明　細　書

発明の名称 ： 基板処理方法及び基板処理装置

技術分野

[0001]　本開示は、基板処理方法及び基板処理装置に関する。

背景技術

[0002]　半導体装置を製造するにあたり、基板である半導体ウエハ（以下、ウエハと記載する）の表面に形成されたＳｉO_2膜（酸化シリコン膜）などのシリコン含有膜のエッチングが行われる場合が有る。特許文献１には、塩基性ガスを基板に供給する第１の工程、フッ素含有ガスをウエハに供給する第２の工程が順番に繰り返されるようにしてＳｉO_2膜をエッチングするにあたり、第２の工程の終了後、第１の工程の開始前において、基板が格納される処理容器内をパージすることが記載されている。

[0003]　特許文献２には、ハロゲン含有ガス及び塩基性ガスを含む処理ガスをウエハに供給してＳｉO_2膜の表面に反応生成物を生成させた後、この反応生成物の一部がＳｉO_2膜上に残り、他の一部が除去されるように、ウエハが格納される処理容器内を減圧して０～２００Ｐａとする。その後、処理容器内の圧力を上昇させて、再度処理ガスをウエハに供給することで、ＳｉO_2膜を除去することが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開２０２１－１８０２８１

特許文献2：特開２０２１－１１８２５０

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005]　本開示は、基板の表面に形成されたシリコン含有膜を除去するにあたり、基板の面内の各部で均一性高い除去処理を行うことができる技術を提供する。

課題を解決するための手段

[0006] 本開示のエッチング方法は、表面にシリコン含有膜が形成された基板を処理容器内に格納する工程と、

前記処理容器内にハロゲン含有ガス及び塩基性ガスを含む処理ガスを供給し、前記シリコン含有膜を変質させて反応生成物を生成する第１の工程と、

前記反応生成物の一部を除去するために、前記処理容器内への前記処理ガスの供給を停止した状態で前記処理容器内への不活性ガスの供給及び当該処理容器内の排気を行う第２の工程と、

前記第１の工程と前記第２の工程とを交互に繰り返し行う繰り返し工程と、

前記繰り返し工程における２回目以降の前記第１の工程において前記反応生成物が残留している前記基板に前記処理ガスが供給されるように、前記各第２の工程において前記処理容器内を２００Ｐａよりも高い圧力とする圧力制御工程と、

を含む。

発明の効果

[0007] 本開示は、基板の表面に形成されたシリコン含有膜を除去するにあたり、基板の面内の各部で均一性高い除去処理を行うことができる。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]実施形態のエッチング処理前の基板の表面構造を例示する縦断側面である。

[図2]エッチング処理前の基板の表面構造の一部を例示する拡大縦断側面である。

[図3A]比較形態のエッチング処理による酸化シリコン膜の表面変化を示す図である。

[図3B]比較形態のエッチング処理による酸化シリコン膜の表面変化を示す図である。

[図4A]実施形態のエッチング処理による酸化シリコン膜の表面変化を示す図である。

[図4B]実施形態のエッチング処理による酸化シリコン膜の表面変化を示す図である。

[図4C]実施形態のエッチング処理による酸化シリコン膜の表面変化を示す図である。

[図4D]実施形態のエッチング処理による酸化シリコン膜の表面変化を示す図である。

[図5]実施形態の基板処理装置を示す縦断側面図である。

[図6]実施形態の基板処理装置における処理動作を示すタイムチャートである。

[図7]評価試験１の結果を示すグラフである。

[図8]評価試験２の結果を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0009]（基板の表層構造）

図１は、実施形態のエッチング処理前の基板の表面構造を例示する縦断側面図である。同図に示すようにウエハＷの表面層においては、例えばポリシリコン膜１１によって構成される多数の突部が下層膜１０上に形成されると共に横方向に並ぶことで、複数の凹部が形成されている。従って、ポリシリコン膜１１は、凹部の側壁を形成している。各凹部内には酸化シリコン膜１２が形成されている。本実施形態では、各酸化シリコン膜１２についてその下端部が残るようにエッチングを行う。このエッチングは、ポリシリコン膜１１に対して選択的に行われる。なお、上記の下層膜１０は、図１以外の図では表示していない。

