

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C23C 16/44 (2006.01)

H01L 21/304 (2006.01)



[12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200680035493.6

[43] 公开日 2008年9月24日

[11] 公开号 CN 101273154A

[22] 申请日 2006.7.25

[21] 申请号 200680035493.6

[30] 优先权

[32] 2005.9.26 [33] JP [31] 278367/2005

[86] 国际申请 PCT/JP2006/314612 2006.7.25

[87] 国际公布 WO2007/034624 日 2007.3.29

[85] 进入国家阶段日期 2008.3.26

[71] 申请人 东京毅力科创株式会社

地址 日本东京都

[72] 发明人 山崎英亮 中村和仁 河野有美子

[74] 专利代理机构 北京纪凯知识产权代理有限公司

代理人 刘春成

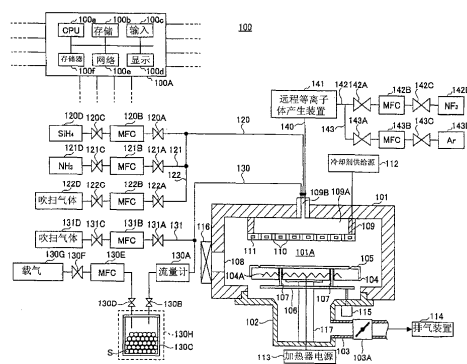
权利要求书3页 说明书18页 附图13页

[54] 发明名称

基板处理方法和记录介质

[57] 摘要

本发明提供一种基板处理方法，是成膜装置的基板处理方法，该成膜装置包括保持被处理基板并具有加热单元的保持台、和在内部配置有上述保持台的处理容器，该基板处理方法的特征在于，包括：向上述处理容器供给成膜气体，在上述被处理基板上进行成膜的成膜工序；在上述成膜工序之后，向上述处理容器供给已进行等离子体激励的清洁气体，进行上述处理容器内的清洁的清洁工序；和在上述清洁工序之后，在上述处理容器内进行涂敷成膜的涂敷工序，在上述清洁工序中，包括控制上述处理容器内的压力，使得利用已进行等离子体激励的上述清洁气体中的自由基再结合而成的分子进行的清洁起支配作用的高压工序，在上述涂敷工序中，包括相比上述成膜工序的对上述被处理基板进行成膜的情况，使上述保持台的温度降低并进行上述涂敷成膜的低温成膜工序。



1. 一种基板处理方法，是成膜装置的基板处理方法，该成膜装置包括保持被处理基板并具有加热单元的保持台、和在内部配置有所述保持台的处理容器，该基板处理方法的特征在于，包括：

向所述处理容器供给成膜气体，在所述被处理基板上进行成膜的成膜工序；

在所述成膜工序之后，向所述处理容器供给已进行等离子体激励的清洁气体，进行所述处理容器内的清洁的清洁工序；和

在所述清洁工序之后，在所述处理容器内进行涂敷成膜的涂敷工序，

在所述清洁工序中，包括控制所述处理容器内的压力，使得利用已进行等离子体激励的所述清洁气体中的自由基再结合而成的分子进行的清洁起支配作用的高压工序，在所述涂敷工序中，包括相比所述成膜工序的对所述被处理基板进行成膜的情况，使所述保持台的温度降低并进行所述涂敷成膜的低温成膜工序。

2. 如权利要求 1 所述的基板处理方法，其特征在于：

所述清洁气体由 NF_3 构成，在所述成膜工序中成膜的膜含有 W。

3. 如权利要求 2 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述高压工序中，所述处理容器内的压力为 20Torr 以上。

4. 如权利要求 3 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述高压工序中，所述保持台的温度为 350℃ 以上。

5. 如权利要求 2 所述的基板处理方法，其特征在于：

所述清洁工序包括使所述处理容器内的压力比所述高压工序中的压力低，并对所述处理容器内进行清洁的低压工序。

6. 如权利要求 5 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述低压工序中，所述处理容器内的压力为 10Torr 以下。

7. 如权利要求 6 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述低压工序中，所述保持台的温度为 300℃ 以下。

8. 如权利要求 5 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述低压工序中，所述基板保持台的温度比所述高压工序中的温度低。

9. 如权利要求 5 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述清洁工序中，在所述低压工序之后实施所述高压工序。

10. 如权利要求 1 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述低温成膜工序中，所述保持台的温度为 430℃ 以下。

11. 如权利要求 1 所述的基板处理方法，其特征在于：

所述涂敷工序还包括使所述保持台的温度比所述低温成膜工序中的温度高，并对所述处理容器内进行涂敷成膜的高温成膜工序，

12. 如权利要求 11 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述涂敷工序中，在所述低温成膜工序之后进行所述高温成膜工序。

13. 如权利要求 1 所述的基板处理方法，其特征在于：

在所述清洁工序和所述涂敷工序之间，还具有由惰性气体对所述处理容器内进行吹扫的吹扫工序。

14. 一种记录介质，其存储有在计算机中运行成膜装置的基板处理方法的程序，该成膜装置包括：保持被处理基板并且具有加热单元的保持台、和在内部配置有所述保持台的处理容器，该记录介质的特征在于：

所述基板处理方法包括：

向所述处理容器供给成膜气体，在所述被处理基板上进行成膜的成膜工序；

在所述成膜工序之后，向所述处理容器供给已进行等离子体激励的清洁气体，进行所述处理容器内的清洁的清洁工序；和

在所述清洁工序之后，在所述处理容器内进行涂敷成膜的涂敷工序，

在所述清洁工序中，包括控制所述处理容器内的压力，使得利用已进行等离子体激励的所述清洁气体中的自由基再结合而成的分子进行的清洁起支配作用的高压工序，在所述涂敷工序中，包括相比所述成膜工序的对所述被处理基板进行成膜时的情况，使所述保持台的温度降低的低温成膜工序。

基板处理方法和记录介质

技术领域

本发明涉及在被处理基板上进行成膜的成膜装置的基板处理方法和存储有在计算机中运行该基板处理方法的程序的记录介质。

背景技术

在被处理基板上进行成膜的成膜装置，例如 CVD（化学气相沉积）装置等中，在处理容器内载置被处理基板并进行规定的成膜。通过这样的成膜处理在被处理基板上形成期望的薄膜，但是该处理容器的内壁、或基板保持台等被处理基板以外的部件也会附着有成膜处理所产生的薄膜，成为堆积物。这样附着的上述堆积物随着反复利用成膜装置进行成膜而膜厚增大，最终剥离并成为产生颗粒的原因。

因此，为了除去处理容器内的堆积物，提出使用远程等离子体的清洁方法。例如，在远程等离子体清洁方法中，在基板处理容器之外设置有用于生成氟自由基的远程等离子体产生部，通过激励等离子体，利用例如 NF_3 等清洁气体生成氟自由基。因此，通过将该氟自由基导入基板处理容器，使堆积物气化并向该基板处理容器外排出。

专利文献 1：日本特开平 10-149989 号公报

发明内容

但是，在上述利用远程等离子体的清洁方法中，因为在用于清洁的反应种中主要使用氟自由基，所以例如在基板处理容器内部具有石英部件等的情况下，存在该石英部件被蚀刻的问题。而且，在该基板处理容器内部使用 AlN 、 Al_2O_3 等陶瓷部件的情况下，虽然相比于上述石英部件的情况，蚀刻量较小，但是因为向该基板处理容器内大量导入该氟自由基，所以该陶瓷部件通过该氟自由基被蚀刻，形成例如铝的化合物等，并残留在该基板处理容器内，担心其混入在成膜工序中形成的薄膜中，作为膜中污染导致该薄膜的膜质下降。

因此，在本发明中，为了解决上述问题，总的目的在于提供一种新型且有用的基板处理方法和存储有在计算机中运行该基板处理方法的程序的记录介质。

本发明具体的课题是，提供一种能够高效地保持成膜装置的处理容器内的清洁并且生产率良好的基板处理方法，和存储有在计算机中运行该基板处理方法的程序的记录介质。

在本发明第一观点中，通过下述方法解决上述问题，该方法是成膜装置的基板处理方法，该成膜装置包括保持被处理基板并具有加热单元的保持台、和在内部配置有上述保持台的处理容器，上述基板处理方法的特征在于，包括：向上述处理容器供给成膜气体，在上述被处理基板上进行成膜的成膜工序；在上述成膜工序之后，向上述处理容器供给已进行等离子体激励的清洁气体，进行上述处理容器内的清洁的清洁工序；和在上述清洁工序之后，在上述处理容器内进行涂敷成膜的涂敷工序，在上述清洁工序中，包括控制上述处理容器内的压力，使得利用已进行等离子体激励的上述清洁气体中的自由基再结合而成的分子进行的清洁起支配作用的高压工序，在上述涂敷工序中，包括相比上述成膜工序的对上述被处理基板进行成膜的情况，使上述保持台的温度降低并进行上述涂敷成膜的低温成膜工序。

此外，在本发明第二观点中，通过下述记录介质解决上述问题，该记录介质存储有在计算机中运行成膜装置的基板处理方法的程序，该成膜装置包括：用于保持被处理基板并且具有加热单元的保持台、和在内部配置有上述保持台的处理容器，该记录介质的特征在于：上述基板处理方法包括：向上述处理容器供给成膜气体，在上述被处理基板上进行成膜的成膜工序；在上述成膜工序之后，向上述处理容器供给已进行等离子体激励的清洁气体，进行上述处理容器内的清洁的清洁工序；和在上述清洁工序之后，在上述处理容器内进行涂敷成膜的涂敷工序，在上述清洁工序中，包括控制上述处理容器内的压力，使得利用已进行等离子体激励的上述清洁气体中的自由基再结合而成的分子进行的清洁起支配作用的高压工序，在上述涂敷工序中，包括相比上述成膜工序的对上述被处理基板进行成膜的情况，使上述保持台的温度降低的低温成膜工序。

