

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-547194

(P2008-547194A)

(43) 公表日 平成20年12月25日(2008.12.25)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 L 21/76 (2006.01)	HO 1 L 21/76 L	5 F 0 3 2
HO 1 L 21/8244 (2006.01)	HO 1 L 27/10 3 8 1	5 F 0 5 8
HO 1 L 27/11 (2006.01)	HO 1 L 27/10 6 8 1 D	5 F 0 8 3
HO 1 L 21/8242 (2006.01)	HO 1 L 27/10 4 6 1	
HO 1 L 27/108 (2006.01)	HO 1 L 21/312 C	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2008-516898 (P2008-516898)	(71) 出願人	596012272
(86) (22) 出願日	平成18年6月12日 (2006.6.12)		ダウ・コーニング・コーポレーション
(85) 翻訳文提出日	平成19年11月30日 (2007.11.30)		アメリカ合衆国48686ミシガン州ミド
(86) 国際出願番号	PCT/US2006/020851		ランド、ウェスト・サルツバーグ・ロード
(87) 国際公開番号	W02006/138055		2200
(87) 国際公開日	平成18年12月28日 (2006.12.28)	(74) 代理人	100110423
(31) 優先権主張番号	60/690,825		弁理士 曾我 道治
(32) 優先日	平成17年6月15日 (2005.6.15)	(74) 代理人	100084010
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 古川 秀利
		(74) 代理人	100094695
			弁理士 鈴木 憲七
		(74) 代理人	100111648
			弁理士 梶並 順
		(74) 代理人	100122437
			弁理士 大宅 一宏
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 水素シルセスキオキサンを硬化させていき、ナノスケールのトレンチ中において密にさせる方法

(57) 【要約】

半導体基板におけるトレンチが：

- (i) フィルム形成材料を、該半導体基板上で、該トレンチ中に分配していき；
- (i i) この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第1の低温において、第1の予定された期間の時間、硬化させていき；
- (i i i) この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第2の低温において、第2の予定された期間の時間、硬化させていき；
- (i v) この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第3の高温において、第3の予定された期間の時間、硬化させていき；
- (v) 満たされた酸化物トレンチを、該半導体基板において、形成させていくことにより、満たされる。該フィルム形成材料は、水素シルセスキオキサンである。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

半導体基板におけるトレンチを満たしていく方法であって：

(i) フィルム形成材料を、該半導体基板上で、該トレンチ中に分配していき；

(i i) この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第 1 の低温において、第 1 の予定された期間の時間、硬化させていき；

(i i i) この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第 2 の低温において、第 2 の予定された期間の時間、硬化させていき；

(i v) この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第 3 の高温において、第 3 の予定された期間の時間、硬化させていき；

(v) 満たされた酸化物トレンチを、該半導体基板において、形成させていくことを含む、方法。

10

【請求項 2】

前記フィルム形成材料が、水素シルセスキオキサン溶液を含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記酸化剤が、亜酸化窒素、酸化窒素、酸素、および湿気蒸気からなる群から選択される、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記フィルム形成材料が、前記半導体基板上で、前記トレンチ中に、スピノン沈着により、分配されている、請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 5】

第 1 の低温が、20～25℃から100℃までである、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

第 2 の低温が、100～400℃である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 7】

第 3 の高温が、800～900℃である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

第 1、第 2、および第 3 の予定された期間の時間が、各々 30～60 分である、請求項 1 に記載の方法。

30

【請求項 9】

更に、(v i) 前記半導体基板における満たされた酸化物トレンチを、亜酸化窒素存在下に、温度 400～800℃において、密にしていくことを含んでいる、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 10】

