

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2009-84625

(P2009-84625A)

(43) 公開日 平成21年4月23日(2009.4.23)

(51) Int.Cl. F I テーマコード (参考)
C 2 3 C 16/448 (2006.01) C 2 3 C 16/448 4 K O 3 O
H O 1 L 21/31 (2006.01) H O 1 L 21/31 B 5 F O 4 5

審査請求 未請求 請求項の数 11 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2007-255059 (P2007-255059)
(22) 出願日 平成19年9月28日 (2007.9.28)

(71) 出願人 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 100090125
弁理士 浅井 章弘
(72) 発明者 原 正道
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
(72) 発明者 五味 淳
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 前川 伸次
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

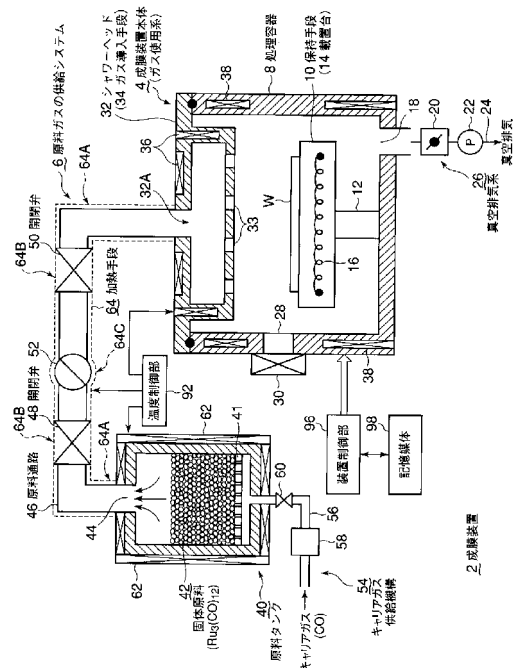
(54) 【発明の名称】 原料ガスの供給システム及び成膜装置

(57) 【要約】

【課題】原料ガスの流路途中で低温部分が発生することを防止し、もって原料ガスが再液化したり再固化することを抑制することが可能な原料ガスの供給システムを提供する。

【解決手段】減圧雰囲気になされたガス使用系2に対して原料ガスを供給する原料ガスの供給システムにおいて、液体原料又は固体原料を貯留する原料タンク40と、原料タンクに一端が接続され、ガス使用系に他端が接続された原料通路46と、原料タンク内へ流量制御されたキャリアガスを供給するキャリアガス供給機構54と、原料通路の途中に介設された開閉弁48、50と、原料通路と開閉弁とを加熱する加熱手段64と、加熱手段を制御する温度制御部92とを備え、原料通路と前記開閉弁とを、それぞれ熱伝導性が良好な金属材料により形成する。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

減圧雰囲気になされたガス使用系に対して原料ガスを供給する原料ガスの供給システムにおいて、

液体原料又は固体原料を貯留する原料タンクと、

前記原料タンクに一端が接続され、前記ガス使用系に他端が接続された原料通路と、

前記原料タンク内へ流量制御されたキャリアガスを供給するキャリアガス供給機構と、

前記原料通路の途中に介設された開閉弁と、

前記原料通路と前記開閉弁とを加熱する加熱手段と、

前記加熱手段を制御する温度制御部とを備え、

前記原料通路と前記開閉弁とを、それぞれ熱伝導性が良好な金属材料により形成するようにしたことを特徴とする原料ガスの供給システム。

10

【請求項 2】

前記開閉弁は、複数個設けられていることを特徴とする請求項 1 記載の原料ガスの供給システム。

【請求項 3】

前記原料通路には、前記原料ガスの流量を測定する流量計が介設されていることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の原料ガスの供給システム。

【請求項 4】

前記開閉弁は、

ガス入口とガス出口と弁座により区画された弁口とを有する弁箱と、

前記弁座に着座可能に設けられた弁体と、

前記弁体に連結された弁棒と、

前記弁棒を移動させるアクチュエータと、

前記弁棒の移動を許容しつつ前記弁棒を前記弁箱内の原料ガスの流れ領域から区画するために前記弁棒を覆って伸縮可能に設けられたベローズとを有し、

少なくとも前記弁箱と前記弁体とが前記熱伝導性が良好な金属材料により形成されていることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

20

【請求項 5】

前記加熱手段は、棒状ヒータ又は面状ヒータよりなることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

30

【請求項 6】

前記液体原料又は固体原料は、その分解温度よりも低い使用温度領域で蒸気圧が 133 Pa (1 Torr) 以下で用いることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

【請求項 7】

前記原料通路の内径は、 19.05 mm ($3/4\text{ インチ}$) 以上であることを特徴とする請求項 1 乃至 6 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

【請求項 8】

前記熱伝導性が良好な金属材料は、アルミニウム、アルミニウム合金、銅及び銅合金よりなる群より選択される 1 以上の金属材料であることを特徴とする請求項 1 乃至 7 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

40

【請求項 9】

前記液体原料又は固体原料は、 $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ 、 $\text{W}(\text{CO})_6$ 、 TaCl_5 、 TAI MAT A (登録商標) 及び T B T D E T (登録商標) よりなる群より選択される 1 の原料であることを特徴とする請求項 1 乃至 8 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

【請求項 10】

前記ガス使用系は、被処理体に対して薄膜を形成する成膜装置本体であることを特徴とする請求項 1 乃至 9 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システム。

50

【請求項 11】

被処理体に対して成膜処理を施すための成膜装置において、
真空排気が可能になされた処理容器と、
前記処理容器内で前記被処理体を保持する保持手段と、
前記被処理体を加熱する加熱手段と、
前記処理容器内へガスを導入するガス導入手段と、
前記ガス導入手段に接続された請求項 1 乃至 10 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システムと、
を備えたことを特徴とする成膜装置。

