

明 細 書

発明の名称：

ガス供給方法、半導体装置の製造方法、基板処理装置およびプログラム並びに流量制御器

技術分野

[0001] 本開示は、ガス供給方法、半導体装置の製造方法、基板処理装置およびプログラム並びに流量制御器に関する。

背景技術

[0002] 半導体装置の製造工程の一工程として、基板に対して処理ガス(例えば、原料ガス、反応ガス等)を供給し、基板上に膜を形成する際、タンク(以後、容器ともいう)に蓄積した大量の処理ガスをごく短時間で一気に供給する基板処理工程が行われる場合がある(例えば特開2022-085236号公報参照)。

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0003] 本開示は、容器に大量の処理ガスを充填する技術を提供する。

課題を解決するための手段

[0004] 本開示の一態様によれば、
ガスの供給ラインに設けられるバルブの開度を調整することでガスの流量を制御しつつ、前記ガスを容器に供給する第1工程と、
前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を調整して前記ガスを前記容器に供給する第2工程と、
を有する技術が提供される。

発明の効果

[0005] 本開示によれば、容器に大量の処理ガスを充填させることができる。

図面の簡単な説明

[0006] [図1]図1は、本開示の一態様で好適に用いられる基板処理装置の概略構成図である。

[図2]図2は、図1のA-A線断面図である。

[図3]図3は、本開示の一態様で好適に用いられる基板処理装置のコントローラ121の概略構成図であり、コントローラ121の制御系をブロック図で示す図である。

[図4]図4は、本開示の一態様における成膜シーケンスを示すフロー図である。

[図5]図5は、本開示の一態様における原料ガス供給系を示す図である。

[図6]図6は、本開示の一態様における原料ガスをタンク内に供給する制御モードの切り替え制御示すフロー図である。

[図7]図7は、図6のフローを実行したときのタンク内圧力とバルブの開度の時間推移の一例を示す図である。

発明を実施するための形態

[0007] <本開示の一態様>

以下、本開示の一態様について、主に、図1～図7を参照しながら説明する。なお、以下の説明において用いられる図面は、いずれも模式的なものであり、図面上の各要素の寸法の関係、各要素の比率等は、現実のものとは必ずしも一致していない。また、複数の図面の相互間においても、各要素の寸法の関係、各要素の比率等は必ずしも一致していない。

[0008] (1) 基板処理装置の構成

図1に示すように、処理炉202は温度調整器（加熱部）としてのヒータ207を有する。ヒータ207は円筒形状であり、保持板に支持されることにより垂直に据え付けられている。ヒータ207は、ガスを熱で活性化（励起）させる活性化機構（励起部）としても機能する。

[0009] ヒータ207の内側には、ヒータ207と同心円状に反応管203が配設されている。反応管203は、例えば石英（ SiO_2 ）又は炭化シリコン（ SiC ）等の耐熱性材料により構成され、上端が閉塞し下端が開口した円筒形

状に形成されている。反応管203の下方には、反応管203と同心円状に、マニホールド209が配設されている。マニホールド209は、例えばステンレス鋼（SUS）等の金属材料により構成され、上端及び下端が開口した円筒形状に形成されている。マニホールド209の上端部は、反応管203の下端部に係合しており、反応管203を支持するように構成されている。マニホールド209と反応管203との間には、シール部材としてのリング220aが設けられている。反応管203はヒータ207と同様に垂直に据え付けられている。主に、反応管203とマニホールド209とにより処理容器（反応容器）が構成される。処理容器の筒中空部には処理室201が形成される。処理室201は、基板としてのウエハ200を収容可能に構成されている。この処理室201でウエハ200に対する処理が行われる。

[0010] 処理室201には、それぞれ第1供給部としてのノズル249a、第2供給部としてのノズル249bが、マニホールド209の側壁を貫通するようにそれぞれ設けられている。ノズル249a、249bを、それぞれ第1および第2ノズルとも称する。ノズル249a、249bは、例えば石英又はSiC等の耐熱性材料により構成されている。ノズル249a、249bには、ガス供給管232a、232bがそれぞれ接続されている。ノズル249a、249bはそれぞれ異なるノズルであり、ノズル249aとノズル249bは隣接して設けられている。

[0011] ガス供給管232aには、ガス流の上流側から順に、原料を気体状のガス（第1処理ガスとしての原料ガス）にする気化部241a、ピエゾバルブである第1バルブとしてのバルブ243aを備える流量制御器（流量制御部）であるマスフローコントローラ（MFC）251を含む気化器248、気化器248で気化されたガスを一時的に貯留することが可能なように構成された容器の一例としての貯留部240aおよび第2バルブとしてのバルブ242aが設けられている。また、気化器248と貯留部240aとの間には、圧力センサ247が設けられている。この圧力センサ247によって貯留部240a内の圧力を検出することができる。以後、本明細書では、MFC251

が気化器 248 に含む構成として説明していくが、上述の気化器 248 は一例であって、MFC 251 は気化器 248 に含まれなくてもよい。

- [0012] ガス供給管 232a のバルブ 242a よりも下流側には、ガス供給管 232c が接続されている。ガス供給管 232c には、ガス流の上流側から順に、MFC 241c およびバルブ 243c が設けられている。ガス供給管 232a、232c および貯留部 240a は、例えば SUS 等の金属材料により構成されている。主に、ガス供給管 232a、気化部 241a とバルブ 243a を含む気化器 248、貯留部 240a、バルブ 242a により、原料ガス供給系（原料ガス供給ライン）が構成される。
- [0013] 貯留部 240a は、通常の配管より流路断面積が大きく構成され、例えば、通常の配管よりもガス容量の大きなガスタンクとして構成されている。貯留部 240a よりも上流側のバルブ 243a 及び下流側のバルブ 242a を開閉することにより、ガス供給管 232a から供給される原料を気体状にしたガスの貯留部 240a 内への充填や、貯留部 240a 内に充填したガスの処理室 201 への供給を行うことができるように構成されている。なお、気化器 248 の詳細は後述する。
- [0014] バルブ 242a を閉じ、気化部 241a で気化され、バルブ 243a の開度を調整することにより、MFC 251 で流量調整されたガスを、貯留部 240a 内に充填することができる。そして、貯留部 240a 内の圧力が第 1 所定圧力(以後、第 1 所定値ということがある)に到達したら、MFC 251 での流量制御から貯留部 240a 内の圧力に基づいてバルブ 243a の開度を決定する制御に切り替える。そして、更に、貯留部 240a 内に所定量のガスが充填され、貯留部 240a 内の圧力が第 2 所定圧力(以後、第 2 所定値ということがある)に到達したら、バルブ 243a を閉じ、バルブ 242a を開くことにより、貯留部 240a 内に充填された高圧のガスを、ガス供給管 232a およびノズル 249a を介して処理室 201 に一気に（短時間で）供給（フラッシュ供給）することができる。また、この原料ガス供給系（原料ガス供給ライン）におけるガス供給方法の詳細については後述する。なお