請求項 1 に記載の方法により調製された満たされたトレンチを持っている半導体基板。

【請求項 11】

半導体基板におけるトレンチを満たしていく方法であって：

(i) 水素シルセスキオキサンフィルムを、該半導体基板上で、該トレンチ中に分配していき；

(i i) この分配された水素シルセスキオキサンを、酸化剤存在下に、温度 20～25℃から100℃までにおいて、第 1 の予定された期間の時間、硬化させていき；

(i i i) この分配された水素シルセスキオキサンを、酸化剤存在下に、温度 100～400℃において、第 2 の予定された期間の時間、硬化させていき；

(i v) この分配された水素シルセスキオキサンを、酸化剤存在下に、温度 800～900℃において、第 3 の予定された期間の時間、硬化させていき；

(v) 満たされた酸化物トレンチを、該半導体基板において、形成させていくことを含む、方法。

40

【請求項 12】

前記酸化剤が、亜酸化窒素、酸化窒素、酸素、および湿気蒸気からなる群から選択され

50

る、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記水素シルセスキオキサンフィルムが、前記半導体基板上で、前記トレンチ中に、スピノン沈着により、分配されている、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 14】

第 1、第 2、および第 3 の予定された期間の時間が、各々 30～60 分である、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 15】

更に、(vi) 前記半導体基板における満たされた酸化物トレンチを、亜酸化窒素存在下に、温度 400～800℃において、密にしていくことを含んでいる、請求項 11 に記載の方法。

10

【請求項 16】

請求項 11 に記載の方法により調製された満たされたトレンチを持っている半導体基板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

関連出願に対する相互参照

なし。

【0002】

20

本発明は、水素シルセスキオキサン (HSQ) フィルムを、高アスペクト比のナノスケールのトレンチ中において硬化させていく方法に関する。高アスペクト比は一般的に、狭くて深いトレンチを意味する。トレンチの幅が当該トレンチの深さに相対的に狭まるほど、そのアスペクト比がより高まる。本硬化手法は、3 ステージの手順を抱え、3 種の温度範囲において、湿気蒸気および／または亜酸化窒素、ならびに同様のもののような酸化剤存在下に、実施されている。

【背景技術】

【0003】

集積回路テクノロジーは、狭いトレンチを半導体基板において使用し、予備金属誘電体 (PMD) および浅トレンチ単離 (STI) のように回路を単離させる。絶縁材料がこれらトレンチ中に沈着され、絶縁層を形成し、その形状を平面化させる。化学蒸着 (CVD) およびスピノンガラス沈着 (SOD) は、半導体基板上のトレンチを満たすのに典型的に使用された手法であり、二酸化硅素 (SiO_2) および二酸化硅素主体の層のような誘電層を形成する。

30

【0004】

典型的な CVD 方法は、基板を反応チャンバーに入れることを抱え込んでおり、ここで、プロセスガスが導入され、熱せられる。これは、一連の化学反応を誘導し、結果的に、望まれた層の当該基板上での沈着を与える。CVD 方法は、シラン (SiH_4) もしくはテトラエトキシシラン $\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$ からできた二酸化硅素フィルムを調製するのに使用され得る。大気圧 CVD、低圧 CVD、もしくはプラズマ促進 CVD のような、種々のタイプの CVD プロセスが知られている。しかしながら、CVD 方法は、トレンチ寸法が深いミクロン以下のスケールに近づくと、充分トレンチを満たしていくのが難しくなるとの欠点に苦しみ得る。CVD 手法はこれゆえ、本発明による高アスペクト比を有するナノスケールのトレンチを満たしていくには適切でない。

40

【0005】

典型的な SOD 方法において、HSQ 樹脂のようなフィルム形成材料を含有している溶液が、基板上に分散され、ある特定のスピノパラメーターを使用しながらスピノ拡散され、一様な薄膜を形成する。該溶液のスピノできる能力が直接、該薄膜の質および性能に影響する。該フィルム形成材料が該基板上で沈着された後、該フィルム形成材料が硬化される。SOD は、本発明の方法による手法である。

50

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、半導体基板におけるトレンチを満たしていく方法に関する。これらトレンチは：

フィルム形成材料を、本半導体基板上で、これらトレンチ中に、分配していき；

この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第1の低温において、第1の予定された期間の時間、硬化させていき；