[0010] 凹部内に酸化シリコン膜１２を形成する際、酸化シリコン膜１２がポリシリコン膜１１の側壁の各所から成長して互いに合わさることで、酸化シリコン膜１２における横方向における中央部には、シーム１３が形成されることがある。このシーム１３とは、酸化シリコン膜１２の界面同士の接合部や酸化シリコン膜１２中に形成された空隙である。以後、ウエハＷの表面側から裏面側に向かう方向を上下方向や高さ方向ということもある。このシーム１

３の横方向の長さ（幅）や高さ方向の長さなどの大きさや、高さ方向における形成位置は、凹部間で様々である。

[0011]（比較形態）

本開示のエッチング方法の効果を明示すべく、比較形態のエッチング処理について先に説明する。図２は、処理前のウエハＷを示している。説明にあたり、酸化シリコン膜１２として２つの酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂを示し、酸化シリコン膜１２ａにはシーム１３が形成されておらず、酸化シリコン膜１２ｂにシーム１３が形成されているものとする。なお、この比較形態における処理、後述の実施形態の処理共に、ウエハＷについては処理容器内に格納されて所定の温度に調整された状態とされ、当該処理容器内に各ガスが供給されることで処理が行われる。ウエハＷの処理中、処理容器内は排気量が調整されることで、所望の圧力の真空雰囲気とされる。

[0012] 図３Ａ、図３Ｂは、比較形態に係るエッチング処理による酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂの表面変化を示す。先ず、処理容器内に処理ガスが供給される。この処理ガスはハロゲン含有ガス及び塩基性ガスであり、具体的にはハロゲン含有ガスとしてＨＦ（フッ化水素）ガス及び塩基性ガスとしてNH_3（アンモニア）ガスが供給される。処理ガスと反応した酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂの表面部分は、変質して反応生成物であるケイフッ化アンモニウム（Ammonium Fluoro Slicate :AFS）となりＡＦＳ層が形成される。そしてこの反応が進行し、ＡＦＳ層の厚さが増加する。

[0013] ＡＦＳ層の厚さが比較的小さいうちは、処理ガスはＡＦＳ層を透過し、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂを変質させることができるが、ＡＦＳ層の厚さが比較的大きくなるとそのような透過が起こり難くなる。そのため所定の時間、処理ガスを供給したら処理ガスの供給を停止し、処理容器内の圧力を比較的低い状態に保つ。それにより、ＡＦＳが昇華してＡＦＳ層が除去されて、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂの表面が露出する。この処理ガスの供給と、ＡＦＳ層の除去による酸化シリコン膜１２の表面の露出と、を交互に繰り返し行うことで、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂの各々について、下方への

エッチングが進行する（図３Ａ）。なお、図中の点線の矢印は昇華したＡＦＳを示している。

[0014] しかしそのようにエッチングが進行して、酸化シリコン膜１２ｂにおいてシーム１３が形成された部位に処理ガスが供給されると、処理ガスはシーム１３内（具体的には、シーム１３をなす空隙や酸化シリコン膜１２の界面間の微小な隙間）を下方に向かう。そして、当該シーム１３の周囲の部位が変質してＡＦＳとなり、その後当該部位が昇華する。つまり、酸化シリコン膜１２ｂでは酸化シリコン膜１２ａよりも下方に向けてエッチングが進行してしまう。即ち、シーム１３が形成された部位では比較的早くエッチングが進行する。

[0015] 従って、図３Ｂに示すようにエッチング終了時において、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂ間でエッチング量が比較的大きく異なる（即ち、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂ間で表面高さが比較的大きく異なる）おそれが有る。また、酸化シリコン膜１２ｂにおいては、上記のようにシーム１３の周囲がエッチングされる際に、当該シーム１３が横方向に拡張されるようにエッチングされる。そのため凹部内の左右の中央部が比較的大きくエッチングされることになるので、図３Ｂに示すようにエッチング終了時において、酸化シリコン膜１２ｂの各部の表面高さのばらつきが比較的大きくなるおそれが有る。

[0016] ウエハＷに凹部が多数形成されているとして、既述したように凹部内における酸化シリコン膜１２中のシームの幅、高さ方向の長さ、高さ方向における位置は、凹部間で異なり得る。従って、図３ではシーム１３が形成された酸化シリコン膜１２ｂと、シーム１３が形成されていない酸化シリコン膜１２ａとの間でエッチング量のばらつきが発生することを示したが、シーム１３が形成された酸化シリコン膜１２間でも、そのようなシーム１３の状態の違いに起因して、上記したエッチング量のばらつきが発生し得る。