、フラッシュ供給の際には、バルブ 2 4 3 a は開いていてもよい。

[0015] ガス供給管 2 3 2 b には、ガス流の上流側から順に、M F C 2 4 1 b 及び開閉弁であるバルブ 2 4 3 b がそれぞれ設けられている。ガス供給管 2 3 2 b のバルブ 2 4 3 b よりも下流側には、ガス供給管 2 3 2 d が接続されている。ガス供給管 2 3 2 d には、ガス流の上流側から順に、M F C 2 4 1 d 及びバルブ 2 4 3 d が設けられている。ガス供給管 2 3 2 b, 2 3 2 d は、例えば S U S 等の金属材料により構成されている。

[0016] 図 2 に示すように、ノズル 2 4 9 a, 2 4 9 b は、反応管 2 0 3 の内壁とウエハ 2 0 0 との間における平面視において円環状の空間に、反応管 2 0 3 の内壁の下部より上部に沿って、ウエハ 2 0 0 の配列方向上方に向かって立ち上がるようにそれぞれ設けられている。すなわち、ノズル 2 4 9 a, 2 4 9 b は、ウエハ 2 0 0 が配列されるウエハ配列領域の側方の、ウエハ配列領域を水平に取り囲む領域に、ウエハ配列領域に沿うようにそれぞれ設けられている。平面視において、ノズル 2 4 9 a は、処理室 2 0 1 に搬入されるウエハ 2 0 0 の中心を挟んで後述する排気口 2 3 1 a と対向するように配置されている。ノズル 2 4 9 b は、ノズル 2 4 9 a と隣接して反応管 2 0 3 の内壁（ウエハ 2 0 0 の外周部）に沿って配置されている。ノズル 2 4 9 a, 2 4 9 b の側面には、ガスを供給するガス供給孔 2 5 0 a, 2 5 0 b がそれぞれ設けられている。ガス供給孔 2 5 0 a, 2 5 0 b は、それぞれが、平面視において排気口 2 3 1 a と対向（対面）するように開口しており、ウエハ 2 0 0 に向けてガスを供給することが可能となっている。ガス供給孔 2 5 0 a, 2 5 0 b は、反応管 2 0 3 の下部から上部にわたって複数設けられている。

[0017] 図 5 に示すように、原料ガス供給系を構成する気化器 2 4 8 は、気化部 2 4 1 a と、流量センサ 2 5 2 及びバルブ 2 4 3 a を有する M F C 2 5 1 と、を備える。気化部 2 4 1 a は、原料の供給ライン（ここでは、ガス供給管 2 3 2 a 上）に設けられている。この気化部 2 4 1 a は、上記したように原料を気体状のガスに気化させる機能を有する。M F C 2 5 1 は、原料の供給ラ

インに設けられている。具体的には、気化部241aよりもガス流の下流側に設けられている。

[0018] また、MFC251は、供給ラインに設けられるバルブ243aの開度を調整することでガスの流量を制御しつつ、ガスを貯留部240aに供給することが可能に構成されている。具体的には、MFC251は、流量センサ252と、バルブ243aとを有している。流量センサ252は、センサの一例であり、供給ラインに設けられ、気化された原料（以下、適宜「ガス」と称する。）の流量を検知する機能を有する。本実施形態では、一例として、MFC251は、流量センサ252で検出した流量に基づいてバルブ243aの開度を調整するバルブ243aは、供給ラインに設けられ、ガスを貯留部240aへ供給する機能を有する。具体的には、バルブ243aを開閉することで貯留部240aへのガスの供給及び停止が切り替えられる。

[0019] MFC251は、流量制御可能な圧力の範囲内では、流量センサ252により検知される流量に基づいてバルブ243aの開度を調整することでガスの流量を制御しつつ、ガスを貯留部240aに供給することが可能に構成されている。

[0020] またMFC251は、流量制御可能な圧力の範囲外では、貯留部240a内の圧力に基づいてバルブ243aの開度を調整してガスを貯留部240aに供給することが可能に構成されている。具体的には、貯留部240aの圧力値がMFC251の流量制御可能な圧力の範囲外の場合、MFC251による流量制御からコントローラ121によるバルブ243aの開度制御に切り替える。このようにMFC251による流量制御とコントローラ121によるバルブ243aの開度制御を切り替えるシステムを本実施形態では気化システムという。気化システムは、図5に示されるように、主に気化器248とコントローラ121とによって構成される。

[0021] なお、MFC251の流量制御可能条件にはある程度の差圧が必要となる。そのため、ガスを貯留部240aに充填していくと、貯留部240a内の圧力が大きくなり、それにつれて差圧が小さくなっていき、MFC251で

の制御が限界に近づく。本実施形態では、MFC 251で制御限界値に達したときに、MFC 251での流量制御からコントローラ121によるバルブ243aの開度制御に切り替えることにより、貯留部240aにガスを充填できる量を多くすることが可能になる。また、流量制御可能条件としてある程度の差圧がある場合、MFC 251でガスを流量制御するのは、気化量>ガス供給量を安定して制御可能なためである。ここで、気化量は気化部241aで気化されるガスの量、ガス供給量は、バルブ243aを流れるガスの量を指す。気化量>ガス供給量の関係を維持しないと、液体と気体の混合ガスが貯留部240aに流れやすく、パーティクル源となる虞がある。したがって、MFC 251では気化量>ガス供給量の関係を維持するようバルブ243aの開度を調整するように構成されている。さらに、バルブ243aに直近の流量センサ252に基づいてバルブ243aの操作量を制御しているため、貯留部240a内の圧力に基づいてバルブ243aの操作量を制御することにより格段に応答性及び精度ともに向上すると推定される。

