

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4272486号
(P4272486)

(45) 発行日 平成21年6月3日(2009.6.3)

(24) 登録日 平成21年3月6日(2009.3.6)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 L 21/205 (2006.01)

H O 1 L 21/205

C 2 3 C 16/44 (2006.01)

C 2 3 C 16/44 J

H O 1 L 21/3065 (2006.01)

H O 1 L 21/302 I O 1 H

請求項の数 12 (全 13 頁)

(21) 出願番号 特願2003-305722 (P2003-305722)
 (22) 出願日 平成15年8月29日(2003.8.29)
 (65) 公開番号 特開2005-79218 (P2005-79218A)
 (43) 公開日 平成17年3月24日(2005.3.24)
 審査請求日 平成18年6月16日(2006.6.16)

前置審査

(73) 特許権者 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
 (74) 代理人 100095407
 弁理士 木村 満
 (72) 発明者 長谷部 一秀
 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 岡田 充弘
 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 小番 弘道
 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】 薄膜形成装置及び薄膜形成装置の洗浄方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

薄膜形成装置の反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成した後、装置内部に付着した付着物を除去する薄膜形成装置の洗浄方法であって、

所定の温度に加熱された反応室内にクリーニングガスを供給して該クリーニングガスを活性化させ、該活性化されたクリーニングガスにより前記付着物を除去して装置内部をクリーニングするクリーニング工程と、

前記クリーニング工程によりクリーニングされた反応室内を所定の温度に維持し、当該温度に維持された反応室内にフッ化水素を含むガスを供給して、前記付着物が除去された装置内部の部材の材料表面を平坦化させる平坦化工程と、
 を備える、ことを特徴とする薄膜形成装置の洗浄方法。

【請求項 2】

前記平坦化工程では前記反応室内を 0 ～ 200 に維持する、ことを特徴とする請求項 1 に記載の薄膜形成装置の洗浄方法。

【請求項 3】

前記平坦化工程では前記反応室内を室温に維持する、ことを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の薄膜形成装置の洗浄方法。

【請求項 4】

前記装置内部の部材の材料に石英を用いる、ことを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置の洗浄方法。

【請求項 5】

前記クリーニングガスに、フッ素とフッ化水素とを含むガスを用いる、ことを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置の洗浄方法。

【請求項 6】

前記被処理体に形成される薄膜は、シリコン窒化膜、シリコン酸化膜、または、ポリシリコン膜であり、

前記クリーニング工程では、前記被処理体に前記薄膜を形成することにより薄膜形成装置の内部に付着した窒化珪素、酸化珪素、または、ポリシリコンを、前記クリーニングガスで除去する、ことを特徴とする、請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置の洗浄方法。

10

【請求項 7】

被処理体が収容された反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成し、装置内部に付着した付着物を除去する薄膜形成装置であって、

前記反応室内を所定の温度に加熱する加熱手段と、

前記反応室内にクリーニングガスを供給するクリーニングガス供給手段と、

前記反応室内にフッ化水素を含む平坦化ガスを供給する平坦化ガス供給手段と、

薄膜形成装置の各部を制御する制御手段と、を備え、

前記制御手段は、

前記加熱手段を制御して反応室内を所定の温度に加熱した状態で、当該反応室内にクリーニングガスを供給して該クリーニングガスを活性化させ、該活性化されたクリーニングガスにより前記付着物を除去して装置内部をクリーニングするように前記クリーニングガス供給手段を制御し、

20

前記加熱手段を制御して反応室内を所定の温度に維持した状態で、当該反応室内に平坦化ガスを供給して、前記付着物が除去された装置内部の部材の材料表面を平坦化させるように前記平坦化ガス供給手段を制御する、ことを特徴とする薄膜形成装置。

【請求項 8】

前記制御手段は、前記加熱手段を制御して反応室内を 0 ～ 200 に維持した状態で、当該反応室内に平坦化ガスを供給するように前記平坦化ガス供給手段を制御する、ことを特徴とする請求項 7 に記載の薄膜形成装置。

【請求項 9】

前記制御手段は、前記加熱手段を制御して反応室内を室温に維持した状態で、当該反応室内に平坦化ガスを供給するように前記平坦化ガス供給手段を制御する、ことを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の薄膜形成装置。

30

【請求項 10】

少なくとも前記平坦化ガスに晒される装置内部の部材の材料は石英である、ことを特徴とする請求項 7 乃至 9 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置。

【請求項 11】

前記クリーニングガス供給手段は、フッ素とフッ化水素とを含むクリーニングガスを前記反応室内に供給する、ことを特徴とする請求項 7 乃至 10 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置。

40

【請求項 12】

前記被処理体に形成される薄膜は、シリコン窒化膜、シリコン酸化膜、または、ポリシリコン膜である、ことを特徴とする請求項 7 乃至 11 のいずれか 1 項に記載の薄膜形成装置。