【発明の詳細な説明】

10

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体ウエハ等の被処理体の表面に薄膜を形成する成膜装置及びこれに原料ガスを供給する供給システムに係り、特に蒸気圧が低くて蒸発し難い原料をガス化して供給するのに有用な半導体デバイス用の原料ガスの供給システム及び成膜装置に関する。

【背景技術】

【0002】

一般に、半導体デバイスを製造するには、半導体ウエハに成膜処理やパターンエッチング処理等の各種の処理を繰り返し行って所望のデバイスを製造するが、半導体デバイスの更なる高集積化及び高微細化の要請より、線幅やホール径が益々微細化されている。そして、配線材料や埋め込み材料としては、各種寸法の微細化により、より電気抵抗を小さくする必要から電気抵抗が非常に小さくて且つ安価である銅やタングステンをを用いる傾向にある（特許文献 1、2）。そして、この配線材料や埋め込み材料として銅を用いる場合には、その下層との密着性や金属の熱拡散抑制効果等を考慮して、一般的にはタンタル金属（Ta）やタンタル窒化膜（Ta₂N₅）等がバリヤ層として用いられる。

20

【0003】

また、タングステンをを用いる場合には、その下層との密着性や金属の熱拡散抑制効果等を考慮して、チタン膜（Ti）、チタン窒化膜（TiN）等がバリヤ層として用いられる。上記した Ta 膜や Ti 膜、或いはこれらの金属を含む膜を形成する場合には、例えば固体原料を貯留する原料タンク内を加熱して上記固体原料を昇華させ、上記金属を含む原料ガスを形成し、これを原料タンクから延びる配管を介して成膜装置の処理容器内へ導入し、例えば CVD（Chemical Vapor Deposition）により半導体ウエハ等の表面に上記薄膜を堆積させるようになっている。尚、原料が液体の場合にはバブリング等を行うことにより原料ガスを形成し、これをキャリアガスと共に流す。

30

【0004】

この場合、上記したような金属を含む原料ガスは比較的蒸気圧が低いことから、これを加熱することにより蒸発を促進させて原料ガスを形成するようになっている。このため、この原料ガスが、例えばステンレススチールよりなる配管内を流れる間に冷却されて再固化することを防止するために、上記配管にはブロックヒータ、テープヒータ、マントルヒータ、シリコンラバーヒータ等の各種のヒータがその形状に応じて取り付けられており、配管全体及びこの配管に介設される各種部品を加熱するようになっている。

40

【0005】

【特許文献 1】特開 2000 - 77365 号公報

【特許文献 2】特開 2000 - 178734 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、最近にあっては、上記した Ti や Ta の金属に代えて、特性の更に良好な金属、例えば Ru（ルテニウム）が提案されている。この Ru に代表される金属膜は、バリヤ層として良好な特性を有しているのみならず、例えば Cu メッキ処理を行う場合には、

50

そのシード膜としての機能も兼ね備えた有用性の大きな金属膜である。

【0007】

このRu金属を含む原料ガスは、一般的には $Ru_3(CO)_{12}$ よりなる室温で固体（粉末）の原料を加熱して昇華させ、形成された原料ガスをキャリアガスによって成膜装置まで流して処理容器内へ流すようにしている。そして、この原料ガスは、上記したTi原料ガスやTa原料ガスと比較して蒸気圧がかなり低くて蒸発し難い特性を有しているので、上記配管やこの途中に介設される開閉弁に代表される各種の部材には十分にヒータを設けて全体的に加熱することにより原料ガスが途中で再固化しないようにしている。

【0008】

しかしながら、前述したように、上記配管や開閉弁を形成する材料は、熱伝導率が比較的低い材料であるステンレススチール等よりなることから、上記ヒータと配管や各種の部材との接触が不十分な場合や、ヒータの設置分布が不均一な場合には、熱伝導が十分に行われなくなって温度分布に不均一が発生し、特に温度の低い部分で原料ガスが再固化したり、再液化したり（液体原料に対してバブリング等を適用した場合）、処理容器内に十分な量の原料ガスを供給できないばかりか、配管内に固形物が付着するとパーティクルの発生原因になってしまう、といった問題があった。

【0009】

本発明は、以上のような問題点に着目し、これを有効に解決すべく創案されたものである。本発明の目的は、原料タンクからガス使用系に至る原料通路とこれに介設される開閉弁とを熱伝導性が良好な金属材料により構成することにより、原料ガスの流路途中で低温部分が発生することを防止し、もって原料ガスが再固化したり再液化することを抑制することが可能な原料ガスの供給システム及び成膜装置を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

請求項1に係る発明は、減圧雰囲気になされたガス使用系に対して原料ガスを供給する原料ガスの供給システムにおいて、液体原料又は固体原料を貯留する原料タンクと、前記原料タンクに一端が接続され、前記ガス使用系に他端が接続された原料通路と、前記原料タンク内へ流量制御されたキャリアガスを供給するキャリアガス供給機構と、前記原料通路の途中に介設された開閉弁と、前記原料通路と前記開閉弁とを加熱する加熱手段と、前記加熱手段を制御する温度制御部とを備え、前記原料通路と前記開閉弁とを、それぞれ熱伝導性が良好な金属材料により形成するようにしたことを特徴とする原料ガスの供給システムである。

【0011】

このように、原料タンクからガス使用系に至る原料通路とこれに介設される開閉弁とを熱伝導性が良好な金属材料により構成することにより、原料ガスの流路途中で低温部分が発生することを防止し、もって原料ガスが再固化したり再液化することを抑制することができる。従って、成膜処理の再現性を高く維持することができると共に、パーティクルの発生を抑制することができる。

