

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4539794号
(P4539794)

(45) 発行日 平成22年9月8日(2010.9.8)

(24) 登録日 平成22年7月2日(2010.7.2)

(51) Int.Cl.	F I	
C03B 20/00 (2006.01)	C03B 20/00	K
C03C 19/00 (2006.01)	C03C 19/00	A
C03C 15/00 (2006.01)	C03C 15/00	B
H01L 21/205 (2006.01)	H01L 21/205	
C23C 16/44 (2006.01)	C23C 16/44	B

請求項の数 4 (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2000-296733 (P2000-296733)	(73) 特許権者	000190138
(22) 出願日	平成12年9月28日 (2000.9.28)		信越石英株式会社
(65) 公開番号	特開2002-104843 (P2002-104843A)		東京都新宿区西新宿1丁目2番2号
(43) 公開日	平成14年4月10日 (2002.4.10)	(74) 代理人	100101960
審査請求日	平成19年1月19日 (2007.1.19)		弁理士 服部 平八
		(72) 発明者	瀬川 徹
			福島県郡山市田村町金屋字川久保88番地
			信越石英株式会社 石英技術研究所 内
		(72) 発明者	佐藤 龍弘
			福島県郡山市田村町金屋字川久保88番地
			信越石英株式会社 石英技術研究所 内
		(72) 発明者	丸子 洋一郎
			福島県郡山市田村町金屋字川久保88番地
			信越石英株式会社 石英技術研究所 内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体工業用シリカガラス治具およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

半導体工業用シリカガラス治具において、表面に幅20～300μmのエクボ状の凹部が多数存在し、20～300μmの間隔で幅0.5～50μmの溝があり、これらの溝間及び溝内に幅1～50μm、高さ0.1～10μmの小突起が均一に分布することを特徴とする半導体工業用シリカガラス治具。

【請求項2】

シリカガラス治具の表面を機械加工して凹凸を形成したのち、10～30質量%のフッ化水素、5～30質量%のフッ化アンモニウム、45～70質量%の有機カルボン酸を含有し、残部が水である処理液で処理することを特徴とする請求項1記載の半導体工業用シリカガラス治具の製造方法。

【請求項3】

機械加工がサンドブラスト処理であることを特徴とする請求項2記載の半導体工業用シリカガラス治具の製造方法。

【請求項4】

有機カルボン酸が酢酸であることを特徴とする請求項2記載の半導体工業用シリカガラス治具の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、半導体工業用シリカガラス治具、特に表面に小突起が均一に分布する半導体工業用シリカガラス治具およびその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、半導体素子の製造にはシリカガラス製の治具が使用され、例えばLPCLVD (Low Pressure Chemical Vapor Deposition) 法で半導体素子上にポリシリコン膜を成長させる際、石英ガラス治具に多数の凹凸を設けてあるのが効果的である。この凹凸により石英ガラス治具表面に堆積したポリシリコン膜と治具との熱膨張率差による応力の発生が低減し、膜剥離、クラックの発生が防止できる。前記凹凸の形成には機械的加工が用いられるが、この機械的加工では治具表面に形成した凹凸の下にマイクロクラックを持った層が形成され、その深さが100 μmに達することがある。このような深いクラックが発生すると、その中に半導体素子を汚染する物質が取り込まれ、半導体素子の熱処理時に揮発して汚染することがある。そのため、半導体素子の処理の初期段階においてプロセスを半導体素子なしでしばらく運転したのち処理することが行われる。また、前記クラックは治具の破壊開始クラックとなり治具の強度を低下させ使用寿命を短いものにするとともに、治具の洗浄又はクリーニング時に治具の凹凸を変え、表面状態に変化が起り、均一な気相反応が行えない等の欠点があった。この欠点を解決するため、例えば特開平10-59744号公報では、機械的加工した治具を、3~20質量%のフッ化水素を含有するフッ化水素酸でエッチング処理し、マイクロクラックを開放させ、マイクロクラックフリーの面にすることが提案されているが、この方法で処理された治具は、凹凸が大きくなりすり鉢状の凹部ができ、細かい凹凸が減少し半導体素子の処理治具としては満足できるものではなかった。

【0003】

また、シリカガラス治具表面の凹凸を機械的加工でなく化学的処理で形成する方法が、例えば特開平11-106225号等で提案されている。この化学的処理では治具にマイクロクラックが入らず、クラック内からの汚染物質による半導体素子の汚染がなく、また治具の洗浄時の凹凸の変化もほとんどなく、均一な化学反応ができるが、大きな凹凸、例えばRa=3以上の粗さにすると、凸の斜面や凹の底部に平滑な部分が存在するようになり、この平滑部にポリシリコンが付着し、付着したポリシリコン膜と治具との熱膨張率差から治具にクラックが発生し、パーティクルとなって半導体素子に悪影響を及ぼし歩留を低下させるなどの問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

