

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2007年3月29日 (29.03.2007)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2007/034624 A1

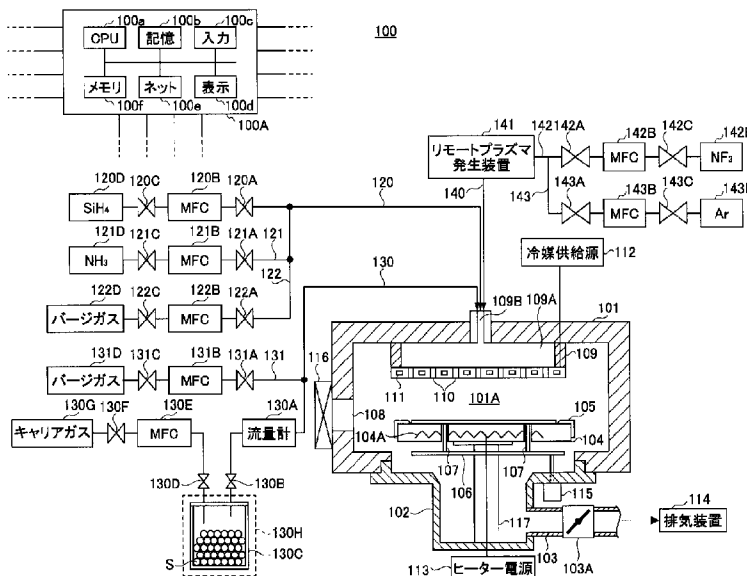
- (51) 国際特許分類:
C23C 16/44 (2006.01) H01L 21/304 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2006/314612
- (22) 国際出願日: 2006年7月25日 (25.07.2006)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2005-278367 2005年9月26日 (26.09.2005) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 東京エレクトロン株式会社 (TOKYO ELECTRON LIMITED) [JP/JP]; 〒1078481 東京都港区赤坂五丁目3番6号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 山▲崎▼ 英

- 亮 (YAMASAKI, Hideaki) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650 東京エレクトロンAT株式会社内 Yamanashi (JP). 中村 和仁 (NAKAMURA, Kazuhito) [JP/JP]; 〒4550042 愛知県名古屋市中区佐野町3丁目5番地 Aichi (JP). 河野 有美子 (KAWANO, Yumiko) [JP/JP]; 〒4070192 山梨県韮崎市穂坂町三ツ沢650 東京エレクトロン株式会社 Yamanashi (JP).
- (74) 代理人: 伊東 忠彦 (ITO, Tadahiko); 〒1506032 東京都渋谷区恵比寿4丁目20番3号 恵比寿ガーデンプレイスタワー32階 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, 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, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR TREATING SUBSTRATE AND RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: 基板処理方法および記録媒体



100b... STORAGE
100c... INPUT
100d... DISPLAY
100e... NET
100f... MEMORY
122D... PURGE GAS
130A... FLOW METER

130G... CARRIER GAS
131D... PURGE GAS
112... COOLANT SUPPLY SOURCE
113... HEATER POWER SUPPLY
114... EXHAUSTER
141... REMOTE PLASMA GENERATOR

(57) Abstract: This invention provides a method for treating a substrate by a film forming apparatus comprising a holding table with heating means for holding a substrate to be treated and a treatment container having the holding table in its interior. The method is characterized by comprising a film formation step of feeding a film forming gas into the treatment container to form a film on the substrate, a cleaning step of feeding a cleaning gas excited by plasma into the treatment container after the film formation step to clean the inside of the treatment container, and a coating step of forming a coating within the treatment container after the cleaning step, the cleaning step comprising a high pressure step of regulating the pressure within the treatment container so that cleaning with molecules of plasma excited recombined radicals contained in the cleaning gas is dominative, the coating step comprising a low-temperature film formation step of forming the coating film at a holding table temperature below the temperature at which the film formation on the substrate in the film formation step is carried out.

[続葉有]

WO 2007/034624 A1



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.

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

- (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, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (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),

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約: 被処理基板を保持する、加熱手段を有する保持台と、前記保持台を内部に備えた処理容器と、を有する成膜装置による基板処理方法であって、前記処理容器に成膜ガスを供給して前記被処理基板に成膜を行う成膜工程と、前記成膜工程後に、プラズマ励起されたクリーニングガスを前記処理容器に供給して前記処理容器内のクリーニングをするクリーニング工程と、前記クリーニング工程後に前記処理容器内にコーティング成膜を行うコーティング工程と、を有し、前記クリーニング工程では、プラズマ励起された前記クリーニングガス中のラジカルが再結合した分子によるクリーニングが支配的となるよう前記処理容器内の圧力が制御される高圧工程を含み、前記コーティング工程では、前記成膜工程の前記被処理基板への成膜の場合より前記保持台の温度を下げて前記コーティング成膜が行われる低温成膜工程を含むことを特徴とする基板処理方法。

明 細 書

基板処理方法および記録媒体

技術分野

[0001] 本発明は、被処理基板に成膜を行う成膜装置の基板処理方法と、当該基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体に関する。

背景技術

[0002] 被処理基板に成膜を行う成膜装置、例えばCVD(化学気相堆積)装置などにおいては、処理容器内に被処理基板を載置して所定の成膜を行う。このような成膜処理によって被処理基板上には所望の薄膜が形成されるが、当該処理容器の内壁や、もしくは基板保持台など被処理基板以外の部材にも成膜処理による薄膜が付着して堆積物となる。このようにして付着した前記堆積物は、成膜装置による成膜が繰り返されると膜厚が増大し、やがては剥離してパーティクルの発生原因となる場合がある。

[0003] そこで、処理容器内の堆積物を除去するために、リモートプラズマを用いたクリーニング方法が提案されている。例えば、リモートプラズマクリーニング法では、基板処理容器の外にフッ素ラジカルを生成するためのリモートプラズマ発生部を設け、プラズマを励起することで、例えば NF_3 などのクリーニングガスよりフッ素ラジカルを生成している。そこで、当該フッ素ラジカルを基板処理容器に導入することによって堆積物を気化させ、当該基板処理容器の外へと排出している。

特許文献1:特開平10-149989号公報

発明の開示

発明が解決しようとする課題

[0004] しかし、上記のリモートプラズマによるクリーニング方法では、クリーニングのための反応種におもにフッ素ラジカルを用いているため、例えば基板処理容器内部に石英部材などがあった場合は当該石英部材がエッチングされてしまうという問題があった。さらに、当該基板処理容器内部に AlN 、 Al_2O_3 などのセラミック部材を用いた場合、前記した石英部材の場合に比べてエッチング量は少ないものの、当該フッ素ラジカルが大量に当該基板処理容器内に導入されるため、当該セラミック部材が当該フッ

素ラジカルによりエッチングされて、例えばアルミの化合物などが形成され、当該基板処理容器内に残留して、それが成膜工程において形成される薄膜中にとりこまれ、膜中汚染として当該薄膜の膜質を低下させてしまう可能性が懸念されていた。

[0005] そこで、本発明では、上記の問題を解決した、新規で有用な基板処理方法と、当該基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体を提供することを統括的目的としている。

[0006] 本発明の具体的な課題は、成膜装置の処理容器内を効率よく清浄に保持し、生産性が良好となる基板処理方法と、当該基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体を提供することである。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明の第1の観点では、上記の課題を、被処理基板を保持する、加熱手段を有する保持台と、前記保持台を内部に備えた処理容器と、を有する成膜装置による基板処理方法であって、前記処理容器に成膜ガスを供給して前記被処理基板に成膜を行う成膜工程と、前記成膜工程後に、プラズマ励起されたクリーニングガスを前記処理容器に供給して前記処理容器内のクリーニングをするクリーニング工程と、前記クリーニング工程後に前記処理容器内にコーティング成膜を行うコーティング工程と、を有し、前記クリーニング工程では、プラズマ励起された前記クリーニングガス中のラジカルが再結合した分子によるクリーニングが支配的となるよう前記処理容器内の圧力が制御される高圧工程を含み、前記コーティング工程では、前記成膜工程の前記被処理基板への成膜の場合より前記保持台の温度を下げた前記コーティング成膜が行われる低温成膜工程を含むことを特徴とする基板処理方法により、解決する。

[0008] また、本発明の第2の観点では、上記の課題を、被処理基板を保持する、加熱手段を有する保持台と、前記保持台を内部に備えた処理容器と、を有する成膜装置による基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体であって、前記基板処理方法は、前記処理容器に成膜ガスを供給して前記被処理基板に成膜を行う成膜工程と、前記成膜工程後に、プラズマ励起されたクリーニングガスを前記処理容器に供給して前記処理容器内のクリーニングをするクリーニング工程と、前記クリーニング工程後に前記処理容器内にコーティング成膜を行うコーティング工程

と、を有し、前記クリーニング工程では、プラズマ励起された前記クリーニングガス中のラジカルが再結合した分子によるクリーニングが支配的となるよう前記処理容器内の圧力が制御される高圧工程を含み、前記コーティング工程では、前記成膜工程の前記被処理基板への成膜の場合より前記保持台の温度が下げられる低温成膜工程を含むことを特徴とした、記録媒体により、解決する。

発明の効果

- [0009] 本発明によれば、成膜装置の処理容器内を効率よく清浄に保持し、生産性が良好となる基板処理方法と、当該基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体を提供することが可能となる。

図面の簡単な説明

- [0010] [図1]実施例1による基板処理方法を実施する成膜装置の一例である。
[図2A]実施例1による基板処理方法を示す図(その1)である。
[図2B]実施例1による基板処理方法を示す図(その2)である。
[図2C]実施例1による基板処理方法を示す図(その3)である。
[図3]W膜と熱酸化膜のエッチングレートを比較した図である。
[図4]圧力とW膜のエッチングの活性化エネルギーの関係を示した図である。
[図5]W膜と熱酸化膜のエッチングレートの比を示した図(その1)である。
[図6]W膜と熱酸化膜のエッチングレートの比を示した図(その2)である。
[図7]圧力と保持台の温度を変更した場合のW膜のエッチングレートを示す図である。
。
[図8]圧力と保持台の温度を変更した場合の熱酸化膜のエッチングレートを示す図である。
[図9]膜中の汚染物質の検出結果を示す図である。
[図10]Alのフッ化物の蒸気圧と、膜中のAl汚染の検出結果を示す図である。
[図11]パーティクル測定の結果を示す図(その1)である。
[図12]パーティクル測定の結果を示す図(その2)である。 101, 102 処理容器 103 排気口 103A 圧力調整手段 104 基板保持台 105 保持台カバー 106 ピン設置台 107 突き上げピン 108 開口部 109 シャワーヘッド部 109A

拡散領域 109B 供給口 110 ガス穴 111 チャネル 112 冷媒供給源 113
電源 114 排気装置 115 可動装置 116 ゲートバルブ 120, 130, 121, 1
40, 142, 143 ガスライン 130C 原料供給器 122, 131 パージライン 120A
, 120C, 121A, 121C, 122A, 122C, 130B, 130D, 130E, 131A, 131C, 14
2A, 142C, 143A, 143C バルブ 120B, 121B, 131B, 130B 質量流量コント
ローラ 130A 流量計 120D, 121D 原料ガス供給源 122D, 131D パージガ
ス供給源 142D クリーニングガス供給源 143D 希釈ガス供給源

発明を実施するための最良の形態

- [0011] 本発明による基板処理方法は、成膜装置を用いた、成膜処理、クリーニング処理、およびクリーニング後のコーティング処理を連続的に実施する場合の方法に係るものである。
- [0012] 本発明では、クリーニング時の成膜装置の処理容器内の圧力を適宜に制御することで、効率よく、かつ処理容器内のダメージを低減したクリーニングを実施し、さらにコーティング処理の温度を適切にすることで、処理容器内を清浄に保持することを可能としており、クリーニングとクリーニング後の処理を改善して、成膜装置の生産性を向上させることを可能としている。
- [0013] 次に、上記の基板処理方法を実施可能な成膜装置の一例について、以下に説明する。

実施例 1

- [0014] 図1は、後述する、本発明の実施例1による基板処理方法を実施する成膜装置の一例を模式的に示した図である。図1を参照するに、本実施例による成膜装置100は、底部に開口部を有する筐体形状の処理容器101と、当該開口部に嵌合して設置される、下に凸となる円筒部を有する処理容器102を有しており、当該処理容器101、102で画成される内部空間101Aを有している。前記処理容器101、102は、例えばアルミニウムや、またはアルミニウム合金などのアルミニウムを含む金属材料よりなる。
- [0015] 前記内部空間101Aは、前記処理容器102に設置された排気口103より、例えば真空ポンプなどの排気装置114により、排気されて減圧状態とされることが可能に構