【0012】

この場合、請求項2に記載したように、前記開閉弁は、複数個設けられている。

また、例えば請求項3に記載したように、前記原料通路には、前記原料ガスの流量を測定する流量計が介設されている。

また、例えば請求項4に記載したように、前記開閉弁は、ガス入口とガス出口と弁座により区画された弁口とを有する弁箱と、前記弁座に着座可能に設けられた弁体と、前記弁体に連結された弁棒と、前記弁棒を移動させるアクチュエータと、前記弁棒の移動を許容しつつ前記弁棒を前記弁箱内の原料ガスの流れ領域から区画するために前記弁棒を覆って伸縮可能に設けられたベローズとを有し、少なくとも前記弁箱と前記弁体とが前記熱伝導性が良好な金属材料により形成されている。

【0013】

また、例えば請求項5に記載したように、前記加熱手段は、棒状ヒータ又は面状ヒータ

10

20

30

40

50

よりなる。

また、例えば請求項 6 に記載したように、前記液体原料又は固体原料は、その分解温度よりも低い使用温度領域で蒸気圧が 133 Pa (1 Torr) 以下で用いる。

また、例えば請求項 7 に記載したように、前記原料通路の内径は、 19.05 mm ($3/4$ インチ) 以上である。

【0014】

また、例えば請求項 8 に記載したように、前記熱伝導性が良好な金属材料は、アルミニウム、アルミニウム合金、銅及び銅合金よりなる群より選択される 1 以上の金属材料である。

また、例えば請求項 9 に記載したように、前記液体原料又は固体原料は、 $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ 、 $\text{W}(\text{CO})_6$ 、 TaCl_5 、 TAIMATA (登録商標) 及び TBTDET (登録商標) よりなる群より選択される 1 の原料である。

また、例えば請求項 10 に記載したように、前記ガス使用系は、被処理体に対して薄膜を形成する成膜装置本体である。

【0015】

請求項 11 に係る発明は、被処理体に対して成膜処理を施すための成膜装置において、真空排気が可能になされた処理容器と、前記処理容器内で前記被処理体を保持する保持手段と、前記被処理体を加熱する加熱手段と、前記処理容器内へガスを導入するガス導入手段と、前記ガス導入手段に接続された請求項 1 乃至 10 のいずれか一項に記載の原料ガスの供給システムと、を備えたことを特徴とする成膜装置である。

【発明の効果】

【0016】

本発明に係る原料ガスの供給システム及び成膜装置によれば、次のように優れた作用効果を発揮することができる。

原料タンクからガス使用系に至る原料通路とこれに介設される開閉弁とを熱伝導性が良好な金属材料により構成することにより、原料ガスの流路途中で低温部分が発生することを防止し、もって原料ガスが再固化したり再液化することを抑制することができる。従って、成膜処理の再現性を高く維持することができると共に、パーティクルの発生を抑制することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0017】

以下に、本発明に係る原料ガスの供給システム及び成膜装置の好適な一実施例を添付図面に基づいて詳述する。

図 1 は本発明に係る原料ガスの供給システムを有する成膜装置を示す概略構成図、図 2 は原料ガスの供給システムで用いる開閉弁の一例を示す断面構成図である。ここでは固体原料として $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ を用い、キャリアガスとして CO (一酸化炭素) を用いて Ru 金属膜を成膜する場合を例にとって説明する。

【0018】

図 1 に示すように、本発明に係る成膜装置 2 は、被処理体としての半導体ウエハ W に対して成膜処理を実際に施すガス使用系としての成膜装置本体 4 と、この成膜装置本体 4 に対して原料ガスを供給する原料ガスの供給システム 6 とにより主に構成されている。

【0019】

まず、上記成膜装置本体 4 について説明する。この成膜装置本体 4 は、例えばアルミニウム合金等よりなる筒体状の処理容器 8 を有している。この処理容器 8 内には、被処理体である半導体ウエハ W を保持する保持手段 10 が設けられる。具体的には、この保持手段 10 は、容器底部より支柱 12 により起立された円板状の載置台 14 よりなり、この載置台 14 上にウエハ W が載置される。そして、この載置台 14 内には、例えばタングステンワイヤ等よりなる加熱手段 16 が設けられており、上記ウエハ W を加熱するようになっている。ここで上記加熱手段 16 としては、タングステンワイヤ等に限定されず、例えば加熱ランプを用いてもよい。

【 0 0 2 0 】

この処理容器 8 の底部には、排気口 1 8 が設けられ、この排気口 1 8 には圧力調整弁 2 0 及び真空ポンプ 2 2 が順次介設された排気通路 2 4 を有する真空排気系 2 6 が接続されており、上記処理容器 8 内を真空引きして所定の減圧雰囲気維持できるようになっている。この処理容器 8 の側壁には、ウエハ W を搬出入する開口 2 8 が形成されており、この開口 2 8 には、これを気密に開閉するためのゲートバルブ 3 0 が設けられている。

【 0 0 2 1 】

そして、この処理容器 8 の天井部には、例えばシャワーヘッド 3 2 よりなるガス導入手段 3 4 が設けられており、下面に設けたガス噴出孔 3 3 より処理容器 8 内へ必要なガスを供給するようになっている。そして、このシャワーヘッド 3 2 のガス入口 3 2 A に、上記原料ガスの供給システム 6 や他に必要なガスがある場合には、そのガスの供給系が接続されている。用いるガス種によっては、このシャワーヘッド 3 2 内では原料ガスと他のガスが混合される場合もあるし、シャワーヘッド 3 2 内へ別々に導入されて別々に流れて処理容器 8 内で混合される場合もある。

10

【 0 0 2 2 】

ここでは、ガス導入手段 3 4 としてシャワーヘッド 3 2 を用いているが、これに代えて単なるノズル等を用いてもよい。そして、上記シャワーヘッド 3 2 及び処理容器 8 の側壁には、それぞれ容器側加熱ヒータ 3 6、3 8 が設けられており、それぞれ所定の温度に維持できるようになっている。