[0017]（本実施形態）

本実施形態は、比較形態で説明した不具合の発生が防止されるように行わ

れる。比較形態と同じく、図２のウエハＷが処理される場合を例示して説明する。図４Ａ～図４Ｄは、この実施形態に係るエッチング処理による酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂの表面変化を示す図である。

[0018] 先ず比較形態と同様に、排気が行われて真空雰囲気とされた処理容器内に格納されたウエハＷに対して処理ガスとしてＨＦガス及びNH_3ガスを供給し、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂの表面を変質させて、ＡＦＳ層１４を形成する（図４Ａ）。なお、処理ガスは凹部の側壁をなすポリシリコン膜１１、酸化シリコン膜１２のうち、酸化シリコン膜１２に選択的に作用して変質させる。図中の鎖線の矢印は、処理ガスを示している。

[0019] その後、ウエハＷへの処理ガスの供給が停止する。この処理ガスの供給停止中、処理容器内については比較的高い圧力、具体的には２００Ｐａより高い圧力となるように当該処理容器内の排気が行われる（圧力制御工程）。その一方、処理容器内に残留する処理ガスが除去されるように、不活性ガスであるパージガスが供給される。

[0020] ＡＦＳ層１４については処理容器内の圧力が比較的高いために、急激な昇華が抑えられる。そして、ウエハＷが加熱されることでこのＡＦＳ層１４の表層から僅かにＡＦＳが昇華してこの表層付近の気相へと放出されているところ、当該表層付近の気相にパージガスの流れが形成されることで当該気相のＡＦＳ濃度が低下する。そのため、この気相のＡＦＳの濃度の平衡が保たれるように、ＡＦＳ層１４の表層からのＡＦＳの昇華が促進される。このようにして、パージガスの供給中、ＡＦＳ層１４の表層部分について継続して緩やかに昇華が進行する。図４Ｂ中、パージガスを実線、気化したＡＦＳを点線で夫々示している。以降は、処理ガスを供給してＡＦＳ層１４を形成する工程を第１の工程、このように処理容器内を２００Ｐａよりも高く、且つパージガスを供給することでＡＦＳ層１４の表層部分を除去する工程を第２の工程とする。

[0021] このＡＦＳ層１４が消失しないうちに、処理容器内への処理ガスの供給を再開する（図４Ｃ）。即ち、第１の工程を再度行う。第２の工程が行われた

ことで、先の第１の工程の終了時よりもＡＦＳ層１４の厚さは薄くなっているので、処理ガスは当該ＡＦＳ層１４を透過して、その下方の酸化シリコン膜１２の表層に作用し、当該表層がＡＦＳに変化する。即ちＡＦＳ層１４の厚さが増加する。その後、再び第２の工程を行うことで、ＡＦＳ層１４の表層が除去される。以降も第１の工程と第２の工程とが順に繰り返し行われ、酸化シリコン膜１２の下方へのエッチングが進行し、各第１の工程では上記した２回目の第１の工程と同様、ＡＦＳ層１４が残留して当該ＡＦＳ層１４に被覆された状態の酸化シリコン膜１２へと処理ガスが供給される。

[0022] そのように第１の工程及び第２の工程からなるサイクルを繰り返してエッチングを進行させるにあたり、酸化シリコン膜１２ｂの下方へのエッチングが進行してＡＦＳ層１４の表面がシーム１３の形成部位に近づき、処理ガスがシーム１３内に供給される状態となる。そのような状態となってもＡＦＳ層１４により透過が抑制されることで、シーム１３内の深部へと処理ガスが多く流れ込むことが防止される。また、形成されたＡＦＳがウエハW上で流動し、ＡＦＳ層１４の下部はシーム１３内に進入し得るとする。図４Ａ～図４ＣではＡＦＳ層１４がそのような状態になっているとして示している。この場合、このシーム１３が形成されている部分ではＡＦＳ層１４の厚さが大きいため、処理ガスの透過がより確実に阻まれ、当該シーム１３内への処理ガスの流入がより確実に防止されることになる。