根据本发明，能够提供一种高效地保持成膜装置的处理容器内的清洁并且生产率良好的基板处理方法，和存储有在计算机中运行该基板处理方法的程序的记录介质。

附图说明

图1是实施实施例1的基板处理方法的成膜装置的一个例子。

图2A是表示实施例1的基板处理方法的图（之一）。

图2B是表示实施例1的基板处理方法的图（之二）。

图2C是表示实施例1的基板处理方法的图（之三）。

图3是比较W膜和热氧化膜的蚀刻速率的图。

图4是表示压力和W膜的蚀刻的活化能（activation energy）的关系的图。

图5是表示W膜和热氧化膜的蚀刻速率的比的图（之一）。

图6是表示W膜和热氧化膜的蚀刻速率的比的图（之二）。

图7是表示变更压力和保持台的温度时的W膜的蚀刻速率的图。

图8是表示变更压力和保持台的温度时的热氧化膜的蚀刻速率的图。

图9是表示膜中的污染物质的检测结果的图。

图10是表示Al的氟化物的蒸气压和膜中的Al污染的检测结果的图。

图11是表示颗粒测定的结果的图（之一）。

图12是表示颗粒测定的结果的图（之二）。

101、102 处理容器；103 排气口；103A 压力调整单元；104 基板保持台；105 保持台盖；106 销设置台；107 顶起（突き上げ）销；108 开口部；109 喷淋头部；109A 扩散区域；109B 供给口；110 气体孔；111 沟槽；112 冷却剂供给源；113 电源；114 排气装置；115 可动装置；116 闸阀；120、130、121、140、142、143 气体管线；130C 原料供给器；122、131 吹扫管线；120A、120C、121A、121C、122A、122C、130B、130D、130E、131A、131C、142A、142C、143A、143C 阀；120B、121B、131B、130B 质量流量控制器；130A 流量计；120D、121D 原料气体供给源；122D、131D 吹扫气体供给源；142D 清洁气体供给

源；143D 稀释气体供给源

具体实施方式

本发明的基板处理方法是使用成膜装置连续实施成膜处理、清洁处理、和清洁处理后的涂敷处理时的方法。

在本发明中，通过适当地控制清洁时的成膜装置的处理容器内的压力，实施高效且减少处理容器内的损伤的清洁，进而通过采用合适的涂敷处理的温度，能够保持处理容器内洁净，能够改善清洁和清洁后的处理，提高成膜装置的生产率。

接着，下面对能够实施上述基板处理方法的成膜装置的一个例子进行说明。

实施例 1

图 1 是示意性地表示实施后述的本发明的实施例 1 的基板处理方法的成膜装置的一个例子的图。参照图 1，本实施例的成膜装置 100 具有在底部具有开口部的框体形状的处理容器 101，和与该开口部嵌合设置并且具有向下凸出的圆筒部的处理容器 102，具有由该处理容器 101、102 构成的内部空间 101A。上述处理容器 101、102 例如由铝或铝合金等含铝的金属材料构成。

上述内部空间 101A 采用能够通过设置在上述处理容器 102 上的排气口 103，例如利用真空泵等排气装置 114 进行排气并成为减压状态的结构。此外，上述排气口 103 上设置有助于控制上述内部空间 101A 的压力的压力调整阀 103A，上述内部空间 101A 的压力被控制。

此外，在上述处理容器 102 的底部直立设置有圆柱状的支承部 117，在该支承部 117 上设置大致圆板状的基板保持台 104。上述基板保持台 104 例如由 AlN 或 Al_2O_3 等含铝的陶瓷材料构成，该保持台 104 内置有与电源 113 连接的加热器 104A，能够对保持在该基板保持台 104 上的被处理基板 W 进行加热。

在上述被处理基板 W 的周围，在上述保持台 104 上设置有例如由石英构成的大致环状（doughnut）的保持台盖 105。上述保持台盖 105 具有保护上述保持台 104 并且调整上述被处理基板 W 的周围的高度的功能，还具有使上述被处理基板 W 的周围与上述被处理基板 W 的表

面成为相同高度，使被处理基板 W 的成膜均匀性良好的功能。

此外，通过使上述保持台盖 105 为规定厚度，在该保持台盖 105 的背面（保持台 104 侧）和表面（上述喷淋头部 109 侧）之间产生温度差，即成为热缓冲部件，使得高温的部分不会曝露在原料气体、清洁气体中。

如上述保持台盖 105 那样设置在成膜的被处理基板附近的结构物，优选是不含有会成为成膜的污染源的金属、有机物等的材料，此外，优选加工精度良好、具有耐热性（500℃～600℃左右）、并且具有加热时的脱气量少等特性。因此，上述保持台盖 105 由满足上述条件的石英材料形成。

此外，保持在上述保持台 104 上的被处理基板 W 采用利用贯通上述保持台 104 设置的顶起销 107 能够升起的结构。上述顶起销 107 被设置在圆板状的销设置台 106 上，该销设置台 106 通过可动装置 115 上下移动，实施上述顶起销 107 的上下移动的操作。

例如，在将上述被处理基板 W 搬出至上述处理容器 101 的外部时，或者将从外部搬入的上述被处理基板 W 设置在上述基板保持台 104 上时，进行上述顶起销 107 的上下移动的操作。

此外，在上述处理容器 101 的侧壁部形成有安装有闸阀 116 的开口部 108。因此，能够开放上述闸阀 116，使用例如搬送机械臂实施被处理基板 W 的搬入、搬出。

此外，在上述处理容器 101 的与上述基板保持台 104 相对的一侧设置有向上述内部空间 101A 供给用于在被处理基板 W 上进行成膜的原料气体的喷淋头部 109。此外，从上述喷淋头部 109 还能够供给用于清洁上述内部空间 101A 的清洁气体。

上述喷淋头部 109 具有从后述的气体管线供给原料气体、清洁气体等的供给口 109B，用于扩散该原料气体、清洁气体的扩散区域 109A，和向上述内部空间 101A 供给该原料气体、清洁气体的气体孔 110。

此外，在上述喷淋头部 109 上形成有流动用于冷却该喷淋头部 109 的冷却剂的沟槽 111，从冷却剂供给源 112 向该沟槽 111 供给冷却剂。

此外，上述供给口 109B 上分别连接有气体管线 120、130、140，能够向上述喷淋头部 109 供给用于成膜的多个原料气体和已由远程等

离子体产生装置（后述）进行等离子体激励的清洁气体。

首先，在上述气体管线 120 上通过阀 120A、120C 和质量流量控制器 120B 设置有助于供给例如 SiH_4 等原料气体的原料气体供给源 120D。通过开放上述阀 120A、120C，能够由上述质量流量控制器 120B 控制流量，向上述内部空间 101A 供给气体原料。

此外，气体管线 121 与上述气体管线 120 连接。上述气体管线 121 上通过阀 121A、121C 和质量流量控制器 121B 设置有助于供给例如 NH_3 等原料气体的原料气体供给源 121D。通过开放上述阀 121A、121C，能够由上述质量流量控制器 121B 控制流量，向上述内部空间 101A 供给原料气体。

此外，吹扫管线 122 与上述气体管线 120 连接。上述吹扫管线 122 上通过阀 122A、122C 和质量流量控制器 122B 设置有助于吹扫气体供给源 122D。通过开放上述阀 122A、122C，能够由上述质量流量控制器 122B 控制流量，向上述内部空间 101A 供给吹扫气体。

此外，在上述气体管线 130 上通过流量计 130A、阀 130B 连接有在内部保持有固体原料 S 的原料供给装置 130C。该原料供给装置 130C 上安装有加热器 130H，能够加热上述固体原料气体 S，将升华的原料气体与后述的载气一起供给至上述内部空间 101A。

此外，在上述原料供给装置 130C 上通过阀 130D、质量流量控制器 130E、阀 130F 连接有载气供给源 130G。通过开放上述阀 130D、130F，能够由上述质量流量控制器 130E 控制流量，向上述原料供给装置 130C 供给载气。

此外，吹扫管线 131 与上述气体管线 130 连接。在上述吹扫管线 131 上通过阀 131A、131C 和质量流量控制器 131B 设置有助于吹扫气体供给源 131D。通过开放上述阀 131A、131C，能够由质量流量控制器 131B 控制流量，向上述内部空间 101A 供给吹扫气体。

此外，远程等离子体产生装置 141 与上述气体管线 140 连接。上述远程等离子体装置 141 具有使用例如频率为 400kHz 的高频电力，对供给的清洁气体进行等离子体激励的结构。此外，上述高频并不局限于 400kHz，例如也可以在 400kHz~3GHz 的高频~微波的区域中进行等离子体激励。

气体管线 142 与上述远程等离子体产生装置 141 连接。在上述气体管线 142 上通过阀 142A、142C 和质量流量控制器 142B 设置有助于供给例如 NF_3 等清洁气体的清洁气体供给源 142D。通过开放上述阀 142A、142C，能够由上述质量流量控制器 142B 控制流量，向上述远程等离子体产生装置 141 供给清洁气体。

此外，气体管线 143 与上述气体管线 142 连接。在上述气体管线 143 上通过阀 143A、143C 和质量流量控制器 143B 设置有助于供给例如 Ar 等稀释气体的稀释气体供给源 143D。通过开放上述阀 143A、143C，能够由上述质量流量控制器 143B 控制流量，向上述远程等离子体产生装置 141 供给稀释气体。

在上述远程等离子体产生装置 141 中，被供给的清洁气体例如 NF_3 气体与稀释气体一起进行等离子体激励，形成作为起清洁作用的反应种的氟自由基。由此，从上述远程等离子体产生装置 141 通过上述喷淋头部 109 向上述内部空间 101A 供给主要为氟自由基的起清洁作用的反应种。

此外，在上述成膜装置 100 中，与成膜、清洁相关的处理，例如上述阀的开闭、流量控制、基板保持台的加热器的控制、压力调整阀的控制、顶起销的上下移动、真空排气等的动作，基于例如被称为方案的程序进行动作。在该情况下，这些动作由具有 CPU100a 的控制装置 100A 控制。图示中省略它们的连接配线。

上述控制装置 100A 具有 CPU100a、存储有上述程序的记录介质 100b、键盘等输入单元 100c、显示单元 100d、用于连接网络的连接单元 100e、和存储器 100f。

接着，对使用上述成膜装置 100 的实施例 1 的成膜方法进行说明。图 2A 是表示本发明的实施例 1 的基板处理方法的概要的流程图。参照图 2A，首先，在步骤 10（图中以 S10 表示，以下相同）中，从上述气体管线 120 和/或上述气体管线 130 向由上述处理容器 101、102 构成的上述内部空间 101A 供给原料气体，在被处理基板上进行成膜（例如进行 W 膜的成膜）。

此外，并不限于对一个被处理基板进行成膜处理，也可以连续对多个被处理基板进行成膜。

接着，在步骤 20 中，向上述内部空间 101A 供给已进行等离子体激励的清洁气体（例如 NF_3 等氟化合物气体），对堆积在处理容器内的堆积物进行清洁。以该情况下，现有技术中主要使用由上述远程等离子体产生装置 141 生成的清洁气体的自由基，对堆积物进行蚀刻。

但是，在本实施例的清洁中，因为使处理容器内（上述内部空间 101A）的压力为规定压力以上，所以在上述内部空间 101A 中，利用自由基再结合而成的分子对堆积物进行的蚀刻起支配作用。