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、薄膜形成装置及び薄膜形成装置の洗浄方法に関し、詳しくは、被処理体、例えば、半導体ウエハに薄膜を形成することにより装置内部に付着した付着物を除去する薄膜形成装置の洗浄方法及び薄膜形成装置に関する。

50

【背景技術】

【0002】

半導体装置の製造工程では、CVD (Chemical Vapor Deposition) 等の処理により、被処理体、例えば、半導体ウエハにシリコン酸化膜、シリコン窒化膜等の薄膜を形成する薄膜形成処理が行われている。このような薄膜形成処理では、例えば、以下のようにして半導体ウエハに薄膜が形成される。

【0003】

まず、熱処理装置の反応管内をヒータにより所定のロード温度に加熱し、複数枚の半導体ウエハを収容したウエハポートをロードする。次に、反応管内をヒータにより所定の処理温度に加熱するとともに、排気ポートから反応管内のガスを排気し、反応管内を所定の圧力に減圧する。反応管内が所定の温度及び圧力に維持されると、処理ガス導入管から反応管内に成膜用ガスを供給する。反応管内に成膜用ガスが供給されると、例えば、成膜用ガスが熱反応を起こし、熱反応により生成された反応生成物が半導体ウエハの表面に堆積して、半導体ウエハの表面に薄膜が形成される。

10

【0004】

ところで、薄膜形成処理によって生成される反応生成物は、半導体ウエハの表面だけでなく、例えば、反応管の内壁や各種の治具等の熱処理装置の内部にも堆積（付着）してしまう。この反応生成物が熱処理装置内に付着した状態で薄膜形成処理を引き続き行くと、やがて、反応生成物が剥離してパーティクルを発生しやすくなる。そして、このパーティクルが半導体ウエハに付着すると、製造される半導体装置の歩留りを低下させてしまう。

20

【0005】

このため、薄膜形成処理を複数回行った後、ヒータにより所定の温度に加熱した反応管内にクリーニングガス、例えば、フッ素と含ハロゲン酸性ガスとの混合ガスを供給して、反応管の内壁等の熱処理装置内に付着した反応生成物を除去（ドライエッチング）する熱処理装置の洗浄方法が提案されている（例えば、特許文献1）。

【特許文献1】特開平3-293726号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかし、反応管内にクリーニングガスを供給して熱処理装置内に付着した反応生成物をドライエッチングすると、反応管を構成する材料、例えば、石英がダメージを受けて反応管にクラックが発生してしまうことがある。このように反応管にクラックが発生すると、反応管の内壁の表面積が増大し、例えば、成膜速度（デポレート）が低下してしまうという問題がある。

30

【0007】

また、例えば、フッ化水素（HF）酸溶液を用いて反応管の壁面をウエット洗浄するウエットエッチングにより反応生成物を除去するとともに反応管の表面積を減少（平坦化）させることが可能である。しかし、ウエットエッチングでは、熱処理装置の部品を取り外し、手作業で洗浄し、再度、組立及び調整する作業が必要であり、熱処理装置を長期間停止しなければならない。このため、大きなダウンタイムが発生してしまい、熱処理装置の稼働率が低下するという問題があった。

40

【0008】

本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、装置内部に付着した付着物を除去するとともに、装置内部を平坦化することができる薄膜形成装置の洗浄方法及び薄膜形成装置を提供することを目的とする。

また、本発明は、装置内部に付着した付着物を除去するとともに、デポレートの低下を抑制することができる薄膜形成装置の洗浄方法及び薄膜形成装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

50

上記目的を達成するため、この発明の第1の観点にかかる薄膜形成装置の洗浄方法は、
薄膜形成装置の反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成した後、装置内部に付着した付着物を除去する薄膜形成装置の洗浄方法であって、

所定の温度に加熱された反応室内にクリーニングガスを供給して該クリーニングガスを活性化させ、該活性化されたクリーニングガスにより前記付着物を除去して装置内部をクリーニングするクリーニング工程と、

前記クリーニング工程によりクリーニングされた反応室内を所定の温度に維持し、当該温度に維持された反応室内にフッ化水素を含むガスを供給して、前記付着物が除去された装置内部の部材の材料表面を平坦化させる平坦化工程と、
を備える、ことを特徴とする。

10

【0010】

この構成によれば、所定の温度に加熱された反応室内にクリーニングガスが供給されると、クリーニングガスが活性化され、この活性化されたクリーニングガスにより付着物が除去（クリーニング）される。そして、クリーニングされた反応室内が所定の温度に維持され、この温度に維持された反応室内にフッ化水素を含むガスを供給されて装置内部が平坦化される。このように、クリーニング工程後に平坦化工程が実行されるので、装置内部に付着した付着物を除去するとともに、装置内部を平坦化することができ、デポレートの低下を抑制することができる。

【0011】

前記平坦化工程では前記反応室内を0 ~ 200 に維持することが好ましい。さらに、前記平坦化工程では前記反応室内を室温に維持することが好ましい。また、前記装置内部の部材の材料に石英を用いることが好ましい。前記クリーニングガスに、フッ素とフッ化水素とを含むガスをを用いることが好ましい。