[0022] ガス供給管232bからは、第2処理ガスとしての反応ガスが、MFC 241b、バルブ243b、ノズル249bを介して処理室201へ供給される。なお、反応ガスは、原料ガスとは分子構造（化学構造）が異なる物質である。

[0023] ガス供給管232c、232dからは、不活性ガスが、それぞれMFC 241c、241d、バルブ243c、243d、ガス供給管232a、232b、ノズル249a、249bを介して処理室201へ供給される。不活性ガスは、パージガス、キャリアガス、希釈ガス等として作用する。

[0024] 主に、ガス供給管232b、MFC 241b、バルブ243bにより、反応ガス供給系（反応ガス供給ライン）が構成される。主に、ガス供給管232c、232d、MFC 241c、241d、バルブ243c、243dにより、不活性ガス供給系（不活性ガス供給ライン）が構成される。

[0025] なお、原料ガス及び反応ガスのそれぞれ或いは両方を、成膜ガスとも称し、原料ガス供給系及び反応ガス供給系のそれぞれ或いは両方を、成膜ガス供

給系（成膜ガス供給ライン）とも称する。

[0026] また、ガス供給管 2 3 2 c、M F C 2 4 1 c、バルブ 2 4 3 c により構成される不活性ガス供給系（不活性ガス供給ライン）を原料ガス供給系に含めてもよく、ガス供給管 2 3 2 d、M F C 2 4 1 d、バルブ 2 4 3 d により構成される不活性ガス供給系（不活性ガス供給ライン）を反応ガス供給系に含めてもよい。

[0027] また、気化器 2 4 8 が有するバルブ 2 4 3 a、バルブ 2 4 2 a、2 4 3 b、2 4 3 c、2 4 3 d の開閉動作や M F C 2 4 1 b、2 4 1 c、2 4 1 d による流量調整動作等が、後述するコントローラ 1 2 1 によって制御されるように構成されている。

[0028] 反応管 2 0 3 の側壁下方には、処理室 2 0 1 の雰囲気気を排気する排気口 2 3 1 a が設けられている。排気口 2 3 1 a には排気管 2 3 1 が接続されている。排気管 2 3 1 は、例えば S U S 等の金属材料により構成されている。排気管 2 3 1 には、処理室 2 0 1 の圧力を検出する圧力検出器（圧力検出部）としての圧力センサ 2 4 5 及び圧力調整器（圧力調整部）としての A P C （ A u t o P r e s s u r e C o n t r o l l e r ）バルブ 2 4 4 を介して、真空排気装置としての真空ポンプ 2 4 6 が接続されている。A P C バルブ 2 4 4 は、真空ポンプ 2 4 6 を作動させた状態で弁を開閉することで、処理室 2 0 1 の真空排気及び真空排気停止を行うことができ、更に、真空ポンプ 2 4 6 を作動させた状態で、圧力センサ 2 4 5 により検出された圧力情報に基づいて弁開度を調節することで、処理室 2 0 1 の圧力を調整することができるように構成されている。主に、排気管 2 3 1、A P C バルブ 2 4 4、圧力センサ 2 4 5 により、排気系が構成される。真空ポンプ 2 4 6 を排気系に含めて考えてもよい。

[0029] マニホールド 2 0 9 の下方には、マニホールド 2 0 9 の下端開口を気密に閉塞可能な炉口蓋体（以後、蓋体という）としてのシールキャップ 2 1 9 が設けられている。蓋体 2 1 9 は、例えば S U S 等の金属材料により構成され、円盤状に形成されている。蓋体 2 1 9 の上面には、マニホールド 2 0 9 の下

端と当接するシール部材としてのＯリング２２０ｂが設けられている。蓋体２１９の下方には、後述するポート２１７を回転させる回転機構２６７が設置されている。回転機構２６７の回転軸２５５は、例えばＳＵＳ等の金属材料により構成され、蓋体２１９を貫通してポート２１７に接続されている。回転機構２６７は、ポート２１７を回転させることでウエハ２００を回転させるように構成されている。蓋体２１９は、反応管２０３の外部に設置された昇降機構としてのポートエレベータ１１５によって垂直方向に昇降されるように構成されている。昇降機構１１５は、蓋体２１９を昇降させることで、ウエハ２００を処理室２０１内外に搬入及び搬出（搬送）する搬送装置として構成されている。

[0030] 基板支持具としてのポート２１７は、複数枚、例えば２５～２００枚のウエハ２００を、水平姿勢で、かつ、互いに中心を揃えた状態で垂直方向に整列させて多段に支持するように、すなわち、間隔を空けて配列させるように構成されている。ポート２１７の下部には、例えば石英やＳｉＣ等の耐熱性材料により構成される断熱部２１８が多段に支持されている。

[0031] 反応管２０３内には、温度検出器としての温度センサ２６３が設置されている。温度センサ２６３により検出された温度情報に基づきヒータ２０７への通電具合を調整することで、処理室２０１の温度が所望の温度分布となる。温度センサ２６３は、反応管２０３の内壁に沿って設けられている。

[0032] 図３に示すように、制御部（制御手段）であるコントローラ１２１は、ＣＰＵ（Ｃｅｎｔｒａｌ Ｐｒｏｃｅｓｓｉｎｇ Ｕｎｉｔ）１２１ａ、ＲＡＭ（Ｒａｎｄｏｍ Ａｃｃｅｓｓ Ｍｅｍｏｒｙ）１２１ｂ、記憶装置１２１ｃ、Ｉ／Ｏポート１２１ｄを備えたコンピュータとして構成されている。ＲＡＭ１２１ｂ、記憶装置１２１ｃ、Ｉ／Ｏポート１２１ｄは、内部バス１２１ｅを介して、ＣＰＵ１２１ａとデータ交換可能なように構成されている。コントローラ１２１には、例えばタッチパネル等として構成された入出力装置１２２が接続されている。