20

【 0 0 2 3 】

次に、上記原料ガスの供給システム 6 について説明する。まず、この原料ガスの供給システム 6 は、固体原料又は液体原料を貯留する原料タンク 4 0 を有している。ここでは、この原料タンク 4 0 内には、固体原料 4 2 が貯留されており、この固体原料 4 2 としては、前述したように $\text{Ru}_3(\text{CO})_{12}$ が用いられている。この固体原料 4 2 は、蒸気圧が非常に低くて蒸発し難い特性を有している。尚、上記固体原料 4 2 に代えてバブリング等により原料ガスが形成される液体原料を用いてもよい。

30

【 0 0 2 4 】

そして、この原料タンク 4 0 の天井部に設けたガス出口 4 4 に一端を接続し、上記成膜装置本体 4 のシャワーヘッド 3 2 のガス入口 3 2 A に他端を接続して原料通路 4 6 が設けられており、上記原料タンク 4 0 にて発生した原料ガスを供給できるようになっている。そして、上記原料通路 4 6 の途中には、ここでは複数の開閉弁 4 8、5 0 と、両開閉弁 4 8、5 0 の間に位置させて原料ガスの流量を測定する流量計 5 2 とが介設されている。このように 2 つの開閉弁 4 8、5 0 を設ける理由は、この原料ガスの供給システム 6 のメンテナンス作業を行い易くするためである。ここで開閉弁は 1 つだけ設けるようにしてもよいし、また流量計 5 2 を設けないようにしてもよい。

40

【 0 0 2 5 】

また、上記原料タンク 4 0 には、この原料タンク 4 0 内へ流量制御されたキャリアガスを供給するキャリアガス供給機構 5 4 が設けられている。具体的には、このキャリアガス供給機構 5 4 は、上記原料タンク 4 0 の下面側に設けられ、上記原料タンク 4 0 にキャリアガスを供給するためのキャリアガス管 5 6 を有している。このキャリアガス管 5 6 の途中には、マスフローコントローラのような流量制御器 5 8 とキャリアガス開閉弁 6 0 とが順次介設されており、キャリアガスを流量制御しつつ供給して上記固体原料 4 2 を加熱することにより、この固体原料 4 2 を気化させて原料ガスを形成するようになっている。また原料タンク 4 0 の内部には、上記キャリアガス管 5 6 が設置された側の近傍に、多孔板 4 1 が設置され、上記固体原料 4 2 を上記多孔板 4 1 の上に保持すると共に、上記キャリアガス管 5 6 から供給されるキャリアガスが、上記多孔板 4 1 に形成された孔部を介して、上記原料タンク 4 0 内に均一に供給される構造となっている。

50

【 0 0 2 6 】

そして、上記原料タンク 4 0 には、これを加熱するためのタンク加熱手段 6 2 がタンク全体を覆うようにして設けられており、固体原料 4 2 の気化を促進させるようになっている。

50

る。この場合、固体原料 4 2 の加熱温度は、分解温度未満の温度である。）

【 0 0 2 7 】

また、上記原料通路 4 6 と両開閉弁 4 8、5 0 及び流量計 5 2 には、加熱手段 6 4 が設けられており、これらを加熱して原料ガスが再固化することを防止するようになっている。例えば原料通路 4 6 には、通路用加熱手段 6 4 A が設けられ、両開閉弁 4 8、5 0 には弁用加熱手段 6 4 B が設けられ、流量計 5 2 には流量計用加熱手段 6 4 C が設けられる。

【 0 0 2 8 】

この加熱手段 6 4 (6 4 A ~ 6 4 C) としては、テープヒータ、マントルヒータ、シリコンラバーヒータのような面状ヒータやカートリッジヒータのような棒状ヒータを用いることができ、いずれにしてもその形状は問わない。

10

【 0 0 2 9 】

そして、ここでは本発明の特徴として、上記原料通路 4 6 と両開閉弁 4 8、5 0 とは、それぞれ熱伝導性が良好な金属材料により形成されている。尚、好ましくは流量計も上記熱伝導性が良好な金属材料により形成する。具体的には、上記熱伝導性が良好な金属材料として、ここではアルミニウムが用いられている。すなわち、原料通路 4 6 は、その全体がアルミニウムにより形成されており、その内径は 1 9 . 0 5 mm (3 / 4 インチ) 以上に設定され、原料ガスの流れるコンダクタンスができるだけ大きくなるようにしている。この内径が 1 9 . 0 5 mm (3 / 4 インチ) よりも小さくなると、コンダクタンスが小さくなり過ぎ、蒸気圧の低い原料ガスを十分な量で供給できなくなる。

【 0 0 3 0 】

20

また、上記両開閉弁 4 8、5 0 も上記アルミニウムで形成されている。上記両開閉弁 4 8、5 0 は共に同じような構造となっているので、ここでは代表として一方の開閉弁 4 8 を例にとって、その概略的構成について図 2 を参照して説明する。

【 0 0 3 1 】

図 2 に示すように、この開閉弁 4 8 は、上述したように熱伝導性が良好な金属材料であるアルミニウム製の弁箱 6 6 を有している。この弁箱 6 6 内には作動空間 6 8 が形成されており、この作動空間に連通するようにしてガス入口 7 0 とガス出口 7 2 とが形成されている。このガス入口 7 0 には、原料通路 4 6 の上流側が O リング等のシール部材 7 4 を介して気密に接続される。また、上記ガス出口 7 2 には、原料通路 4 6 の下流側が O リング等のシール部材 7 6 を介して気密に接続される。

30

【 0 0 3 2 】

そして、上記作動空間 6 8 に臨むようにして弁座 7 8 によりリング状に区画された弁口 8 0 が形成されている。そして、この弁口 8 0 は上記ガス出口 7 2 側に連通されている。上記作動空間 6 8 側には、上記弁座 7 8 に着座可能になされた円形状の弁体 8 2 が設けられると共に、この弁体 8 2 には、弁棒 8 4 が連結されている。そして、この弁棒 8 4 の基部はアクチュエータ 8 6 に連結されており、上記弁体 8 2 を開方向及び閉方向へ移動するようになっている。この弁体 8 2 の移動により、弁口 8 0 の開動作及び閉動作を行うようになっている。

