1, 5-9 <u>1-17</u>
X <u>Y</u> <u>A</u>	JP 11-040506 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 12 February 1999 (12.02.1999), paragraphs [0060] to [0061]; fig. 3 (Family: none)	1, 9 <u>2, 3, 10-12,</u> <u>15-17</u> <u>4-8, 13, 14</u>

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
24 May, 2013 (24.05.13)

Date of mailing of the international search report
18 June, 2013 (18.06.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002842

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 04-188721 A (Tokyo Electron Ltd.), 07 July 1992 (07.07.1992), claim 1; page 4, lower left column, line 15 to page 5, upper left column, line 13; all drawings (Family: none)	1-17
Y	JP 2003-133284 A (Ulvac, Inc.), 09 May 2003 (09.05.2003), paragraph [0005] (Family: none)	10, 15
Y	JP 2005-203404 A (Samsung Electronics Co., Ltd.), 28 July 2005 (28.07.2005), paragraphs [0040] to [0045]; fig. 2 to 4 & US 2005/0150861 A1 & KR 10-2005-0074241 A	10, 15

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002842

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

Document 1) JP 04-096226 A (Fujitsu Ltd.), 27 March 1992 (27.03.1992), claims; examples; fig. 4 (Family: none)

Document 2) JP 04-002125 A (Fujitsu Ltd.), 07 January 1992 (07.01.1992), claims 1 to 3; examples (Family: none)

Document 3) JP 11-040506 A (Shin-Etsu Handotai Co., Ltd.), 12 February 1999 (12.02.1999), paragraphs [0060] to [0061]; fig. 3 (Family: none)

The search revealed that the matter common to the inventions of claims 1-17 is not novel, since the invention of claim 1 is disclosed in the document 1, the document 2 and the document 3.

(Continued to extra sheet)

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, the payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/002842

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet(2)

As a result, the above-said common matter is not a special technical feature within the meaning of PCT Rule 13.2, second sentence, since the common matter does not make a contribution over the prior art.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. H01L21/205(2006.01)i, C23C16/02(2006.01)i, C30B25/20(2006.01)i

B. 調査を行った分野
 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. H01L21/205, C23C16/02, C30B25/20

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
 日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2013年
 日本国実用新案登録公報 1996-2013年
 日本国登録実用新案公報 1994-2013年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X <u>Y</u>	JP 04-096226 A (富士通株式会社) 1992.03.27, 特許請求の範囲、 実施例、第4図 (ファミリーなし)	1, 4, 9 <u>1-17</u>
X <u>Y</u>	JP 04-002125 A (富士通株式会社) 1992.01.07, 特許請求の範囲 1 - 3、実施例 (ファミリーなし)	1, 5-9 <u>1-17</u>

C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

<p>* 引用文献のカテゴリー 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願</p>	<p>の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献</p>
---	---

国際調査を完了した日 24.05.2013	国際調査報告の発送日 18.06.2013
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 大塚 徹 電話番号 03-3581-1101 内線 3471

C (続き) . 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X Y A	JP 11-040506 A (信越半導体株式会社) 1999.02.12, 【0060】 － 【0061】、図3 (ファミリーなし)	1, 9 <u>2, 3, 10-12,</u> <u>15-17</u> <u>4-8, 13, 14</u>
Y	JP 04-188721 A (東京エレクトロン株式会社) 1992.07.07, 特許請求の範囲(1)、第4頁左下欄第15行目－第5頁左上欄第13行目、全図 (ファミリーなし)	1-17
Y	JP 2003-133284 A (株式会社アルバック) 2003.05.09, 【0005】 (ファミリーなし)	10, 15
Y	JP 2005-203404 A (三星電子株式会社) 2005.07.28, 【0040】 － 【0045】、図2-4 & US 2005/0150861 A1 & KR 10-2005-0074241 A	10, 15

第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT17条(2)(a))の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるところの国際調査機関は認めた。

文献1) JP 04-096226 A (富士通株式会社) 1992.03.27, 特許請求の範囲、実施例、第4図 (ファミリーなし)

文献2) JP 04-002125 A (富士通株式会社) 1992.01.07, 特許請求の範囲1-3、実施例 (ファミリーなし)

文献3) JP 11-040506 A (信越半導体株式会社) 1999.02.12, 【0060】 - 【0061】、図3 (ファミリーなし)

調査の結果、請求項1に係る発明は、文献1、文献2、文献3に開示されているから、請求項1-17に係る発明における共通事項は新規でないことが明らかになった。

結果として、前記共通事項は先行技術の域を出ないから、PCT規則13.2の第2文の意味において、前記共通事項は特別な技術的特徴ではない。

1. 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。