この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第2の低温において、第2の予定された期間の時間、硬化させていき；

この分配されたフィルム形成材料を、酸化剤存在下に、第3の高温において、第3の予定された期間の時間、硬化させていき；

満たされた酸化物トレンチを、該半導体基板において、形成させていくことにより、満たされる。

【0007】

本フィルム形成材料は、水素シルセスキオキサン溶液であり、本酸化剤は、亜酸化窒素、酸化窒素、湿気蒸気、および同様のものであり得る。該水素シルセスキオキサンフィルム形成材料が、本半導体基板上で、これらトレンチ中に、本スピンオンコーティング方法により、沈着されている。第1の低温が、20～25℃から100℃までであり、第2の低温が、100～400℃であり、第3の高温が、800～900℃である。もし望まれれば、該半導体基板における満たされた酸化物トレンチが、亜酸化窒素存在下に温度400～800℃において密にされ得る。第1、第2、および第3の予定された期間の時間、ならびに、この密にする時間は、各々30～60分である。本発明のこれらのおよび他の特徴が、詳細な説明の考慮から明らかとされる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

水素シルセスキオキサン

本明細書において使用された水素シルセスキオキサンは、硬化前硅素含有樹脂であり、より具体的には、式 $\text{HSi}(\text{OH})_x(\text{OR})_y\text{O}_z/2$ の単位を含有しているヒドリドシロキサン樹脂である。Rは独立に有機基であり、硅素にこの酸素原子を通じて結合した場合、加水分解可能な置換基を形成する。適切なR基は、メチル、エチル、プロピル、およびブチルのようなアルキル基；フェニルのようなアリール基；ならびに、アリルもしくはビニルのようなアルケニル基を包含する。xの値は0～2であり；yは0～2であり；zは1～3であり；x+y+zの和が3である。

【0009】

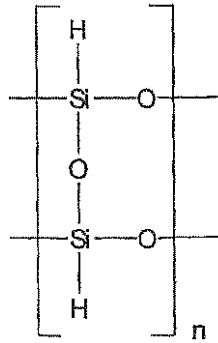
これらの樹脂は、(i)全部縮合した水素シルセスキオキサン樹脂 $(\text{HSiO}_3/2)_n$ ；(ii)一部しか加水分解されていない、つまり、ある幾つかの $\equiv\text{SiOR}$ を含有している樹脂；および/または(iii)一部縮合された、つまり、ある幾つかの $\equiv\text{SiOH}$ を含有している樹脂であってよい。加えて、該樹脂は、水素原子を全く持っていないかもしくは2水素原子を持っているかまたは酸素のない約10%未満の硅素原子ならびに $\equiv\text{Si}-\text{Si}\equiv$ 結合を含有してよく、これらの形成もしくは取り扱いの間に生じ得る。

【0010】

水素シルセスキオキサン樹脂は、梯子もしくは籠のポリマーであり、一般的に、下に描かれる構造に倣う。

【0011】

【化 1】



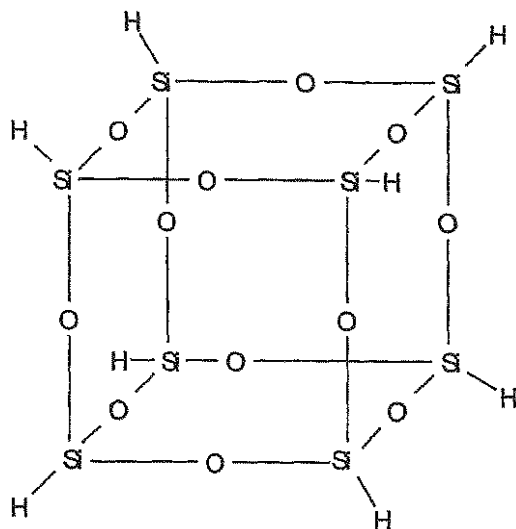
10

【0012】

典型的に、 n が4以上の値を持つ。例示として、 n が4である場合の、シルセスキオキサン立方体オクタマーに向かった結合のアレンジが、下に描かれる。

【0013】

【化 2】



20

【0014】

30

このシリーズが拡張されるに連れ、つまり n が5以上となると、際限なくより高分子量の2本鎖ポリシロキサンが形成され、これらの拡張された構造において、規則的で繰り返された架橋を含有する。