【 0 0 3 3 】

そして、上記弁棒 8 4 の周囲を覆って囲むようにして伸縮可能になされたベローズ 8 8 が設けられており、上記弁棒 8 4 の移動を許容しつつ上記弁棒 8 4 をこの弁箱 8 4 内の原料ガスの流れ領域から区画するようになっている。

40

【 0 0 3 4 】

ここで上記弁体 7 8 も上記熱導電性が良好な金属材料であるアルミニウムにより形成されている。この場合、好ましくは、ベローズ 8 8 及び / 又は弁棒 8 4 も上記アルミニウムにより形成する。またベローズ 8 8 の強度が低い場合には、これをステンレススチールにより形成するようによい。

【 0 0 3 5 】

そして、この弁箱 6 6 の周囲を略覆うようにして面状になされた弁用加熱手段 6 4 B が設けられている。尚、この面状の弁用加熱手段 6 4 B を弁箱 6 6 の表面の一部に設けるよ

50

うにしてもよい。ここで、弁用加熱手段 6 4 B として上記面状の加熱手段に代えてカートリッジヒータのような棒状のヒータを用いる場合には、弁箱 6 6 は熱伝導性が良好な金属材料により形成されているので、これを弁箱 6 6 の適当な箇所に 1 本、或いは複数本埋め込むようにして設けるようにしてもよい。

【 0 0 3 6 】

同様に、原料通路 4 6 に対しても面状ヒータを表面全面に設けてもよく、適当な間隔ずつ隔てて設けるようにしてもよい。また、カートリッジヒータのような棒状ヒータを用いる場合にも、これを全面に亘って埋め込むようにしてもよく、或いは適当な間隔ずつ隔てて埋め込むようにして設けるようにしてもよい。

【 0 0 3 7 】

そして、上記弁箱 6 6 の一部には、例えば熱電対よりなる温度測定器 9 0 が設けられており、この温度を測定できるようになっている。尚、この温度測定器は、図示しないが上記原料タンク 4 0、原料通路 4 6、流量計 5 2、処理容器 8 にも設けられている。また、上記流量計 5 2 は、例えば特開 2 0 0 4 - 1 0 9 1 1 1 号公報等に表示されるように、バイパス管とこれを迂回して流れるセンサ管とを設けて、センサ管に流れる原料ガスの熱移動に基づいて原料ガスの流量を計測するようにした型式の流量計を用いることができるが、この場合にも、この流量計 5 2 の筐体、バイパス管及びセンサ管として上記した熱伝導性が良好な金属材料、例えばアルミニウムを用いる。

【 0 0 3 8 】

そして、図 1 へ戻って、上記各温度測定器 9 0 の測定値に基づいて温度制御部 9 2 は、各加熱手段、例えばタンク加熱手段 6 2、通路用加熱手段 6 4 A、弁用加熱手段 6 4 B、流量計用加熱手段 6 4 C、容器側加熱ヒータ等の温度をそれぞれ個別に制御するようになっている。

【 0 0 3 9 】

そして、この原料ガスの供給システム 6 及び成膜装置本体 4 を含む成膜装置 2 の全体の動作、例えばキャリアガスの供給の開始、停止、流量設定、各加熱手段の設定温度の指示等は、例えばコンピュータよりなる装置制御部 9 6 からの指令により動作され、この動作に必要なプログラムは記憶媒体 9 8 に記憶される。この記憶媒体 9 8 としては、フロッピや C D (C o m p a c t D i s c) やハードディスクやフラッシュメモリ等が用いられる。

【 0 0 4 0 】

次に、以上のように構成された成膜装置 2 の動作について説明する。図 1 に示すように、この成膜装置 2 の成膜装置本体 4 においては、真空排気系 2 6 の真空ポンプ 2 2 が継続的に駆動されて、処理容器 8 内が真空引きされて所定の圧力に維持されており、また載置台 1 4 上の半導体ウエハ W は加熱手段 1 6 により所定の温度に維持されている。また処理容器 8 の側壁及びシャワーヘッド 3 2 もそれぞれ容器側加熱ヒータ 3 6、3 8 により所定の温度に維持されている。

【 0 0 4 1 】

また、原料ガスの供給システム 6 の全体は、タンク加熱手段 6 2 や加熱手段 6 4 (6 4 A ~ 6 4 C) によって予め所定の温度に加熱されている。そして、成膜処理が開始すると、原料ガスの供給システム 6 においては、原料タンク 4 0 内へはキャリアガス供給機構 5 4 のキャリアガス管 5 6 を介して流量制御されたキャリアガスを供給することにより、原料タンク 4 0 内に貯留されている固体原料 4 2 が加熱されて気化し、これにより原料ガスが発生する。

【 0 0 4 2 】

この発生した原料ガスは、キャリアガスと共に原料通路 4 6 内を下流側に向けて流れて行く。この原料ガスは、上流側の開閉弁 4 8 を通過して流量計 5 2 内を流れることにより、その流量がモニタされ、更に下流側開閉弁 5 0 を通過した後にシャワーヘッド 3 2 から減圧雰囲気になされている処理容器 8 内へ導入され、この処理容器 8 内で例えば C V D (C h m i c a l V a p o r D e p o s i t i o n) によりウエハ W 上に R u 金属の薄