[0023] 以上のことから、この実施形態における上記のサイクルの実施中は、比較形態で示したようなシーム１３が形成された部位が比較的早い速度でエッチングされること、シーム１３を横方向に拡張するようにエッチングされることが防止される。その結果として、酸化シリコン膜１２ａ、１２ｂ間でエッチングは均一性高く進行し、且つ酸化シリコン膜１２ｂが形成される凹部内の各部においてエッチングは均一性高く進行する。

[0024] 第１の工程及び第２の工程のサイクルが予め設定した回数繰り返された後、処理容器内が所定の圧力とされると共に処理容器内へのパージガスの供給が行われて、ウエハWからＡＦＳ層１４が除去されて、エッチングが終了する

。図４Ｄはエッチング終了後のウエハＷを示している。

[0025] 図４Ａ～図４Ｄではシーム１３が形成された酸化シリコン膜１２ｂと、シーム１３が形成されていない酸化シリコン膜１２ａとの間でエッチング量のばらつきが抑制されることを示した。シーム１３が形成された酸化シリコン膜１２間でも、既述したようにシーム１３が形成されている部位の早い速度でのエッチングが抑制されることで、エッチング量のばらつきが抑えられる。

[0026] 図５は、本実施形態に係る基板処理装置を示す縦断側面図である。基板処理装置１は、既述したようにウエハＷを処理する処理空間を内包する処理容器２１を備える。図中２２は、処理容器２１の側壁に開口するウエハＷの搬送口であり、ゲートバルブ２３により開閉される。処理容器２１内にはウエハＷを載置するステージ２４が設けられており、当該ステージ２４には図示しない昇降ピンが設けられ、昇降ピンの上端はステージ２４の上面に突没する。その昇降ピンを介して、図示しない基板搬送機構とステージ２４とのウエハＷの受け渡しが行われる。

[0027] ステージ２４には、例えば抵抗加熱を行うヒーターである温度調整部２５が埋設され、ステージ２４に載置されたウエハＷが例えば８０℃以上の設定温度になるように加熱される。処理容器２１内の上部側には、ステージ２４に対向するように、ガスシャワーヘッド３０が設けられている。ガスシャワーヘッド３０には、ガス供給路３１、３２の下流側が接続されている。ガス供給路３１の上流側は分岐してガス供給路３１Ａ、３１Ｂを形成し、ガス供給路３２の上流側は分岐してガス供給路３２Ａ、３２Ｂを形成する。そして、ガス供給路３１Ａ、３１Ｂ、３２Ａ、３２Ｂの上流側は、流量調整部３５を介してガス供給源４１、４２、４３、４４に夫々接続されている。各流量調整部３５はバルブ及びマスフローコントローラを備えており、ガス供給源４１～４４から供給されるガスについての下流側への給断及び流量調整を行う。

[0028] ガス供給源４１、４２、４３、４４からは、ＨＦガス、Ａｒ（アルゴン）

ガス、NH_3ガス、N_2（窒素）ガスが、夫々接続される流路に供給される。なお、N_2ガス及びＡｒガスは、上記したパージガスを構成する。上記の各流量調整部３５によって、これらのガス供給源４１～４４から処理容器２１内に供給されるガスについての切り替えを行うことができる。ガス供給路３１ＡにおけるＨＦガスを供給するガス供給源４１及び流量調整部３５と、ガス供給路３２ＡにおけるNH_3ガスを供給するガス供給源４３及び流量調整部３５と、は処理ガス供給機構に相当する。ガス供給路３１ＢにおけるＡｒガスを供給するガス供給源４２及び流量調整部３５と、ガス供給路３２ＢにおけるN_2ガスを供給するガス供給源４４及び流量調整部３５と、は不活性ガス供給機構に相当する。

[0029] 処理容器２１の底部には排気路５１の上流端が接続されて、処理容器２１内に開口している。排気路５１には、下流側に向けてバルブＶ１、排気機構５２が順に設けられており、排気機構５２は真空ポンプなどによって構成される。バルブＶ１は、例えばＡＰＣ（Auto Pressure Control）バルブであり、処理容器２１内の圧力が予め設定された値となるように、後述の制御部２０から出力される制御信号に従って、ウエハWの処理中における開度の変更が可能である。