成されている。また、前記排気口103には、前記内部空間101Aの圧力を制御するための圧力調整バルブ103Aが設置され、前記内部空間101Aの圧力が制御される。

- [0016] また、前記処理容器102の底部には、円柱状の支持部117が起立するように設置され、当該支持部117には、略円板状の基板保持台104が設置されている。前記基板保持台104は、例えばAlN、または Al_2O_3 などの、アルミニウムを含むセラミック材料よりなり、当該保持台104には、電源113に接続されたヒータ104Aが内蔵され、当該基板保持台104上に保持される被処理基板Wを加熱することが可能になっている。
- [0017] 前記被処理基板Wの周囲の、前記保持台104上には、例えば石英よりなる略ドーナツ状の保持台カバー105が設置されている。前記保持台カバー105は、前記保持台104を保護するとともに、前記被処理基板Wの周囲の高さを調整する機能を有し、前記被処理基板Wの周囲を、前記被処理基板Wの表面と同じ高さにし、当該被処理基板Wの成膜の均一性を良好とする機能をも有している。
- [0018] また、前記保持台カバー105が所定の厚さであることによって、当該保持台カバー105の裏面(保持台104側)と表面(前記シャワーヘッド部109側)の間に温度差を生じさせ、すなわち熱緩衝部材となって、高温となる部分が原料ガスやクリーニングガスに曝されないようにしている。
- [0019] 前記保持台カバー105のように、成膜が行われる被処理基板近傍に設置される構造物は、成膜の汚染源となる金属や有機物などを含んでいない材料であることが好ましく、また加工精度が良好である、耐熱性(500℃～600℃程度)がある、また加熱時に脱ガス量が少ない、などの特性を有していることが好ましい。このため、前記保持台カバー105は、これらの条件を満たす石英材料により形成されている。
- [0020] また、前記保持台104に保持された被処理基板Wは、前記保持台104を貫通するように設置された突き上げピン107により、突き上げられる構造になっている。前記突き上げピン107は、円板状のピン設置台106に設置され、当該ピン設置台106が、可動装置115により上下動され、前記突き上げピン107の上下動の操作がされる。
- [0021] 例えば、前記被処理基板Wを、前記処理容器101の外部に搬出する場合や、また

は外部から搬入された前記被処理基板Wを前記基板保持台104に設置する場合に、前記突き上げピン107の上下動の操作が行われる。

[0022] また、前記処理容器101の側壁部には、ゲートバルブ116が付された開口部108が形成されている。このため、前記ゲートバルブ116を開放して、例えば、搬送ロボットのアームを用いて被処理基板Wの搬出・搬入を実施することが可能となっている。

[0023] また、前記処理容器101の、前記基板保持台104に対向する側には、被処理基板Wに成膜を行うための原料ガスを前記内部空間101Aに供給するシャワーヘッド部109が設置されている。また、前記シャワーヘッド部109からは、前記内部空間101Aをクリーニングするための、クリーニングガスも供給される。

[0024] 前記シャワーヘッド部109は、後述するガスラインから、原料ガス、クリーニングガスなどが供給される供給口109Bと、当該原料ガス、クリーニングガスが拡散する拡散領域109A、および当該原料ガス、クリーニングガスを前記内部空間101Aに供給するガス穴110と、を有している。

[0025] また、前記シャワーヘッド部109には、該シャワーヘッド部109を冷却するための冷媒が流れるチャンネル111が形成されており、当該チャンネル111には、冷媒供給源112から冷媒が供給される。

[0026] また、前記供給口109Bには、ガスライン120、130、140がそれぞれ接続されており、成膜のための複数の原料ガスと、リモートプラズマ発生装置(後述)でプラズマ励起されたクリーニングガスを、前記シャワーヘッド部109に供給することが可能に構成されている。

[0027] まず、前記ガスライン120には、バルブ120A、120C、および質量流量コントローラ120Bを介して、例えば SiH_4 などの原料ガスを供給するための、原料ガス供給源120Dが設置されている。前記バルブ120A、120Cを開放することで、前記質量流量コントローラ120Bで流量を制御し、気体原料を前記内部空間101Aに供給することが可能に構成されている。

[0028] また、前記ガスライン120には、ガスライン121が接続されている。前記ガスライン121には、バルブ121A、121C、および質量流量コントローラ121Bを介して、例えば NH_3 などの原料ガスを供給するための、原料ガス供給源121Dが設置されている。

前記バルブ121A、121Cを開放することで、前記質量流量コントローラ121Bで流量を制御し、原料ガスを前記内部空間101Aに供給することが可能に構成されている。

[0029] また、前記ガスライン120には、パージライン122が接続されている。前記パージライン122には、バルブ122A、122C、および質量流量コントローラ122Bを介して、パージガス供給源122Dが設置されている。前記バルブ122A、122Cを開放することで、前記質量流量コントローラ122Bで流量を制御し、パージガスを前記内部空間101Aに供給することが可能に構成されている。

[0030] また、前記ガスライン130には、流量計130A、バルブ130Bを介して、内部に固体原料Sを保持する原料供給装置130Cが接続されている。当該原料供給装置130Cにはヒータ130Hが付され、前記固体原料Sを加熱し、後述するキャリアガスと共に昇華した原料ガスを前記内部空間101Aに供給することが可能に構成されている。

[0031] また、前記原料供給装置130Cには、バルブ130D、質量流量コントローラ130E、バルブ130Fを介して、キャリアガス供給源130Gが接続されている。前記バルブ130D、130Fを開放することで、前記質量流量コントローラ130Eで流量を制御し、キャリアガスを前記原料供給装置130Cに供給することが可能になっている。

[0032] また、前記ガスライン130には、パージライン131が接続されている。前記パージライン131には、バルブ131A、131C、および質量流量コントローラ131Bを介して、パージガス供給源131Dが設置されている。前記バルブ131A、131Cを開放することで、前記質量流量コントローラ131Bで流量を制御し、パージガスを前記内部空間101Aに供給することが可能に構成されている。

[0033] また、前記ガスライン140には、リモートプラズマ発生装置141が接続されている。前記リモートプラズマ装置141は、例えば周波数が400kHzの高周波電力を用いて、供給されるクリーニングガスをプラズマ励起する構造を有している。また、前記高周波は400kHzに限定されず、例えば、400kHz～3GHzの高周波～マイクロ波の領域においてプラズマ励起を行うようにしてもよい。

[0034] 前記リモートプラズマ発生装置141には、ガスライン142が接続されている。前記ガスライン142には、バルブ142A、142C、および質量流量コントローラ142Bを介して、例えばNF₃などのクリーニングガスを供給するための、クリーニングガス供給源142

Dが設置されている。前記バルブ142A、142Cを開放することで、前記質量流量コントローラ142Bで流量を制御し、クリーニングガスを前記リモートプラズマ発生装置141に供給することが可能に構成されている。

[0035] また、前記ガスライン142には、ガスライン143が接続されている。前記ガスライン143には、バルブ143A、143C、および質量流量コントローラ143Bを介して、例えばArなどの希釈ガスを供給するための、希釈ガス供給源143Dが設置されている。前記バルブ143A、143Cを開放することで、前記質量流量コントローラ143Bで流量を制御し、希釈ガスを前記リモートプラズマ発生装置141に供給することが可能に構成されている。

[0036] 前記リモートプラズマ発生装置141では、供給されたクリーニングガス、例えば NF_3 が、希釈ガスとともにプラズマ励起され、クリーニングに寄与する反応種として、フッ素ラジカルが形成される。このようにして、前記リモートプラズマ発生装置141から、フッ素ラジカルを主とするクリーニングに寄与する反応種が、前記シャワーヘッド部109介して前記内部空間101Aに供給される。

[0037] また、上記の成膜装置100において、成膜やクリーニングに係る処理、例えば上記のバルブの開閉や、流量制御、基板保持台のヒータの制御、圧力調整バルブの制御、突き上げピンの上下動、真空排気などの動作は、たとえばレシピと呼ばれるプログラムに基づき、動作される。この場合、これらの動作は、CPU100aを有する、制御装置100Aによって制御される。これらの接続配線は図示を省略している。

[0038] 前記制御装置100Aは、CPU100aと、上記のプログラムを記憶した記録媒体100b、キーボードなどの入力手段100c、表示手段100d、ネットワークなどに接続するための接続手段100e、およびメモリ100fを有している。

[0039] 次に、上記の成膜装置100を用いた、実施例1による成膜方法について説明する。図2Aは、本発明の実施例1による基板処理方法の概略を示すフローチャートである。図2Aを参照するに、まず、ステップ10(図中S10と表記、以下同様)で、前記処理容器101、102で画成される前記内部空間101Aに、前記ガスライン120および／または前記ガスライン130から原料ガスを供給し、被処理基板に成膜(例えばW膜の成膜)を行う。

- [0040] また、成膜は1枚の被処理基板に対する成膜処理に限らず、複数枚の被処理基板に連続して行うようにしてもよい。
- [0041] 次に、ステップ20で、前記内部空間101Aに、プラズマ励起されたクリーニングガス（例えば NF_3 などのフッ素化合物ガス）を供給して、処理容器内に堆積された堆積物のクリーニングを行う。この場合、従来は、前記リモートプラズマ発生装置141で生成された、クリーニングガスのラジカルをおもに用いて、堆積物のエッチングを行っていた。
- [0042] しかし、本実施例によるクリーニングでは、処理容器内（前記内部空間101A）の圧力を所定の圧力以上とすることで、前記内部空間101Aでは、ラジカルが再結合した分子による堆積物のエッチングが支配的になるようにしている。
- [0043] このため、クリーニングの対象膜（例えばW膜）のエッチングレートを高く維持しつつ、処理容器内の部材（例えば前記保持台カバー105を構成する石英など）に与えるダメージを抑制することが可能となっている。これらの圧力とエッチングレートの詳細については後述する。
- [0044] 次に、ステップ30において、前記内部空間101Aを、前記ガスライン120および／または前記ガスライン130から供給される、例えばArなどの不活性ガスによりパージする。本ステップは省略することも可能であるが、本ステップによる処理を設けることにより、処理容器内のパーティクルの発生を抑制することができる。
- [0045] 次に、クリーニング後に、例えばAlのフッ化物（ AlF ）などの、汚染やパーティクルの発生源が処理容器内に拡散することを抑制するために、前記内部空間101A内の、前記例えば処理容器101の内壁や前記保持台104などに、コーティング膜の成膜を行う。当該コーティング膜は、例えばステップ10において被処理基板上に形成した膜と同じものを形成すればよい。
- [0046] 従来は、このようなコーティング膜を形成した場合であっても、コーティング膜の成膜の条件によっては、Alのフッ化物が処理容器内に拡散してしまう場合があり、コーティング膜によってパーティクルや汚染の発生を抑制することは困難となっていた。
- [0047] 例えば、コーティング膜を成膜する場合に、前記保持台104を、通常の成膜処理の場合と同様の高い温度（W膜などの金属を含むCVD法の場合、例えば 500°C ～ 60

0℃程度)とすると、コーティング膜が形成される前にAIFが(おもに前記保持台104から)前記内部空間101Aに蒸発拡散してしまう問題が生じていた。

[0048] そこで、本実施例では、コーティング膜の成膜時の保持台の温度を、先に説明したステップ10の通常の成膜処理の場合より低い温度にしている。そのため、AIFの蒸気圧が低い状態で保持台表面や処理容器などがコーティングされる。その結果、AIFの発生が抑制され、パーティクルや汚染の発生が抑制される。これらのコーティング膜の形成時の保持台104の温度と、AIFの発生の関係については後述する。

[0049] また、このようにコーティング膜を低温で成膜することによるAIFの発生が抑制される効果は、処理容器内の部材へのダメージが少ない、ステップ20の高圧力でのクリーニングと組み合わせることで、より大きくなる。すなわち、従来のラジカルをおもに用いたクリーニングでは、処理容器内の石英などの部材にダメージが与えられるのみならず、エッチング量は小さいものの、 AlN や Al_2O_3 などの、保持台を構成する材料に対してもダメージを与えていた。そこで、 AlN や Al_2O_3 などへのダメージ(Fとの反応)を抑制した、分子を主体にしたエッチング(クリーニング)を行い、さらに低温でコーティング膜を形成することで、AIFの拡散を抑制する効果がより大きくなる。