[0033] 記憶装置１２１ｃは、例えばフラッシュメモリ、ＨＤＤ（Ｈａｒｄ Ｄｉ

sk Drive)、SSD (Solid State Drive) 等で構成されている。記憶装置121c内には、基板処理装置の動作を制御する制御プログラムや、後述する基板処理の手順や条件等が記載されたプロセスレシピ等が、読み出し可能に格納されている。プロセスレシピは、後述する基板処理における各手順をコントローラ121に実行させ、所定の結果を得ることができるように組み合わせられたものであり、プログラムとして機能する。以下、プロセスレシピや制御プログラム等を総称して、単に、プログラムともいう。また、プロセスレシピを、単に、レシピともいう。本明細書においてプログラムという言葉を用いた場合は、レシピ単体のみを含む場合、制御プログラム単体のみを含む場合、又は、それらの両方を含む場合がある。RAM121bは、CPU121aによって読み出されたプログラムやデータ等が一時的に保持されるメモリ領域（ワークエリア）として構成されている。

[0034] I/Oポート121dは、上述のMFC251、241b、241c、241d、バルブ243a、242a、243b、243c、243d、気化部241a、圧力センサ245、247、APCバルブ244、真空ポンプ246、温度センサ263、ヒータ207、回転機構267、昇降機構115等に接続されている。

[0035] CPU121aは、記憶装置121cから制御プログラムを読み出して実行すると共に、入出力装置122からの操作コマンドの入力等に応じて記憶装置121cからレシピを読み出すことが可能なように構成されている。CPU121aは、読み出したレシピの内容に沿うように、MFC251、241b、241c、241dによる各種ガスの流量調整動作、バルブ243a、242a、バルブ243b、243c、243dの開閉動作、気化部241aによる原料の気化動作（加熱動作ともいう）、APCバルブ244の開閉動作及び圧力センサ245に基づくAPCバルブ244による圧力調整動作、真空ポンプ246の起動及び停止、温度センサ263に基づくヒータ207の温度調整動作、回転機構267によるポート217の回転及び回転

速度調節動作、昇降機構 1 1 5 によるポート 2 1 7 の昇降動作等を制御することが可能なように構成されている。

- [0036] コントローラ 1 2 1 は、外部記憶装置 1 2 3 に格納された上述のプログラムを、コンピュータにインストールすることにより構成することができる。外部記憶装置 1 2 3 は、例えば、HDD等の磁気ディスク、CD等の光ディスク、MO等の光磁気ディスク、USBメモリやSSD等の半導体メモリ等を含む。記憶装置 1 2 1 c や外部記憶装置 1 2 3 は、コンピュータ読み取り可能な記録媒体として構成されている。以下、これらを総称して、単に、記録媒体ともいう。本明細書において記録媒体という言葉を用いた場合は、記憶装置 1 2 1 c 単体のみを含む場合、外部記憶装置 1 2 3 単体のみを含む場合、又は、それらの両方を含む場合がある。なお、コンピュータへのプログラムの提供は、外部記憶装置 1 2 3 を用いず、インターネットや専用回線等の通信手段を用いて行ってもよい。

[0037] (2) 基板処理工程

上述の基板処理装置を用い、半導体装置の製造工程の一工程として、基板としてのウエハ 2 0 0 に対し処理を行うシーケンス例、すなわち、ウエハ 2 0 0 上に膜を形成する成膜シーケンス例について、主に、図 4 を用いて説明する。以下の説明において、基板処理装置を構成する各部の動作はコントローラ 1 2 1 により制御することが可能なように構成される。

- [0038] 本態様における成膜シーケンスでは、ウエハ 2 0 0 が収容された処理室 2 0 1 へ原料ガス供給ラインから原料ガスを供給するステップ A と、ウエハ 2 0 0 が収容された処理室 2 0 1 へ反応ガスを供給するステップ B と、を含むサイクルを所定回数（ n 回、 n は 1 以上の整数）行うことで、ウエハ 2 0 0 上に膜を形成する。

- [0039] なお、本態様における成膜シーケンスでは、原料ガスを供給する際は、原料ガスを、原料ガス供給ラインに設けられた貯留部 2 4 0 a 内に予め充填してから処理室 2 0 1 へ供給する。但し、シーケンスに応じて適宜供給方法が選択され貯留部 2 4 0 a 内に予め充填することなく、原料ガスを処理室 2 0

1へ供給する場合もある。

[0040] なお、本態様における成膜シーケンスでは、ステップAと、ステップBと、を交互にn回（nは1以上の整数）行う際、それらの間に処理室201をパージするステップを挟むようにすることが好ましい。なお、ここで、「パージ」とは、処理室201に不活性ガスを供給することによる処理室201に存在する原料ガスや中間体の除去を意味する。「排気」は、処理室201に不活性ガスを供給することなく処理室201に存在する原料ガスや中間体を除去することを意味する。

[0041] 本明細書において「ウエハ」という言葉を用いた場合は、ウエハそのものを意味する場合や、ウエハとその表面に形成された所定の層や膜との積層体を意味する場合がある。本明細書において「ウエハの表面」という言葉を用いた場合は、ウエハそのものの表面を意味する場合や、ウエハ上に形成された所定の層等の表面を意味する場合がある。本明細書において「ウエハ上に所定の層を形成する」と記載した場合は、ウエハそのものの表面に所定の層を直接形成することを意味する場合や、ウエハ上に形成されている層等の上に所定の層を形成することを意味する場合がある。本明細書において「基板」という言葉を用いた場合も、「ウエハ」という言葉を用いた場合と同義である。

[0042] （基板搬入S1：ウエハチャージ及びボートロード）

複数枚のウエハ200がボート217に装填（ウエハチャージ）された後、シャッタ開閉機構115sによりシャッタ219sが移動させられて、マニホールド209の下端開口が開放される（シャッタオープン）。その後、図1に示すように、複数枚のウエハ200を支持したボート217は、昇降機構115によって持ち上げられて処理室201へ搬入（ボートロード）される。この状態で、蓋体219は、リング220bを介してマニホールド209の下端をシールした状態となる。