こうした現状に鑑み、本発明者等は鋭意研究を重ねた結果、機械的に粗面加工したシリカガラス治具を特定の水溶液で処理することで、マイクロクラックが開放され汚染物質の取り込みがなく、かつ治具表面には小突起が均一に多数分布することで、治具とポリシリコン膜等の付着膜との熱膨張率差によるクラックの発生がないシリカガラス治具が得られることを見出し、本発明を完成したものである。すなわち

【0005】

本発明は、使用時に半導体素子を汚染する不純物の発生がなく、かつクラックの発生もない半導体工業用シリカガラス治具を提供することを目的とする。

【0006】

また、本発明は、上記半導体工業用シリカガラス治具の製造方法を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成する本発明は、半導体工業用シリカガラス治具において、表面に幅20~300 μmのエクボ状の凹部が多数存在し、20~300 μmの間隔で幅0.5~50 μmの溝があり、これらの溝間及び溝内に幅1~50 μm、高さ0.1~10 μmの小突起が均一に分布することを特徴とする半導体工業用シリカガラス治具及びその製造方法に係

10

20

30

40

50

る。

【0008】

本発明の半導体工業用シリカガラス治具は、例えば炉芯管、ウェーハ載置用ポート等、半導体工業で使用される治具であり、このシリカガラス治具の表面にはその一部又は全部に幅20～300μmのエクボ状の凹部が多数存在し、20～300μmの間隔で幅0.5～50μmの溝があり、これらの溝間及び溝内に幅1～50μm、高さ0.1～10μmの小突起が均一に分布する治具である。前記構造を有することで本発明の半導体工業用シリカガラス治具はパーティクルや不純物の発生が少なく、表面の高い清浄度が維持できシリカガラスのバルクとしての高純度の性能が十分に発揮できる。本発明のシリカガラス治具は、その表面に例えばポリシリコン膜が堆積しても、前記小突起により熱膨張率差に基づく応力が緩和され、治具にクラックが発生しにくく治具寿命が長くなる。前記溝は、機械的加工の際に発生した深いマイクロクラックが開放された部分であり、その幅は0.5～50μmの範囲にあるのがよく、幅が0.5μm未満ではマイクロクラックの広がりが充分でなく、不純物元素の残留が起こり、溝幅が50μmを超える処理では表面のエッチングオフされる量が多く寸法精度に狂いが生じる。また、溝間は、機械的加工手段により変わるが、20～300μmの範囲内にあるのがよい。この溝間にはさらにエクボ状の凹部があり、その幅は20～300μmの範囲にある。そして、これらの溝間及び溝内に小突起が均一に分布している。その大きさは処理に用いる処理液によるが、幅が1～50μm、高さが0.1～10μmの範囲にあるのがよい。小突起が前記範囲未満では、堆積する膜の熱応力の緩和が十分でなくクラックが発生することがあり、前記範囲を超えると平滑な部分が残る。前記処理液としてはフッ化水素10～30質量%、フッ化アンモニウム5～30質量%、有機カルボン酸を45～70質量%を含有し、残部が水の処理液がよい。この有機カルボン酸を含有することで、前記範囲の小突起が均一に、かつ容易に形成できる。前記有機カルボン酸としては、蟻酸、酢酸、プロピオン酸等の水溶性有機カルボン酸が挙げられ、特に酢酸が水への溶解度が高く、かつ安価であることから好適である。

【0009】

本発明の製造方法としては、まずシリカガラス治具の表面を上述のとおり機械的加工で粗面化するが、その機械的加工法としては二酸化ケイ素微粒子、炭素微粒子、セラミック微粒子を吹き付けるサンドブラスト法やダイヤモンド砥粒を用いる研削法、スラリー状の遊離砥粒を用いるウエットブラスト法が挙げられる。好ましくはサンドブラストがよい。このサンドブラストでは治具表面からのガラス粉の剥ぎ取りが容易である上に、クーラント液のマイクロクラックへのしみ込みがない。次いで、機械的加工ののち洗浄して付着したパーティクルを取り除き、フッ化水素10～30質量%、フッ化アンモニウム5～30質量%を含有し、残部が水の処理液、好ましくはさらに有機カルボン酸を45～70質量%の範囲で含有する処理液に繰り返し浸漬し、マイクロクラックを開放し幅が0.5～50μmの多数の溝とするとともに、溝間にエクボ状の幅20～300μmの凹部を形成し、これらの溝間及び溝内に幅1～50μm、高さ0.1～10μmの小突起を均一に分布させる。処理液に含有する有機カルボン酸の量が45質量%未満では、小突起が大きくなり均一な分布が困難になり、有機カルボン酸の量が70質量%を超えると小突起が小さくなり効果が達成できない。また、処理液中のフッ化アンモニウムの含有量が5質量%未満では、フッ化水素によるエッチングが起こるとどまり、フッ化アンモニウムが30質量%を超えても凹凸は30質量%程度のものしかできず、コスト高となり実用的でない。