【0015】

水素シルセスキオキサン樹脂およびこれらの調製方法が、米国特許第3,615,272号明細書(1971年10月26日)において記載されており、本明細書において援用されている。第'272号特許における方法によれば、100~300ppmまでのシラノール($\equiv \text{SiOH}$)を含有している全てに近く縮合された水素シルセスキオキサン樹脂が、トリクロロシラン(HSiCl_3)をベンゼンスルホン酸水和物溶媒中において加水分解し、硫酸を用いて洗浄し、引き続き蒸留水を用いて中性まで洗浄していくことにより調製され得る。この溶液は濾過され、不溶性材料を除去し、次いで乾くまでエバポレーションされ、固体樹脂状ポリマーを粉末の形で残す。

40

【0016】

米国特許第5,010,159号明細書(1991年4月23日)も、本明細書において援用されており、炭化水素溶媒に溶解されているヒドリドシランを加水分解していくもう1種別の方法を教示し、アリースルホン酸水和物溶媒を用い、本樹脂を形成させる。粉体の形の固体樹脂状ポリマーが、該溶媒を除去していくことにより、回収され得る。該溶媒は、当該溶媒を大気圧において蒸留していくことにより除去され得、40~80%の本樹脂を含有している濃縮物を形成し、そして、残っている溶媒を真空および穏和な熱の下に除去していく。

50

【0017】

他の適切な樹脂が、米国特許第4,999,397号明細書(1991年3月12日)において記載されており、アルコキシもしくはアシルオキシシランを酸性アルコール溶媒中において加水分解していくことにより生産された樹脂を包含しており、日本公開特許JP59-178749(1990年7月6日)、JP60-086017(1985年3月15日)、およびJP63-107122(1988年3月12日)に従っており、これらの全てが援用されている。

【0018】

本樹脂状ポリマー溶液は、溶媒中においてもしくは溶媒混合物中において、硬化前の珪素含有樹脂を単に溶解もしくは分散させていくことにより、形成され得る。ある幾つかの適切な溶媒が用いられ得、例えば、ベンゼン、トルエン、およびキシレンのような芳香族炭化水素；*n*-ヘプタン、ヘキサン、オクタン、およびドデカンのようなアルカン；メチルエチルケトンおよびメチルイソブチルケトン(MIBK)のようなケトン；ヘキサメチルジシロキサン、オクタメチルトリシロキサン、デカメチルトetraシロキサン、およびこれらの混合物のような直鎖ポリジメチルシロキサン；オクタメチルシクロテトラシロキサン、デカメチルシクロペンタシロキサン、ドデカメチルシクロヘキサシロキサン、およびこれらの混合物のような環状ポリジメチルシロキサン；酢酸ブチルおよび酢酸イソアミルのようなエステル；あるいは、ジエチルエーテルおよびヘキシルエーテルのようなエーテルである。一般的に、十分な溶媒が使用されてそれらの溶液を形成し、これは典型的に、本樹脂の10～85重量%の固形分含量の範囲である。