[0043] （前処理S2：圧力調整及び温度調整）

ボートロードが終了した後、処理室201、すなわち、ウエハ200が存

在する空間が所望の圧力（真空度）となるように、真空ポンプ２４６によって真空排気（減圧排気）される。この際、処理室２０１の圧力は圧力センサ２４５で測定され、この測定された圧力情報に基づきＡＰＣバルブ２４４がフィードバック制御される（圧力調整）。また、処理室２０１のウエハ２００が所望の処理温度となるように、ヒータ２０７によって加熱される。この際、処理室２０１が所望の温度分布となるように、温度センサ２６３が検出した温度情報に基づきヒータ２０７への通電具合がフィードバック制御される（温度調整）。また、回転機構２６７によるウエハ２００の回転を開始する。処理室２０１の排気、ウエハ２００の加熱及び回転は、いずれも、少なくともウエハ２００に対する処理が終了するまでの間は継続して行われる。

[0044] （基板処理Ｓ３：成膜処理）

その後、以下のステップＡ，Ｂを順次行う。

[0045] [ステップＡ]

本ステップでは、処理室２０１のウエハ２００に対して原料ガスを供給する。まず、バルブ２４２ａは閉じた状態にして、バルブ２４３ａを開き、バルブ２４３ａの開度を調整することで原料ガスの流量を制御しつつ、原料ガスを貯留部２４０ａに供給する（第１工程）。そして、貯留部２４０ａ内の圧力に基づいてバルブ２４３ａの開度を調整して原料ガスを貯留部２４０ａに供給する（第２工程）。

[0046] まず第１工程について説明する。第１工程は、図６に示すステップＳ１００、Ｓ１０２、Ｓ１０４を有する工程である。また第１工程では、貯留部２４０ａへのガスの供給がＭＦＣ２５１により制御される。

[0047] ステップＳ１００では、ＭＦＣ２５１における原料ガスの流量を設定する。なお、ＭＦＣ２５１における原料ガスの流量の調整は、バルブ２４３ａの開度を調整することで行われる。なお、ＭＦＣ２５１における流量制御は、例えば、流量が一定となるように制御してもよい。

[0048] ステップＳ１０２では、予め設定した時間Ｔ１が経過したか否かを判定する。ここで、時間Ｔ１を経過している場合には、ステップＳ１０４に移行す

る。一方、時間 T_1 が経過していない場合には、ステップ S_{100} に戻る（移行する）。

[0049] ステップ S_{104} では、目標圧力勾配 R_0 を計算する。具体的には、図7に示されるように、MFC251で制御する範囲内における時間 T_1 と圧力 P_1 を求め、この時間 T_1 と圧力 P_1 から目標圧力勾配 R_0 を計算する。計算した目標圧力勾配 R_0 は、RAM121bや記憶装置121cに記憶させる。なお、目標圧力勾配 R_0 は、 $R_0 = P_1 / T_1$ により求められる。

[0050] なお、図7において、縦軸は貯留部240a内の圧力 P 、バルブ243aの開度を示し、横軸は時間 T を示している。

[0051] このようにして第1工程が終了する。第1工程が終了すると、第2工程に移行する。すなわち、本実施形態では、第1工程から第2工程の順に移行する。なお、本開示は、この構成に限定されない。例えば、ガスが供給される貯留部240aとの圧力差が少なくなり、バルブ243aが閉状態になると、第1工程から第2工程に移行してもよい。また、例えば、第1工程において、貯留部240a内の圧力値、すなわち圧力センサ247で検出した圧力値が第1所定値（例えば圧力 P_1 ）に到達すると、第1工程から第2工程に移行してもよい。さらに、例えば、第1工程において、貯留部240a内の圧力値が第1所定値で収束すると、第2工程に移行してもよい。

[0052] 次に第2工程について説明する。第2工程は、図6に示すステップ S_{106} 、 S_{108} 、 S_{110} 、 S_{112} を有する工程である。また第2工程では、貯留部240aへのガスの供給がコントローラ121により制御される。

[0053] まず、第1工程から第2工程に移行すると、バルブ243aの開度を予め設定される開度に調整する。

[0054] ステップ S_{106} では、現在の圧力勾配 R を計算する。具体的には、図7に示されるように、コントローラ121で制御する範囲内における時間 T と圧力 P を求め、この時間 T と圧力 P から圧力勾配 R を計算する。計算した圧力勾配 R は、RAM121bや記憶装置121cに記憶させる。なお、圧力勾配 R は、 $R = P / T$ により求められる。

- [0055] ステップS 1 0 8では、目標値（目標圧力勾配） R_0 と制御量（圧力勾配） R から操作量 Y を計算する。
- [0056] ステップS 1 1 0では、計算した操作量 Y をバルブ2 4 3 aの開度に設定する。すなわち、第2工程では、貯留部2 4 0 a内の圧力に基づいてバルブ2 4 3 aの開度を変更する。そして、バルブ2 4 3 aの開度を操作量 Y に設定することで、貯留部2 4 0 aへのガスの流量が調整される。なお、バルブ2 4 3 aの開度調整は、第2工程の間に複数回設定されてもよい。
- [0057] また、第2工程における圧力勾配 R が第1工程における目標圧力勾配 R_0 以下となるように操作量 Y を設定することが好ましい。
- [0058] ステップS 1 1 2では、予め設定した時間 T_2 が経過したか否かを判定する。ここで、時間 T_2 を経過している場合には、第2工程が終了する。なお、本開示は、この構成に限定されない。例えば、第2工程は、貯留部2 4 0 a内の圧力値が第1所定値よりも大きい第2所定値になるまで行ってもよいし、貯留部2 4 0 a内の圧力値が第2所定値で予め設定された時間、収束するまで行ってもよい。そして、時間 T_2 が経過していない場合には、ステップS 1 0 6に戻る（移行する）。
- [0059] 第2工程が終了した後は、バルブ2 4 3 aを閉じ、貯留部2 4 0 a内に原料ガスが充填された状態を維持する。
- [0060] また本実施形態では、第2工程の後に第3工程が実行されてもよい。第3工程は、貯留部2 4 0 aの下流側に設けられる供給バルブとしてのバルブ2 4 2 aを開にして貯留部2 4 0 aからガスを処理室2 0 1に供給する工程である。本実施形態では、一例として、貯留部2 4 0 a内の圧力値が第2所定値になると、第2工程から前記第3工程に移行する。
- [0061] 第3工程では、バルブ2 4 2 aを開き、貯留部2 4 0 a内に充填された高圧の原料ガスを処理室2 0 1へ一気に流す。これにより、ウエハ2 0 0に対して、原料ガスが一気に供給されることとなる（原料ガスのフラッシュ供給）。ここで、バルブ2 4 3 c, 2 4 3 dを開き、ノズル2 4 9 a, 2 4 9 bのそれぞれを介して、処理室2 0 1へ不活性ガスを供給するようにしてもよ