【0010】

【発明の実施の形態】

次に本発明の実施例について述べるがこれによって本発明はなんら限定されるものではない。

【0011】

【実施例】

実施例1

炭化けい素研磨材(320番)を用いてLPCVD用の炉芯管の内面に圧縮空気で研磨剤

10

20

30

40

50

を吹き付けてサンドブラスト加工した。表面粗さ R_a は $3 \mu\text{m}$ であった。この炉芯管をフッ化水素 15 質量%、フッ化アンモニウム 15 質量% 及び酢酸 50 質量% の処理液槽に 1 時間浸し、処理後の炉芯管を走査電子顕微鏡でみたところ図 1 に示すように多数の小突起がみられた。また、マイクロクラックも開口し幅 $1 \mu\text{m}$ 程度の溝が多くみられた。この炉芯管を用いてシリコンウェーハにポリシリコン膜を形成する CVD 工程を行った。炉芯管にポリシリコン膜が $30 \mu\text{m}$ 付着するまで使用したが、パーティクルの発生は少なくシリコンウェーハの歩留率は高かった。また、使用後のポリシリコン膜付炉芯管にクラックの発生がなく、膜の剥がれもなかった。

【0012】

比較例 1

実施例 1 と同様にサンドブラスト加工した炉芯管を用いて、実施例 1 と同様にシリコンウェーハにポリシリコン膜を形成する CVD 工程を行った。CVD 処理の開始後パーティクルの発生が多く、しばらくウェーハの処理ができなかった。その後、炉芯管にポリシリコン膜が $30 \mu\text{m}$ 付着するまで使用したところ、若干のクラックの発生があったが、膜の剥がれはなかった。

【0013】

比較例 2

実施例 1 のサンドブラスト加工をした炉芯管を 20 質量% のフッ化水素でエッチング処理を 1 時間行った。得られた治具の表面粗さ R_a は $7 \mu\text{m}$ であった。その表面を走査電子顕微鏡でみたところ図 2 に示すように滑らかなえくぼ状（すりばち状）の凹部が多数みられた。この炉芯管を用いて実施例 1 と同様に CVD 処理を行った。治具にポリシリコン膜が $15 \mu\text{m}$ 付着したところで、パーティクルの発生量が増え処理が困難となった。また、使用後の治具にはクラックが多くみられ、ポリシリコン膜の一部に剥がれもみられた。

【0014】

【発明の効果】

本発明の半導体シリカガラス治具は、その表面に幅 $20 \sim 300 \mu\text{m}$ のエクボ状の凹部が多数存在し、 $20 \sim 300 \mu\text{m}$ の間隔で幅 $0.5 \sim 50 \mu\text{m}$ の溝があり、これらの溝間及び溝内に幅 $1 \sim 50 \mu\text{m}$ 、高さ $0.1 \sim 10 \mu\text{m}$ の小突起が均一に分布することで使用中に例えばポリシリコン膜等のパーティクルの発生が低減し、またクラックの発生も少なく治具を寿命長く使用できる。前記シリカガラス治具は、従来使用されている機械的加工による粗面化に続く、特定の濃度のフッ化水素、フッ化アンモニウムを含有する処理液で処理するという簡便な方法で製造でき、その工業的価値は高いものがある。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明のシリカガラス治具表面の走査電子顕微鏡による 100 倍の写真である。

【図 2】従来のサンドブラストにフッ化水素エッチング処理したシリカガラス治具表面の走査電子顕微鏡による 100 倍の写真である。


10

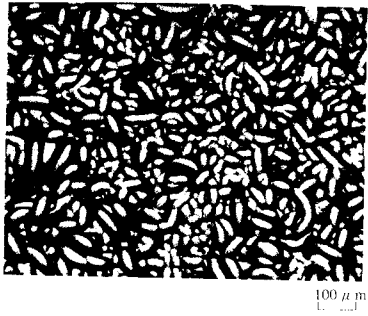
20

30

【 1】



【 2】



フロントページの続き

(72)発明者 稲木 恭一

東京都新宿区西新宿1丁目2番2号 信越石英株式会社 内

審査官 藤代 佳

(56)参考文献 特開平10-059744(JP,A)

特開平11-130451(JP,A)

特開平10-273339(JP,A)

特開平07-267679(JP,A)

特開平10-167760(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C03B20/00

C03C15/00

C03C19/00

H01L21/205

H01L21/67-21/683