[0050] 上記のコーティング成膜の後、前記内部空間101Aが清浄に保持され、再び成膜が実施可能となり、処理をステップ10に戻すことができる。

[0051] このように、本実施例による基板処理方法では、クリーニングの対象となる堆積物のエッチングレートを高くし、また一方で処理容器や処理容器内の部材のダメージを抑制し、さらに、AIFなどの発生が抑制されている。このため、成膜装置の処理容器内を効率よく清浄に保持し、生産性を良好とすることが可能となっている。

[0052] また、上記の図2Aに示した基板処理方法は、図2Bに示す方法のように変更してもよい。ただし図中、先に説明した部分には同一の参照符号を付し、説明を省略する。

[0053] 図2Bを参照するに、本図に示す方法では、ステップ10とステップ20の間にステップ15の処理が追加されている。ステップ15では、前記内部空間101Aの圧力を、ステップ20の場合の前記内部空間101Aの圧力にくらべて低くし、プラズマ励起されたクリーニングガスのラジカルができるだけ消滅しないようにし、ラジカルを用いたクリーニングを行っている。

- [0054] これは、例えば前記内部空間101Aで、構造上温度が上げられない箇所、例えば処理容器の隅などがある場合に、クリーニングの対象(たとえばW膜)と処理容器内の部材(例えば SiO_2)とのエッチングの選択比を良好とするための方法である。これらの詳細については後述する。
- [0055] また、上記の図2Bに示した基板処理方法は、図2Cに示す方法のように変更してもよい。ただし図中、先に説明した部分には同一の参照符号を付し、説明を省略する。
- [0056] 図2Cを参照するに、本図に示す方法では、ステップ40の後に、ステップ45の処理が追加されている。ステップ45では、ステップ40の前記保持台104の温度に比べて、前記保持台104の温度を上昇させて、コーティング成膜を行っている。本ステップを設けることで、膜質のより良好なコーティング膜を形成することが可能となり、コーティング膜の密着性が良好となる効果を奏する。
- [0057] 次に、上記に示した基板処理方法の効果について、前記成膜装置100を用いて行った実験結果に基づき、以下に説明する。以下に示すデータやグラフは、本発明の発明者が、上記の成膜装置100を用いて行った結果である。
- [0058] 図3は、前記リモートプラズマ発生装置141によってプラズマ励起されたクリーニングガスを用いて、前記成膜装置100の前記内部空間101A(前記保持台104上)でエッチングレートの測定を行った結果を示す図である。図3には、前記内部空間101Aの圧力を変化させた場合の、W膜のエッチングレート(図中◆、Wと表記)、および熱酸化膜のエッチングレート(図中■、 T-Ox と表記)を、それぞれ示した図である。この場合、クリーニングガス(NF_3)の流量は210sccm、希釈ガス(Ar)の流量は3000sccmであり、保持台の温度は500℃としている。
- [0059] 図3を参照するに、前記内部空間101Aの圧力が大きくなるに従い、熱酸化膜のエッチングレートは、急速に低下している。一方で、W膜のエッチングレートは、前記内部空間101Aの圧力の上昇に伴い、緩やかに上昇している。
- [0060] これは、前記内部空間101Aの圧力が増大するに従い、 NF_3 がプラズマ励起されることで生成するFラジカルが消滅し、再結合してF分子(F_2)が生成され、おもにF分子によるエッチングが支配的になるためと考えられる。このため、特に熱酸化膜のエッチングレートが急速に低下していると考えられる。

- [0061] この場合、熱酸化膜のエッチング量と前記保持台カバー105を構成する石英材料(SiO_2)のエッチング量の間に相関があると考え、前記内部空間101Aの圧力を増大させることで、石英材料のダメージ量(エッチング量)を抑制することが可能であることがわかる。また、同様に、保持台を構成する、AlNまたは Al_2O_3 のダメージ量も低減することが可能であると考えられる。
- [0062] 一方、W膜のエッチングレートは、前記内部空間101Aの圧力が大きくなるに従い、大きくなっている。
- [0063] 図4は、上記の場合において、前記内部空間101Aの圧力と、W膜のエッチングの活性化エネルギーの関係を示したものである。図4を参照するに、当該活性化エネルギーは、前記内部空間101Aの圧力が、20Torr(2666Pa)以上となる領域で、特に急速に増大していることがわかる。すなわち、前記内部空間101Aの圧力は、20Torr(2666Pa)以上とすることが好ましいことがわかる。この場合、処理容器内に堆積した堆積物(W膜)のエッチングレートを高く維持しつつ、処理容器内の部材(石英など)のダメージを抑制することが可能となる。
- [0064] また、図5は、上記の実験において、前記保持台104の温度を変更(250℃、350℃、500℃)した場合の、前記内部空間101Aの圧力と、熱酸化膜とW膜のエッチングレートの比の関係を示した図である。この場合、エッチングレートの比は、熱酸化膜のエッチングレートに対するW膜のエッチングレートの比(W膜のエッチングレート/熱酸化膜のエッチングレート、以下文中エッチングレート比)である。図中、■で保持台の温度が250℃の場合の結果を、□で保持台の温度が350℃の場合の結果を、△で保持台の温度が500℃の場合の結果をそれぞれ示している。
- [0065] 図5を参照するに、前記保持台104の温度が350℃と500℃の場合には、前記内部空間101Aの増大に伴って前記エッチングレート比が増大し、処理容器内の部材のダメージを抑制しつつクリーニングの対象膜を効率よくエッチングすることが可能となっていることがわかる。
- [0066] 一方で、前記保持台104の温度を250℃とした場合には、逆に前記内部空間101Aの圧力を増大させるに従って僅かながらエッチングレート比が減少している傾向にある。このため、前記内部空間101Aの圧力を20Torr以上として高圧力クリーニング

を行う場合には、前記保持台104の温度を、350℃以上とすることが好ましい。すなわち、前記図2Aに示したステップ20においては、前記内部空間101Aの圧力を20 Torr(2666Pa)以上とすることが好ましく、この場合に前記保持台104の温度を350度以上とすることがさらに好ましい。

[0067] 図6は、上記の図5に示す場合において、前記内部空間101Aに設置された部材(例えば前記保持台カバー105)の交換周期を示した図である。ただし図中、先に説明した部分には同一の参照符号を付し、説明を省略する。また、前記保持台104が250℃の場合は本図では記載を省略している。

[0068] 前記保持台カバー105は、先に説明したように、厚さによってその機能を果たすため、10%程度薄くなると交換する必要性が生じてしまう。そこで、月産1000枚の処理としてその交換までの周期を、エッチングレートより算出して図6に記載している。

[0069] 図6を参照するに、前記保持台104の温度が、350℃の場合と500℃の場合では略同様の結果を示しており、前記内部空間101Aの圧力が、15Torr(2000Pa)以上で交換周期が3ヶ月以上となり、当該圧力が30Torr(4000Pa)以上で交換周期が略12ヶ月以上となっている。このように、前記内部空間101Aの圧力を増大させてクリーニングを行うことで、当該内部空間101Aの部材のダメージを低減し、部材の交換周期を長くして生産性の高い基板処理を行うことが可能となることがわかる。

[0070] 一方、図5に示したように、前記保持台104の温度を250℃とした場合には、逆に前記内部空間101Aの圧力を増大させるに従ってエッチングレート比が減少している傾向にあり、寧ろ低圧側の法がエッチングレート比が高くなっている。

[0071] このため、前記内部空間101Aで温度を上昇させることが困難である場所が存在する場合や、または前記内部空間101Aで温度にむらが生じ、部分的に温度が低い状態(以下文中低温箇所)が存在する場合には、当該低温箇所の堆積物をエッチングするためには、前記内部空間101Aの圧力を低くすることが好ましい。この場合、前記保持台104側でも部材へのダメージを防止するために、温度を下げるほうが好ましい。

[0072] すなわち、当該低温箇所をふくむ処理容器内をクリーニングする場合には、先に図2Bで説明した基板処理方法の前記ステップ15のように、前記内部空間101Aの圧

力を前記ステップ20の場合の圧力に比べて低くなるようにし、前記保持台104の温度を前記ステップ20の場合の温度に比べて低くなるようなステップを設け、前記低温箇所のクリーニングをすることが好ましい。

[0073] また、当該ステップ15では、図5に示した結果より、前記内部空間101Aの圧力を10Torr(1330Pa)以下、より好ましくは5Torr(665Pa)以下、前記保持台104の温度を300℃以下とすることが好ましい。

[0074] また、図7および図8には、前記内部空間101Aの圧力と前記保持台104の温度を変更した場合の、W膜のエッチングレート(図7)と熱酸化膜のエッチングレート(図8)をそれぞれ示したものである。グラフで横軸は前記保持台104の温度、縦軸はエッチングレートを示している。

[0075] また、図7および図8中では、◆で、前記内部空間101Aの圧力が1Torr(133Pa)、 NF_3 の流量が210sccmの場合(図中◆1T 210と表記)を、以下同様に、□で、前記内部空間101Aの圧力が40Torr(5332Pa)、 NF_3 の流量が210sccmの場合(図中□40T 210と表記)を、▲で、前記内部空間101Aの圧力が1Torr、 NF_3 の流量が310sccmの場合(図中▲1T 310と表記)を、○で、前記内部空間101Aの圧力が20Torr(2666Pa)、 NF_3 の流量が280sccmの場合(図中○20T 280と表記)を、それぞれ示している。

[0076] まず、図7を参照するに、W膜をエッチングする場合には、前記内部空間101Aの圧力が高い(20Pa以上)場合には、前記保持台104の温度が増大した場合にエッチングレートが増大していることがわかる。一方で、前記内部空間101Aの圧力が低い(1Torr以下)場合には、エッチングレートの圧力による変化は小さくなる。また、保持台が低温(250℃以下)となる場合には、圧力が高い場合(20Pa以上)にはエッチングレートが極端に小さくなり、寧ろ圧力が低い場合(1Torr以下)の方が、エッチングレートが高くなっており、傾向が逆転している。

[0077] 一方、図8を参照するに、熱酸化膜をエッチングする場合には、全体的に圧力が低いほうがエッチングレートは大きくなるものの、圧力が低い場合(1Torr以下)には温度の低下に伴って急速にエッチングレートが低下する傾向にある。このため、前記エッチングレート比は、図5で先に説明したように、保持台の温度が250℃の場合には

、低圧力(1Torr以下)のほうが高くなり、保持台の温度が高温の場合とは逆の現象が生じている。

[0078] これらの点を鑑みると、前記エッチングレート比を高くするためには、前記保持台104の温度を高くして(例えば先に説明したように350℃以上)、前記内部空間101Aの圧力を高く(例えば先に説明したように20Torr以上、さらに好ましくは30Torr以上)することが好ましい。しかし一方で、エッチング対象膜の温度が低い(250℃以下)箇所が存在する場合には、前記内部空間101Aの圧力を下げる(1Torr以下)ことが好ましいことがわかる。この場合、前記保持台104の温度は、当該保持第104や前記保持台カバー105へのダメージを低減するために、250℃以下とすることが好ましい。これらの低温・低圧のクリーニングは、図2Bに示したステップ15の処理に対応している。

[0079] 次に、図2A～図2Cのステップ40に該当するコーティング処理について、その汚染抑制効果について説明する。

[0080] 先に説明したように、クリーニング後に、前記処理容器101、102の内壁面や、前記保持台104、前記保持台カバー105、前記シャワーヘッド部109(内部空間101Aに面する対象)などに、コーティング成膜を行うことによって、例えばAlFの拡散を抑制し、パーティクルや汚染の拡散を防止することが可能になる。

[0081] しかし、従来はこのようなコーティング成膜を行った場合であっても、クリーニングガスにFを含むガスを用いた場合、処理容器や処理容器内のAlと反応してAlFが生成され、AlFが拡散することでパーティクルや汚染の発生原因となる場合が生じていた。

[0082] そこで、本実施例では、コーティング成膜時の前記保持台104の温度を、通常の被処理基板上への成膜時に比べて低く抑え、AlFの拡散を抑制してコーティング成膜を実施し、その後、保持台を通常の成膜に必要な温度に上昇させるようにしている。