20

【0012】

前記被処理体に形成される薄膜としては、例えば、シリコン窒化膜、シリコン酸化膜、ポリシリコン膜がある。この場合、前記クリーニング工程では、前記被処理体に前記薄膜を形成することにより薄膜形成装置の内部に付着した窒化珪素、酸化珪素、または、ポリシリコンを、前記クリーニングガスで除去する。

【0013】

この発明の第2の観点にかかる薄膜形成装置は、
被処理体が収容された反応室内に処理ガスを供給して被処理体に薄膜を形成し、装置内部に付着した付着物を除去する薄膜形成装置であって、

30

前記反応室内を所定の温度に加熱する加熱手段と、

前記反応室内にクリーニングガスを供給するクリーニングガス供給手段と、

前記反応室内にフッ化水素を含む平坦化ガスを供給する平坦化ガス供給手段と、

薄膜形成装置の各部を制御する制御手段と、を備え、

前記制御手段は、

前記加熱手段を制御して反応室内を所定の温度に加熱した状態で、当該反応室内にクリーニングガスを供給して該クリーニングガスを活性化させ、該活性化されたクリーニングガスにより前記付着物を除去して装置内部をクリーニングするように前記クリーニングガス供給手段を制御し、

40

前記加熱手段を制御して反応室内を所定の温度に維持した状態で、当該反応室内に平坦化ガスを供給して、前記付着物が除去された装置内部の部材の材料表面を平坦化させるように前記平坦化ガス供給手段を制御する、ことを特徴とする。

【0014】

この構成によれば、反応室内を所定の温度に加熱した状態で、反応室内にクリーニングガスを供給してクリーニングガスを活性化させ、活性化されたクリーニングガスにより前記付着物を除去して装置内部がクリーニングされる。そして、反応室内を所定の温度に維持した状態で、反応室内に平坦化ガスが供給されて装置内部が平坦化される。このように、クリーニング後に平坦化されるので、装置内部に付着した付着物を除去するとともに、

50

装置内部を平坦化することができ、デポレートの低下を抑制することができる。

【0015】

前記制御手段は、前記加熱手段を制御して反応室内を0 ~ 200 に維持した状態で、当該反応室内に平坦化ガスを供給するように前記平坦化ガス供給手段を制御することが好ましい。さらに、前記制御手段は、前記加熱手段を制御して反応室内を室温に維持した状態で、当該反応室内に平坦化ガスを供給するように前記平坦化ガス供給手段を制御することが好ましい。

【0016】

少なくとも前記平坦化ガスに晒される装置内部の部材の材料は石英であることが好ましい。この場合、装置内部が腐食しにくくなる。

10

【0017】

前記クリーニングガス供給手段は、フッ素とフッ化水素とを含むクリーニングガスを前記反応室内に供給することが好ましい。また、前記被処理体に形成される薄膜としては、例えば、シリコン窒化膜、シリコン酸化膜、ポリシリコン膜がある。

【発明の効果】

【0018】

本発明によれば、装置内部に付着した付着物を除去するとともに、装置内部を平坦化することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0019】

20

以下、本発明の実施の形態にかかる薄膜形成装置及び薄膜形成装置の洗浄方法について、図1に示すバッチ式縦型熱処理装置1の場合を例に説明する。

【0020】

図1に示すように、熱処理装置1は、長手方向が垂直方向に向けられた略円筒状の反応管2を備えている。反応管2は、耐熱及び耐腐食性に優れた材料、例えば、石英により形成されている。

【0021】

反応管2の上端には、上端側に向かって縮径するように略円錐状に形成された頂部3が設けられている。頂部3の中央には、反応管2内のガスを排気するための排気口4が設けられ、排気口4には排気管5が気密に接続されている。排気管5には、図示しないバルブ、真空ポンプなどの圧力調整機構が設けられ、反応管2内を所望の圧力（真空度）に制御する。

30

【0022】

反応管2の下方には、蓋体6が配置されている。蓋体6は、耐熱及び耐腐食性に優れた材料、例えば、石英により形成されている。また、蓋体6は、図示しないポートエレベータにより上下動可能に構成されている。そして、ポートエレベータにより蓋体6が上昇すると、反応管2の下方側（炉口部分）が閉鎖され、ポートエレベータにより蓋体6が下降すると、反応管2の下方側（炉口部分）が開口される。

【0023】

蓋体6の上部には、保温筒7が設けられている。保温筒7は、反応管2の炉口部分からの放熱による反応管2内の温度低下を防止する抵抗発熱体からなる平面状のヒータ8と、このヒータ8を蓋体6の上面から所定の高さに支持する筒状の支持体9とから主に構成されている。