【0019】

本発明は、亜酸化窒素(N_2O)、酸化窒素(NO)、酸素(O_2)、湿気蒸気、および同様のもののような酸化剤がしばしば、フィルム形成材料を高温において硬化させるのに使用される場合、ナノスケールのトレンチの上の部分における当該フィルム形成材料を、ナノスケールの当該トレンチの底の部分における当該フィルム形成材料よりも密にさせるとの発見に基づいている。高温硬化の間、例えば、該トレンチの上の部分におけるフィルム形成材料が、該酸化剤がナノスケールの該トレンチの底の部分に届く前、該酸化剤と接触するようになる。この結果は、ナノスケールの該トレンチの底の部分におけるフィルム形成材料が十分に酸化される前、酸化が該トレンチの上の部分におけるフィルム形成材料において起きることである。これは、全て密にされ、全て満たされたナノスケールのトレンチの形成を妨げる。ナノスケールの該トレンチの上の部分における硬化したフィルム形成材料は、密な表層を形成し、ナノスケールの当該トレンチ中への該酸化剤および該フィルム形成材料の如何なる更なる浸透をも妨げる。帰結として、ナノスケールの該トレンチの底の部分におけるフィルム形成材料は、ナノスケールの当該トレンチの上の部分における当該フィルム形成材料と同程度にまで全て硬化され得ない。

【0020】

この望まれない帰結は、本発明による方法により避けられ、当業者が、全て硬化したHSQをナノスケールのトレンチ中において得るのを可能とする。本方法は、密な本表層が形成される前、本酸化剤および本フィルム形成材料がナノスケールの本トレンチ中に全て拡散および／または浸透するのを可能とする。本酸化剤が次いで、本HSQフィルム形成材料におけるSi-H基と反応でき、この結果、シラノール基が形成される。これらの反応は、相対的に低い温度範囲において実施され、本酸化剤および本フィルム形成材料両方がナノスケールの本トレンチの底の中に移動するようにする。湿気蒸気が、これら低温硬化に好ましい酸化剤である。低温において、密な本表層は、より少ない形成される可能性を持つ。湿気蒸気がこれゆえ、ナノスケールの本トレンチの底部の中全てに浸透および／または拡散し得る。本湿気蒸気酸化剤が次いで、本HSQフィルム形成材料におけるSi-H基と反応し得、上記のように、シラノール基を形成していく。

【0021】

湿気蒸気温度は、充分低い範囲中において維持されるべきであり、こうして、密な表層は形成されず、尚、当該湿気蒸気および本フィルム形成材料がナノスケールの本トレンチ

の深み中に浸透するようにするのに十分な範囲において維持されるべきである。これらの反応が低温において起きるのに十分な時間をかけた後、これら低温硬化の2ステップに続き、酸化的环境中での第3高温アニールステップを伴う。こうして第3ステップは、本フィルム形成材料におけるシラノール基に縮合を起こさせ、酸化硅素がナノスケールの本トレンチ中において形成される。全て密にされたナノスケールのトレンチがこれゆえ得られ、良好な湿式エッチング耐性を呈する。これは、本方法が密に満たされた材料を本トレンチ中において生産するのに使用され得ることを指し示す。

【0022】

この3ステップ硬化の温度範囲は、(i)第1低温硬化には室温および／または常温20～25℃から100℃；(ii)第2および／または浸漬低温硬化には100～400℃；(iii)第3高温および／またはアニール硬化には800～900℃である。第1低温硬化ならびに第2および／または浸漬低温硬化は、好ましい酸化剤として湿気蒸気の下に実施される。第3高温および／またはアニール硬化は、好ましい酸化剤として湿気蒸気もしくは亜酸化窒素の下に実施される。他の汎用の酸化剤が使用され得るが、但し、これらの使用が障害を結果的に得られてくるウェーハ表面上で持たないことである。本半導体基板における満たされた酸化物トレンチが更に、亜酸化窒素存在下に温度400～800℃において密にされ得る。これら3ステップ硬化の各々およびこの密にする間に許された時間的期間は、30～60分とされる。