[0083] 例えば、金属膜や金属窒化膜(Siが添加される場合もある)などをCVD法(MOCVD法)で形成する場合、前記保持台104(被処理基板)の温度は、500℃～600℃、もしくはそれ以上の温度とすることが好ましい。このような例としては、原料として $W(CO)_6$ 、 SiH_4 、 NH_3 を用いて、W膜やWN膜、WSi膜、SiN膜を形成する場合や、原料

としてTa(Nt-Am)(NMe₂)₃、NH₃、SiH₄を用いて、TaSiN膜を形成する場合など、があげられる。

[0084] 従来は、コーティング成膜を行う場合、通常の被処理基板への成膜の場合となんら条件を変更することなく、行っていた。このため、クリーニングで形成されたAlのフッ化物が、例えば前記保持台104の温度が増大されることで昇華して拡散し、成膜時の汚染の原因となったり、または処理容器内で凝固してパーティクルの原因となる場合が生じていた。

[0085] このため、本実施例では、例えば図2A～図2Cに示したステップ40において、前記保持台104の温度を、ステップ10の場合よりも低くしてコーティング成膜を行い、AlFが拡散する前に低温でコーティング膜を形成して、汚染やパーティクルの発生を抑制している。

[0086] 次に、コーティング成膜時の保持台104の温度と、その後の成膜工程において形成される膜の汚染の関係を調べた結果について説明する。図9は、コーティング成膜時の前記前記保持台104の温度を、400℃、および450℃とした場合に、コーティング成膜後に、被処理基板に成膜された膜の不純物をそれぞれ調べた結果である。保持台の温度が400℃の場合には3枚、保持台の温度が450℃の場合には2枚の被処理基板(ウェハ)について、形成された膜を調べている。なお、図中左端の番号は、任意のウェハID番号である。また、各元素の検出結果は、単位が10¹⁰ atoms/cm³である。

[0087] 図9を参照するに、保持台の温度が450℃の場合には、保持台の温度が400℃の場合に比べて、特にAlの汚染量が大きく、先に説明したように、保持台の温度を上昇させたことによるAlFの拡散が原因と考えられる。またCr、Feなどの重金属も検出されている。これは、例えば処理容器や、保持台に含有する重金属が析出しているものと考えられる。このため、前記ステップ40における前記保持台104の温度(コーティング成膜時の保持台の温度)は、Alコンタミネーション量が許容値である5×10¹⁰ atoms/cm³以下となる、430℃以下とすることが好ましく、400℃以下とするとさらに汚染物質の含有量が減少し、さらに好ましい。

[0088] 図10は、温度とAlFの蒸気圧の関係と、コーティング成膜時の前記前記保持台10

4の温度と、コーティング成膜後に被処理基板に成膜された膜のAlの不純物の検出結果の関係を、1つのグラフにまとめたものである。この場合、グラフの縦軸となるAlFの蒸気圧は、400℃のAlFの蒸気圧を1とした場合の、AlFの蒸気圧の比で示している。また、Alの検出結果は、●で平均値を、Iで最小値と最大値の幅を示している。

[0089] 図10を参照するに、AlFの蒸気圧は、400℃の場合に450℃の場合の略100分の1となっており、これに対応してAlの汚染量も略100分の1倍程度になっている。すなわち、AlFの蒸気圧の減少と成膜時のAl汚染量には相関関係が認められ、このため、コーティング成膜時に保持台を低温とすることで、Alの汚染量が抑制されることがわかる。

[0090] 次に、図2A～図2Cで先に説明した、前記ステップ30の処理容器内のパージによるパーティクルの低減効果について説明する。ステップ30に示した前記内部空間101Aのパージは、例えばArなどの不活性ガスを、前記内部空間101Aへ供給することと、当該不活性ガスを当該内部空間101Aから排出する処理を繰り返し、パーティクルや汚染物質などを当該内部空間101Aの外へ排出する処理である。

[0091] 図11は、図2Aに示した基板処理方法において、ステップ30(パージ)を実施した場合と実施しなかった場合について、それぞれ被処理基板の表面のパーティクルの密度($/m^2$)を示したものである。図中、■でパージを実施しなかった場合の0.2 μm 以上のパーティクルの密度を、□でパージを実施しなかった場合の0.1 μm 以上のパーティクルの密度を、●でパージを実施した場合の0.2 μm 以上のパーティクルの密度を、○でパージを実施した場合の0.1 μm 以上のパーティクルの密度を、それぞれ示している。

[0092] また、図12は、図2Aに示した基板処理方法において、ステップ30(パージ)を実施した場合と実施しなかった場合について、それぞれ被処理基板の裏面のパーティクルの密度($/m^2$)を示したものである。図中、■でパージを実施しなかった場合の0.12 μm 以上のパーティクルの密度を、●でパージを実施した場合の0.12 μm 以上のパーティクルの密度を、それぞれ示している。

[0093] 図11、図12を参照するに、被処理基板の表面、裏面ともに、パージ処理を行った場合にパーティクルの密度が減少しており、パージ処理を行うことで、パーティクルを

減少する効果を奏することが確認された。

実施例 2

- [0094] 次に、先に示した基板処理方法に基づき、前記成膜装置100を用いて基板処理方法を実施した例について、以下に説明する。以下の例では、図2Aに示した基板処理方法に基づき、基板処理を行っている。
- [0095] まず、ステップ10の処理を、以下のようにして行った。前記保持台104の温度を67℃とし、例えば搬送ロボットなどを用いて被処理基板(300mmウェハ)を前記内部空間101Aに搬入した。
- [0096] 次に、前記原料供給装置130Cに保持された $W(CO)_6$ を昇華して原料ガスとし、キャリアガスであるAr90sccmと、希釈ガス(パージガス)であるAr700sccmと共に、前記ガスライン130を介して、前記シャワーヘッド部109から前記内部空間101Aに供給した。この場合、前記内部空間101Aの圧力は20Pa(0.15Torr)とした。その結果、被処理基板上で原料ガスが分解され、被処理基板上にW膜が形成された。成膜時間は、150秒とし、厚さが略20nmのW膜を形成した。この処理を250枚の被処理基板に対して実施した。
- [0097] 次に、ステップ20の処理を、以下のように実施した。まず前記保持台104の温度を400℃に下げた。次に、 NF_3 を230sccm、Arを3000sccm、前記リモートプラズマ発生装置141に供給して高周波電力を2.7kW印加してプラズマ励起し、Fラジカルを含む活性種を生成した。
- [0098] 前記リモートプラズマ発生装置141でプラズマ励起されたクリーニングガス(希釈ガスを含む)は、前記ガスライン140を介して前記シャワーヘッド部109から、前記内部空間101Aに供給された。この場合、前記内部空間101Aの圧力は、5320Pa(39.9Torr)とした。このクリーニング処理を30分間実施した。
- [0099] 次に、クリーニングの確認のために、前記処理容器101を開放し、処理容器内部の状態を確認したところ、処理容器内壁、シャワーヘッド部、保持台、保持台カバーなどに堆積したW膜が除去されており、またこれらの部材へのダメージがないことが確認された。
- [0100] また、この後にステップ30、ステップ40を実施し、さらに処理をステップ10に戻すこ

とで、連続的な基板処理が可能となる。

[0101] 例えば、ステップ30では、例えばArなどの不活性ガスを、前記内部空間101Aへ供給することと、当該不活性ガスを当該内部空間101Aから排出する処理を繰り返し、いわゆるサイクルパージを実施すればよい。

[0102] また、ステップ40では、ステップ10の成膜工程と保持台の温度以外は同様の条件で、前記保持台104の温度を、例えば400℃に変更して、コーティング成膜を行えばよい。

実施例 3

[0103] 次に、図2Bに示した基板処理方法に基づき、基板処理を行った例について説明する。

[0104] まず、ステップ10の処理を、以下のようにして行った。前記保持台104の温度を60℃とし、例えば搬送ロボットなどを用いて被処理基板(300mmウェハ)を前記内部空間101Aに搬入した。

[0105] 次に、前記原料供給装置で46℃に保持されたTa(Nt-Am)(NMe₂)₃を昇華して原料ガスとし、キャリアガスであるAr40sccmとともに、前記ガスライン130を介して、前記シャワーヘッド部109から前記内部空間101Aに供給した。この場合、同時に、希釈ガス(パージガス)であるArを40sccm、SiH₄を500sccm、NH₃を200sccm、同様にして、前記ガスライン120を介して、前記シャワーヘッド部109から前記内部空間101Aに供給した。

[0106] この場合、前記内部空間101Aの圧力は40Pa(0.3Torr)とした。その結果、被処理基板上で原料ガスが分解され、被処理基板上にTaSiN膜が形成された。成膜時間は、150秒とし、厚さが略20nmのTaSiN膜を形成した。この処理を250枚の被処理基板に対して実施した。

[0107] 次に、ステップ15の処理を、以下のように実施した。まず前記保持台104の温度を250℃に下げた。次に、NF₃を230sccm、Arを3000sccm、前記リモートプラズマ発生装置141に供給して高周波電力を1.2kW印加してプラズマ励起し、Fラジカルを含む活性種を生成した。

[0108] 前記リモートプラズマ発生装置141でプラズマ励起されたクリーニングガス(希釈ガ

スを含む)は、前記ガスライン140を介して前記シャワーヘッド部109から、前記内部空間101Aに供給された。この場合、前記内部空間101Aの圧力は、133Pa(1Torr)とした。このクリーニング処理を10分間実施した。

[0109] 次に、ステップ20の処理を、以下のように実施した。まず前記保持台104の温度を400℃に上げた。次に、 NF_3 を230sccm、Arを3000sccm、前記リモートプラズマ発生装置141に供給して高周波電力を2.7kW印加してプラズマ励起し、Fラジカルを含む活性種を生成した。

[0110] 前記リモートプラズマ発生装置141でプラズマ励起されたクリーニングガス(希釈ガスを含む)は、前記ガスライン140を介して前記シャワーヘッド部109から、前記内部空間101Aに供給された。この場合、前記内部空間101Aの圧力は、5320Pa(39.9Torr)とした。このクリーニング処理を30分間実施した。

[0111] 次に、ステップ30の処理として、パージガスとしてArを用いて、Arの供給と供給の停止を繰り返す、いわゆるサイクルパージを実施した。すなわち、Ar1Torr(133Pa)1000sccm、あるいは、Ar0.5Torr(66.5Pa)800sccmを、20sec保持し、その後10sec真空引きすることを繰り返す、サイクルパージを実施した。

[0112] 次に、ステップ40の処理として、当該ステップ10の成膜工程と保持台の温度以外は同様の条件で、前記保持台104の温度を400℃に変更して、コーティング成膜を行った。

[0113] この後、再び処理をステップ10に戻して成膜を行い、パーティクルと膜中のAlの汚染が低減されていることが確認された。

[0114] また図2Cに示した基板処理方法を実施する場合には、当該ステップ40で400℃でコーティング成膜を行った後に、ステップ45の処理に対応して、保持台の温度を例えばステップ10と同じ600℃に変更して、同様にコーティング成膜を実施すればよい。この場合、コーティング膜の膜質が良好となり、コーティング膜の密着性が良好となる。

[0115] また、上記の実施例は、被処理基板上にWやTaを含む膜を形成する場合について説明したが、本発明はこれに限定されず、金属カルボニルガスなど様々な原料ガスを用いて様々な成膜を行うことが可能である。また、クリーニングガスは、 NF_3 を用

いた場合を例にとって説明したが、これに限定されず、例えばフロロカーボン系などの、Fを有する様々なクリーニングガスを用いることが可能である。

産業上の利用可能性

[0116] 本発明によれば、成膜装置の処理容器内を効率よく清浄に保持し、生産性が良好となる基板処理方法と、当該基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体を提供することが可能となる。

[0117] 本国際出願は、2005年9月26日に出願した日本国特許出願2005-278367号に基づく優先権を主張するものであり、2005-278367号の全内容を本国際出願に援用する。