40

【0024】

また、保温筒7の上方には、回転テーブル10が設けられている。回転テーブル10は、被処理体、例えば、半導体ウエハWを収容するウエハポート11を回転可能に載置する載置台として機能する。具体的には、回転テーブル10の下部には回転支柱12が設けられ、回転支柱12はヒータ8の中央部を貫通して回転テーブル10を回転させる回転機構13に接続されている。回転機構13は図示しないモータと、蓋体6の下面側から上面側に気密状態で貫通導入された回転軸14を備える回転導入部15とから主に構成されてい

50

る。回転軸 14 は回転テーブル 10 の回転支柱 12 に連結され、モータの回転力を回転支柱 12 を介して回転テーブル 10 に伝える。このため、回転機構 13 のモータにより回転軸 14 が回転すると、回転軸 14 の回転力が回転支柱 12 に伝えられて回転テーブル 10 が回転する。

【0025】

ウエハポート 11 は、半導体ウエハ W が垂直方向に所定の間隔をおいて複数枚、例えば、100 枚収容可能に構成されている。ウエハポート 11 は、例えば、石英により形成されている。ウエハポート 11 が回転テーブル 10 上に載置されているので、回転テーブル 10 が回転するとウエハポート 11 が回転し、ウエハポート 11 内に収容された半導体ウエハ W が回転する。

10

【0026】

反応管 2 の周囲には、反応管 2 を取り囲むように、例えば、抵抗発熱体からなる昇温用ヒータ 16 が設けられている。この昇温用ヒータ 16 により反応管 2 の内部が所定の温度に加熱され、この結果、半導体ウエハ W が所定の温度に加熱される。

【0027】

反応管 2 の下端近傍の側面には、反応管 2 内に処理ガス（例えば、成膜用ガス、クリーニング用ガス、平坦化用ガス）を導入する処理ガス導入管 17 が挿通されている。処理ガス導入管 17 は、図示しないマスフローコントローラ（MFC）を介して、図示しない処理ガス供給源に接続されている。なお、図 1 では処理ガス導入管 17 を一つだけ描いているが、本実施の形態では、反応管 2 内に導入するガスの種類に応じ、複数本の処理ガス導入管 17 が挿通されている。具体的には、反応管 2 内に成膜用ガスを導入する成膜用ガス導入管と、反応管 2 内にクリーニング用ガスを導入するクリーニング用ガス導入管と、反応管 2 内に平坦化用ガスを導入する平坦化用ガス導入管とが、反応管 2 の下端近傍の側面に挿通されている。

20

【0028】

また、反応管 2 の下端近傍の側面には、パージガス供給管 18 が挿通されている。パージガス供給管 18 には、図示しない MFC を介して図示しないパージガス供給源に接続されており、所望量のパージガスが反応管 2 内に供給される。

【0029】

また、排気管 5 に設けられた圧力調整機構、ポートエレベータ、ヒータ 8、回転機構 13 のモータ、昇温用ヒータ 16、処理ガス導入管 17 及びパージガス供給管 18 に設けられた MFC 等には、制御部 100 が接続されている。制御部 100 は、マイクロプロセッサ、プロセスコントローラ等から構成され、熱処理装置 1 の各部の温度や圧力等を測定し、測定データに基づいて、上記各部に制御信号等を出力し、熱処理装置 1 の各部を図 2 及び図 3 に示すようなレシピ（タイムシーケンス）に従って制御する。

30

【0030】

次に、以上のように構成された熱処理装置 1 の洗浄方法について説明する。本実施の形態では、半導体ウエハ W 上にシリコン窒化膜を形成する成膜処理により窒化珪素が付着した熱処理装置 1 の内部を洗浄する洗浄処理を例に、図 3 に示すレシピを参照して説明する。なお、本実施の形態では、熱処理装置 1 の内部に窒化珪素が付着する成膜処理についても説明する。また、以下の説明において、熱処理装置 1 を構成する各部の動作は、制御部 100 によりコントロールされている。

40

【0031】

まず、成膜処理について、図 2 に示すレシピを参照して説明する。

【0032】

昇温用ヒータ 16 により反応管 2 内を所定のロード温度、例えば、図 2（a）に示すように、300 に加熱する。また、図 2（c）に示すように、パージガス供給管 18 から反応管 2 内に所定量の窒素（ N_2 ）を供給した後、半導体ウエハ W が収容されたウエハポート 11 を蓋体 6 上に載置し、図示しないポートエレベータにより蓋体 6 を上昇させ、ウエハポート 11 を反応管 2 内にロードする。これにより、半導体ウエハ W を反応管 2 内に

50

収容するとともに、反応管 2 を密閉する（ロード工程）。

【0033】

次に、図 2（c）に示すように、パージガス供給管 18 から反応管 2 内に所定量の窒素を供給するとともに、昇温用ヒータ 16 により反応管 2 内を所定の成膜温度（処理温度）、例えば、図 2（a）に示すように、600 に加熱する。また、反応管 2 内のガスを排出し、反応管 2 を所定の圧力、例えば、図 2（b）に示すように、13.3 Pa（0.1 Torr）に減圧する。そして、この減圧及び加熱操作を、反応管 2 が所定の圧力及び温度で安定するまで行う（安定化工程）。