10

20

30

40

50

膜が成膜されることになる。

【0043】

ここで前述したように固体原料42である $Ru_3(CO)_{12}$ は、蒸気圧が非常に低くて蒸発（気化）し難い原料であり、原料ガスの搬送の経路の途中に温度の低い部分が僅かでも存在すると、その低温部分で原料ガスが再固化（或いは液体原料の場合には再液化）してしまう場合があった。そして、従来の原料ガスの供給システムでは、原料通路や開閉弁の多くの部分は熱伝導性の劣るステンレススチールで構成されていたので、原料通路や開閉弁にヒータを設けていても、ヒータの設置に粗密が生じたり、部分的にヒータを設けることができない箇所も存在したりすることから、原料通路や開閉弁の温度分布に不均一が生じ、均一性の高い温度分布を設定することは困難であり、上述したように温度の低い部分で原料ガスが再固化（或いは再液化）してしまう場合があった。

10

【0044】

これに対して、本実施例においては、前述したように原料通路46、両開閉弁48、50及び必要な場合には流量計52を、それぞれ熱伝導性の良好な金属材料、例えばアルミニウムにより構成しているので、上述したような温度分布の不均一性が解消されて、均一性の高い温度分布を得ることができる。具体的には、例えば弁箱66の一部に弁用加熱手段64Bとして棒状のカートリッジヒータを設けるだけで、この弁箱66や弁体82は熱伝導性が良好な金属材料で構成されているので、上記カートリッジヒータからの熱が開閉弁48、50の全体に効率良く伝わって温度分布は均一化することになる。

20

【0045】

このため、原料ガスが原料通路46内を流下する途中で、これが再固化（或いは再液化）することを防止することができる。従って、成膜処理の再現性を高く維持することができると共に、パーティクルの発生を抑制することができる。この場合、原料タンク40及び原料通路46の全経路を通じて加熱温度は、固体原料42である $Ru_3(CO)_{12}$ が熱分解しないような温度域に設定し、この温度域で十分な量の原料ガスを得られるように設定している。

【0046】

ここで蒸気圧の低い原料ガスを多く蒸発させるためには、処理容器8（原料タンク40）内の圧力をできるだけ下げ、且つ固体原料42の温度を、これが熱分解しない範囲でできるだけ上げることが望ましい。実際の装置例では、上記処理容器8内のプロセス圧力を0.1 Torr（13.3 Pa）程度、ウエハ温度を200～250℃、シャワーヘッド32及び処理容器8の側壁の温度をそれぞれ75～80℃程度に設定している。

30

【0047】

また、原料タンク40、原料通路46、両開閉弁48、50及び流量計52の温度は、それぞれ80℃程度に均一に設定されている。尚、 $Ru_3(CO)_{12}$ の分解温度はその場の圧力にもよるが、略110℃程度である。この場合、原料ガスが再固化（或いは再液化）しないようにするためには、上述のように原料タンク62から原料通路46の長さ方向の全域に亘って温度分布を均一化させることが必要であるが、この他に、原料ガスは下流に向かうにつれ断熱膨張により熱を奪われるので、原料ガスが熱分解しない範囲で、原料タンク62から原料通路46（両開閉弁48、50及び流量計52も含む）の下流側に向けて、温度が順次少しずつ高くなるように設定してもよい。

40

【0048】

また、この原料通路46の全体の長さは、原料ガスに対するコンダクタンスを大きくするためにはできるだけ短い方がよく、ここでは例えば1～2m程度である。

実際に、本実施例による原料ガスの供給システム6と従来のステンレス製の原料通路を有する原料ガスの供給システムを用いた時の温度分布について測定したところ、開閉弁を含めて原料通路の長さ方向における温度分布の温度差は、従来の供給システムが7℃程度に達していたのに対して、本実施例では1℃程度まで小さくすることができた。このように、本実施例によれば、原料通路46の長さ方向に沿って温度分布を大幅に均一化させることができることを理解することができる。

50

【0049】

ここで成膜用の主要な原料について温度と蒸気圧との関係を求めたので、その結果を図3に示す。図3に示すグラフにおいて、横軸は温度を示し、縦軸は蒸気圧を示す。ここでは原料として、T B T D E T（登録商標）、T A I M A T A（登録商標）、 $Ru_3(CO)_{12}$ 、 $TiCl_4$ 、 $TaCl_5$ を用いた。この内、室温で液体となる液体原料は、T B T D E T、 $TiCl_4$ であり、固体原料はT A I M A T A、 $Ru_3(CO)_{12}$ 、 $TaCl_5$ である。

【0050】

尚、T B T D E T、T A I M A T Aは金属元素としてTaを含む。また、各原料は、その分解温度以下の温度で加熱されている。このグラフから明らかなように、温度が20から次第に上昇するに従って、各原料の蒸気圧は緩やかに上昇して行くが、 $Ru_3(CO)_{12}$ は他の原料と比較して蒸気圧が遥かに低くて気化し難く、例えば $TiCl_4$ と比較すると蒸気圧は、100の加熱状態でも1/10000程度も低くなっており、また、T B T D E Tと比較しても蒸気圧は1/10程度になっている。

【0051】

ここで $TiCl_4$ については蒸気圧の低い原料ではあるが、その蒸気圧は室温でも1 Torrであって他の原料に比べてかなり高く、また実用的にも液体で供給された $TiCl_4$ を気化器にて気化することにより十分な量の $TiCl_4$ ガスを得ることができる。本発明による原料ガスの供給システム6で供給する原料としては、上述した $Ru_3(CO)_{12}$ のように蒸気圧が低い原料の場合に特に有効であるが、他の原料、すなわちT B T D E T、T A I M A T A、 $TaCl_5$ のいずれか1つを供給する場合、或いはグラフには記載されていないが $W(CO)_6$ を供給する場合にも上記原料ガスの供給システム6を用いることができる。

【0052】

そして、各原料は、その分解温度よりも低い使用温度領域で蒸気圧が好ましくは133 Pa(1 Torr)以下、より好ましくは13.3 Pa(0.1 Torr)以下の条件で用いる場合に特に有効である。この理由は、本実施例では原料ガスの流量は、マスフローコントローラのような流量制御器を用いておらず、キャリアガスの流量制御と、原料タンク40の温度制御とに依存して行っているので、多量に原料ガスが発生すると、その流量制御が実質的に困難になるからである。ただし、蒸気圧の下限は $133 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ ($1 \times 10^{-5} \text{ Torr}$)程度であり、これよりも蒸気圧が低い場合には合理的な時間内で十分な膜厚が得られないからである。