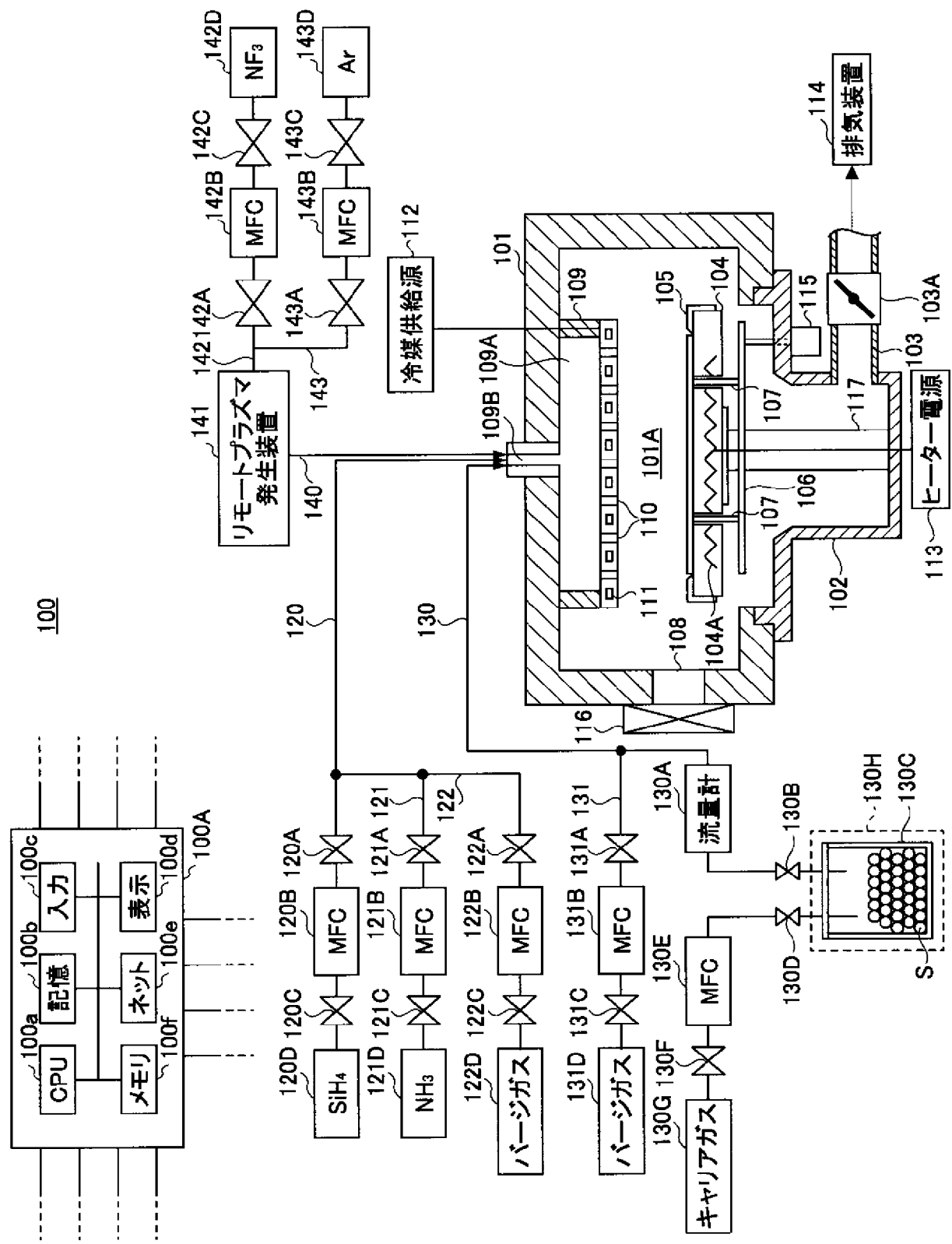
請求の範囲

- [1] 被処理基板を保持する、加熱手段を有する保持台と、
前記保持台を内部に備えた処理容器と、を有する成膜装置による基板処理方法であって、
前記処理容器に成膜ガスを供給して前記被処理基板に成膜を行う成膜工程と、
前記成膜工程後に、プラズマ励起されたクリーニングガスを前記処理容器に供給して前記処理容器内のクリーニングをするクリーニング工程と、
前記クリーニング工程後に前記処理容器内にコーティング成膜を行うコーティング工程と、を有し、
前記クリーニング工程では、プラズマ励起された前記クリーニングガス中のラジカルが再結合した分子によるクリーニングが支配的となるよう前記処理容器内の圧力が制御される高圧工程を含み、前記コーティング工程では、前記成膜工程の前記被処理基板への成膜の場合より前記保持台の温度を下げて前記コーティング成膜が行われる低温成膜工程を含むことを特徴とする基板処理方法。
- [2] 前記クリーニングガスは、 NF_3 よりなり、前記成膜工程で成膜される膜はWを含むことを特徴とする請求項1記載の基板処理方法。
- [3] 前記高圧工程では、前記処理容器内の圧力が20Torr以上とされることを特徴とする、請求項2記載の基板処理方法。
- [4] 前記高圧工程では、前記保持台の温度が350℃以上とされることを特徴とする請求項3記載の基板処理方法。
- [5] 前記クリーニング工程は、前記高圧工程よりも前記処理容器内の圧力を低くして前記処理容器内をクリーニングする低圧工程を含むことを特徴とする、請求項2記載の基板処理方法。
- [6] 前記低圧工程では、前記処理容器内の圧力が10Torr以下とされることを特徴とする請求項5記載の基板処理方法。
- [7] 前記低圧工程では、前記保持台の温度が300℃以下とされることを特徴とする請求項6記載の基板処理方法。
- [8] 前記低圧工程では、前記高圧力工程よりも前記基板保持台の温度が低くされること

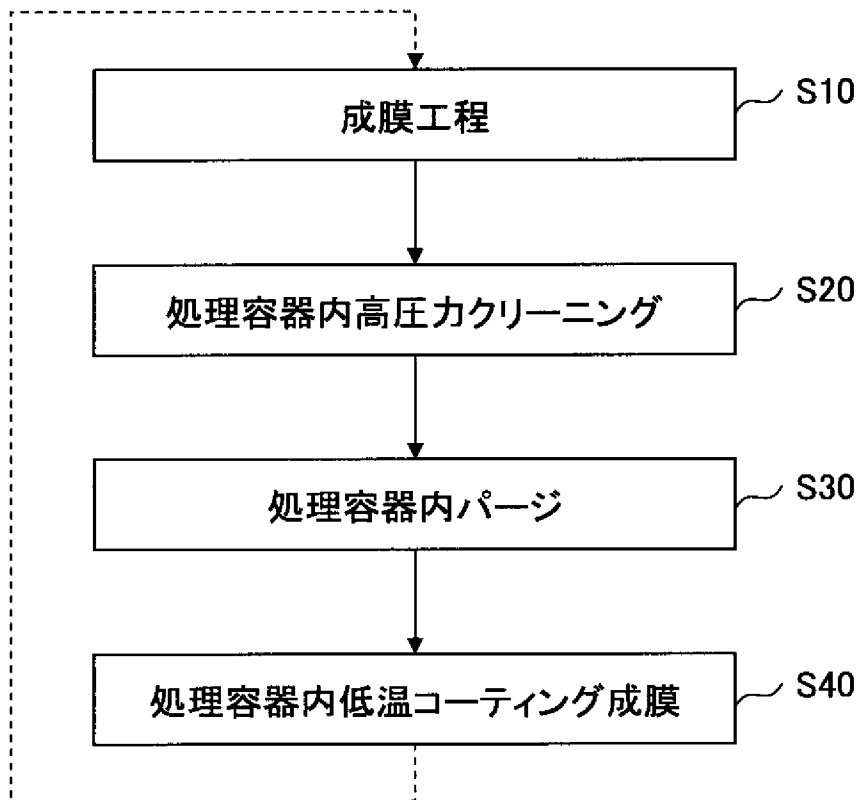
を特徴とする請求項5記載の基板処理方法。

- [9] 前記クリーニング工程では、前記低圧工程後に、前記高圧工程が実施されることを特徴とする請求項5記載の基板処理方法。
- [10] 前記低温成膜工程では、前記保持台の温度が、430℃以下とされることを特徴とする請求項1記載の基板処理方法。
- [11] 前記コーティング工程は、前記低温成膜工程より前記保持台の温度を高くして前記処理容器内へコーティング成膜を行う、高温成膜工程をさらに含むことを特徴とする請求項1記載の基板処理方法。
- [12] 前記コーティング工程では、前記低温成膜工程の後で、前記高温成膜工程が行われることを特徴とする請求項11記載の基板処理方法。
- [13] 前記クリーニング工程と前記コーティング工程の間に、前記処理容器内を不活性ガスでパージするパージ工程をさらに有することを特徴とする請求項1記載の基板処理方法。
- [14] 被処理基板を保持する、加熱手段を有する保持台と、
前記保持台を内部に備えた処理容器と、を有する成膜装置による基板処理方法をコンピュータに動作させるプログラムを記憶した記録媒体であって、
前記基板処理方法は、
前記処理容器に成膜ガスを供給して前記被処理基板に成膜を行う成膜工程と、
前記成膜工程後に、プラズマ励起されたクリーニングガスを前記処理容器に供給して前記処理容器内のクリーニングをするクリーニング工程と、
前記クリーニング工程後に前記処理容器内にコーティング成膜を行うコーティング工程と、を有し、
前記クリーニング工程では、プラズマ励起された前記クリーニングガス中のラジカルが再結合した分子によるクリーニングが支配的となるよう前記処理容器内の圧力が制御される高圧工程を含み、前記コーティング工程では、前記成膜工程の前記被処理基板への成膜の場合より前記保持台の温度が下げられる低温成膜工程を含むことを特徴とした、記録媒体。

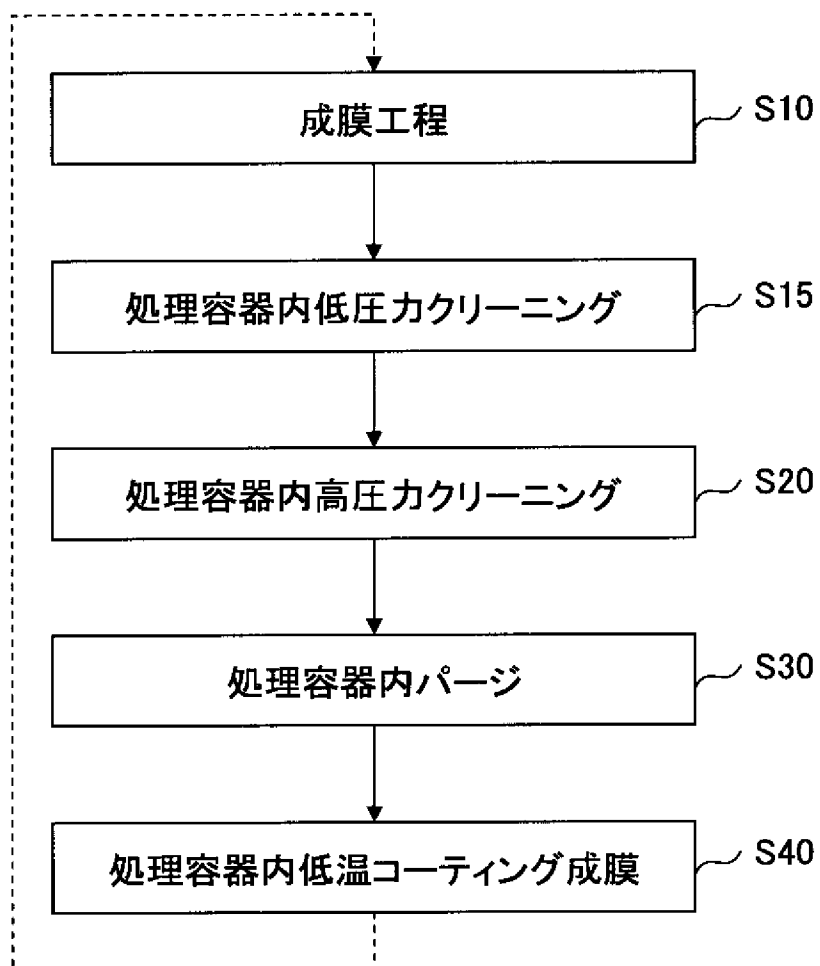
[図1]