[0030] 基板処理装置１はコンピュータである制御部２０を備えており、この制御部２０は、プログラム、メモリ、ＣＰＵを備えている。プログラムには、既述したウエハWの処理及びウエハWの搬送が行われるように命令（各ステップ）が組み込まれており、このプログラムは、記憶媒体、例えばコンパクトディスク、ハードディスク、光磁気ディスク、ＤＶＤ等に格納され、制御部２０にインストールされる。制御部２０は当該プログラムにより基板処理装置１の各部に制御信号を出力し、各部の動作を制御する。そのように制御される動作には、例えばステージ２４の温度（即ち、ウエハWの温度）の調整、排気機構５２の動作、バルブＶ１の開度調整（即ち、処理容器２１内の圧力調整）、流量調整部３５によるガス供給源４１～４４からの処理容器２１内への各ガスの給断、流量の調整などが含まれる。

[0031] 続いて、図４Ａ～図４Ｄで説明した処理を行うための基板処理装置１における処理動作について、２サイクル分の動作を示した図６のタイムチャートを用いて説明する。図６のタイムチャートについては、処理容器２１内への処理ガスの給断やパージガスの供給量の変化のタイミングを示している。この処理ガスの給断のタイミングは、流量調整部３５のバルブの開閉のタイミングであり、パージガスの供給量の変化のタイミングは、流量調整部３５のマスフローコントローラによる流量調整のタイミングとも言える。

[0032] 図４Ａ～図４Ｄで説明したように、ウエハＷに処理ガスを供給する第１の工程と、比較的高圧の減圧雰囲気でパージガスを供給してＡＦＳを除去する第２の工程と、が交互に繰り返されるように処理が行われる。ここで例示する各第１、第２の工程においては、処理容器２１内は同一の圧力Ｐ０に調整される。チャート図に示す時刻ｔ１～ｔ２、ｔ３～ｔ４が第１の工程が各々行われる期間であり、時刻ｔ２～ｔ３、ｔ４～ｔ５が第２の工程が各々行われる期間である。以降は、１サイクル中での第１の工程が行われる時間（即ち、時刻ｔ１～ｔ２間、時刻ｔ３～ｔ４間の各々の長さ）を処理ガス供給時間、１サイクル中での第２の工程が行われる時間（即ち、時刻ｔ２～ｔ３間、時刻ｔ４～ｔ５間の各々の長さ）をパージ時間と呼称する場合が有る。第２の工程は既述したように酸化シリコン膜１２の露出が防止されるように行われるためにパージ時間は比較的短く設定されるので、処理ガス供給時間は、例えばパージ時間よりも長い。

[0033] 図２で示したウエハＷを処理容器２１内に搬入し、ステージ２４に載置して上記した温度に加熱する。そして、処理容器２１内に処理ガスであるＨＦガス及びNH_3ガスと、パージガスであるＡｒガス及びN_2ガスとを各々供給し、バルブＶ１の開度を調整して処理容器２１内を圧力Ｐ０にする（図４Ａ、図５中時刻ｔ１）。圧力Ｐ０は例えば８００Ｐａ（６Ｔｏｒｒ）以上、より具体的には例えば１０００Ｐａ（７．５Ｔｏｒｒ）～４０００Ｐａ（３０Ｔｏｒｒ）であり、当該圧力範囲は、ＡＦＳの蒸気圧よりも高い圧力である。

[0034] 続いて、処理ガスの供給を停止すると共に、パージガスの供給量を多くする（時刻ｔ２）。これにより、処理容器２１内の処理ガスがパージされて新たなＡＦＳの生成が停止すると共に、ＡＦＳ層１４の表面を除去し、除去されたＡＦＳをパージガスと共に排出する（図４Ｂ）。時刻ｔ２から予め設定された時間が経過する時刻ｔ３において、処理容器２１内への処理ガスの供給を再開すると共に、パージガスの供給量を減らす。この時、ＡＦＳ層１４の除去が停止して第２の工程が終了すると共に、２回目の第１の工程が開始される。時刻ｔ３～ｔ４では時刻ｔ１～ｔ２と同じ動作が行われ、時刻ｔ４～時刻ｔ５では時刻ｔ２～ｔ３と同じ動作が行われる。