い。また、本ステップは、排気系を実質的に全閉（A P Cバルブ2 4 4を実質的に全閉）の状態として実施することが好ましい。ここで実質的に閉塞（実質的に全閉）とは、A P Cバルブ2 4 4が0. 1 %～数%程度空いている状態や、A P Cバルブ2 4 4の性能上、1 0 0 %閉めるように制御したとしても、排気系に、排気されてしまう状態を含む。

[0062] そして、バルブ2 4 3 a, 2 4 2 aを閉じ、処理室2 0 1への原料ガスの供給を停止する。そして、A P Cバルブ2 4 4を例えば全開として、処理室2 0 1を真空排気し、処理室2 0 1に残留するガス等を処理室2 0 1から排除する。

[0063] なお、上記の第2工程では、第2工程の間にバルブ2 4 3 aの開度が複数回設定されるが、本開示はこの構成に限定されない。例えば、バルブ2 4 3 aの開度を第2工程の間、一定の開度に設定してもよい。

[0064] また、上記のステップAでは、第1工程を時間T 1実行した後で、第2工程を時間T 2実行しているが、本開示はこの構成に限定されない。例えば、M F C 2 5 1の流量制御可能な圧力の範囲内では第1工程を行い、M F C 2 5 1の流量制御可能な圧力の範囲外では、第2工程を行う構成としてもよい。

[0065] なお、第3工程が終わると、バルブ2 4 3 a, 2 4 2 aを閉にして、第1工程または第2工程を実行するようにしてもよい。

[0066] [ステップB]

ステップAが終了した後、処理室2 0 1のウエハ2 0 0、すなわち、ウエハ2 0 0上に形成された第1層、例えば、原料元素含有層に対して反応ガスを供給する。

[0067] 具体的には、バルブ2 4 3 bを開き、ガス供給管2 3 2 b内へ反応ガスを流す。反応ガスは、M F C 2 4 1 bにより流量調整され、ノズル2 4 9 bを介して処理室2 0 1へ供給され、排気口2 3 1 aより排気される。このとき、ウエハ2 0 0に対して反応ガスが供給される（反応ガス供給）。このとき、バルブ2 4 3 c, 2 4 3 dを開き、ノズル2 4 9 a, 2 4 9 bのそれぞれ

を介して処理室201へ不活性ガスを供給するようにしてもよい。

[0068] 反応ガスとして、例えば、後述する窒化ガスを用いる場合、後述する処理条件下でウエハ200に対して窒化ガスを供給することにより、ウエハ200上に形成された第1層の少なくとも一部が窒化（改質）される。結果として、下地としてのウエハ200の最表面上に、第2層として、窒化層が形成される。

[0069] 第2層が形成された後、バルブ243bを閉じ、処理室201への窒化ガスの供給を停止する。そして、ステップAにおけるパージと同様の処理手順により、処理室201に残留するガス等を処理室201から排除する（パージ）。

[0070] [所定回数実施]

上述のステップA、Bを含むサイクルを所定回数（n回、nは1以上の整数）行うことにより、ウエハ200の表面上に、膜を形成することができる。上述のサイクルは、複数回繰り返すことが好ましい。すなわち、1サイクルあたりに形成される層の厚さを所望の膜厚よりも薄くし、この層を積層することで形成される膜の厚さが所望の厚さになるまで、上述のサイクルを複数回繰り返すことが好ましい。このとき、ステップAでは、貯留部240a内に予め充填する原料ガスの量を、サイクル毎に一定な量とすることが好ましい。また、2回目以降のサイクルでは、ステップAにおける貯留部240a内への原料ガスの充填を、1サイクル前のステップBにおける反応ガスの供給と並行して行うことが好ましい。

[0071] （後処理S4：アフターパージ及び大気圧復帰）

ウエハ200上への所望の厚さの膜の形成が完了した後、ノズル249a及びノズル249bのそれぞれから、パージガスとしての不活性ガスを処理室201へ供給し、排気口231aより排気する。これにより、処理室201がパージされ、処理室201に残留するガスや反応副生成物等が処理室201から除去される（アフターパージ）。その後、処理室201の雰囲気の不活性ガスに置換され（不活性ガス置換）、処理室201の圧力が常圧に復

帰される（大気圧復帰）。

[0072] （基板搬出 S 5 : ポートアンロード及びウエハディスチャージ）

その後、昇降機構 1 1 5 により蓋体 2 1 9 が下降され、マニホールド 2 0 9 の下端が開口される。そして、処理済のウエハ 2 0 0 が、ポート 2 1 7 に支持された状態でマニホールド 2 0 9 の下端から反応管 2 0 3 の外部に搬出（ポートアンロード）される。ポートアンロードの後は、シャッタ 2 1 9 s が移動させられ、マニホールド 2 0 9 の下端開口がリング 2 2 0 c を介してシャッタ 2 1 9 s によりシールされる（シャッタクローズ）。処理済のウエハ 2 0 0 は、反応管 2 0 3 の外部に搬出された後、ポート 2 1 7 より取り出される（ウエハディスチャージ）。

[0073] （4）本態様による効果

本態様によれば、以下に示す 1 つ又は複数の効果が得られる。

[0074] （a）本態様によれば、MFC 2 5 1 による流量制御とコントローラ 1 2 1 によるバルブ 2 4 3 a の開度制御の組み合わせにより、MFC 2 5 1 による流量制御で貯留部 2 4 0 a にチャージ可能なガスよりも多くのガスを貯留部 2 4 0 a 内に溜めることができる。これにより処理室 2 0 1 に一度に多くの流量のガスを供給することができる。