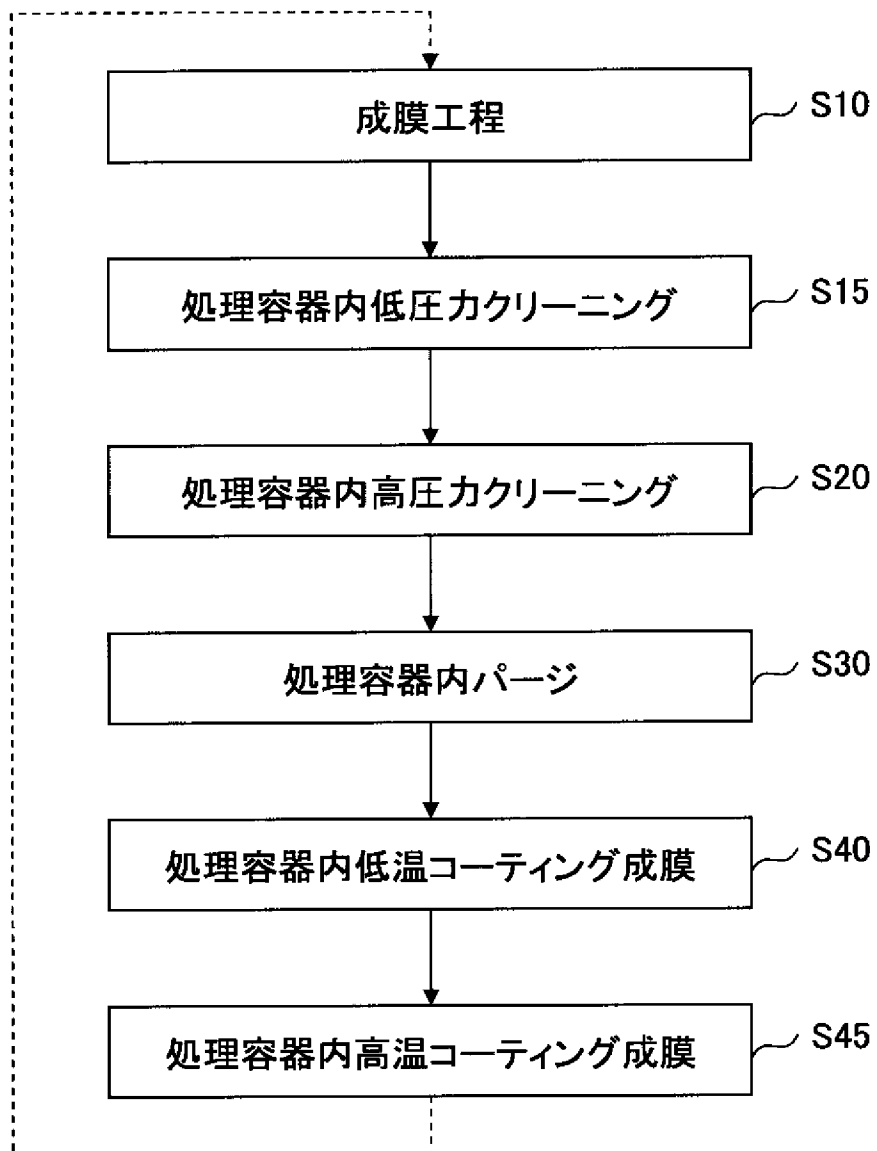
[図2A]



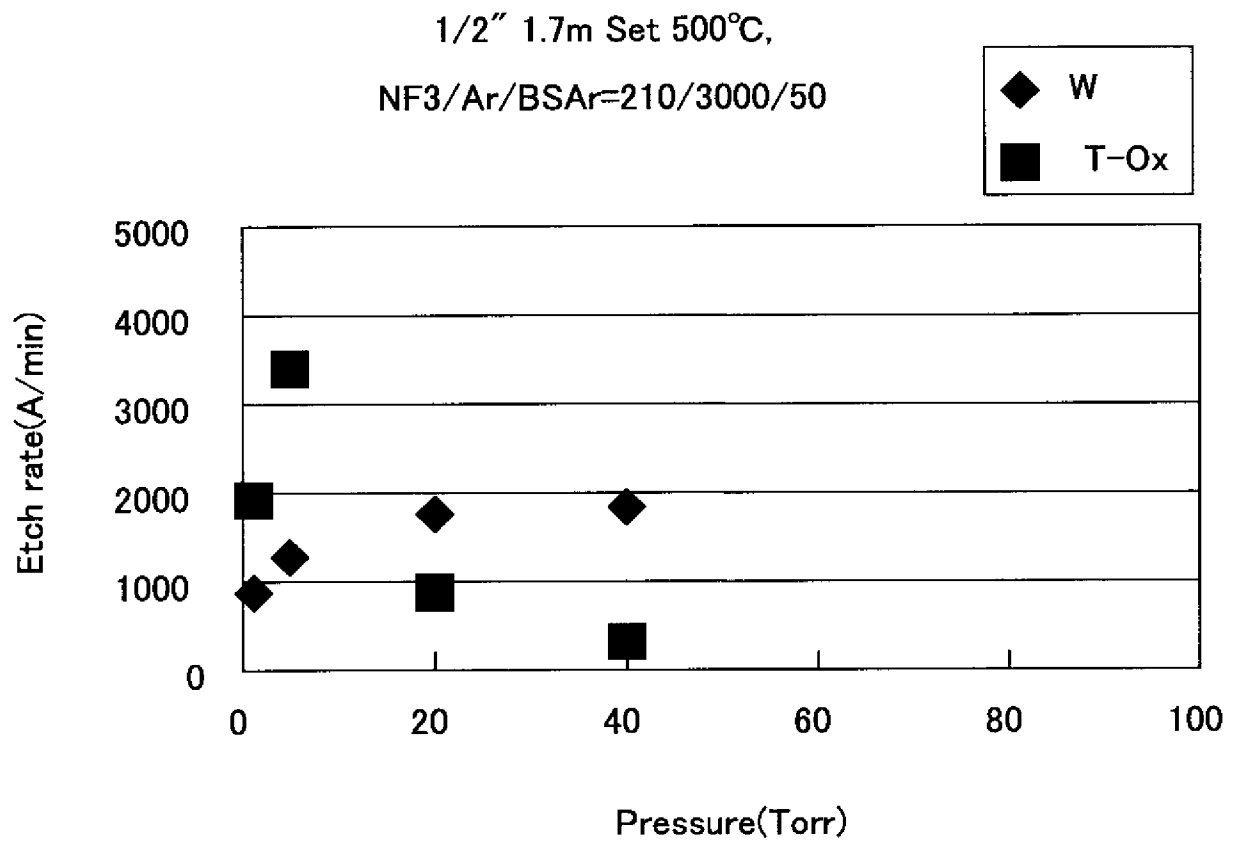
[図2B]



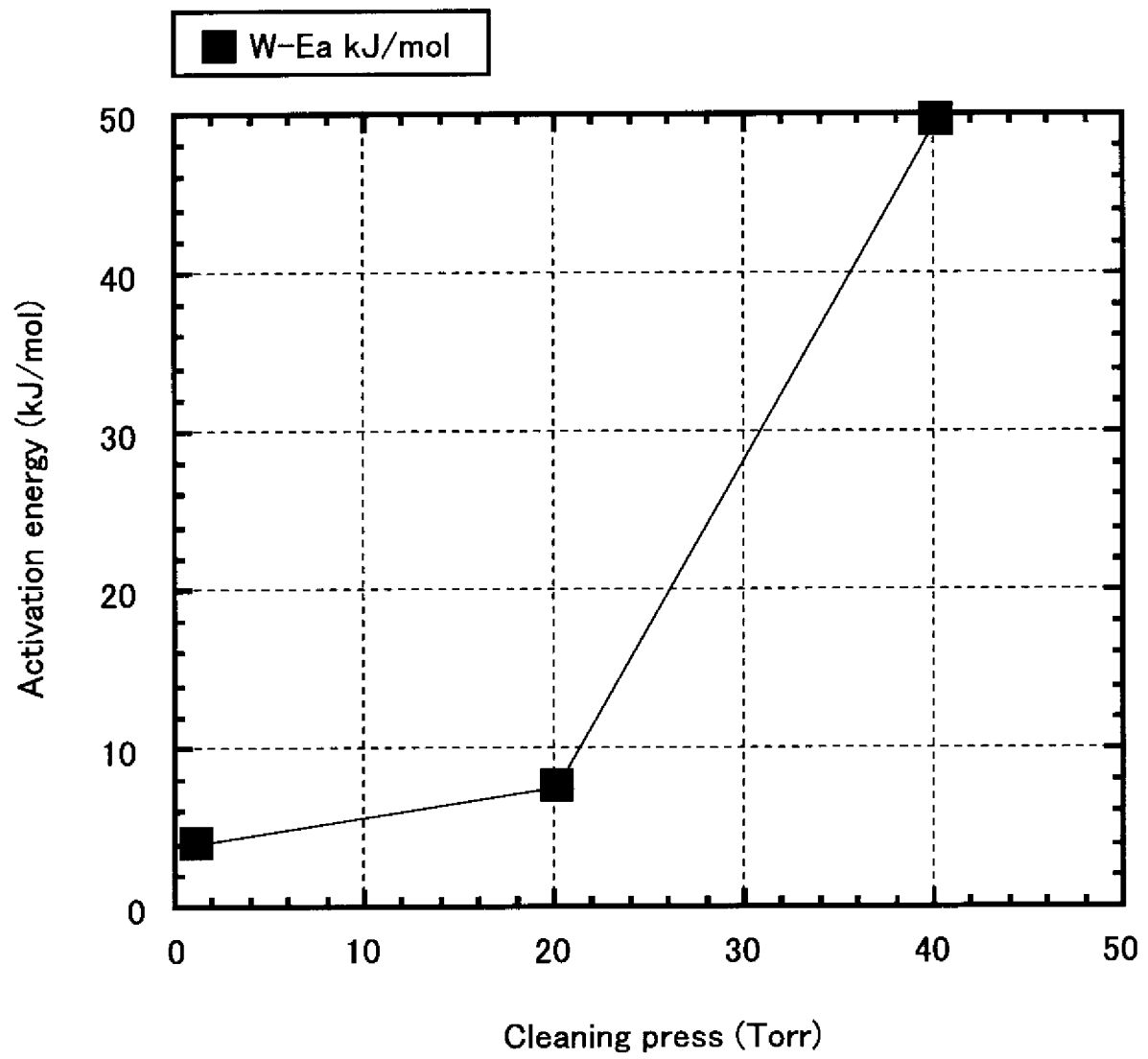
[図2C]



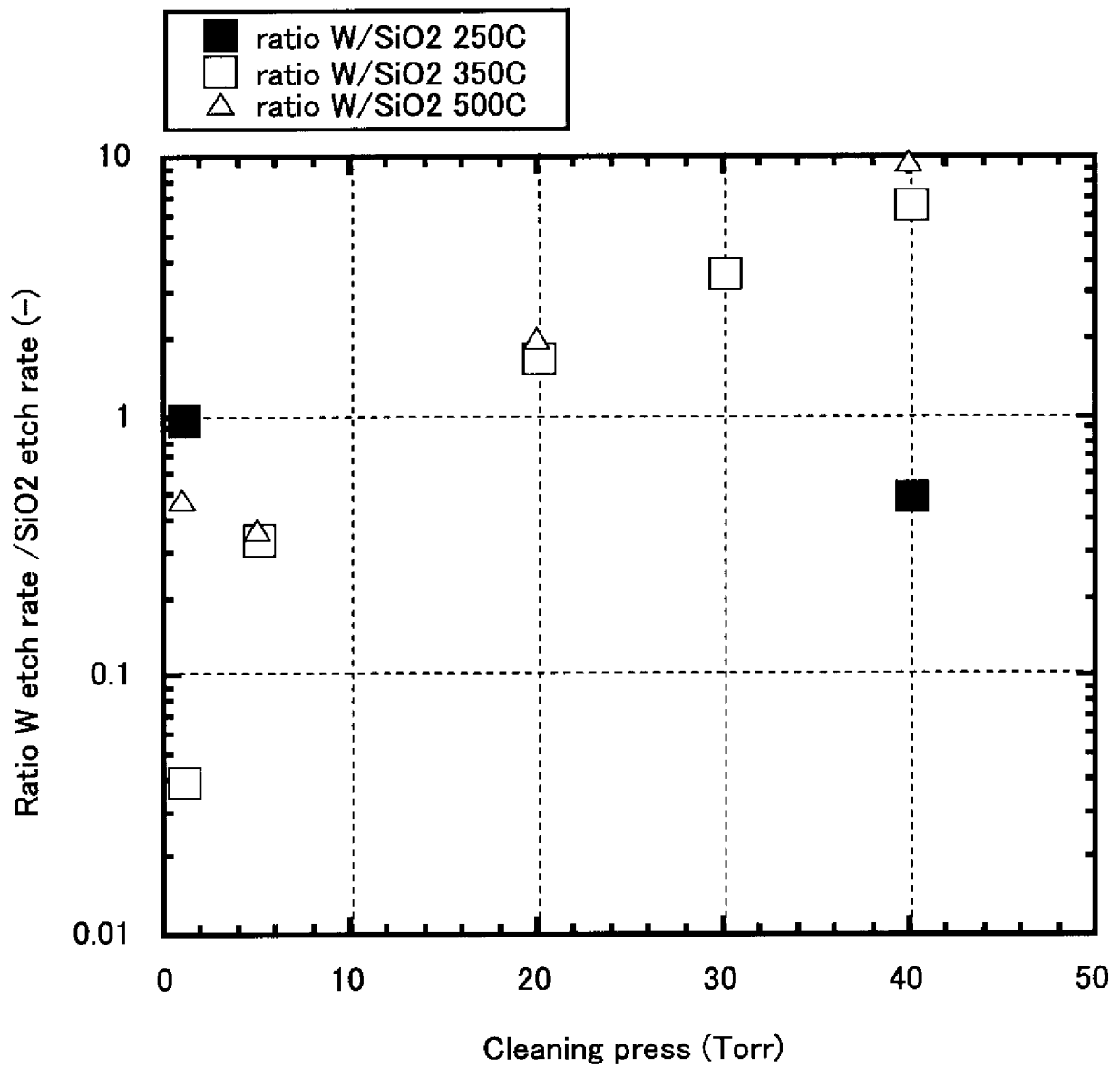
[図3]