因此，清洁的对象膜（例如 W 膜）的蚀刻速率被维持在较高水平，并且能够抑制对处理容器内的部件（例如构成上述保持台盖 105 的石英等）造成的损伤。对于这些压力和蚀刻速率在以后进行详细说明。

接着，在步骤 30 中，从上述气体管线 120 和/或上述气体管线 130 供给例如 Ar 等惰性气体，从而对上述内部空间 101A 进行吹扫。本步骤也能够省略，但是，通过设置本步骤的处理，能够抑制处理容器内颗粒的产生。

接着，在清洁后，为了抑制例如 Al 的氟化物（AlF）等污染、颗粒的产生源向处理容器内扩散，对上述内部空间 101A 内的上述例如处理容器 101 的内壁、上述保持台 104 等进行涂膜（coating film）的成膜。该涂膜只要形成为与例如步骤 10 中在被处理基板上形成的膜相同的膜即可。

在现有技术中，即使在形成有这种涂膜的情况下，根据涂膜的成膜条件的不同，Al 的氟化物可能会在处理容器内扩散，难以利用涂膜抑制颗粒、污染的产生。

例如，在进行涂膜的成膜时，如果上述保持台 104 为与通常的成膜处理时相同的高温（在包括 W 膜等的金属的 CVD 法的情况下，例如为 $500^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ 左右），会产生在形成涂膜之前，AlF（主要从上述保持台 104）向上述内部空间 101A 蒸发扩散的问题。

因此，在本实施例中，使涂膜的成膜时的保持台的温度比先前说明的步骤 10 的通常的成膜处理时的温度低。由此，在 AlF 的蒸气压较低的状态下对保持台表面、处理容器等进行涂敷。结果，能够抑制 AlF 的产生，抑制颗粒、污染的产生。这些涂膜形成时的保持台 104 的温度与 AlF 的产生的关系在后面进行叙述。

此外, 这样在低温下进行涂膜的成膜从而抑制 AIF 的产生的效果, 通过与对处理容器内的部件的损伤小、步骤 20 的在高压下进行的清洁相组合, 能够更为显著。即, 在现有技术的主要使用自由基的清洁中, 不仅会对处理容器内的石英等部件造成损伤, 而且虽然蚀刻量较小, 但也会对 AlN、Al₂O₃ 等构成保持台的材料造成损伤。因此, 进行能够抑制对 AlN、Al₂O₃ 等的损伤 (与 F 反应) 的、以分子为主体的蚀刻 (清洁), 并进一步通过在低温下形成涂膜, 能够使抑制 AIF 扩散的效果更加显著。

在上述涂敷成膜之后, 上述内部空间 101A 保持洁净, 能够再次实施成膜, 能够使处理返回到步骤 10。

这样, 在本实施例的基板处理方法中, 作为清洁对象的堆积物的蚀刻速率变高, 另一方面, 能够抑制处理容器、处理容器内的部件的损伤, 并进一步抑制 AIF 等的产生。因此, 能够高效地保持成膜装置的处理容器内的清洁, 使生产率良好。

此外, 上述图 2A 所示的基板处理方法也可以变更为图 2B 所示的方法。其中, 对图中已经说明的部分标注相同的参照符号并省略说明。

参照图 2B, 在本图所示的方法中, 在步骤 10 和步骤 20 之间追加有步骤 15 的处理。在步骤 15 中, 上述内部空间 101A 的压力比步骤 20 的情况下的上述内部空间 101A 的压力低, 以尽可能不消减已进行等离子体激励的清洁气体的自由基的方式进行使用自由基的清洁。

该方法是, 例如在上述内部空间 101A 中, 在结构上存在有温度不能上升的位置, 例如处理容器的角落等的情况下, 用于使清洁对象 (例如 W 膜) 和处理容器内的部件 (例如 SiO₂) 的蚀刻的选择比良好的方法。这些内容将在后面进行详细说明。

此外, 上述图 2B 所示的基板处理方法也可以变更为图 2C 所示的方法。其中, 对图中已经说明的部分标注相同的参照符号并省略说明。

参照图 2C, 在本图所示的方法中, 在步骤 40 之后追加有步骤 45。与步骤 40 的上述保持台 104 的温度相比, 使步骤 45 中的上述保持台 104 的温度升高, 并进行涂敷成膜。通过设置本步骤, 能够形成膜质更加良好的涂膜, 能够达到使涂膜的密接性良好的效果。

接着, 下面基于使用上述成膜装置 100 进行的实验结果, 对上述

所示的基板处理方法的效果进行说明。以下表示的数据和图表是本发明的发明人使用上述成膜装置 100 得到的结果。

图 3 是表示使用通过上述远程等离子体产生装置 141 进行等离子体激励的清洁气体,在上述成膜装置 100 的上述内部空间 101A (上述保持台 104 上)进行的蚀刻速率的测定结果的图。在图 3 中,分别表示在使上述内部空间 101A 的压力变化的情况下的 W 膜的蚀刻速率(图中以◆表示 W)和热氧化膜的蚀刻速率(图中以■表示 T-Ox)。在该情况下,清洁气体(NF₃)的流量为 210sccm,稀释气体(Ar)的流量为 3000sccm,保持台的温度为 500℃。

参照图 3,随着上述内部空间 101A 的压力增大,热氧化膜的蚀刻速率迅速降低。另一方面,W 膜的蚀刻速率随着上述内部空间 101A 的压力的上升而缓慢上升。

这被认为是因为随着上述内部空间 101A 的压力的增大,NF₃进行等离子体激励而生成的 F 自由基消减并再结合,生成 F 分子(F₂),主要是 F 分子的蚀刻起支配作用。因此,认为尤其是热氧化膜的蚀刻速率迅速降低。

在该情况下,考虑到热氧化膜的蚀刻量与构成上述保持台盖 105 的石英材料(SiO₂)的蚀刻量之间相互关联,可知通过增大上述内部空间 101A 的压力能够抑制石英材料的损伤量(蚀刻量)。此外,同样的,认为也能够降低构成保持台的 AlN 或 Al₂O₃ 的损伤量。

另一方面,W 膜的蚀刻速率随着上述内部空间 101A 的压力的增大而变大。

图 4 表示的是在上述情况下,上述内部空间 101A 的压力与 W 膜的蚀刻的活化能的关系。参照图 4 可知,该活化能在上述内部空间 101A 的压力为 20Torr(2666Pa)以上的区域中尤为迅速地增大。即,可知上述内部空间 101A 的压力优选为 20Torr(2666Pa)以上。在该情况下,能够在较高地维持堆积在处理容器内的堆积物(W 膜)的蚀刻速率的同时,抑制处理容器内的部件(石英等)的损伤。

此外,图 5 是表示在上述实验中,变更上述保持台 104 的温度(250℃、350℃、500℃)的情况下的上述内部空间 101A 的压力与热氧化膜和 W 膜的蚀刻速率的比的关系的图。在该情况下,蚀刻速率的比是 W

膜的蚀刻速率相对热氧化膜的蚀刻速率的比（W膜的蚀刻速率/热氧化膜的蚀刻速率，下文中称为蚀刻速率比）。图中，■表示保持台的温度为 250℃时的结果，□表示保持台的温度为 350℃时的结果，△表示保持台的温度为 500℃时的结果。

参照图 5 可知，在上述保持台 104 的温度为 350℃和 500℃的情况下，随着上述内部空间 101A 的压力的增大，上述蚀刻速率比增大，能够在抑制处理容器内的部件的损伤的同时高效地对清洁的对象膜进行蚀刻。

另一方面，在上述保持台 104 的温度为 250℃的情况下，相反的，随着上述内部空间 101A 的压力的增大，蚀刻速率比有稍微减小的倾向。因此，在使上述内部空间 101A 的压力为 20Torr 以上并进行高压清洁的情况下，优选上述保持台 104 的温度为 350℃以上。即，在上述图 2A 所示的步骤 20 中，优选上述内部空间 101A 的压力为 20Torr（2666Pa）以上，在该情况下优选上述保持台 104 的温度为 350 度以上。

图 6 是表示在上述图 5 所示的情况下，设置在上述内部空间 101A 中的部件（例如上述保持台盖 105）的更换周期的图。其中，对图中先前已说明的部分标注相同的参照符号并省略说明。此外，在本图中省略上述保持台 104 的温度为 250℃的情况的记载。

如上所述，因为上述保持台盖 105 利用厚度实现其功能，所以如果变薄 10%左右则有必要进行更换。在图 6 中记载有根据蚀刻速率计算出的在月产 1000 个的处理的情况下，其更换的周期。

参照图 6，在上述保持台 104 的温度为 350℃和 500℃的情况下显示大致相同的结果，在上述内部空间 101A 的压力为 15Torr（2000Pa）以上时，更换周期为 3 个月以上，在该压力为 30Torr（4000Pa）以上时，更换周期约为 12 个月以上。于是可知，通过增大上述内部空间 101A 的压力并进行清洁，能够降低该内部空间 101A 的部件的损伤，能够延长部件的更换周期，进行生产率高的基板处理。

另一方面，如图 5 所示，在上述保持台 104 的温度为 250℃的情况下，相反的，随着上述内部空间 101A 的压力的增大，蚀刻速率比有减少的倾向，而低压侧的蚀刻速率比变得较高。

因此,在上述内部空间 101A 中存在温度难以上升的位置的情况下,或者在上述内部空间 101A 中产生温度不均,存在部分温度较低的状态(以下称为低温位置)的情况下,为了蚀刻该低温位置的堆积物,优选使上述内部空间 101A 的压力较低。在该情况下,为了也能够在上述保持台 104 侧防止对部件的损伤,优选使温度降低。

即,在对包括该低温位置的处理容器内进行清洁的情况下,优选设置步骤,如先前在图 2B 中说明的基板处理方法的上述步骤 15 那样,使上述内部空间 101A 的压力比上述步骤 20 的情况下的压力低,并使上述保持台 104 的温度比上述步骤 20 的情况下的温度低,进行上述低温位置的清洁。

此外,在该步骤 15 中,根据图 5 所示的结果,上述内部空间 101A 的压力为 10Torr (1330Pa) 以下,更优选为 5Torr (665Pa) 以下,优选上述保持台 104 的温度为 300℃ 以下。

此外,在图 7 和图 8 中分别表示在变更上述内部空间 101A 的压力和上述保持台 104 的温度的情况下,W 膜的蚀刻速率(图 7)和热氧化膜的蚀刻速率(图 8)。在图中,横轴表示上述保持台 104 的温度,纵轴表示蚀刻速率。