【0023】

本基板は、トレンチをその上で持っている半導体基板である。該半導体基板は特に制限されておらず、集積回路製造において使用される如何なる半導体基板でもあり得る。例えば、本基板は、シリコンウェーハであってよい。前記フィルム形成材料が、スピノン沈着(SOD)により適用される。スピノン沈着を使用すると、その条件は種々の要因に依り、これらは、本方法により形成されたフィルムの望まれる厚さや、選択された特定のフィルム形成材料を包含している。典型的に、該フィルム形成材料がその上に沈着される該半導体基板は、スピード少なくとも約500回転／分(rpm)～約6,000rpmにおいてスピンされる。沈着時間は、少なくとも約5秒～約3分である。該フィルム形成材料は、約0.4mL/cm²の量で沈着される。しかしながら、このスピンスピード、スピン時間、および使用されたフィルム形成材料量は、望まれる厚さを持っているフィルムを生産するよう調整され得る。例えば、この望まれる厚さが、約800nmに調整され得る。

【0024】

本方法は、SOD後、硬化前、溶媒の全部もしくは一部を除去していく任意ステップも包含し得る。該溶媒は、常圧もしくは減圧下での加熱のような如何なる便利な手段によっても、除去されてよい。該溶媒は、温度少なくとも約250℃～約400℃に加熱していくことにより、除去されてよい。

【0025】

本方法は、少なくとも約800nmの厚さの、実質的にクラックのないフィルムを生産できる。本方法は、良好な機械強度を持っているフィルムを生産できる。本方法は、誘電定数約4までを持っているフィルムを生産できる。本方法は、硅素(シリコン)および酸素を酸素に対する硅素のモル比が約1～約2であるような量で含んでいるフィルムを生産できる。本方法は、電子素子を製作するプロセスの間の侵襲的な湿式エッチング手法に対する良好な耐性を持っているフィルムを生産できる。例えば、フィルムが調製され得、フィルム損失として表現されるエッチング耐性を持っており、トレンチ70～100Å／分であり、1分間200:1フッ化水素酸水溶液に室温において晒した場合である。

【0026】

上記方法は、広く種々の応用における誘電層として使用されるフィルムを形成させるのに使用され得る。例えば、本方法は、準金属誘電(PMD)層、浅トレンチ単離(STI)、層間誘電(ILD)層、および平面化層を、電子素子において形成させるのに使用され得る。

10

20

30

40

50

【0027】

本明細書における方法は、ダイナミックランダムアクセスメモリー（DRAM）素子におけるSTI層の形成において例示されている。DRAM素子を製作する典型的なプロセスにおいて、シリコンウェーハが、この上の複数のセラミックゲートと共に、設けられている。これらのゲートは、これらの間に、トレンチを持つ。アスペクト比（W：D）は、1：10、好ましくは1：8たり得る。これらのトレンチは、10～100nmで変動する幅を持ち得る。

【0028】

本明細書における方法は、DRAM素子に加えて、他の素子において使用され得る。例えば、本方法は、誘電層をDRAMのようなLOGIC素子もしくは記録（メモリー）素子、または、スタティックランダムアクセスメモリー（SRAM）において形成させるのに使用され得る。本方法は、誘電層を中央処理装置（CPU）素子において形成させるのに使用され得る。CPUは、10～12誘電層を持ち得る。本方法は、LOGICおよびメモリー素子における浅トレンチ単離（STI）のようなトレンチ単離にも、使用され得る。本方法は、半導体基板上のトレンチもしくはホールを満たし、p-およびn-接合を単離させ、ドーパントの移動を防ぐのに使用され得る。

【実施例】

【0029】

以降の実施例が説明され、本発明をより詳細に例示する。

【0030】

実施例1

それぞれ4重量%および8重量%のHSQをオクタメチルトリシロキサン中において含有している2種の細濾過されたHSQ溶液が、使用された。フィルムが、シリコンウェーハ表面上でスピンコーティングされた。第1低温硬化ステップにおいて、該フィルムが当初100℃において、湿気蒸気環境中において30分間、維持された。第2低温硬化ステップにおいて、温度が250℃にまで、該湿気蒸気環境中において1時間、上昇された。これら2低温硬化ステップの間、該湿気蒸気がトレンチ中においてそのままとされ、該HSQと反応した。該フィルムが次いで更に、第3高温硬化ステップにおいて、800℃において、湿気蒸気もしくはN₂O環境中において、1時間、硬化された。エッチングが実施され、該フィルムをフッ化水素酸200：1水溶液に60秒間晒していき、フィルム損失を求めた。結果的に得られてくるフィルムが、図1において示されている。