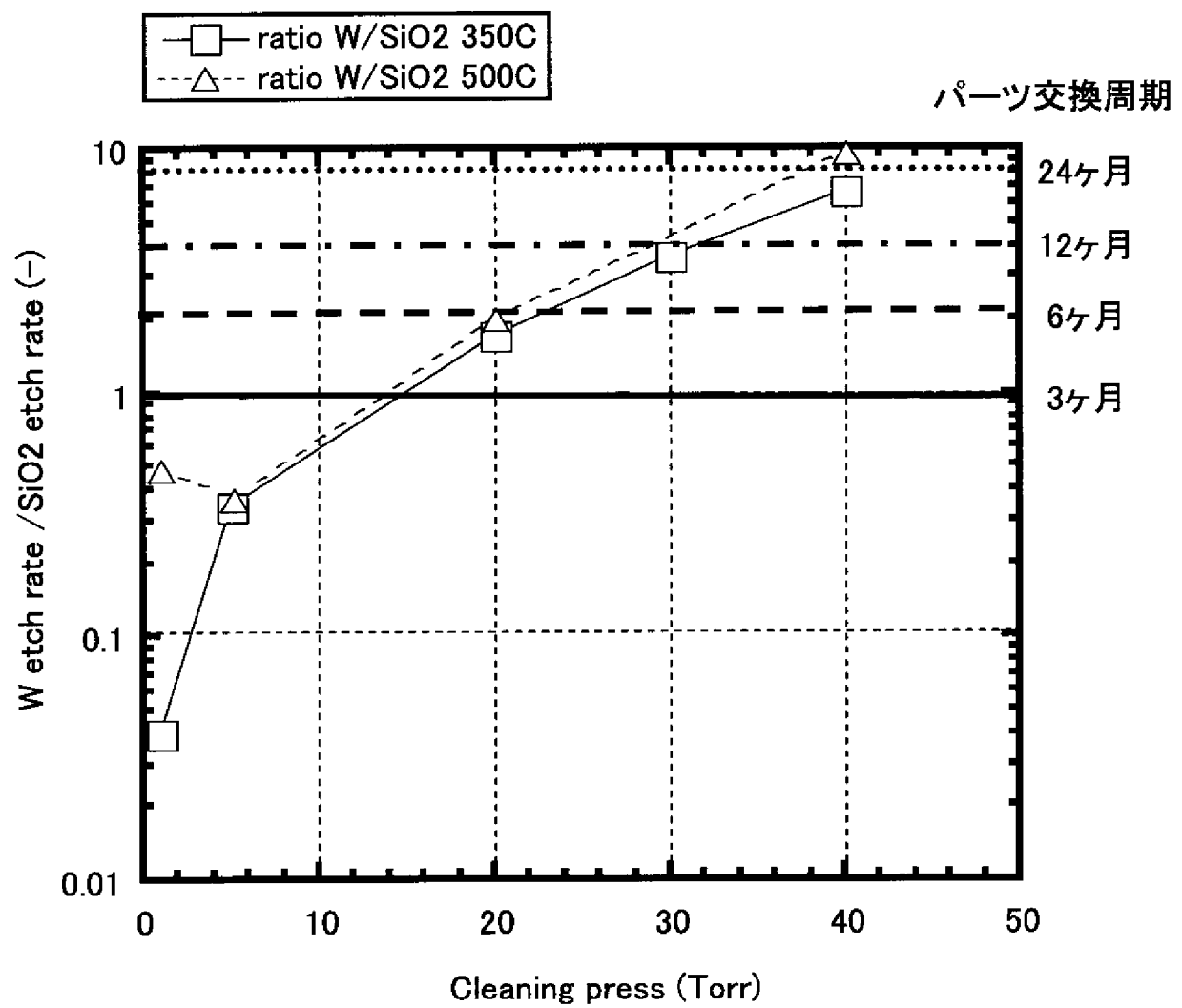
[図4]



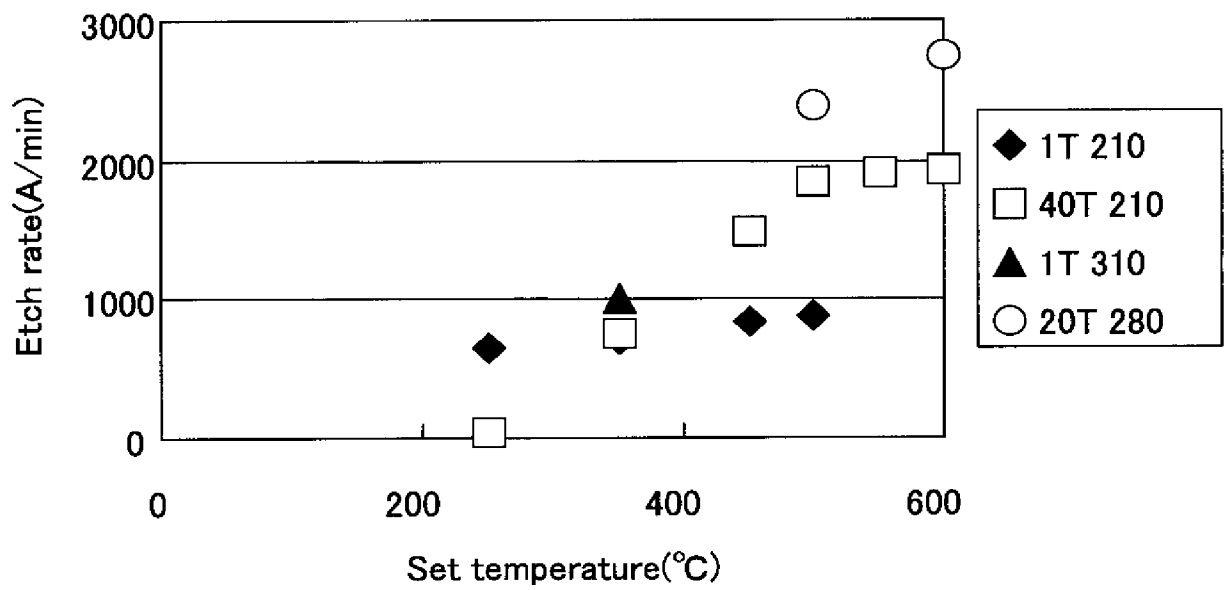
[図5]



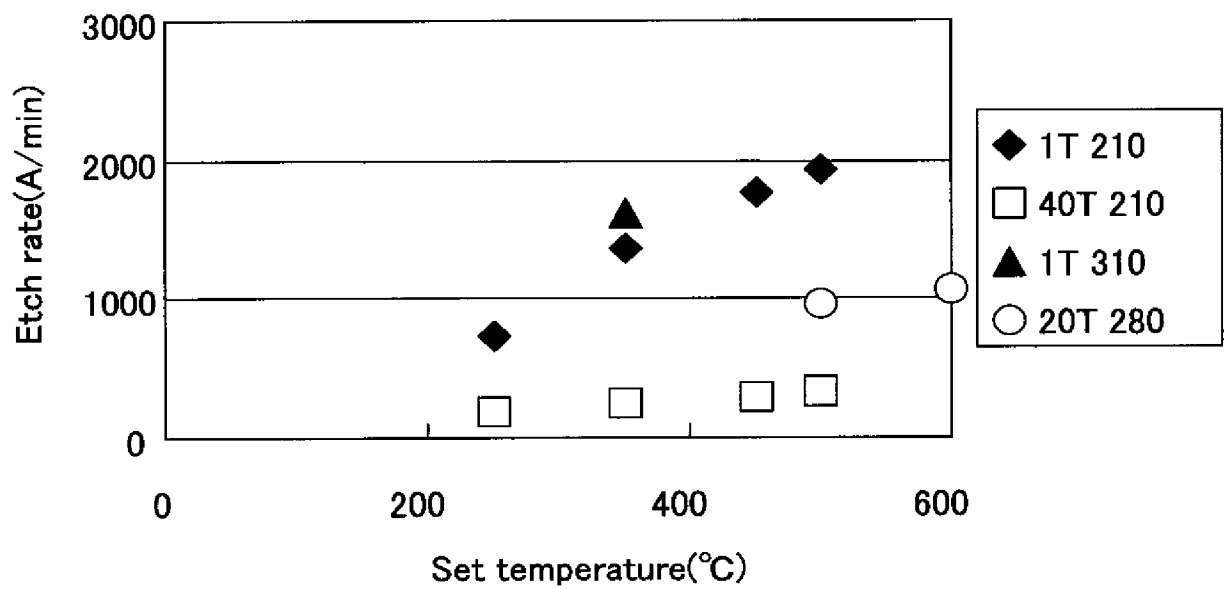
[図6]



[図7]



[図8]



[図9]