此外,在图 7 和图 8 中,◆表示上述内部空间 101A 的压力为 1Torr (133Pa)、NF₃ 的流量为 210sccm 的情况(图中记作◆1T 210),以下同样的,□表示上述内部空间 101A 的压力为 40Torr (5332Pa)、NF₃ 的流量为 210sccm 的情况(图中记作□40T 210),▲表示上述内部空间 101A 的压力为 1Torr、NF₃ 的流量为 310sccm 的情况(图中记作▲1T 310),○表示上述内部空间 101A 的压力为 20Torr (2666Pa)、NF₃ 的流量为 280sccm 的情况(图中记作○20T 280)。

首先,参照图 7 可知,在蚀刻 W 膜时,在上述内部空间 101A 的压力较高(20Pa 以上)的情况下,上述保持台 104 的温度增大时,蚀刻量增大。另一方面,在上述内部空间 101A 的压力较低(1Torr 以下)的情况下,蚀刻速率由压力引起的变化较小。此外,在保持台为低温(250℃ 以下)时,在压力较高的情况下(20Pa 以上)蚀刻速率极度变小,在压力较低的情况下(1Torr 以下)蚀刻速率较高,倾向是反转的。

另一方面,参照图 8 可知,在蚀刻热氧化膜时,虽然整体上压力

较低的一方蚀刻速率较大，但是在压力较低（1Torr 以下）的情况下，随着温度的降低，蚀刻速率有迅速下降的倾向。因此，上述蚀刻速率比如图 5 中已说明的那样，在保持台的温度为 250℃时，低压力（1Torr 以下）的一方蚀刻速率比较高，产生与保持台的温度为高温的情况相反的现象。

鉴于上述观点，为了使上述蚀刻速率比变高，优选升高上述保持台 104 的温度（例如上述已经说明的 350℃以上），使上述内部空间 101A 的压力变高（例如上述已经说明的 20Torr 以上，进一步优选为 30Torr 以上）。但是，另一方面，当存在蚀刻对象膜的温度较低（250℃以下）的位置的情况下，优选使上述内部空间 101A 的压力降低（1Torr 以下）。在该情况下，为了降低对该保持台 104、上述保持台盖 105 的损伤，上述保持台 104 的温度优选为 250℃以下。这些低温、低压的清洁与图 2B 所示的步骤 15 的处理相对应。

接着，对图 2A～图 2C 的步骤 40 的该涂敷处理的抑制污染的效果进行说明。

如上述说明的那样，在清洁后，通过对上述处理容器 101、102 的内壁面、上述保持台 104、上述保持台盖 105、上述喷淋头部 109（与内部空间 101A 相对的对象）等进行涂敷成膜，能够抑制例如 AlF 的扩散，防止颗粒、污染的扩散。

但是，在现有技术中进行这样的涂敷成膜时，在清洁气体中使用含有 F 的气体时，其与处理容器、处理容器内的 Al 反应，生成 AlF，由于 AlF 的扩散而成为颗粒、污染的产生原因。

因此，在本实施例中，抑制涂敷成膜时的上述保持台 104 的温度，使其比通常在被处理基板上进行成膜时的温度低，抑制 AlF 的扩散并实施涂敷成膜，之后，使保持台升温至通常进行成膜所必需的温度。

例如，在利用 CVD 法（MOCVD 法）形成金属膜、金属氮化膜（也包括添加有 Si 的情况）等的情况下，上述保持台 104（被处理基板）的温度优选为 500℃～600℃，或者这以上的温度。作为这样的例子，列举使用 $W(CO)_6$ 、 SiH_4 、 NH_3 作为原料形成 W 膜、WN 膜、WSi 膜、SiN 膜的情况，或者使用 $Ta(Nt-Am)(NMe_2)_3$ 、 NH_3 、 SiH_4 作为原料形成 TaSiN 膜的情况等。

在现有技术中,在进行涂敷成膜时,不改变通常的向被处理基板进行成膜时的任何条件。因此,在清洁中形成的 Al 的氟化物,例如因上述保持台 104 的温度增大而升华并扩散,成为成膜时的污染的原因,此外产生在处理容器内凝固,成为颗粒产生的原因的情况。

因此,在本实施例中,例如在图 2A~图 2C 所示的步骤 40 中,使上述保持台 104 的温度比步骤 10 的情况下的温度低,并进行涂敷成膜,在 AlF 扩散之前以低温形成涂膜,从而抑制污染、颗粒的产生。

接着,说明对涂敷成膜时的保持台 104 的温度与其后的成膜工序中形成的膜的污染的关系进行调查的结果。图 9 表示在涂敷成膜时上述保持台 104 的温度为 400℃和 450℃的情况下,在涂敷成膜后,分别对在被处理基板上成膜的膜的杂质进行调查的结果。对保持台的温度为 400℃的情况下的三个被处理基板(晶片)、保持台的温度为 450℃的情况下的两个被处理基板,调查所形成的膜。图中左端的编号表示任意的晶片 ID 编号。此外,各元素的检测结果的单位为 10^{10}atoms/cm^3 。

参照图 9,在保持台的温度为 450℃的情况下,与保持台的温度为 400℃的情况相比,尤其是 Al 的污染量变大,如已经说明的那样,认为原因是保持台的温度上升引起的 AlF 的扩散。此外,还检测出 Cr、Fe 等重金属。这被认为是因为例如处理容器、保持台中所含有的重金属的析出。因此,上述步骤 40 中的上述保持台 104 的温度(涂敷成膜时的保持台的温度)优选为 430℃以下,使得 Al 污染量在作为允许值的 $5 \times 10^{10}\text{atoms/cm}^3$ 以下,当为 400℃以下时能够进一步减少污染物质的含有量,因此更加优选。

图 10 以一个图总括地表示温度和 AlF 的蒸气压的关系,以及涂敷成膜时的上述保持台 104 的温度和涂敷成膜后在被处理基板上成膜的膜的 Al 杂质的检测结果的关系。在该情况下,作为图的纵轴的 AlF 的蒸气压表示为以 400℃的 AlF 的蒸气压为 1 时的 AlF 的蒸气压的比。此外,Al 的检测结果中以●表示平均值,以 I 表示最小值和最大值的间隔。

参照图 10,AlF 的蒸气压在 400℃时为 450℃时的大致 100 分之 1,与此相对应,Al 污染量也成为大致 100 分之 1 左右。即,能够确认 AlF 的蒸气压的减少和成膜时的 Al 污染量的相关关系,因此可知,通过在

涂敷成膜时使保持台为低温，能够抑制 Al 的污染量。

接着，对在图 2A～图 2C 中已经说明的、上述步骤 30 的对处理容器内的吹扫的减少颗粒的效果进行说明。步骤 30 所示的对上述内部空间 101A 的吹扫是指，反复进行向上述内部空间 101A 供给例如 Ar 等惰性气体和从该内部空间 101A 排出该惰性气体的处理，将微粒、污染物质等向该内部空间 101A 之外排出的处理。

图 11 表示在图 2A 所示的基板处理方法中，在实施与不实施步骤 30（吹扫）的情况下，各自的被处理基板的表面的微粒的密度（/m²）。图中，■表示不实施吹扫的情况下的 0.2 μm 以上的颗粒的密度，□表示不实施吹扫的情况下的 0.1 μm 以上的颗粒的密度，●表示实施吹扫的情况下的 0.2 μm 以上的颗粒的密度，○表示实施吹扫的情况下的 0.1 μm 以上的颗粒的密度。

此外，图 12 表示在图 2A 所示的基板处理方法中，在实施与不实施步骤 30（吹扫）的情况下，各自的被处理基板的背面的微粒的密度（/m²）。图中，■表示不实施吹扫的情况下的 0.12 μm 以上的颗粒的密度，●表示实施吹扫的情况下的 0.12 μm 以上的颗粒的密度。

参照图 11、图 12 能够确认，在进行吹扫处理的情况下，被处理基板的表面和背面的颗粒的密度均减少，通过进行吹扫处理，能够达到减少颗粒的效果。

实施例 2

接着，基于上述基板处理方法，对使用上述成膜装置 100 实施基板处理方法的例子进行说明。在以下的例子中，基于图 2A 所示的基板处理方法进行基板处理。

首先，如下上述进行步骤 10 的处理。使上述保持台 104 的温度为 672℃，使用例如搬运机械手等将被处理基板（300mm 晶片）搬入上述内部空间 101A。

接着，使保持在上述原料供给装置 130C 中的 W(CO)₆ 升华成为原料气体，与作为载气的 Ar90sccm 和作为稀释气体（吹扫气体）的 Ar700sccm 一起，通过上述气体管线 130 从上述喷淋头部 109 供给上述内部空间 101A。在该情况下，上述内部空间 101A 的压力为 20Pa（0.15Torr）。结果，原料气体在被处理基板上分解，在被处理基板上

形成W膜。成膜时间为150秒，形成厚度约为20nm的W膜。对250个被处理基板实施该处理。

接着，以下述方式实施步骤20的处理。首先使上述保持台104的温度下降至400℃。接着向上述远程等离子体产生装置141供给230sccm的NF₃、3000sccm的Ar，并施加2.7kW的高频电力进行等离子体激励，生成含有F自由基的活性种。

由上述远程等离子体产生装置141进行等离子体激励的清洁气体（包括稀释气体）通过上述气体管线140从上述喷淋头部109供给上述内部空间101A。在该情况下，上述内部空间101A的压力为5320Pa（39.9Torr）。该清洁处理实施30分钟。

接着，为了确认清洁，打开上述处理容器101，确认处理容器内部的状态，确认已除去堆积在处理容器内壁、喷淋头部、保持台、保持台盖等上的W膜，并且没有对这些部件造成损伤。

此外，之后实施步骤30、步骤40，进而使处理返回步骤10，由此能够连续地进行基板处理。

例如，在步骤30中，反复进行向上述内部空间101A供给例如Ar等惰性气体，和从该内部空间101A排出该惰性气体的处理，即实施循环吹扫即可。

此外，在步骤40中，除保持台的温度以外与步骤10的成膜工序为相同的条件，将上述保持台104的温度变更为例如400℃，并进行涂敷成膜即可。

实施例3

接着，基于图2B所示的基板处理方法，对进行基板处理的例子进行说明。

首先，如下所述进行步骤10的处理。使上述保持台104的温度为600℃，使用例如搬送机械手等将被处理基板（300mm晶片）搬入上述内部空间101A。

接着，使在上述原料供给装置中保持在46℃的Ta（Nt—Am）（NMe₂）₃升华成为原料气体，与作为载气的Ar40sccm一起通过上述气体管线130从上述喷淋头部109供给上述内部空间101A。在该情况下，同样的，将作为稀释气体（吹扫气体）的40sccm的Ar、500sccm