【0031】

実施例2—比較

実施例1が繰り返され、湿気蒸気なく、800℃において、通常の酸化硬化を使用した。フィルムのエッチング耐性は全く、観察されなかった。トレンチにおいて満たされた材料が完全に、除去された。

【0032】

実施例3

実施例1が繰り返され、シリコンウェーハのナノスケールのトレンチにおける硬化HSQフィルムが更に、窒素酸化物（N₂O）環境下に密にされた。特に、該シリコンウェーハ上でN₂O周囲中においてコーティングされたHSQ樹脂の薄膜の硬化は、異なる温度を使用しながら、求められた。該ナノスケールのトレンチにおける湿式エッチング耐性は、実施例1における同一HFエッチング手順を使用しながら、求められた。各々求めるに当たってのプロセス時間は、1時間であった。表1において示されたように、N₂O、稀HF溶液中において硬化されたHSQフィルムのフィルム損失は、酸素もしくは窒素環境下に硬化されたHSQフィルムに比較して、減少した。特に、N₂O下に800℃において硬化されたHSQフィルムは、熱酸化物フィルムのそれに比肩するフィルム損失を持った。表1における熱酸化物フィルムに関する値は、文献において公開されたデータである。表1はまた、N₂O下に硬化されたHSQフィルムの機械特性（つまり、硬さおよび弾性率）が証拠として、高い値の硬さおよび弾性率で上昇したことを示す。

【 0 0 3 3 】

【 表 1 】

表 1 - 硬化 H S Q フィルムの、異なる硬化温度での薄膜特性

温度、酸化剤	フィルム損失 200 : 1 HF 湿式エッチング 1 分 (Å)	弾性率 (G p a)	硬さ (G p a)	誘電定数 @ 1 M H z
400℃、N ₂	2, 800	4. 25	0. 73	2. 9
400℃、N ₂ O	324. 8	12. 3	1. 72	3. 2
550℃、N ₂ O	130. 2	58. 5	4. 26	5. 9
650℃、N ₂ O	92. 4	65. 0	4. 91	5. 5
750℃、N ₂ O	39. 2	66. 0	5. 80	4. 5
800℃、N ₂ O	22. 4	73. 0	6. 70	4. 2
800℃、O ₂	81. 2	56. 0	4. 00	4. 7
熱酸化物	14	70. 0	7. 04	4. 2

10

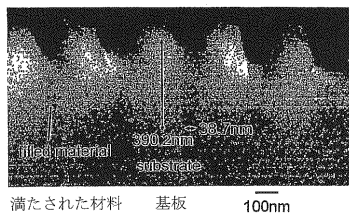
【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 3 4 】

20

【 図 1 】 図 1 は、パターン化されたウェーハ上で調製されたフィルムの、該フィルムが硬化され湿式エッチングされた後の、走査電子顕微鏡（S E M）画像の断面図である。

【 図 1 】



満たされた材料 基板 100nm

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2006/020851

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. H01L21/762

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)
H01L

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

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

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 6 020 410 A (HACKER NIGEL P [US] ET AL) 1 February 2000 (2000-02-01) column 3, line 4 - column 4, line 65 -----	11-14,16
Y	US 5 665 849 A (CHO CHIH-CHEN [US]) 9 September 1997 (1997-09-09) column 3, line 27 - column 6, line 57 -----	11-14,16
A	US 2002/168873 A1 (AHN DONG-HO [KR] ET AL) 14 November 2002 (2002-11-14) the whole document -----	11-14,16

☐ 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 document 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

"Z" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

24 May 2007

Date of mailing of the international search report

11/06/2007

Name and mailing address of the ISA/
European Patent Office, P.B. 5816 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 851 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Boetticher, Harald