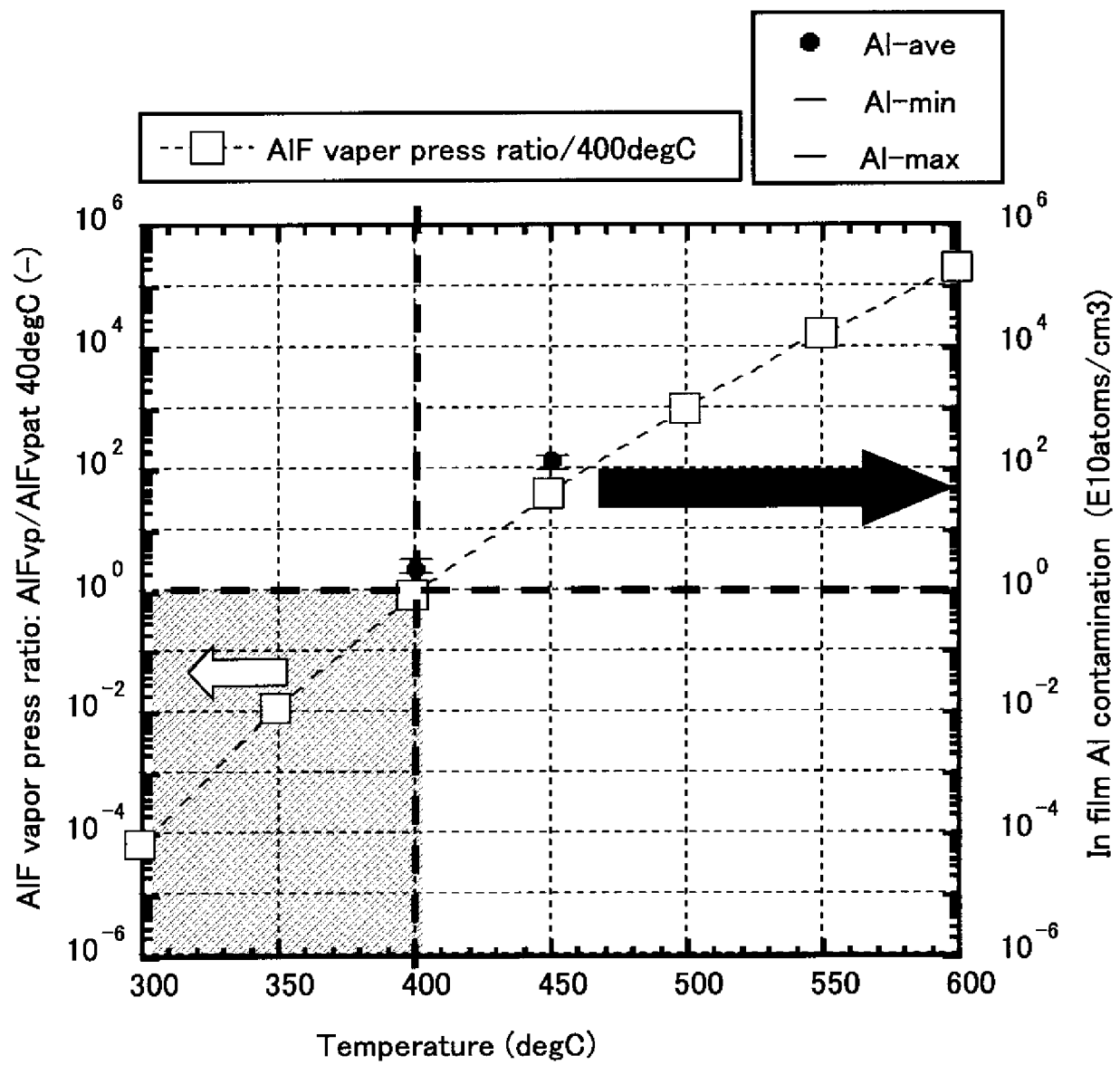
400degC

Element				Na	Al	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo	W	Pb
Detection limit(* E10atoms/cm ³)				0.5	0.4	2.0	0.8	4.0	0.5	0.2	0.5	0.6	0.7	0.6	0.1	0.2	0.1	0.1
400-01	Infilm			-	3.2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1
400-02				-	2.1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1
400-03				-	1.9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1

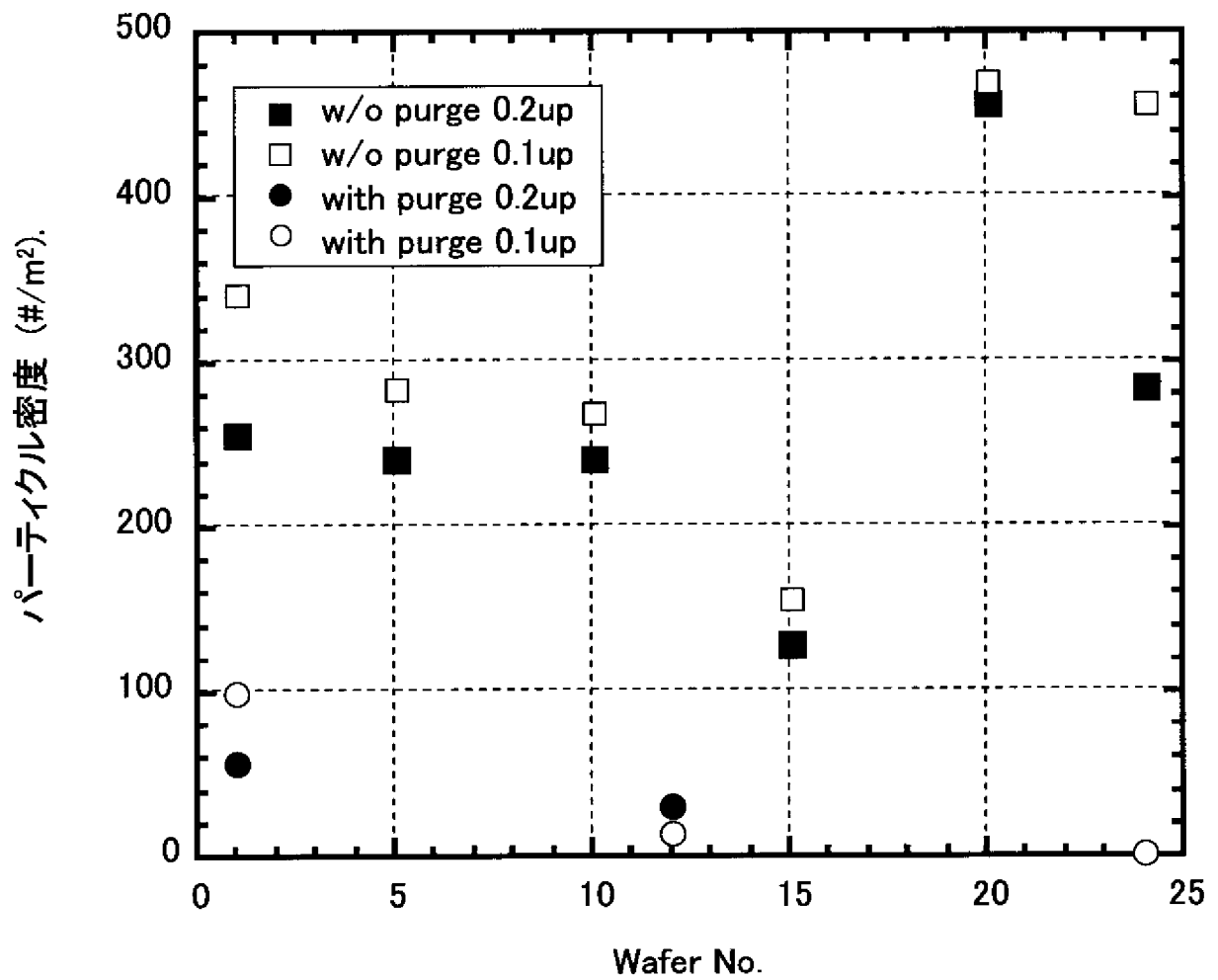
450degC

Element				Na	Al	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo	W	Pb
Detection limit(* E10atoms/cm ³)				1.0	0.8	4.0	2.0	8.0	1.0	0.4	1.0	2.0	2.0	2.0	0.2	0.4	0.2	0.2
450-01	Infilm			-	100.0	-	-	-	3.1	-	17.0	-	-	-	0.3	-	-	-
450-02				-	170.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.6	1.2	-	-

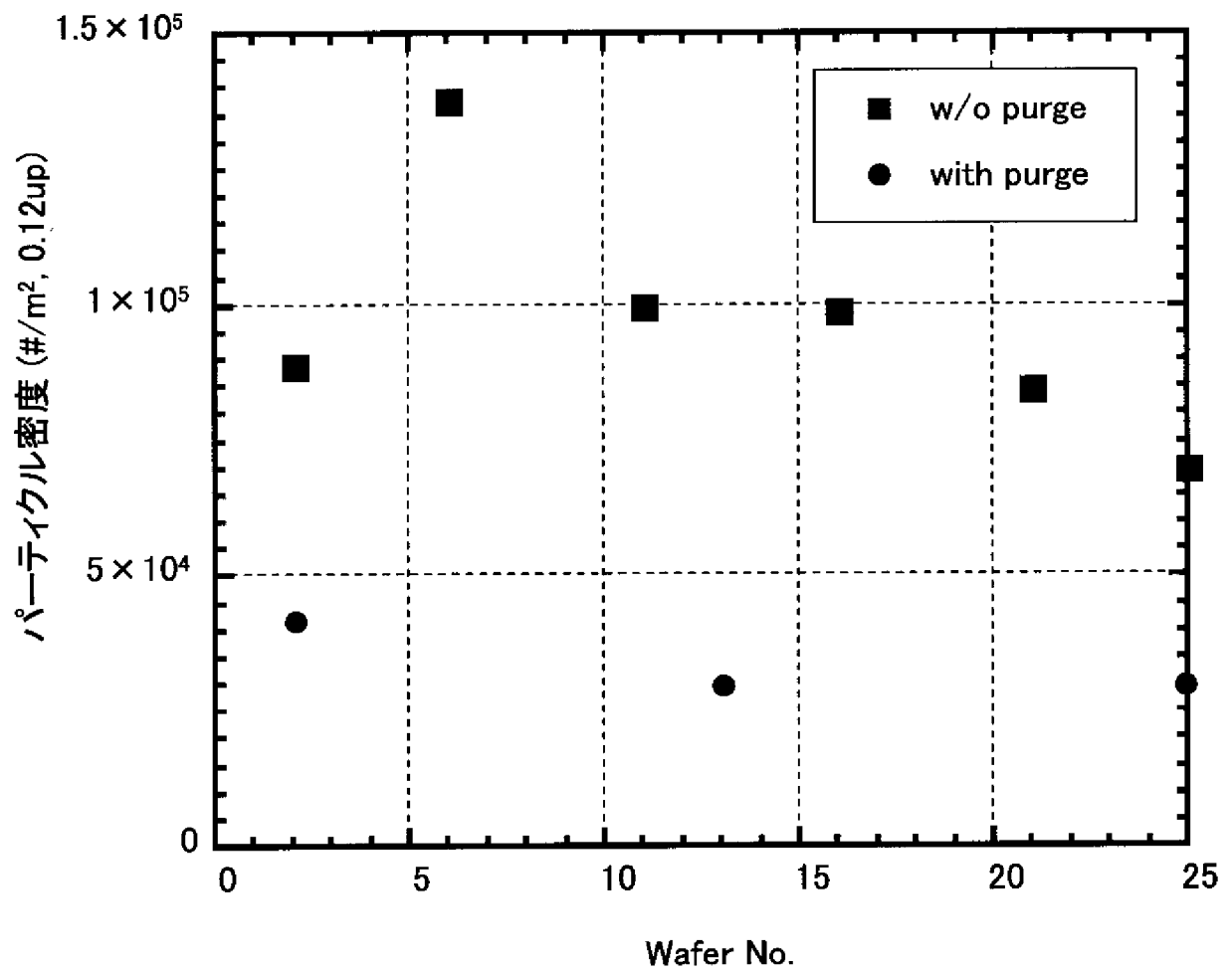
[図10]



[図11]



[図12]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/314612

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C23C16/44(2006.01) i, H01L21/304(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)

C23C16/00-16/56, H01L21/304

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	1996-2006
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2006	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2006

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.
Y A	JP 2004-179426 A (Tokyo Electron Ltd.), 24 June, 2004 (24.06.04), Claims 1, 5, 6, 9; examples; Fig. 6 & WO 2004/049421 A1 & US 2006/0124151 A1	1-4, 10, 13, 14 5-9, 11, 12
Y	JP 2002-329671 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 15 November, 2002 (15.11.02), Claim 1; Par. Nos. [0020] to [0022]; Fig. 1 (Family: none)	1-4, 10, 13, 14
Y	JP 10-321558 A (Tokyo Electron Ltd.), 04 December, 1998 (04.12.98), Claim 1; Par. Nos. [0022] to [0023] & US 5942282 A	1-4, 10, 13, 14

☒ 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
18 October, 2006 (18.10.06)

Date of mailing of the international search report
31 October, 2006 (31.10.06)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2006/314612

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-149989 A (Applied Komatsu Technology, Inc.), 02 June, 1998 (02.06.98), & US 5788778 A	1-14

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））
Int.Cl. C23C16/44(2006.01)i, H01L21/304(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（I P C））

Int.Cl. C23C16/00-16/56, H01L21/304

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 0 6 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 0 6 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 0 6 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 請求の範囲の番号
Y A	JP 2004-179426 A（東京エレクトロン株式会社）2004.06.24 請求項 1, 5, 6, 9, 第 1 実施例, 図 6 & WO 2004/049421 A1 & US 2006/0124151 A1	1-4, 10, 13, 14 5-9, 11, 12
Y	JP 2002-329671 A（松下電器産業株式会社）2002.11.15 請求項 1, [0020]-[0022]段落, 図 1 (ファミリーなし)	1-4, 10, 13, 14

☒ 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。

* 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

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

国際調査を完了した日

1 8 . 1 0 . 2 0 0 6

国際調査報告の発送日

3 1 . 1 0 . 2 0 0 6

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
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）

繁田 えい子

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

4 G

3 3 4 3

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 請求の範囲の番号
Y	JP 10-321558 A (東京エレクトロン株式会社) 1998. 12. 04 請求項 1, [0022]-[0023]段落 & US 5942282 A	1-4, 10, 13, 14
A	JP 10-149989 A (アプライドコマツテクノロジー株式会社) 1998. 06. 02 & US 5788778 A	1-14