的 SiH_4 、200sccm 的 NH_3 同时通过上述气体管线 120 从上述喷淋头部 109 供给上述内部空间 101A。

在该情况下，上述内部空间 101A 的压力为 40Pa (0.3Torr)。结果，原料气体在被处理基板上分解，在被处理基板上形成 TaSiN 膜。成膜时间为 150 秒，形成厚度约为 20nm 的 TaSiN 膜。对 250 个被处理基板实施该处理。

接着，如下所述实施步骤 15 的处理。首先使上述保持台 104 的温度下降至 250℃。接着向上述远程等离子体产生装置 141 供给 230sccm 的 NF_3 、3000sccm 的 Ar，并施加 1.2kW 的高频电力进行等离子体激励，生成含有 F 自由基的活性种。

由上述远程等离子体产生装置 141 进行等离子体激励的清洁气体（包括稀释气体）通过上述气体管线 140 从上述喷淋头部 109 供给上述内部空间 101A。在该情况下，上述内部空间 101A 的压力为 133Pa (1Torr)。该清洁处理实施 10 分钟。

接着，如下所述实施步骤 20 的处理。首先使上述保持台 104 的温度上升至 400℃。接着向上述远程等离子体产生装置 141 供给 230sccm 的 NF_3 、3000sccm 的 Ar，并施加 2.7kW 的高频电力进行等离子体激励，生成含有 F 自由基的活性种。

由上述远程等离子体产生装置 141 进行等离子体激励的清洁气体（包括稀释气体）通过上述气体管线 140 从上述喷淋头部 109 供给上述内部空间 101A。在该情况下，上述内部空间 101A 的压力为 5320Pa (39.9Torr)。该清洁处理实施 30 分钟。

接着，作为步骤 30 的处理，使用 Ar 作为吹扫气体，反复进行 Ar 的供给和供给的停止，即实施所谓的循环吹扫。即，实施反复使 Ar1Torr (133Pa) 1000sccm 或 Ar0.5Torr (66.5Pa) 800sccm 保持 20sec、其后抽真空 10sec 的循环吹扫。

接着，作为步骤 40，除保持台 104 的温度以外与该步骤 10 的成膜工序为相同的条件，将上述保持台 104 的温度变更为例如 400℃，并进行涂敷成膜。

之后，使处理再次返回步骤 10 并进行成膜，确认微粒和膜中的 Al 的污染减少。

此外，在实施图 2C 所示的基板处理方法时，在该步骤 40 中以 400℃进行涂敷成膜后，与步骤 45 的处理相对应，将保持台的温度变更为例如与步骤 10 相同的 600℃，并同样实施涂敷成膜即可。在该情况下，涂膜的膜质良好，涂膜的密接性良好。

此外，上述实施例对在被处理基板上形成含有 W、Ta 的膜的情况进行了说明，但是本发明并不局限于此，能够使用金属羰基气体 (metal carbonyl gas) 等各种原料气体进行各种成膜。此外，以使用 NF_3 作为清洁气体的情况为例进行了说明，但是并不限定与此，例如能够使用氟烃 (fluorocarbon) 类等具有 F 的各种清洁气体。

产业上的可利用性

根据本发明，能够提供高效地保持成膜装置的处理容器内的清洁并且生产率良好的基板处理方法，和存储有在计算机中运行该基板处理方法的程序的记录介质。

本国际申请主张基于 2005 年 9 月 26 日提出申请的日本专利申请 2005-278367 号的优先权，在本国际申请中引用 2005-278367 号的全部内容。