[0035] 本実施形態のエッチング処理における各ガスの単位時間あたりの体積流量（以後、単に流量という）の一例について述べると、上記の第１の工程における処理ガスの流量は、１０ｓｃｃｍ～１０００ｓｃｃｍの範囲で設定され、例えばNH_3ガスの流量をＨＦガスの流量よりも多くする。第１の工程におけるパージガスの流量は、０ｓｃｃｍ～１００００ｓｃｃｍの範囲で設定され、例えばN_2ガスの流量をＡｒガスの流量の倍程度にする。上記の第２の工程におけるパージガスの流量は、それぞれ１０ｓｃｃｍ～２５０００ｓｃｃｍの範囲で設定され、例えばN_2ガスの流量をＡｒガスの流量の倍程度にする。そして第２の工程のパージガスの流量については、第１の工程における処理ガス及びパージガスの流量の倍程度又は倍以上にすることが好ましい。

[0036]（変形例）

本実施形態におけるパージガスは、Ａｒガス及びN_2ガスであることが必須では無く、一方のガスのみ用いてもよく、他の不活性ガスでもよい。処理ガスは、ＨＦガス及びNH_3ガスに限定されず、ハロゲン含有ガス及び塩基性ガスであればよい。ハロゲン含有ガスとしてはフッ素含有ガスに限らず、Ｃｌ（塩素）やＢｒ（臭素）などの他のハロゲン分子を含むハロゲン含有ガスを用いてもよい。塩基性ガスについても同様である。

[0037] 本開示の第１の工程、第２の工程の圧力については、圧力Ｐ０として同一にすることが必須の条件ではなく、異なっていてもよく、それぞれについて

適宜設定できる。また、図６に示した処理例では、パージガスの供給量について第１の工程の実施時と第２の工程の実施時とで異なるようにしているが、同じであってもよい。

[0038] ウエハＷの表面形状は、図１、図２に示したような形状に限定されず、例えばその表面にポリシリコン膜１１が設けられておらず、酸化シリコン膜１２が一様に設けられていてもよい。つまり、凹部内に形成された酸化シリコン膜１２をエッチングすることには限られないが、凹部内に形成された酸化シリコン膜１２には既述したように膜が成長することでシーム１３が形成されやすい。そのため、凹部内に形成された酸化シリコン膜１２のエッチングに、本技術は特に有効である。また、内部に酸化シリコン膜１２が形成された凹部は上方（即ち、ウエハＷの厚さ方向）に向けて開口することに限られず、側方（即ちウエハＷの主面に沿った方向）に向けて開口していてもよい。

[0039] また、エッチングするシリコン含有膜としては酸化シリコン膜１２には限られず、例えばＳｉＯＮ膜（シリコン酸窒化膜）であってもよい。そのようにＳｉＯＮ膜をエッチングする場合においても既述の処理ガスを用いることで、ＳｉＯＮ膜から反応生成物としてＡＦＳを生成させることができるので、酸化シリコン膜１２をエッチングする場合と同様の効果が得られる。また、シリコン含有膜としてはＳｉＮ膜（シリコン窒化膜）であってもよい。このＳｉＮ膜をエッチングする場合には、処理ガスとしてNF_3ガス、NH_3ガス、O_2ガスを供給することで、ＳｉＮ膜からＡＦＳを生成させる。それによって、既述した酸化シリコン膜１２をエッチングする場合と同様に、ウエハＷの面内で均一性高いエッチングを行うことができる。

[0040] 本開示に係る上述の各実施形態は、全ての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。上記の各実施形態は、添付の特許請求の範囲及びその趣旨を逸脱することなく、様々な形態で省略、置換、変更、組み合わせがなされてもよい。

[0041] 〔評価試験〕

以下、本開示におけるエッチング処理に関して行われた評価試験について説明する。

〈評価試験１〉

評価試験１として、表面に平坦に設けられた酸化シリコン膜が設けられた試験用の複数の基板に対してＡＦＳ層の厚さが所定の大きさとなるように第１の工程を行った。そして、処理容器内の圧力と処理容器内に供給するパージガスの流量との組み合わせを基板毎に変えて、各基板に対してＡＦＳ層が全て除去されるまでの時間（パージアウト時間とする）を調べた。処理容器内の圧力は、１０００Ｐａ（７．５Ｔｏｒｒ）、２０００Ｐａ（１５Ｔｏｒｒ）または４０００Ｐａ（３０Ｔｏｒｒ）に設定している。そのように圧力を１０００Ｐａ、２０００Ｐａ、４０００Ｐａに設定して行った試験を夫々評価試験１－１、１－２、１－３とする。また、比較試験として上記のようにＡＦＳ層を形成した基板のうちの一つについて、バルブＶ１を全開にして処理容器内の圧力をおよそ０Ｔｏｒｒ、パージガスの流量を０ｓｃｃｍにしてパージアウト時間を調べた。