International Application No. PCT/US2006/020851

FURTHER INFORMATION CONTINUED FROM PCT/ISA/ 210

Continuation of Box II.2

Claims Nos.: 1-10

In claim 1, "low temperature", "high temperature", "presence of an oxidant", "predetermined period of time" are too vague to define an invention: "low/high temperature" covers below/above room temperature, "presence of an oxidant" covers an oxygen content of a few ppm, and "period of time" covers a few seconds in view of RTP. Even if claim 1 was clarified to include the features of claims 3, 5 and 8, the first "curing" step would cover a step of storing the dispensed film in air for 30 to 60 minutes. Further, the temperature ranges of claims 5 and 6 overlap, so 1 hour at 100 °C may be a first period of 30 minutes and a second period of 30 min at a "low temperature", i.e. two curing steps may merge into one curing step. Finally, claim 1 covers any dispensible material. All this renders claim 1 much too vague for a meaningful search. -

Claim 11 has been searched in the light of the examples given, i.e. there is no curing at room temperature, the second curing step is at a temperature essentially differing from that of the first curing step, the oxidant content is sufficient for a normal oxidation, and step (v) implying a separate step of filling oxide trenches has been ignored.

The applicant's attention is drawn to the fact that claims relating to inventions in respect of which no international search report has been established need not be the subject of an international preliminary examination (Rule 66.1(e) PCT). The applicant is advised that the EPO policy when acting as an International Preliminary Examining Authority is normally not to carry out a preliminary examination on matter which has not been searched. This is the case irrespective of whether or not the claims are amended following receipt of the search report or during any Chapter II procedure. If the application proceeds into the regional phase before the EPO, the applicant is reminded that a search may be carried out during examination before the EPO (see EPO Guideline C-VI, 8.5), should the problems which led to the Article 17(2) declaration be overcome.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/US2006/020851

Box 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.: 1-10
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:
see FURTHER INFORMATION sheet PCT/ISA/210

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 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:

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 an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.

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.
- ☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2006/020851

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 6020410	A	01-02-2000	AU 5087298 A	22-05-1998
			CA 2269952 A1	07-05-1998
			DE 69709156 D1	24-01-2002
			DE 69709156 T2	22-08-2002
			EP 0935632 A1	18-08-1999
			JP 2002514238 T	14-05-2002
			KR 20000052937 A	25-08-2000
			WO 9818850 A1	07-05-1998
US 5665849	A	09-09-1997	DE 69635236 T2	13-07-2006
			EP 0727817 A2	21-08-1996
			JP 8250490 A	27-09-1996
			US 5656555 A	12-08-1997
US 2002168873	A1	14-11-2002	NONE	

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)
H 0 1 L 27/10 (2006.01)		H 0 1 L 21/316		P
H 0 1 L 21/312 (2006.01)		H 0 1 L 27/10	4 8 1	
H 0 1 L 21/316 (2006.01)				

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KN,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,LS,LT,LU,LV,LY,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RS,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 チェン、ウェイ
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、ブルックウッド 2 6 1 5

(72)発明者 ファン、ビョン・クン
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、フォックスウッド・コート 1 6 1 3

(72)発明者 イ、ジェーギュン
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、ディロウェイ・ドライブ 1 9 0 6

(72)発明者 モイヤー、エリック・スコット
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、アンドレ・ストリート 4 5 0 0

(72)発明者 スポールディング、マイケル・ジョン
アメリカ合衆国、ミシガン州、エセックスヴィル、バーンズ・ロード 8 9 2

(72)発明者 ワン、シェン
アメリカ合衆国、ミシガン州、ミッドランド、イーストローン・ドライブ 1 9 0 9、アパートメント ジー—8

F ターム(参考) 5F032 AA35 AA44
5F058 AA06 AC03 AD05 AF04 AG01 AH06 BA09 BC02 BD04 BF46
BH03 BH20 BJ06
5F083 AD00 BS00 JA60 NA01 PR23 PR33 ZA12 ZA13