【0053】

次に、本実施例で用いる原料通路46の内径と原料ガスの供給量(計算値)との関係を求めたので、その結果を図4に示す。図4に示すグラフでは、横軸は原料通路の内径(インチ)を示し、縦軸は流量(a.u.)を示している。尚、1インチは2.54 cmである。この時のプロセス条件は、原料タンク40の温度が75、処理容器8内の圧力が0.1 Torr、キャリアガス(Ar/CO)が10/100 sccmである。尚、ここではキャリアガスとしてArとCOの混合ガスを用いている。

【0054】

図4に示すように、原料通路46の内径を、0.5インチ程度から次第に大きくして行くと、コンダクタンスが次第に大きくなるので、ガスの流量も次第に大きくなるが、内径が2インチ直前当たりから流量の増加量が急激に減少して飽和状態へ移行している。原料ガスを供給する過去の経験則によると、 $Ru_3(CO)_{12}$ に代表されるような蒸気圧の極めて低い原料ガスを供給するための原料通路46の内径の下限は3/4インチ程度であるが、原料ガスの飽和量の0.8倍以上を得るためには、内径は1.8インチ以上に設定するのが好ましい。ただし、その上限は4インチであり、これ以上内径を大きくしても流量をそれ以上増加することができない。

【0055】

尚、上記実施例では、固体原料42から原料ガスを形成する場合を例にとって説明した

が、これに限定されず、液体原料を用い、これをバブリング等させることによって原料ガスを得るようにし、これをキャリアガスで送り出すようにしてもよい。このようなバブリングを行なう原料タンクの構造を図5に基づいて説明する。図5はバブリング用の原料タンクの一例を示す構成図である。図5中において、図1に示す構成部分と同一構成部分については同一参照符号を付して、その説明を省略する。上記原料タンク40内には液体原料102が貯留されている。そして、この原料タンク40の天井部を貫通すると共に、その先端部を上記原料タンク40内の液体原料102中に浸漬させるようにして上記キャリアガス管56が設けられている。そして、このキャリアガス管56から流量制御しつつキャリアガスを供給して液体原料102をバブリングすることにより、原料ガスを形成するようになっている。

10

【0056】

また、上記実施例では、原料として $Ru_3(CO)_{12}$ 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、 $Ru_3(CO)_{12}$ 、 $W(CO)_6$ 、 $TaCl_5$ 、 $TAIMATA$ （登録商標）及び $TBTDET$ （登録商標）よりなる群より選択される1の原料を用いることができる。

【0057】

更には、上記実施例では、熱伝導率が良好な金属材料としてアルミニウム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、アルミニウム、アルミニウム合金、銅及び銅合金よりなる群より選択される1以上の金属材料を用いることができる。

また、ここではキャリアガスとしてCOガスを用いた場合について説明したが、これに限定されず、ArやHe等の希ガスや N_2 等の不活性ガスを用いることができる。

20

【0058】

更には、ここでは成膜装置本体4として熱CVDにより成膜する構造を例にとって説明したが、これに限定されず、本発明は、プラズマを用いて成膜する装置例にも適用することができる。

また、ここでは被処理体として半導体ウエハを例にとって説明したが、これに限定されず、ガラス基板、LCD基板、セラミック基板等にも本発明を適用することができる。

【図面の簡単な説明】

【0059】

【図1】本発明に係る原料ガスの供給システムを有する成膜装置を示す概略構成図である。

30

【図2】原料ガスの供給システムで用いる開閉弁の一例を示す断面構成図である。

【図3】成膜用の主要な原料の温度と蒸気圧との関係を示すグラフである。

【図4】本実施例で用いる原料通路の内径と原料ガスの供給量（計算値）との関係を示すグラフである。

【図5】バブリング用の原料タンクの一例を示す構成図である。

【符号の説明】

【0060】

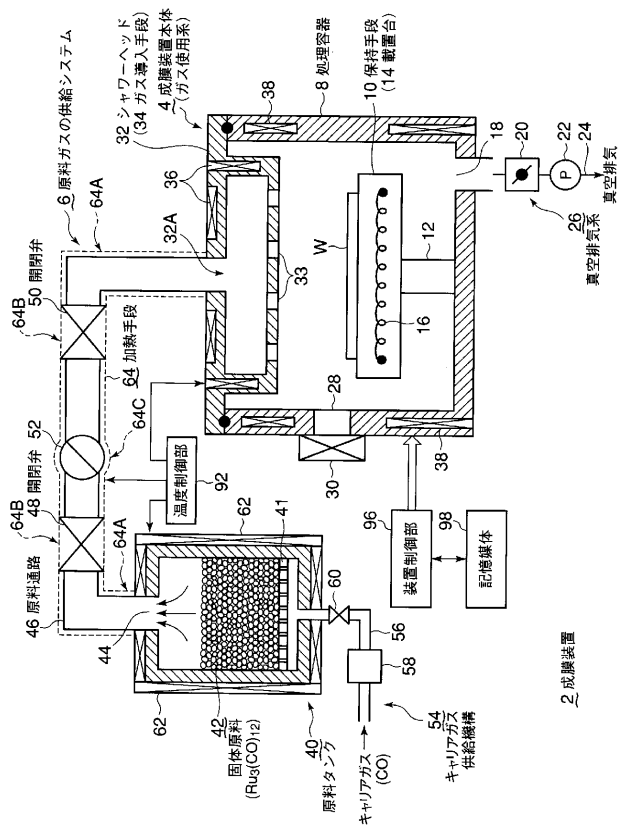
- 2 成膜装置
- 4 成膜装置本体（ガス使用系）
- 6 原料ガスの供給システム
- 8 処理容器
- 10 保持手段
- 14 載置台
- 16 加熱手段
- 26 真空排気系
- 32 シャワーヘッド
- 34 ガス導入手段
- 40 原料タンク
- 42 固体原料