【0034】

また、回転機構 13 のモータを制御して、回転テーブル 10 を回転させ、ウエハポート 11 を回転させる。ウエハポート 11 を回転させることにより、ウエハポート 11 に収容された半導体ウエハ W も回転し、半導体ウエハ W が均一に加熱される。

10

【0035】

反応管 2 内が所定の圧力及び温度で安定すると、パージガス供給管 18 からの窒素の供給を停止する。そして、処理ガス導入管 17 から処理ガスとしてのヘキサクロロジシラン（ Si_2Cl_6 ）を所定量、例えば、図 2（d）に示すように、0.1 リットル/min、アンモニア（ NH_3 ）を所定量、例えば、図 2（e）に示すように、1 リットル/min を反応管 2 内に導入する。

【0036】

反応管 2 内に導入されたヘキサクロロジシラン及びアンモニアは、反応管 2 内の熱により熱分解反応が起こり、半導体ウエハ W の表面に窒化珪素（ Si_3N_4 ）が堆積される。これにより、半導体ウエハ W の表面にシリコン窒化膜（ Si_3N_4 膜）が形成される（成膜工程）。

20

【0037】

半導体ウエハ W の表面に所定厚のシリコン窒化膜が形成されると、処理ガス導入管 17 からのヘキサクロロジシラン及びアンモニアの供給を停止する。そして、反応管 2 内のガスを排出するとともに、図 2（c）に示すように、パージガス供給管 18 から所定量の窒素を供給して、反応管 2 内のガスを排気管 5 に排出する（パージ工程）。なお、反応管 2 内のガスを確実に排出するために、反応管 2 内のガスの排出及び窒素の供給を複数回繰り返すサイクルパージを行うことが好ましい。

30

【0038】

そして、昇温用ヒータ 16 により、反応管 2 内を、所定の温度、例えば、図 2（a）に示すように、300 にするとともに、図 2（c）に示すように、パージガス供給管 18 から反応管 2 内に所定量の窒素を供給して、図 2（b）に示すように、反応管 2 内の圧力を常圧に戻す。最後に、図示しないポートエレベータにより蓋体 6 を下降させることにより、アンロードする（アンロード工程）。

【0039】

以上のような成膜処理を複数回行うと、成膜処理によって生成される窒化珪素が、半導体ウエハ W の表面だけでなく、反応管 2 の内壁等にも堆積（付着）する。このため、成膜処理を所定回数行った後、熱処理装置 1 の内部に付着した窒化珪素を除去する洗浄処理が行われる。以下、熱処理装置 1 の洗浄処理について、図 3 に示すレシピを参照して説明する。

40

【0040】

まず、昇温用ヒータ 16 により反応管 2 内を所定のロード温度、例えば、図 3（a）に示すように、300 に維持する。また、図 3（c）に示すように、パージガス供給管 18 から反応管 2 内に所定量の窒素を供給した後、半導体ウエハ W が収容されていないウエハポート 11 を蓋体 6 上に載置し、図示しないポートエレベータにより蓋体 6 を上昇させ、ウエハポート 11 を反応管 2 内にロードする（ロード工程）。

【0041】

次に、図 3（c）に示すように、パージガス供給管 18 から反応管 2 内に所定量の窒素

50

を供給するとともに、昇温用ヒータ 16 により反応管 2 内を所定のクリーニング温度、例えば、図 3 (a) に示すように、400 に加熱する。また、反応管 2 内のガスを排出し、反応管 2 を所定の圧力、例えば、図 3 (b) に示すように、53200 Pa (400 Torr) に減圧する。そして、この減圧及び加熱操作を、反応管 2 が所定の圧力及び温度で安定するまで行う (安定化工程) 。

【 0042 】

反応管 2 内が所定の圧力及び温度で安定すると、処理ガス導入管 17 からクリーニング用ガスを反応管 2 内に導入する。本実施の形態では、フッ化水素 (HF) を所定量、例えば、図 3 (d) に示すように、2 リットル / min と、フッ素 (F₂) を所定量、例えば、図 3 (e) に示すように、2 リットル / min と、希釈ガスとしての窒素を所定量、例えば、図 3 (c) に示すように、6 リットル / min とからなるクリーニング用ガスを反応管 2 内に導入する。導入されたクリーニング用ガスは反応管 2 内で加熱され、クリーニング用ガス中のフッ素が活性化、すなわち、反応性を有するフリーな原子を多数有した状態になる。この活性化されたフッ素が、反応管 2 の内壁等に付着した窒化珪素に接触することにより、窒化珪素がエッチングされる。この結果、熱処理装置 1 の内部に付着した窒化珪素が除去される (クリーニング工程) 。

