

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-511753

(P2008-511753A)

(43) 公表日 平成20年4月17日(2008.4.17)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
<b>C23C 16/44</b> (2006.01)	C 23 C 16/44	J 4 G 077
<b>H01L 21/205</b> (2006.01)	H 01 L 21/205	J 4 K 030
<b>C30B 29/36</b> (2006.01)	C 30 B 29/36	A 5 F 045
<b>C30B 25/02</b> (2006.01)	C 30 B 25/02	Z
<b>H01L 21/31</b> (2006.01)	H 01 L 21/31	B

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2007-528803 (P2007-528803)
(86) (22) 出願日	平成17年7月12日 (2005.7.12)
(85) 翻訳文提出日	平成19年5月1日 (2007.5.1)
(86) 國際出願番号	PCT/EP2005/053328
(87) 國際公開番号	W02006/024572
(87) 國際公開日	平成18年3月9日 (2006.3.9)
(31) 優先権主張番号	M12004A001677
(32) 優先日	平成16年8月30日 (2004.8.30)
(33) 優先権主張国	イタリア (IT)

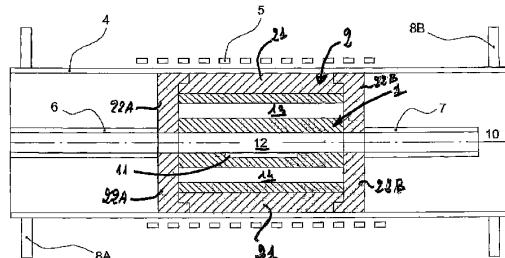
(71) 出願人	501372765 エルピーイー ソシエタ ベル アチオニ イタリア イ-20021 ボラーテ ヴ ィア デイ ジョヴィ 7
(71) 出願人	505211570 イー・ティ・シー・エピタキシャル・テク ノロジー・センター・エス・アール・エル イタリア・アイ-95127カタニア・コ ルソイタリア207
(74) 代理人	100077481 弁理士 谷 義一
(74) 代理人	100088915 弁理士 阿部 和夫

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 CVD反応炉の洗浄プロセスおよび操作プロセス

## (57) 【要約】

本発明は、CVD反応炉の反応チャンバ(12)を洗浄するためのプロセスに関し、適切な温度までチャンバ壁を加熱するステップと、チャンバ中にガス流を流入させるステップとを含む。この洗浄プロセスは、チャンバ内の基板上に半導体材料を堆積するためのCVD反応炉の操作プロセス中で、有利に使用することができる。この操作プロセスでは、チャンバ(12)中に基板を順次的に循環的に取り付けるステップと、基板上に半導体材料を堆積するステップと、チャンバ(12)から基板を取り外すステップとを含んだ成長プロセスが設けられる。取り外しステップの後に、チャンバ(12)を洗浄するためのプロセスが実施される。本発明は、CVD反応炉全体を洗浄するためのプロセスにも関し、それには、加熱するステップとともに、ガス流中に化学エッティングする構成要素が設けられる。



**【特許請求の範囲】****【請求項 1】**

CVD反応炉の反応チャンバを洗浄するためのプロセスであって、除去すべき材料の昇華を開始させる温度以上の温度まで、前記チャンバの壁を加熱するステップ、前記チャンバ中にガス流を流入させるステップ、を含むことを特徴とする洗浄プロセス。

**【請求項 2】**

除去すべき前記材料は、炭化ケイ素であることを特徴とする請求項1に記載の洗浄プロセス。

10

**【請求項 3】**

前記ガスは、希ガス、好ましくはアルゴンまたはヘリウムを含むことを特徴とする請求項1または2に記載の洗浄プロセス。

**【請求項 4】**

CVD反応炉を洗浄するためのプロセスにおいて、前記反応炉の壁を加熱するステップであって、反応チャンバ壁を加熱する温度が、除去すべき材料の昇華を開始させる温度以上である、加熱するステップ、洗浄すべき前記反応炉の壁と接触させてガス流を流入させるステップであって、前記ガスは、除去すべき前記材料に関して反応性である少なくとも1つの成分を含むガス流を流入させるステップ、を含むことを特徴とする洗浄プロセス。