40

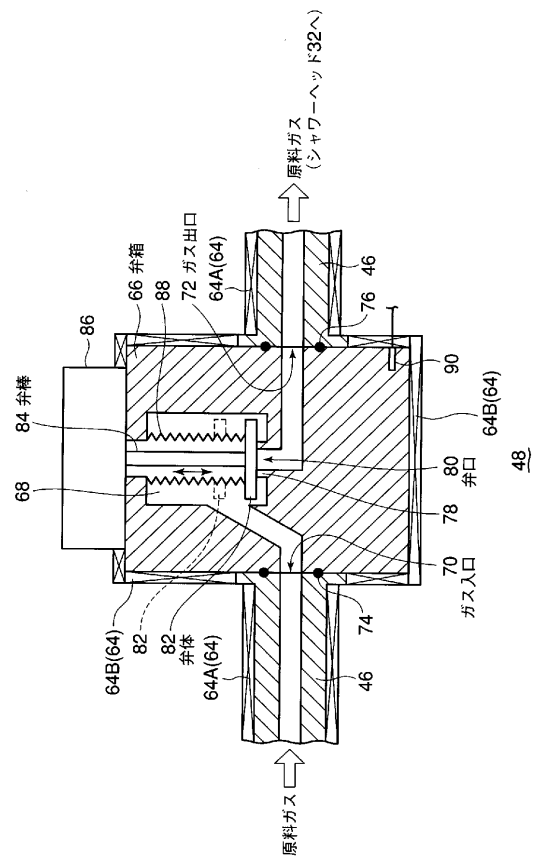
50

- | | |
|-------|--------------|
| 4 6 | 原料通路 |
| 4 8 | , 5 0 開閉弁 |
| 5 2 | 流量計 |
| 5 4 | キャリアガス供給機構 |
| 6 4 | 加熱手段 |
| 6 4 A | 通路用加熱手段 |
| 6 4 B | 弁用加熱手段 |
| 6 4 C | 流量計用加熱手段 |
| 6 6 | 弁箱 |
| 7 0 | ガス入口 |
| 7 2 | ガス出口 |
| 7 8 | 弁座 |
| 8 0 | 弁口 |
| 8 2 | 弁棒 |
| 8 6 | アクチュエータ |
| 8 8 | ベローズ |
| 9 2 | 温度制御部 |
| W | 半導体ウエハ（被処理体） |

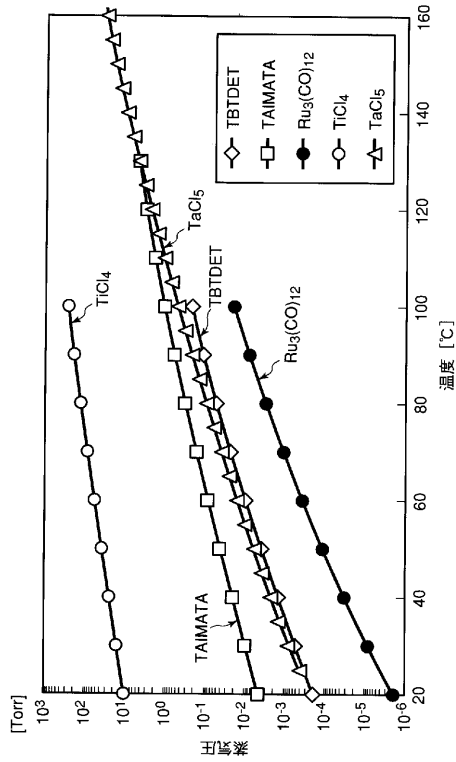
【 図 1 】



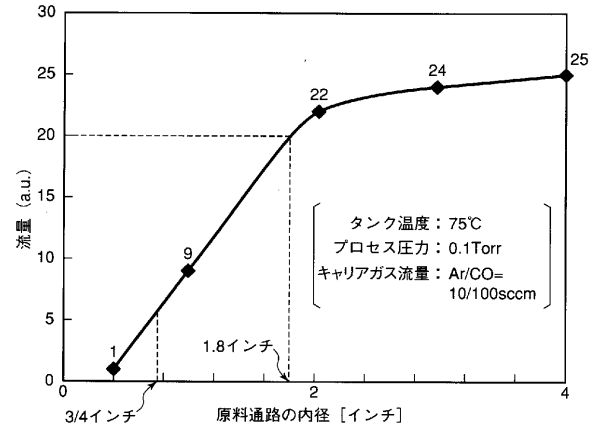
【圖 2】



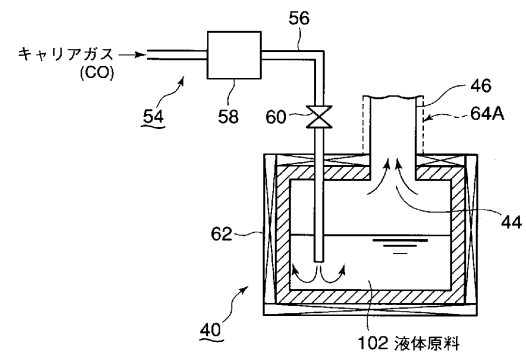
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 山本 薫

東京都港区赤坂五丁目 3 番 6 号 T B S 放送センター東京エレクトロン株式会社内

(72)発明者 多賀 敏

東京都港区赤坂五丁目 3 番 6 号 T B S 放送センター東京エレクトロン株式会社内

F ターム(参考) 4K030 AA03 AA12 AA14 AA16 AA18 BA01 CA04 CA05 CA06 EA01

FA01 FA10 JA09 KA25 KA45

5F045 AA04 EE02