三フッ化塩素ガスによる炭化珪素薄膜形成装置クリーニング方法開発
−熱分解炭素被膜の三フッ化塩素ガス耐腐食性調査−

Development of SiC Epitaxial Reactor Cleaning Process Using Chlorine Trifluoride Gas
-Evaluation of Pyrolytic Carbon as Susceptor Coating Material-

横国大院工 [1]、ニューフレアテクノロジー[2]、関東電化工業 [3]　○塩田耕平 [1]，羽深等 [1]，
伊藤英樹 [2]，三谷慎一 [2]，高橋至直 [3]
Yokohama Nat. Univ[1], NuFlare Technology[2], Kanto Denka Kogyo[3]
°Kohei Shioda[1], Hitoshi Habuka[1],Hideki Ito[2] , Shin-ichi Mitani[2], Yoshinao Takahashi[3]
E-mail: habuka-hitoshi-ng@ynu.ac.jp

[序論]

炭化珪素(SiC)エピタキシャルウエハを、化学気相堆積(CVD)法を用いて作製する際の課題の一つは、Fig. 1 に示すように、基板表面だけでなく試料台等にも形成される SiC 堆積物が剥離して基板に落下し、エピタキシャル膜の表面に突起などの欠陥を発生させることである。そこで、三フッ化塩素(ClF_3)ガスを用いた SiC 堆積物の除去（クリーニング）方法が提案[1-3]されている。

クリーニングの際には ClF_3 ガスがサセプタを腐食する可能性があるので、それを防ぐための物質を探索する必要がある。そこで、試料台の被膜材料として熱分解炭素を用いて耐腐食性を調査したところ、480℃まで ClF_3 ガスに耐腐食性を有することを確認したので、本報で詳細を報告する。

[実験]

熱分解炭素被膜を形成した高純度カーボン基板（3 cm 角）に ClF_3 ガスを温度 330℃～490℃、常圧、濃度 100%、流量 50 sccm において 10 分間曝露した。一部の試料については、ClF_3 ガス曝露後に窒素雰囲気中、温度 900℃において 10 分間熱処理した。ClF_3 ガス曝露前後の表面を走査型電子顕微鏡(SEM)により観察し、組成と化学結合状態を X 線光電子分光(XPS)法により分析した。

[結果と考察]

Fig. 2 に、未処理と 440℃、480℃、490℃で ClF_3 ガスに曝露した熱分解炭素被膜基板の表面を示す。Figs. 2(b),(c)に示すように、440℃、480℃で処理することによりそれぞれ淡い青色と緑色を帯びるように変色したものの、表面形態には変化がなかった。490℃では Fig. 2(d)の赤枠に示されるように表面の膜の一部が剥離した。

XPS により化学結合状態を調べた結果を Fig. 3 に示す。赤線に示すように、未処理の試料では 283.3 eV 付近に C-C 結合のピークが確認された。これに対して、ClF_3 ガスに曝露した試料では 289.1 eV 付近に C-F 結合のピークが確認されたことから、フッ化炭素膜が形成されること、その膜厚が温度上昇と共に厚くなることが分かった。この膜厚の増加と Fig. 2 に示す変色が対応していると考えられる。490℃で曝露した試料では、フッ化炭素膜の厚さが更に増加した結果、剥離したものと推定される。

次に、480℃で ClF_3 ガスに曝露した試料を、窒素雰囲気中 900℃で 10 分間熱処理したところ、未処理試料の色に戻ると共に、Fig. 3 に示すように C-F 結合が認められなくなり、C-C 結合が主となった。これにより、フッ素が除去されることが分かった。

[結論]

熱分解炭素膜により保護した試料を ClF_3 ガスに 10 分間曝露した。480℃以下の温度において熱分解炭素は ClF_3 ガスによってフッ化されるものの、基板の表面形態は損なわれないことが分かった。ClF_3 ガス処理後に 900℃の窒素雰囲気において 10 分間熱処理すると、フッ素を除去できることが確認された。

[文献]

[1]K. Mizuno *et al.*, ECS J. Solid State Sci. Technol., **5**, P12 (2016).
[2]K. Mizuno *et al.*, ECS J. Solid State Sci. Technol., **4**, P137 (2015).
[3]H. Habuka *et al.*, ECS J. Solid State Sci. Technol., **3**, N3006 (2014).

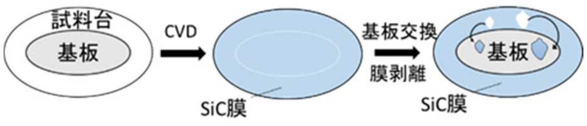

Fig. 1　Issues for SiC CVD

(a) 未処理　(b)440℃　(c)480℃　(d)490℃

Fig. 2　Pyrolytic carbon surface before and after exposure to ClF_3 gas

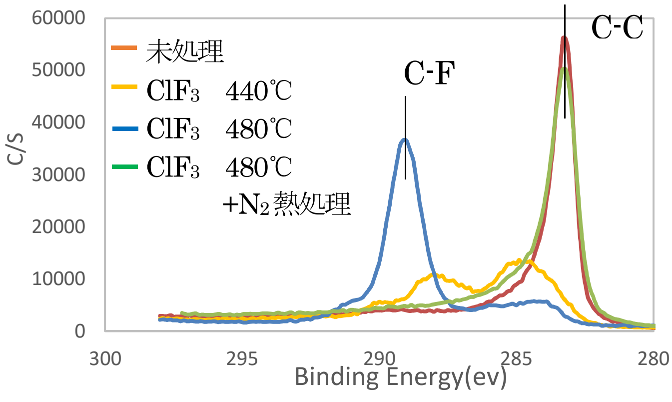

Fig. 3　XPS spectra after exposure to ClF_3 gas and after nitrogen heat treatment

© 2016年 応用物理学会