20

**【請求項 5】**

前記ガスは、水素または塩酸または臭化水素酸を含むことを特徴とする請求項1、2、3または4のいずれか一項に記載の洗浄プロセス。

**【請求項 6】**

前記ガスは、塩酸および希ガスを含むことを特徴とする請求項1、2、3または4のいずれか一項に記載の洗浄プロセス。

**【請求項 7】**

前記ガスは、塩酸および水素を含むことを特徴とする請求項1、2、3または4のいずれか一項に記載の洗浄プロセス。

30

**【請求項 8】**

前記チャンバの壁は、1,800より高い温度、好ましくは1,800から2,400の範囲の温度、より好ましくは1,900から2,000の範囲の温度まで加熱することを特徴とする前記請求項1から7のいずれか一項に記載の洗浄プロセス。

**【請求項 9】**

前記チャンバ壁の前記温度を上げる第1の周期、前記チャンバ壁の前記温度を維持する第2の周期、前記チャンバ壁の前記温度を下げる第3の周期、を含むことを特徴とする前記請求項1から8のいずれか一項に記載の洗浄プロセス。

**【請求項 10】**

前記第2の周期中の前記ガス流は、前記第1の周期中の前記ガス流より多い、好ましくは5倍から20倍多いことを特徴とする請求項9に記載の洗浄プロセス。

40

**【請求項 11】**

前記第3の周期中の前記ガス流は、前記第2の周期中の前記ガス流と実質的に等しいまたはそれより多い、好ましくは1倍から3倍多いことを特徴とする請求項10に記載の洗浄プロセス。

**【請求項 12】**

基板上に半導体材料を堆積するためのCVD反応炉の操作プロセスにおいて、前記反応炉は、堆積物のための反応チャンバを備え、前記チャンバ中に前記基板を取り付けるためのプロセス、

50

前記基板上に半導体材料を堆積するためのプロセス、  
 前記チャンバから前記基板を取り外すためのプロセス、  
 を順次、循環的に実施することを含む成長プロセスが設けられた操作プロセスであって、  
 取り外しプロセスの後に、請求項1から11の1つまたは複数の項に記載の前記チャンバを洗浄するためのプロセスが実施されることを特徴とする操作プロセス。

【請求項13】

前記取り付けプロセスの後および前記堆積プロセスの前に、浄化プロセスが実施されることを特徴とする請求項12に記載の操作プロセス。

【請求項14】

前記取り外しプロセスの後毎に、前記チャンバの洗浄プロセスが実施されることを特徴とする請求項12または13に記載の操作プロセス。 10

【請求項15】

所定数の取り外しプロセスの後で、前記チャンバの洗浄プロセスが実施されることを特徴とする請求項12または13に記載の操作プロセス。

【請求項16】

前記所定数は、2から10の範囲にあることを特徴とする請求項15に記載の操作プロセス。

【請求項17】

前記洗浄プロセスは、前記成長プロセスより短く継続されることを特徴とする請求項14に記載の操作プロセス。 20

【請求項18】

前記洗浄プロセスは、前記成長プロセスの継続期間の1/2から1/4の範囲で継続されることを特徴とする請求項17に記載の操作プロセス。

【請求項19】

前記堆積プロセス中に炭化ケイ素が堆積されることを特徴とする請求項12から18のいずれか一項に記載の操作プロセス。

【請求項20】

1,500から1,700の範囲の温度、好ましくは1,550と1,650の範囲の温度で、前記炭化ケイ素の堆積が実施されることを特徴とする請求項19に記載の操作プロセス。 30

【請求項21】

前記反応炉の壁は、最初に、炭化タンタルまたは炭化ニオブの少なくとも1つの表面層を備えることを特徴とする請求項12から20のいずれか一項に記載の操作プロセス。

【請求項22】

基板上に半導体材料を堆積するためのCVD反応炉であって、  
 請求項12から21の1つまたは複数の項に記載の操作プロセスを実現する手段を含むことを特徴とするCVD反応炉。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、CVD反応炉のための洗浄プロセスおよび操作プロセスに関する。 40