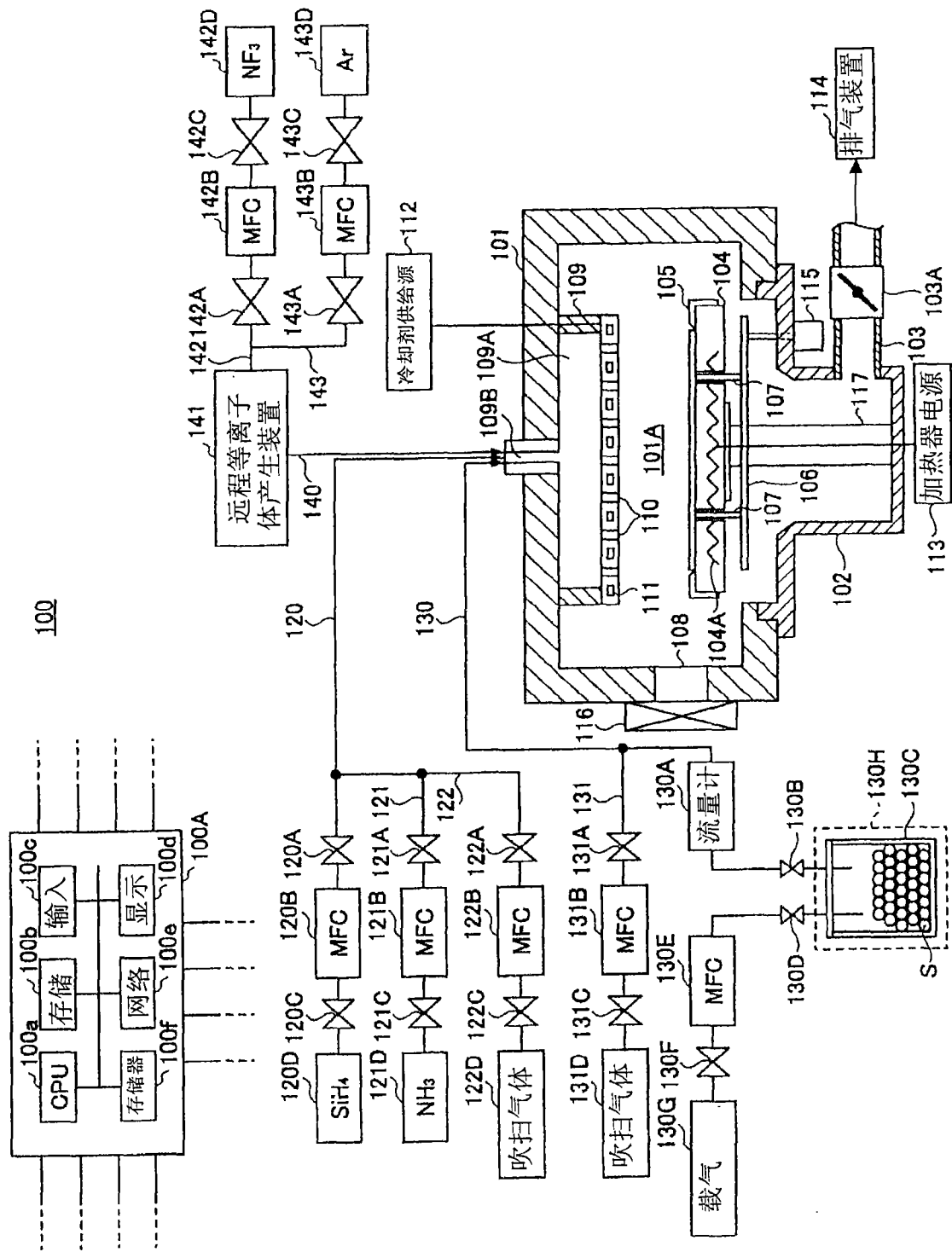


图1

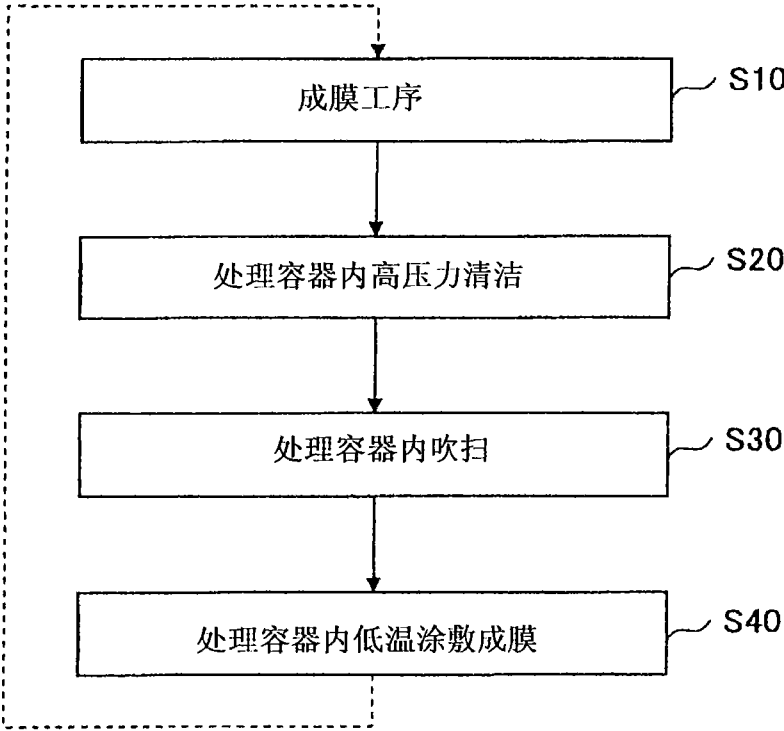


图2A

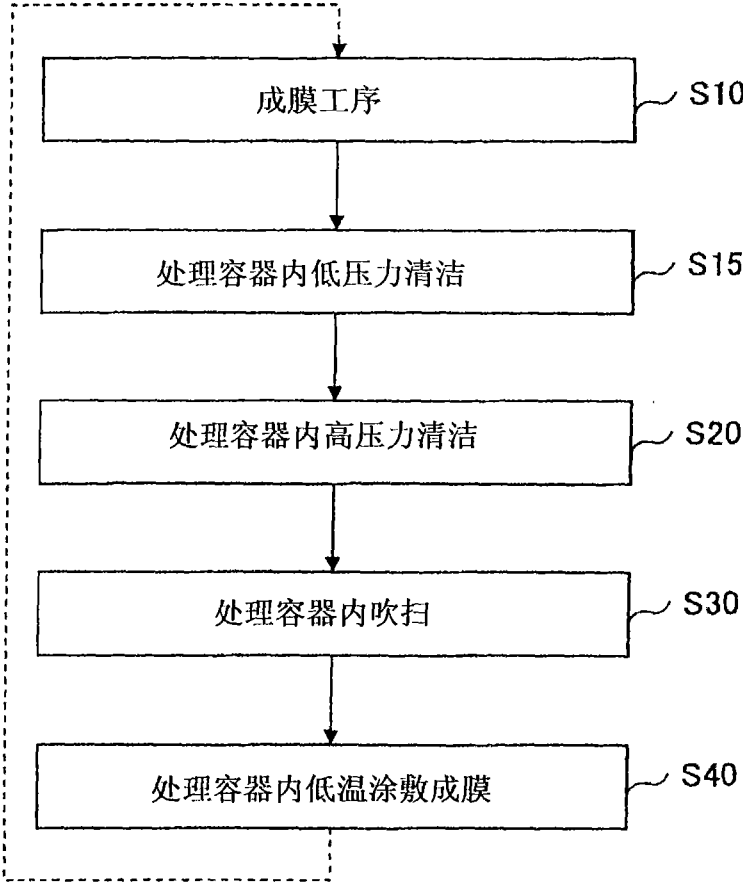


图2B

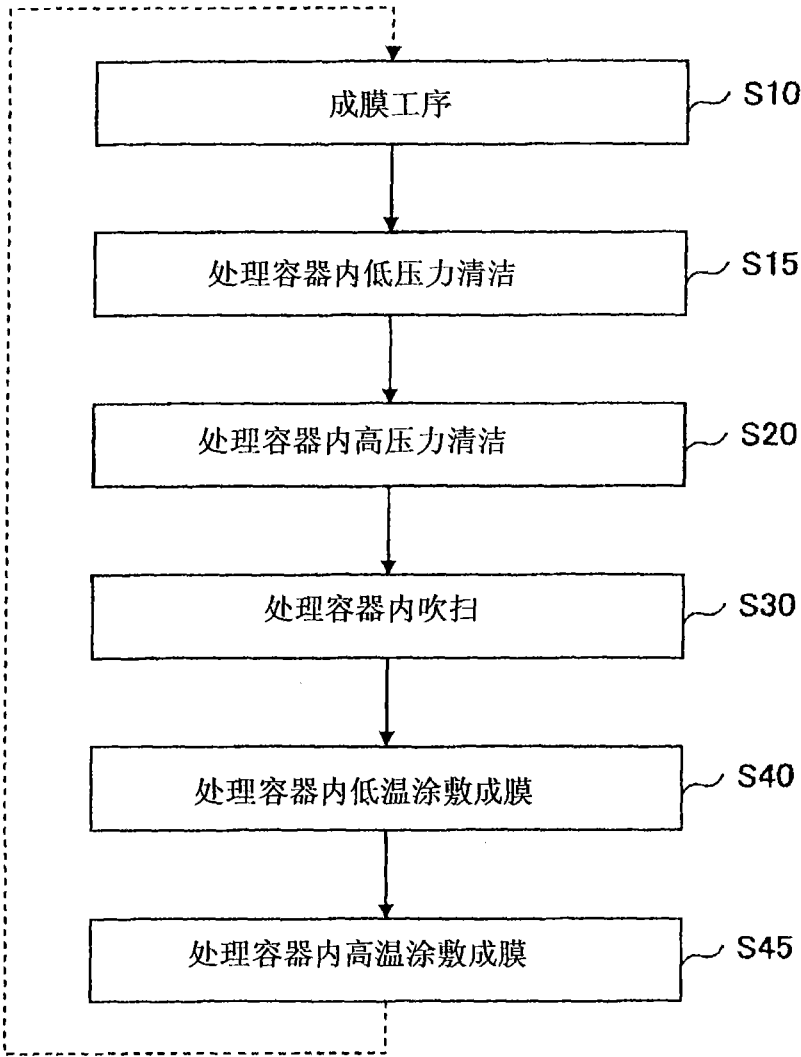


图2C

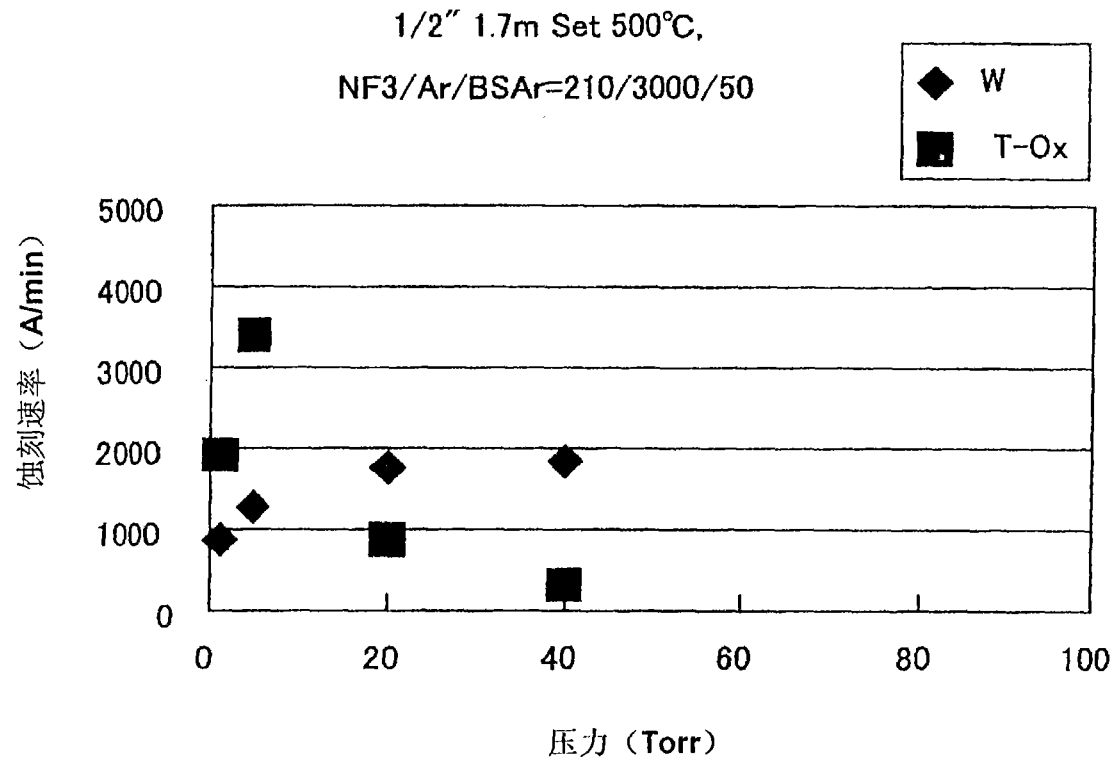


图3

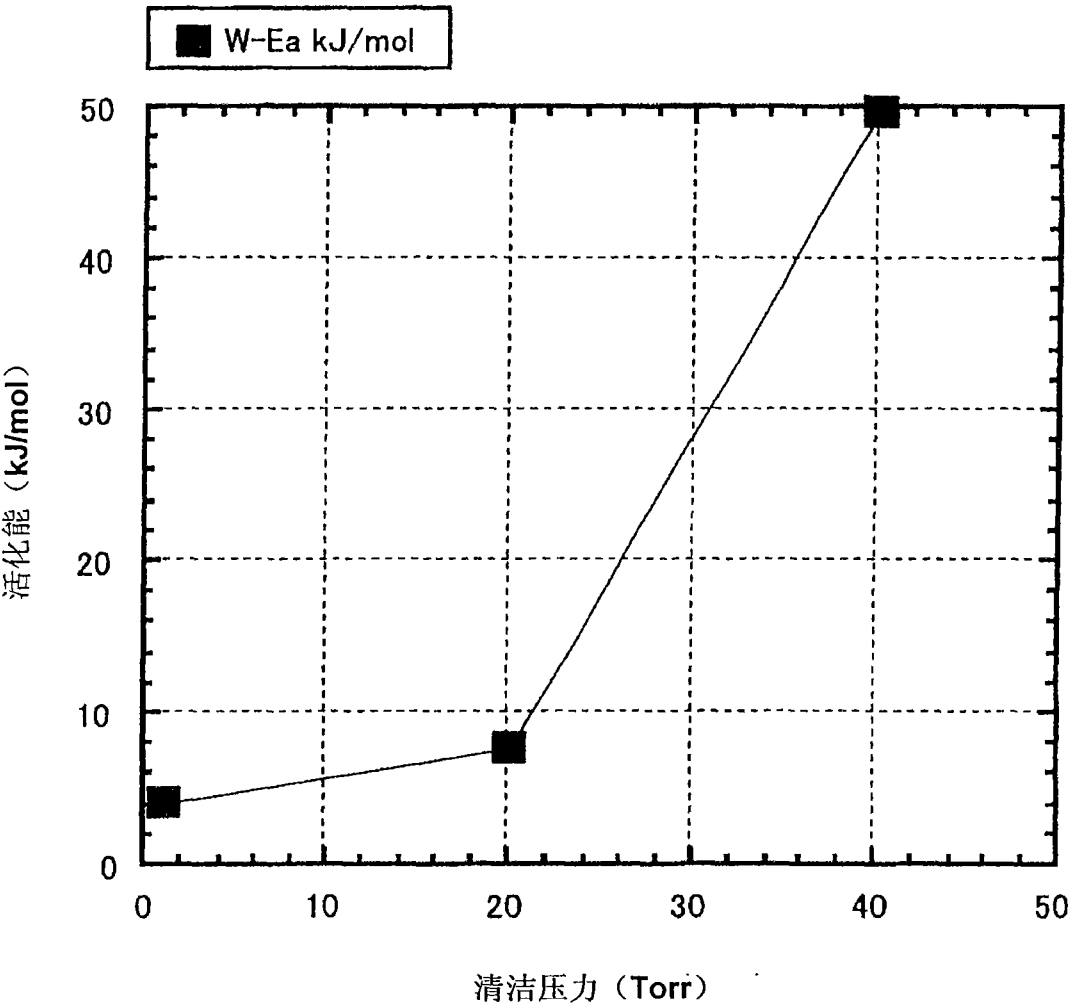


图4

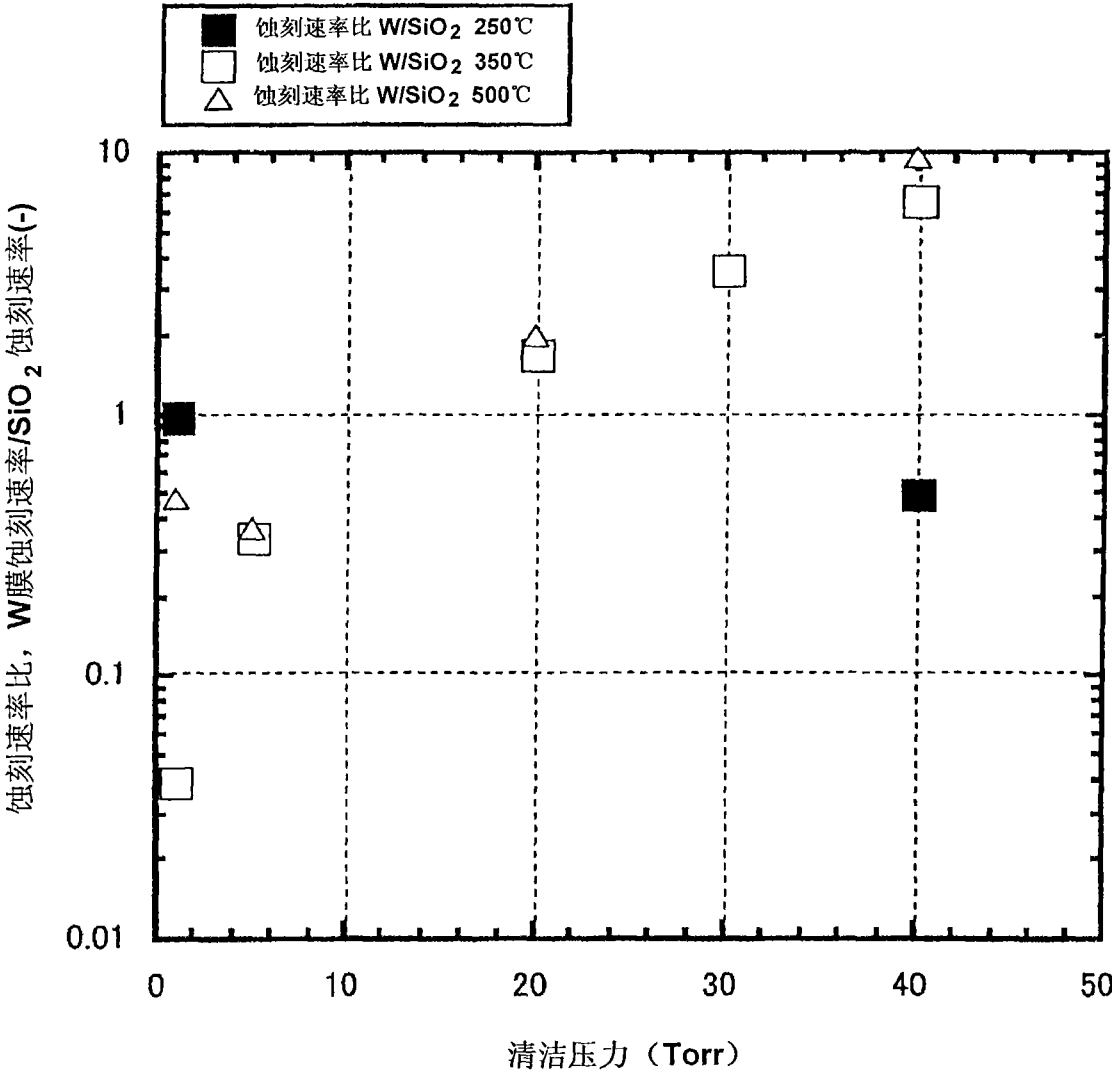


图5

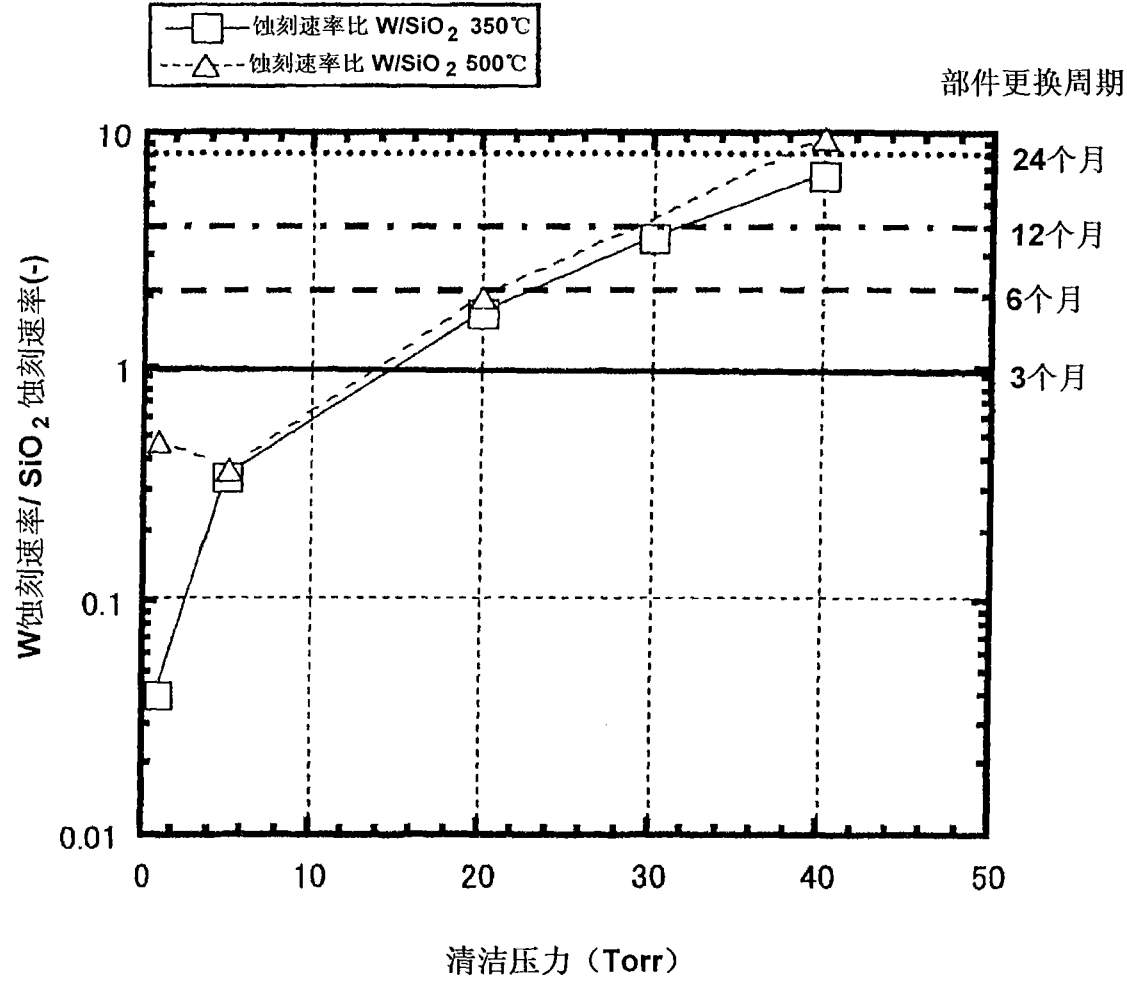


图6

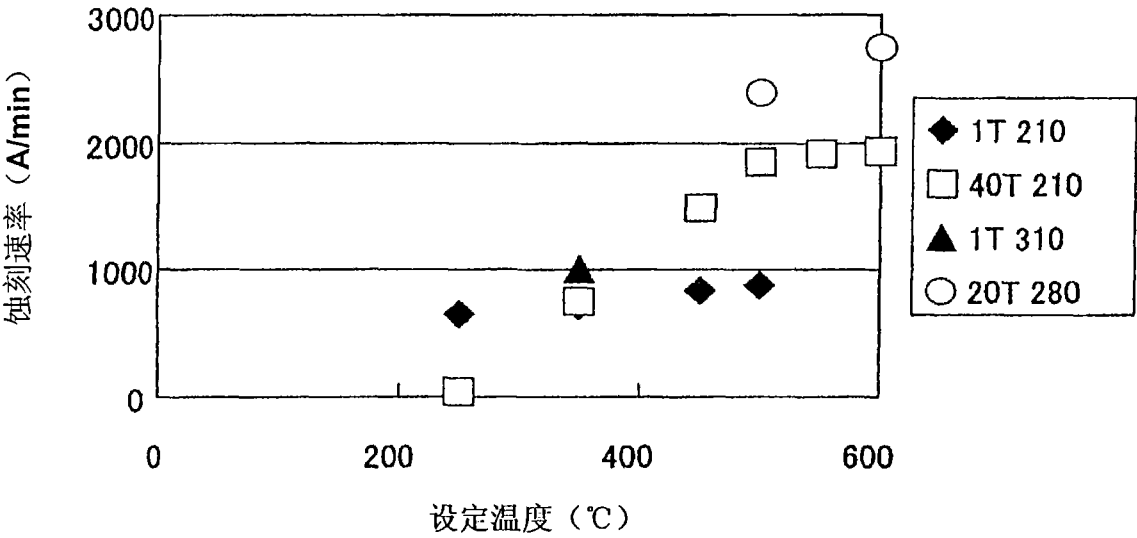