[0075] （b）本態様によれば、MFC 2 5 1 による流量制御で貯留部 2 4 0 a にガスをチャージができなくなっても、もしくは、容器（タンク）の圧力が上昇し、（MFC 2 5 1 の流量制御可能な圧力範囲から外れて）MFC 2 5 1 による流量制御ができなくなっても、更に、ガスを貯留部 2 4 0 a 内に溜めることができる。これにより処理室 2 0 1 に一度に多くの流量のガスを供給することができる。

[0076] （c）本態様によれば、MFC 2 5 1 による流量制御されたガスを貯留部 2 4 0 a にチャージしているときの圧力勾配より小さくなるように、バルブ 2 4 3 a の開度を決定しているので、貯留部 2 4 0 a 内の圧力の変化によるガスの液化を抑制することができる。

[0077] （d）本態様によれば、MFC 2 5 1 による流量制御されたガスを貯留部 2

40aにチャージしているので気化量>ガス供給量の関係を常に維持しつつ貯留部240aにガスを溜めることができる。特に、初期段階では、気化部241aと貯留部240aの差圧が大きく、バルブ243aの開度が上下に変動するが、気化量>ガス供給量の関係を維持できる。よって、液体状のガスが貯留部240aに流れてしまうことを抑制でき、気化したガスのみを貯留部240aに蓄えられるので、気化したガスをウエハ200に安定してフラッシュ供給できる。

[0078] (e) 本態様によれば、バルブの開度を可変にすることにより、圧力勾配を調整することができ、圧力の変化による液化を抑制することができる。よって、液体状のガスが貯留部240aに流れてしまうことを抑制でき、気化したガスのみを貯留部240aに蓄えられるので、気化したガスをウエハ200に安定してフラッシュ供給できる。

[0079] (f) 本態様によれば、ステップAでは、ウエハ200に対して原料ガスを、原料ガス供給ラインに設けられた貯留部240a内に予め充填してから処理室201へ供給する。すなわち、フラッシュ供給している。これにより、ウエハ200の表面全域にわたり第1中間体（例えば、原料ガスがHCD Sガスである場合には例えばSiCl₂）を均一に吸着させ、また、ウエハ200の表面への第2中間体（例えば、原料ガスがHCD Sガスである場合には例えばSiCl₄）の吸着を抑制することが可能となる。このため、ウエハ200上に形成される膜の段差被覆性や基板面内膜厚均一性を向上させることが可能となる。これらの結果、ウエハ200上に形成される膜の品質を向上させ、歩留まりを高くすることができる。

[0080] (g) 本態様によれば、ステップAでは、原料ガスを供給する際に、処理室201の雰囲気排气を排气系を実質的に閉塞した状態、すなわち、排气系を実質的に全閉とした状態で、処理室201へ原料ガスを供給する。これにより、処理室201の圧力を速やかに高め、ウエハ200の表面全域に第1中間体を吸着させるのに必要となる所定の圧力へと短時間で上昇させることが可能となる。これにより、サイクルタイムを短縮させ、成膜処理の生産

性を向上させることが可能となる。

[0081] <本開示の他の態様>

以上、本開示の態様を具体的に説明した。しかしながら、本開示は上述の態様に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で種々変更可能である。

[0082] また、上述の態様において、原料ガスとしては、例えば、ウエハ200上に形成される膜を構成する主元素としてのSiを含むシラン系ガスを用いることができる。シラン系ガスとしては、例えば、Siおよびハロゲンを含むガス、すなわち、ハロシランガスを用いることができる。ハロゲンには、塩素(Cl)、フッ素(F)、臭素(Br)、ヨウ素(I)等が含まれる。ハロシランガスとしては、例えば、SiおよびClを含むクロロシランガスを用いることができる。

[0083] 原料ガスとしては、これらの他、例えば、Siおよびアミノ基を含むガス、すなわち、アミノシランガスを用いることもできる。アミノ基とは、アンモニア、第一級アミン又は第二級アミンから水素(H)を除去した1価の官能基のことであり、 $-NH_2$ 、 $-NHR$ 、 $-NR_2$ のように表すことができる。なお、Rはアルキル基を示し、 $-NR_2$ の2つのRは、同一であってもよいし、異なってもよい。

[0084] また、原料ガスとして、例えば、アルミニウム(Al)、チタン(Ti)、ハフニウム(Hf)、ジルコニウム(Zr)、タンタル(Ta)、モリブデン(Mo)、タングステン(W)等の金属元素を含む原料ガスを用い、上述の成膜シーケンスにより、基板上に、アルミニウム窒化膜(AlN膜)、チタン窒化膜(TiN膜)、ハフニウム窒化膜(HfN膜)、ジルコニウム窒化膜(ZrN膜)、タンタル窒化膜(TaN膜)、モリブデン窒化膜(MoN)、タングステン窒化膜(WN)、アルミニウム酸化膜(AlO膜)、チタン酸化膜(TiO膜)、ハフニウム酸化膜(HfO膜)、ジルコニウム酸化膜(ZrO膜)、タンタル酸化膜(TaO膜)、モリブデン酸化膜(MoO)、タングステン酸化膜(WO)、チタン酸窒化膜(TiON膜)、チ

タンアルミニウム炭窒化膜 (TiAlCN膜)、チタンアルミニウム炭化膜 (TiAlC膜)、チタン炭窒化膜 (TiCN膜) 等の金属元素を含む膜を形成する場合にも、本開示を適用することができる。これらの場合においても、上述の態様で述べた効果のうち、少なくとも一部の効果が得られる。

[0085] 反応ガスとしては、例えば、窒化ガス (窒化剤) である窒素 (N) 及び水素 (H) 含有ガスを用いることができる。N 及び H 含有ガスは、N 含有ガスでもあり、H 含有ガスでもある。N 及び H 含有ガスは、N-H 結合を有することが好ましい。

[0086] また、反応ガスとしては、例えば、アンモニア (NH₃) ガス、ジアゼン (N₂H₂) ガス、ヒドラジン (N₂H₄) ガス、N₃H₈ ガス等の窒化水素系ガスを用いることができる。反応ガスとしては、これらのうち 1 以上を用いることができる。