[0042] 図７は、評価試験１－１～１－３及び比較試験の結果を示すグラフであり、横軸はパージガスの流量、縦軸はパージアウト時間を示す。グラフに示すように評価試験１－１～１－３の結果から、処理容器内の圧力が高くなるほどパージアウト時間が長く、パージガスの流量が小さいほどパージアウト時間が長いことが分かる。パージアウト時間が短すぎると、実施形態で述べたように第２の工程の終了時に酸化シリコン膜上に適正な量のＡＦＳを残留させることが困難である。比較試験では、パージアウト時間が１０秒と短いため、そのように残留させることが難しい。しかし評価試験１－１～１－３ではパージガスの流量を適切な設定とすることで、比較的長い時間、ＡＦＳを残留させることが可能であることが示された。評価試験１－１～１－３では処理容器内の圧力を７．５Ｔｏｒｒ以上に設定しているため、そのように７．５Ｔｏｒｒ以上に処理容器内の圧力を設定することが好ましいことが、この評価試験１から示された。なお、７．５Ｔｏｒｒよりも若干低い圧力でも

、パージガスの流量の設定次第で十分な時間、ＡＦＳを基板上に残留させることができると考えられるので、第２の工程の実施時における処理容器内の圧力は例えば８００Ｐａ（６Ｔｏｒｒ）以上であればよいと考えられる。

[0043] 〈評価試験２〉

評価試験２として、図１、図２で説明した表層構造を有する複数の基板に対して、本実施形態のエッチング処理を行った。このエッチングでは、基板毎にパージ時間を変更して、第１の工程及び第２の工程からなるサイクルを５５回行い、パージ時間については、２秒、２．４秒、２．６秒、２．７秒、２．８秒または３．０秒に設定した。エッチング処理後の基板について、表面形状、エッチング量、酸化シリコン膜１２の表面高さのばらつきについてＳＥＭ画像を取得することで評価した。上記のエッチング量については、１つの凹部内の複数位置で測定を行ってその測定値の平均値を取得し、さらにその平均値を用いて複数の凹部間での平均値を取得して得たものである。酸化シリコン膜１２の表面高さのばらつきについては、１つの凹部内の酸化シリコン膜１２の表面の複数箇所の高さの平均値を取得し、各凹部間で得られた当該平均値から算出した３σの値であるため、当該凹部間でのエッチング量のばらつきを示す。

[0044] 他の処理条件としては、処理容器内の圧力を４０００Ｐａ（３０Ｔｏｒｒ）、ウエハ温度を１３０℃として、処理ガス供給時間は４秒である。第２の工程におけるパージガスの流量は、N_2ガスを１４８００ｓｃｃｍ、Ａｒガスを６０００ｓｃｃｍとした。

[0045] 図８は、評価試験２の結果を示すグラフであり、同グラフの横軸はパージ時間［ｓｅｃ］、左側の縦軸は、エッチング量［ｎｍ］、右側の縦軸は酸化シリコン膜１２の表面高さのばらつき［ｎｍ］を示す。同図に示すように、パージ時間が長くなるにつれてエッチング量が増えることが確認された。これはパージ時間が長いほど、第２の工程の終了時において酸化シリコン膜１２上に残留するＡＦＳの量が少ない（ＡＦＳ層１４の厚さが小さい）ので、次の第１の工程で変質してＡＦＳ層１４に変化する酸化シリコン膜１２の厚