图7

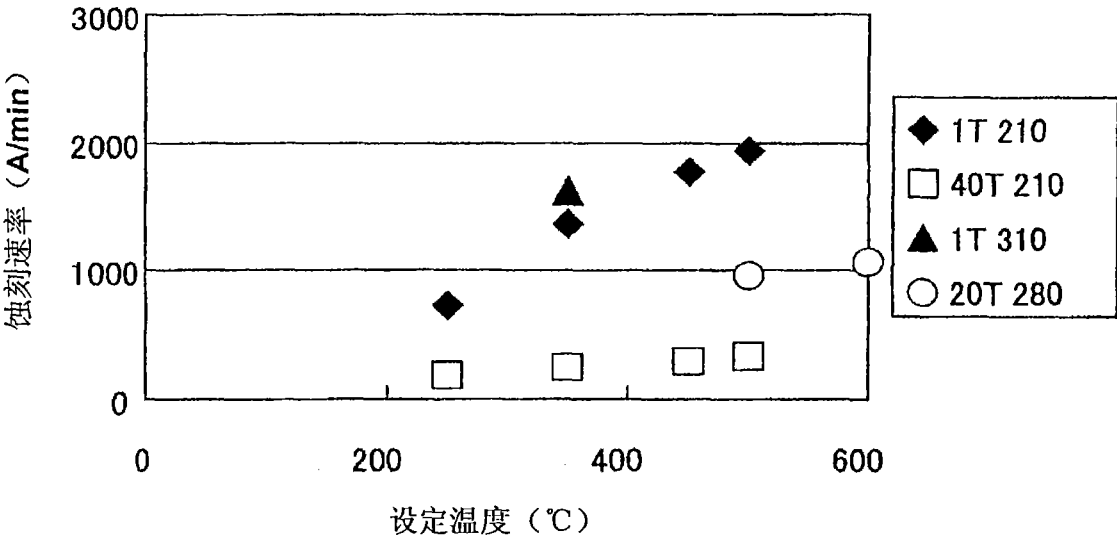


图8

400℃

元素				Na	Al	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo	W	Pb
检测极限	(*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	膜内			-	3.2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1
400-02				-	2.1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1
400-03				-	1.9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0.1