[0087] また、上述の態様において、基板処理においてウエハ 200 上に形成される膜として、シリコン窒化膜 (SiN膜)、シリコン炭窒化膜 (SiCN膜)、シリコン酸窒化膜 (SiON膜)、シリコン酸炭化膜 (SiOC膜)、シリコン酸炭窒化膜 (SiOCN膜)、シリコン硼炭窒化膜 (SiBCN膜)、シリコン硼窒化膜 (SiBN膜)、シリコン酸化膜 (SiO膜) 等の Si を含む膜を形成する場合に、本開示を適用することができる。これらの場合においても、上述の態様で述べた効果のうち、少なくとも一部の効果が得られる。

[0088] 上述のレシピは、新たに作成する場合に限らず、例えば、基板処理装置に既にインストールされていた既存のレシピを変更することで用意してもよい。レシピを変更する場合は、変更後のレシピを、電気通信回線や当該レシピを記録した記録媒体を介して、基板処理装置にインストールしてもよい。また、既存の基板処理装置が備える入出力装置 122 を操作し、基板処理装置に既にインストールされていた既存のレシピを直接変更してもよい。

[0089] 上述の態様では、一度に複数枚の基板を処理するバッチ式の基板処理装置を用いて膜を形成する例について説明した。本開示は上述の態様に限定され

ず、例えば、一度に1枚又は数枚の基板を処理する枚葉式の基板処理装置を用いて膜を形成する場合にも、好適に適用できる。また、上述の態様では、ホットウォール型の処理炉を有する基板処理装置を用いて膜を形成する例について説明した。本開示は上述の態様に限定されず、コールドウォール型の処理炉を有する基板処理装置を用いて膜を形成する場合にも、好適に適用できる。

[0090] これらの基板処理装置を用いる場合においても、上述の態様や変形例における処理手順、処理条件と同様な処理手順、処理条件にて各処理を行うことができ、上述の態様や変形例と同様の効果が得られる。

[0091] 上述の態様や変形例は、適宜組み合わせて用いることができる。このときの処理手順、処理条件は、例えば、上述の態様や変形例における処理手順、処理条件と同様とすることができる。

符号の説明

[0092] 2 4 3 a バルブ
 2 4 0 a 貯留部（容器の一例）

請求の範囲

- [請求項1] ガスの供給ラインに設けられるバルブの開度を調整することでガスの流量を制御しつつ、前記ガスを容器に供給する第1工程と、
 前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を調整して前記ガスを前記容器に供給する第2工程と、
 有するガス供給方法。
- [請求項2] 前記第1工程から前記第2工程の順に移行する請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項3] 前記第1工程において、前記バルブが閉状態になると、前記第2工程に移行する請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項4] 前記第1工程において、前記容器内の圧力値が第1所定値に到達すると、前記第2工程に移行する請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項5] 前記第1工程において、前記容器内の圧力値が第1所定値で収束すると、前記第2工程に移行する請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項6] 前記第1工程から前記第2工程に移行すると、前記バルブの開度を予め設定される開度にする請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項7] 前記予め設定される開度は、前記第2工程の間に複数回設定される請求項6記載のガス供給方法。
- [請求項8] 前記予め設定される開度は、前記第2工程の間、一定の開度に設定される請求項6記載のガス供給方法。
- [請求項9] 前記第2工程では、前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を変更する請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項10] 前記第2工程における圧力勾配を、前記第1工程における圧力勾配以下にする、請求項1記載のガス供給方法。
- [請求項11] 前記第2工程は、前記容器内の圧力値が前記第1所定値よりも大きい第2所定値になるまで行われる請求項4または請求項5記載のガス供給方法。
- [請求項12] 前記容器内の圧力値が前記第2所定値で予め設定された時間、収束

- すると、前記第2工程を終了する請求項11記載のガス供給方法。
- [請求項13] 前記容器の下流側に設けられる供給バルブを開にして前記容器から前記ガスを処理室に供給する第3工程を更に有し、
前記容器内の圧力値が前記第2所定値になると、前記第2工程から前記第3工程に移行する請求項12記載のガス供給方法。
- [請求項14] 前記第3工程が終わると、前記供給バルブを閉にして、前記第1工程または前記第2工程を実行する請求項13記載のガス供給方法。
- [請求項15] 流量制御器の流量制御可能な圧力の範囲内では、前記第1工程を行い、
前記流量制御器の流量制御可能な圧力の範囲外では、前記第2工程を行う請求項14記載のガス供給方法。
- [請求項16] 請求項1～請求項15に記載のガス供給方法を用いて、ガスを処理室に供給する工程を有する半導体装置の製造方法。
- [請求項17] 基板を処理する処理室と、
前記処理室にガスを供給する供給ラインに設けられる容器と、
前記供給ラインに設けられるバルブの開度を調整することでガスの流量を制御しつつ、前記ガスを容器に供給することが可能に構成される流量制御器と、
前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を調整して前記ガスを前記容器に供給することが可能に構成される制御部と、
を有する処理装置。
- [請求項18] 基板を処理する処理室にガスを供給する供給ラインに設けられるバルブの開度を調整することでガスの流量を制御しつつ、前記ガスを容器に供給する手順と、
前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を調整して前記ガスを前記容器に供給する手順と、
を請求項17記載の処理装置に実行させるプログラム。
- [請求項19] 原料の供給ラインに設けられ、前記原料の流量を検知するセンサと

、

前記供給ラインに設けられ、前記原料を容器へ供給するバルブと、
を備え、

前記センサにより検知される流量に基づいて前記バルブの開度を調整することで前記原料の流量を制御しつつ、前記原料を容器に供給することが可能に構成され、

前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を調整して前記原料を前記容器に供給することが可能に構成されている流量制御器。

[請求項20]

流量制御可能な圧力の範囲内では、前記センサにより検知される流量に基づいて前記バルブの開度を調整することで原料の流量を制御しつつ、前記原料を容器に供給することが可能に構成され、

流量制御可能な圧力の範囲外では、前記容器内の圧力に基づいて前記バルブの開度を調整して前記原料を前記容器に供給することが可能に構成されている請求項19記載の流量制御器。