【 0043 】

熱処理装置 1 の内部に付着した窒化珪素が除去されると、処理ガス導入管 17 からのクリーニング用ガスの導入を停止する。そして、反応管 2 内のガスを排出するとともに、図 3 (c) に示すように、パージガス供給管 18 から所定量の窒素を供給して、反応管 2 内のガスを排気管 5 に排出する。また、昇温用ヒータ 16 により反応管 2 内を所定の温度、例えば、図 3 (a) に示すように、25 (室温) にする。また、反応管 2 を所定の圧力、例えば、図 3 (b) に示すように、53200 Pa (400 Torr) に維持する。そして、この操作を、反応管 2 が所定の圧力及び温度で安定するまで行う (パージ・安定化工程) 。

【 0044 】

反応管 2 が所定の圧力及び温度で安定すると、処理ガス導入管 17 から平坦化用ガスを反応管 2 内に導入する。本実施の形態では、フッ化水素 (HF) を所定量、例えば、図 3 (d) に示すように、3 リットル / min と、窒素を所定量、例えば、図 3 (c) に示すように、7 リットル / min とからなる平坦化用ガスを反応管 2 内に導入する。ここで、反応管 2 内が室温 (25) に設定されているので、反応管 2 内に導入された平坦化用ガス中のフッ素は、反応管 2 の内壁等の表面をゆっくりとエッチングし、この結果、反応管 2 の内壁等が平坦化される。このように反応管 2 の内壁等が平坦化されるので、成膜処理における成膜速度 (デポレート) の低下を抑制することができる。

【 0045 】

平坦化工程における反応管 2 内の温度は 0 ~ 200 であることが好ましい。0 より低くすると、平坦化用ガス (フッ素) が活性化しにくくなり、反応管 2 等をエッチングすることが困難になるためである。また、200 より高くすると、クリーニング工程で反応管 2 等に発生したクラック部分が選択的にエッチングされやすくなってしまい、反応管 2 の内壁等の表面積が増大してしまうおそれがあるためである。

【 0046 】

ところで、反応管 2 内の温度を低くすると、反応管 2 内の微量の水分とフッ化水素とにより、反応管 2 内の材料が腐食しやすくなる。例えば、平坦化用ガスに晒される箇所、例えば、蓋体 6 をステンレス鋼 (SUS) により形成すると、蓋体 6 が腐食してしまう。本実施の形態では、反応管 2 及び蓋体 6 が耐熱及び耐腐食性に優れた材料である石英により形成されているので、反応管 2 内の材料が腐食しにくくなる。

【 0047 】

反応管 2 の内壁等が平坦化されると、処理ガス導入管 17 からのフッ化水素及び窒素の供給を停止する。そして、反応管 2 内のガスを排出するとともに、図 3 (c) に示すように、パージガス供給管 18 から所定量の窒素を供給して、反応管 2 内のガスを排気管 5 に

排出する（パージ工程）。

【0048】

そして、図3（c）に示すように、パージガス供給管18から反応管2内に所定量の窒素を供給して、図3（b）に示すように、反応管2内の圧力を常圧に戻す。最後に、図示しないポートエレベータにより蓋体6を下降させることにより、アンロードする（アンロード工程）。

【0049】

以上のような洗浄処理を行った後、ポートエレベータにより蓋体6を下降させ、半導体ウエハWが収容されたウエハポート11を蓋体6上に載置することにより、熱処理装置1の内部に付着した窒化珪素を除去するとともに、熱処理装置1の内部を平坦化した状態で、半導体ウエハW上にシリコン窒化膜を形成する成膜処理を行うことが可能になる。

10

【0050】

次に、以上のような洗浄処理により、熱処理装置1の内部に付着した窒化珪素を除去するとともに、熱処理装置1の内部を平坦化することができるか否かについての確認を行った。具体的には、図2のレシピに示す方法で反応管2の壁面に1.5 μmの窒化珪素を堆積させた後、図3のレシピに示す方法で反応管2の壁面の洗浄処理を行い、反応管2の壁面の表面状態及び比表面積を測定した。図4に、反応管2の壁面の表面状態及び比表面積を示す。なお、壁面の表面状態をマイクロ스코プで撮影した写真に基づいて作成した模式図で示す。また、比表面積は、成膜処理を行っていない新品の反応管2（図4（a））の表面積を1とした場合の表面積の比で示す。この表面積は、BET法に従って算出した。図4（b）にクリーニング工程後の反応管2の壁面の表面状態及び比表面積を示し、図4（c）に平坦化工程後の反応管2の壁面の表面状態及び比表面積を示す。また、比較のため、図4（a）に成膜処理を行っていない新品の反応管2の壁面の表面状態を示し、図4（d）に反応管2内の温度が300℃で平坦化工程を行った場合の反応管2の壁面の表面状態を示す。さらに、図4（c）及び図4（d）の平坦化工程後の反応管2の壁面の表面状態を示す図中に、クリーニング工程後の反応管2の壁面の表面状態（図4（b））を破線で示す。