450℃

元素				Na	Al	K	Ca	Ti	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Mo	W	Pb
检测极限	(*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	膜内			-	100.0	-	-	-	3.1	-	17.0	-	-	-	0.3	-	-	-
450-02				-	170.0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1.6	1.2	-	-

图9

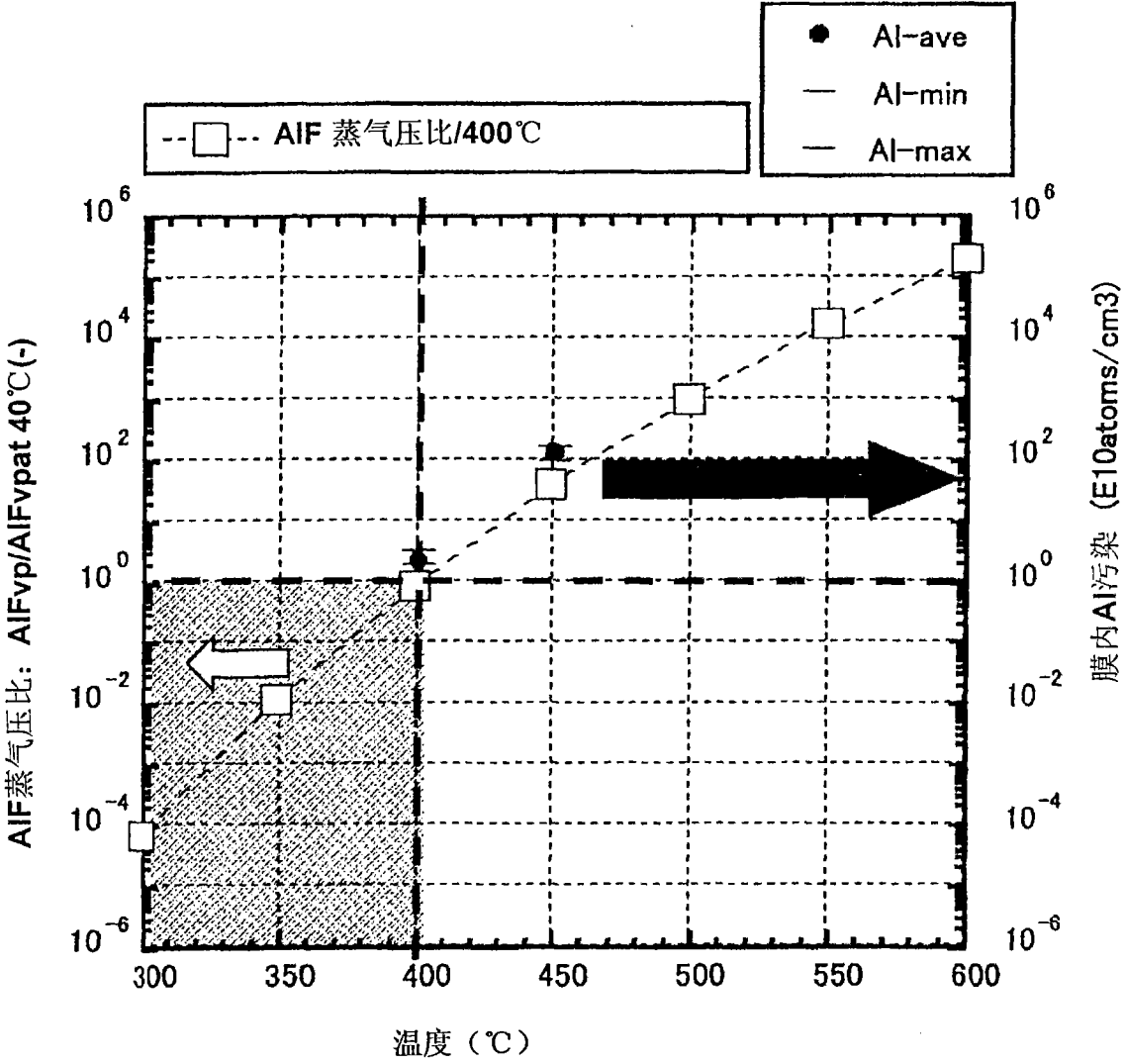


图10

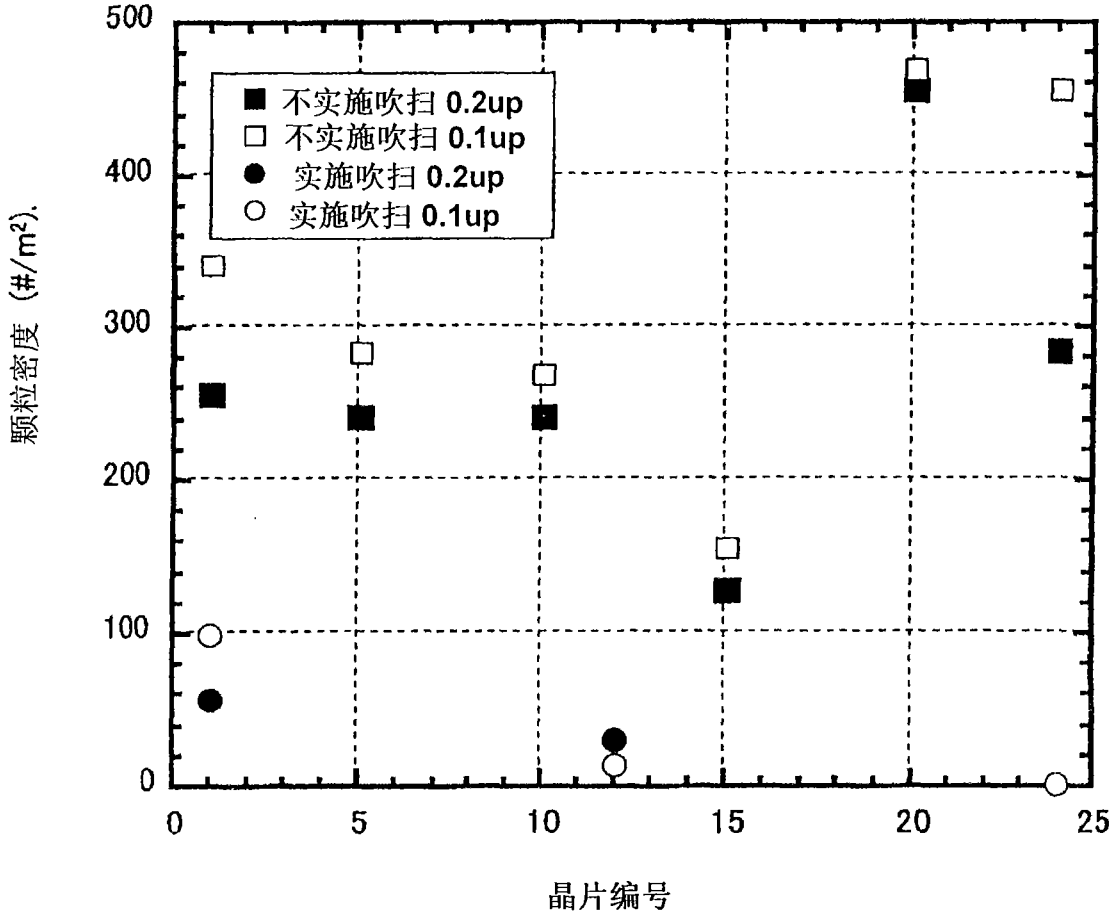


图11

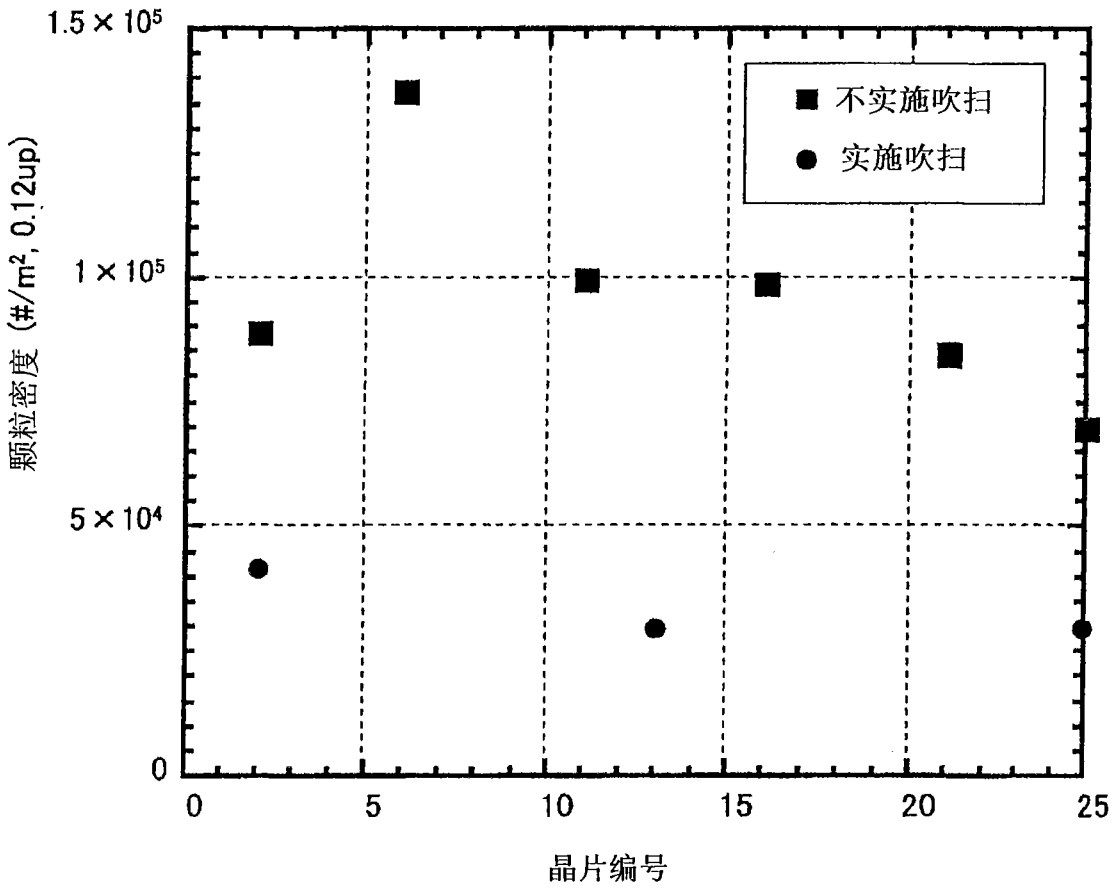


图12