

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 —純化处理を施した熱分解炭素被膜の三フッ化塩素ガス耐腐食性— Development of SiC Epitaxial Reactor Cleaning Process Using Chlorine Trifluoride Gas -Evaluation of Purified 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、[○]倉島圭祐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 Technology², Kanto Denka Kogyo³,

[○]Keisuke Kurashima¹, Hitoshi Habuka¹, Hideki Ito², Shin-ichi Mitani², Yoshinao Takahashi³

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の生産性を向上させるためには、Fig. 1 に示す通り、製膜時に試料台(サセプタ)に形成される SiC 堆積物を素早く除去する必要がある。

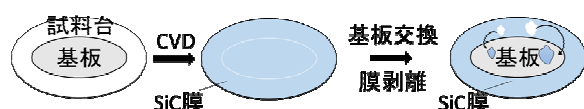
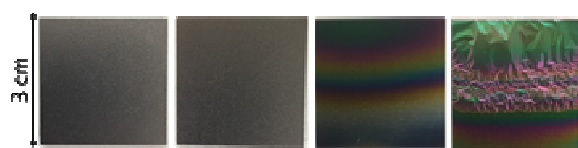


Fig. 1 SiC CVD の課題

そこで、熱分解炭素被膜によりサセプタを保護し、三フッ化塩素(ClF_3)ガスを用いて SiC 堆積物を除去する方法(クリーニング)が提案[1]されている。熱分解炭素被膜は 480°C 以下の温度域において ClF_3 ガスに対して耐腐食性を有している[2]。熱分解炭素被膜を設けたカーボン基板上に粒子状 SiC を堆積させて除去を試みた結果、緻密に形成された粒子状 SiC では 460°C の温度域において 70 分間 ClF_3 ガスに曝露しても堆積物の一部が残留[3]することがわかった。そのため、種々の形態の SiC 堆積物を完全に除去するためには、クリーニング温度を上げなければならない。そこで、純化处理を施した熱分解炭素被膜に着目し、 ClF_3 ガスに対して耐腐食性を保ちうる最高温度と炭素原子間結合状態を調査したので報告する。

【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)に対してハロゲンガスによる純化处理を施した試料(東洋炭素製)を用いた。基板を温度 $400^\circ\text{C} \sim 580^\circ\text{C}$ に昇温した後、 ClF_3 ガス(関東電化工業)を常圧、濃度 100%、流量 50 sccm において 10 分間導入した。 ClF_3 ガス曝露による被膜内部の構造変化を把握するため、熱分解炭素のグラファイト構造をレーザーラマン顕微鏡により分析した。

【結果と考察】 Fig. 2 に未処理の試料と 500°C 、 570°C 、 580°C において ClF_3 ガスに曝露した試料の外観を示す。



(a)未処理 (b)500°C (c)570°C (d)580°C
Fig. 2 ClF_3 ガス曝露後の熱分解炭素被膜表面

Fig. 2(b)に示すように、 500°C においては表面に変色はなく、Figs. 2(c), (d)に示すように 570°C では表面が主に赤色に変色し、 580°C では中央から上端に亘り表面が膜状に剥離した。このことから、 ClF_3 ガスに対する耐久温度は、既往の研究[2]における 480°C から、純化处理により 570°C に向上したことがわかった。

純化处理によって ClF_3 ガスに対する耐腐食性が改善した理由を調査するため、ラマンスペクトルを比較した。その結果を Fig. 3 に示す。

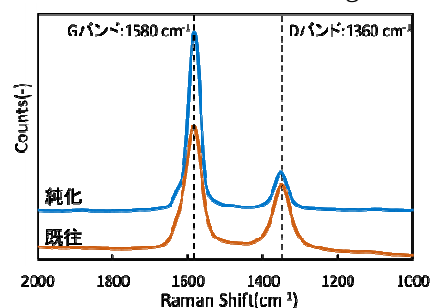


Fig. 3 既往の熱分解炭素試料[2]と純化熱分解炭素試料のラマンスペクトル

炭素材料のラマンスペクトルにおいて、 1580 cm^{-1} 付近の G バンドはグラファイト構造を、 1360 cm^{-1} 付近の D バンドはグラファイト構造の乱れを示す。Fig. 8 によれば、既往の試料に比較して純化处理を施した試料では G バンドの強度が増大し、D バンドの強度が減少している。したがって、純化处理によりグラファイト構造の割合が増大しており、これにより被膜内部へのフッ素の侵入が抑制されたと思われる。

【結論】 炭化珪素薄膜形成装置において、試料台に付着する SiC 堆積物を素早く除去するため、試料台の保護膜として純化处理を施した熱分解炭素に着目し、 ClF_3 ガスに対する耐腐食性を調査した。その結果、 570°C 以下において ClF_3 ガスに対して耐腐食性を有し、従来と比較して 90°C 向上していることがわかった。純化处理により熱分解炭素被膜中のグラファイト構造の割合が増え、フッ素の侵入が抑制されたため、耐腐食性が改善されたと推測される。

【参考文献】

- [1] H. Habuka et al., ECS J. Solid State Sci. Technol., 3, N3006(2014)
- [2] K. Shioda, et al., ECS J. Solid State Sci. Technol., 6(8), P526(2017)
- [3] 倉島、他、応物春第 65 回、19p-D103-5(2018)