さが大きくなるためと考えられる。

[0046] そして酸化シリコン膜１２の表面高さのばらつきについては、２．６秒以上の範囲ではパージ時間が短くなるにつれて小さくなるが、パージ時間が２．６秒よりも低い場合は、２．６秒である場合に比べて大きくなった。つまり、パージ時間２．６秒で最も凹部間でのエッチング量のばらつきが抑えられていた。また、ＳＥＭ画像より、凹部内での酸化シリコン膜１２の表面の平坦性についてもパージ時間を２．６秒としたものが最も高いことが確認された。パージ時間が２．６秒以上の範囲で当該パージ時間が長いと、第１の工程の実施時に酸化シリコン膜１２上へのＡＦＳの残留量が少ない（ＡＦＳ層１４の厚さが小さい）ために、比較形態で説明したようにシーム１３の形成部分でエッチング速度が高くなることで、酸化シリコン膜１２の表面高さのばらつきが大きくなったと推定される。パージ時間が２．６秒より短い場合には、第１の工程の実施時に酸化シリコン膜１２上へのＡＦＳの残留量が多すぎる（ＡＦＳ層１４の厚さが大きすぎる）ために一部の凹部では処理ガスの透過が大きく妨げられたことでばらつきが生じたと考えられる。

以上のように評価試験２からは、パージ時間には適正な範囲が有ることが確認された。好ましいパージ時間は、表面形状や処理空間の容積やウエハ温度、処理ガスの供給条件などの影響を受け得るが、この評価試験では２．６秒と比較的短い時間であることから３０秒以下、長くなろうとも１分以下であると考えられる。

符号の説明

[0047]

W	ウエハ
１２	酸化シリコン膜
１４	ＡＦＳ層
２１	処理容器

請求の範囲

[請求項1] 表面にシリコン含有膜が形成された基板を処理容器内に格納する工程と、

前記処理容器内にハロゲン含有ガス及び塩基性ガスを含む処理ガスを供給し、前記シリコン含有膜を変質させて反応生成物を生成する第１の工程と、

前記反応生成物の一部を除去するために、前記処理容器内への前記処理ガスの供給を停止した状態で前記処理容器内への不活性ガスの供給及び当該処理容器内の排気を行う第２の工程と、

前記第１の工程と前記第２の工程とを交互に繰り返し行う繰り返し工程と、

前記繰り返し工程における２回目以降の前記第１の工程において前記反応生成物が残留している前記基板に前記処理ガスが供給されるように、前記各第２の工程において前記処理容器内を２００Ｐａよりも高い圧力とする圧力制御工程と、

を含む基板処理方法。

[請求項2] 前記圧力制御工程は、前記処理容器内の圧力を８００Ｐａ以上の圧力にする工程である請求項１記載の基板処理方法。

[請求項3] 前記シリコン含有膜は、シリコン酸化膜である請求項２記載の基板処理方法。

[請求項4] 前記ハロゲン含有ガスはフッ化水素ガスであり、前記塩基性ガスはアンモニアガスである請求項３記載の基板処理方法。

[請求項5] 前記シリコン含有膜は、前記基板に形成された凹部内に形成され、

前記第１の工程は、前記第２の工程で前記凹部の側壁及び前記シリコン含有膜のうちシリコン含有膜が選択的に除去されるように当該シリコン含有膜を選択的に変質させる工程である請求項４記載の基板処理方法。

[請求項6] 前記処理ガスが供給される前の前記シリコン含有膜には、空隙または

当該シリコン含有膜の界面同士の接合部が含まれている請求項５記載の基板処理方法。

[請求項7] 表面にシリコン含有膜が形成された基板を格納する処理容器と、
前記処理容器内にハロゲン含有ガス及び塩基性ガスを含む処理ガスを供給する処理ガス供給機構と、
前記処理容器内に不活性ガスを供給する不活性ガス供給機構と、
前記処理容器内を排気する排気機構と、
前記処理容器内に前記処理ガスを供給し、前記シリコン含有膜を変質させて反応生成物を生成する第１のステップと、前記反応生成物の一部を除去するために前記処理容器内への前記処理ガスの供給を停止した状態で前記処理容器内への不活性ガスの供給及び当該処理容器内の排気を行う第２のステップと、前記第１のステップと前記第２のステップとを交互に繰り返し行う繰り返しステップと、前記繰り返しステップにおける２回目以降の前記第１のステップにおいて前記反応生成物が残留している前記基板に前記処理ガスが供給されるように、前記各第２のステップにおいて前記処理容器内を２００Ｐａよりも高い圧力とする圧力制御ステップと、が実行されるように制御信号を出力する制御部と、
を備える基板処理装置。

[請求項8] 前記圧力制御ステップは、前記各第２のステップにおいて前記処理容器内を８００Ｐａ以上の圧力とする請求項７記載の基板処理装置。