20

【0051】

図4（b）及び図4（c）に示すように、クリーニング工程後に平坦化工程を行うことにより、反応管2の壁面が平坦化され、比表面積が半分に以下に減少できることが確認できた。このため、平坦化工程を行うことにより、反応管2を平坦化することができ、成膜処理におけるデポレートの低下を抑制できる。

30

【0052】

また、反応管2内の温度が25℃で平坦化工程を行うと、図4（b）に示すように、反応管2の壁面全体がエッチングされて反応管2が平坦化されるが、反応管2内の温度が300℃で平坦化工程を行うと、図4（d）に示すように、クリーニング工程で発生したクラック部分が選択的にエッチングされやすいことが確認できた。

【0053】

以上説明したように、本実施の形態によれば、洗浄処理において、クリーニング工程後に平坦化工程を行っているので、熱処理装置1の内部に付着した窒化珪素を除去するとともに、反応管2の内壁等を平坦化することができる。このため、成膜処理におけるデポレートの低下を抑制できる。

40

【0054】

本実施の形態によれば、反応管2及び蓋体6が石英により形成されているので、反応管2及び蓋体6が腐食しにくくなる。

【0055】

なお、本発明は、上記の実施の形態に限られず、種々の変形、応用が可能である。以下、本発明に適用可能な他の実施の形態について説明する。

【0056】

上記実施の形態では、熱処理装置1の内部に付着した窒化珪素を除去する場合を例に本

50

発明を説明したが、熱処理装置 1 の内部に付着する付着物は窒化珪素に限定されるものではなく、例えば、酸化珪素、ポリシリコン、酸化チタン、酸化タンタル、シリカ、シリコンゲルマニウム (SiGe)、 BSTO (BaSrTiO_3)、 STO (SrTiO_3) であってもよい。また、このような付着物は、反応生成物に限定されるものではなく、反応副生成物、例えば、塩化アンモニウムであってもよい。

【0057】

上記実施の形態では、平坦化用ガスにフッ化水素と窒素との混合ガスを用いた場合を例に本発明を説明したが、フッ化水素を含むガスであればよい。また、希釈ガスとしての窒素ガスを含む場合を例に本発明を説明したが、希釈ガスを含まなくてもよい。ただし、希釈ガスを含ませることにより処理時間の設定が容易になることから、希釈ガスを含ませることが好ましい。希釈ガスとしては、不活性ガスであることが好ましく、窒素ガスの他に、例えば、ヘリウムガス (He)、ネオンガス (Ne)、アルゴンガス (Ar) が適用できる。

10

【0058】

上記実施の形態では、クリーニングガスにフッ素とフッ化水素と窒素との混合ガスを用いた場合を例に本発明を説明したが、各種のクリーニングガスを用いることが可能であり、例えば、フッ素、フッ化水素、三フッ化塩素、または、これらの混合ガスを含むクリーニングガスを用いてもよい。

【0059】

上記実施の形態では、反応管 2 内の圧力を 53200 Pa (400 Torr) に設定して洗浄処理を行った場合を例に本発明を説明したが、反応管 2 内の圧力は、これに限定されるものではない。また、洗浄処理の頻度は、数回の成膜処理毎に行ってもよいが、例えば、1 回の成膜処理毎に行ってもよい。

20

【0060】

上記実施の形態では、反応管 2 及び蓋体 6 が石英により形成されている場合を例に本発明を説明したが、例えば、蓋体 6 が Si により形成されていてもよい。ただし、平坦化用ガスに晒される箇所では、平坦化用ガスによる腐食が発生するおそれがあるので、耐腐食性に優れた材料を用いることが好ましい。

【0061】

上記実施の形態では、処理ガスの種類毎に処理ガス導入管 17 が設けられている場合を例に本発明を説明したが、例えば、処理ガスを構成するガスの種類毎 (フッ素、フッ化水素、ヘキサクロロジシラン、アンモニア、窒素の 5 本) に処理ガス導入管 17 を設けてもよい。さらに、複数本から同じガスが導入されるように、反応管 2 の下端近傍の側面に、複数本の処理ガス導入管 17 が挿通されていてもよい。この場合、複数本の処理ガス導入管 17 から反応管 2 内に処理ガスが供給され、反応管 2 内に処理ガスをより均一に導入することができる。

30

【0062】

本実施の形態では、熱処理装置として、単管構造のバッチ式熱処理装置の場合を例に本発明を説明したが、例えば、反応管 2 が内管と外管とから構成された二重管構造のバッチ式縦型熱処理装置に本発明を適用することも可能である。また、枚葉式の熱処理装置に本発明を適用することも可能である。また、被処理体は半導体ウエハに限定されるものではなく、例えば、LCD 用のガラス基板等にも適用することも可能である。

40

【図面の簡単な説明】

【0063】

【図 1】本発明の実施の形態の熱処理装置を示す図である。

【図 2】本発明の実施の形態の薄膜形成装置の洗浄方法を説明するための成膜処理のレシピを示した図である。

【図 3】本発明の実施の形態の薄膜形成装置の洗浄方法を説明するための洗浄処理のレシピを示した図である。

【図 4】反応管の壁面の表面状態及び比表面積を示す図である。

50

【符号の説明】

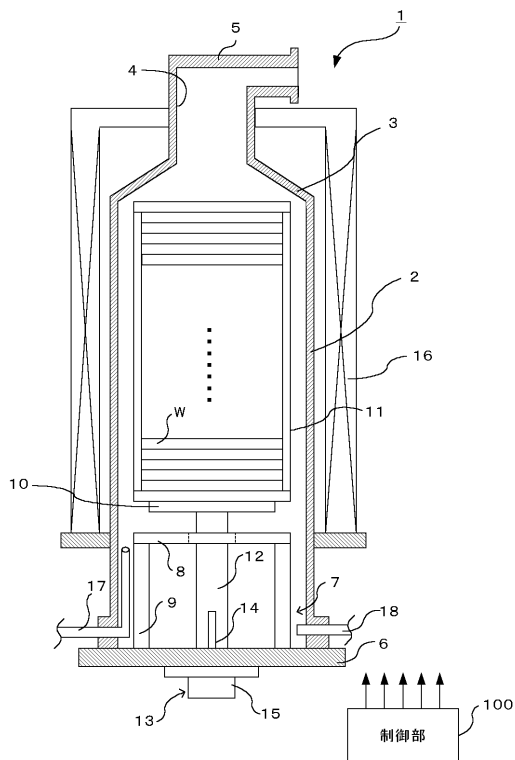
【 0 0 6 4 】

- 1 熱処理装置
- 2 反応管
- 3 頂部
- 4 排気口
- 5 排気管
- 6 蓋体
- 7 保温筒
- 8 ヒータ
- 9 支持体
- 10 回転テーブル
- 11 ウエハポート
- 12 回転支柱
- 13 回転機構
- 14 回転軸
- 15 回転導入部
- 16 昇温用ヒータ
- 17 処理ガス導入管
- 18 パージガス供給管
- 100 制御部
- W 半導体ウエハ

10

20

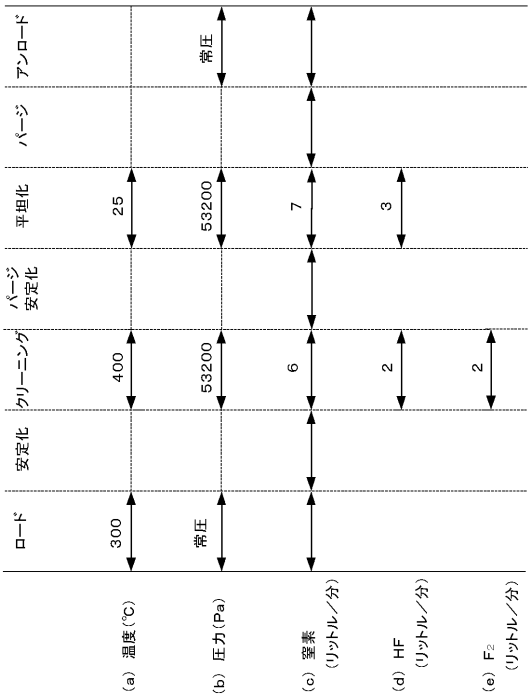
【図 1】



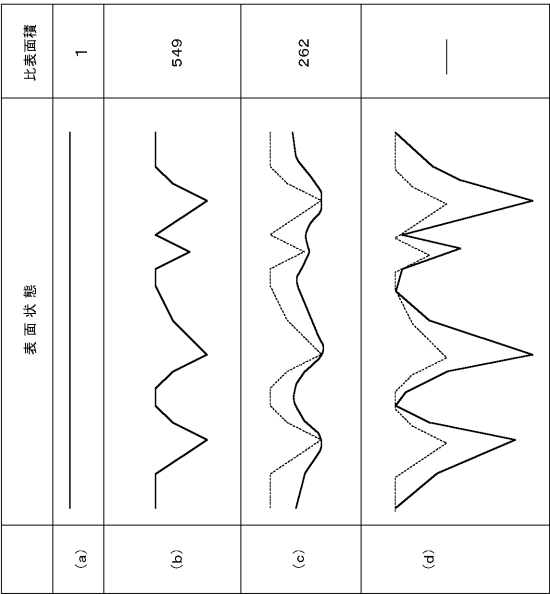
【図 2】

	ロード	安定化	成膜	パージ	アンロード
(a) 温度(°C)	300		600		300
(b) 圧力(Pa)	常圧		13.3		常圧
(c) N ₂					
(d) Si ₂ Cl ₆ (リットル/分)			0.1		
(e) NH ₃ (リットル/分)			1		

【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

審査官 田代 吉成

(56)参考文献 特開平 0 3 - 2 9 3 7 2 6 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 1 6 4 3 3 5 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

H 0 1 L 2 1 / 2 0 5

C 2 3 C 1 6 / 4 4

H 0 1 L 2 1 / 3 0 6 5