【背景技術】

【0002】

知られているように、CVD(化学気相蒸着)反応炉は、薄い一様な材料層が基板上に堆積される、エピタキシャル成長プロセスを実施するために使用される。

【0003】

マイクロエレクトロニクス領域では、CVD反応炉は、薄い半導体材料層を基板上に堆積し、次いで電子部品、特に集積回路の製造に使用されるスライスを準備するために使用される。半導体材料は、成長プロセス中、基板上および反応チャンバの内壁上の両方に堆積する。これは、いわゆる「ホットウォール(hot-wall)」CVD反応炉の場合

に特にそのような傾向にある。それは、この材料が、温度がかなり高いときにだけ堆積するからである。

【0004】

プロセス毎に、新しい薄い材料層が、チャンバの内壁上に堆積し、様々なプロセスの後では、壁は、厚い材料層を有する。この厚い材料層によって、チャンバの形状が変化し、それによって反応ガスの流れが影響され、したがって、その後の成長プロセスが影響を受ける。さらに、この厚い材料層は、完全に詰まっておらず、その後の成長プロセス中に、微小粒子がこの層から分離することがあり、それが成長中の基板の上に降りかかった場合、基板が損傷する恐れがある。

【0005】

現在、マイクロエレクトロニクス産業で最も広く使用されている半導体材料は、シリコンである。大変有望な材料は、マイクロエレクトロニクス産業において現在まだ盛んには使用されていないが炭化ケイ素である。

【0006】

マイクロエレクトロニクス産業で必要な高品質の炭化ケイ素をエピタキシャル成長させるために、極めて高い温度、すなわち1,500より高い温度、したがってシリコンのエピタキシャル成長のために必要な、一般に1,100から1,200の範囲の温度より高い温度が必要である。この高温を得るために、「ホットウォール」CVD反応炉が特に適している。

【0007】

したがって、炭化ケイ素のエピタキシャル成長用のCVD反応炉では、特に、反応チャンバの内壁上への材料の堆積に関連する問題で苦慮する。さらに、炭化ケイ素は、機械的、化学的、いずれにおいても、除去することが特に困難な材料である。

【0008】

この問題を解決するために、通常採用される解決法は、反応炉から反応チャンバを定期的に分解し、機械的および/または化学的にそれを洗浄することである。この操作は、大いに時間がかかり、したがって反応炉が長期に停止されることになり、さらに、所定回数の洗浄操作の後は、チャンバを廃棄または処理することがしばしば必要になる。

【0009】

さらに、特に、実際の反応チャンバの上流および下流にある反応炉領域は、同様に除去する必要があるシリコン堆積物が生じる恐れがある。

【0010】

【特許文献1】国際公開第2004/053189号パンフレット

【特許文献2】国際公開第2004/053187号パンフレット

【特許文献3】国際公開第2004/053188号パンフレット

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明の全般的な目的は、CVD反応炉の反応チャンバ用およびCVD反応炉用の洗浄プロセスを提供することであり、それは、前述の欠点を克服するものである。

【課題を解決するための手段】

【0012】

この目的は、独立請求項1に記載された機能的特徴を有する洗浄プロセスによって実質的に達成され、このプロセスのさらに有利な態様は、従属項に記載されている。

【0013】

他の態様によれば、本発明は、この洗浄プロセスを使用し、独立請求項12に記載された機能的特徴を有するCVD反応炉用の操作プロセスにも関する。このプロセスの他の有利な態様が、従属項に記載されている。

【0014】

本発明は、添付図面とともに検討される以下の記述から明らかである。

10

20

30

40

50

## 【0015】

本記述とこれらの図面はとともに、例示の目的のためだけであると考えるべきであり、したがって、これに限定されるものでない、さらに、これらの図面は、概略的に簡略化されていることを念頭に置かなければならない。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0016】

図1に、その全体を参照番号1で示した反応チャンバとその全体を参照番号2で示した囲繞するシェルとから構成されたアセンブリを示す。

## 【0017】

図1の上部右側に、中央で切断されたアセンブリの正面図、上部左側に、中心で切断されたアセンブリの側面図、および下部左側に、中心で切断されたアセンブリの上から見た図を示す。

10

## 【0018】

本発明による洗浄プロセスは、例えば図1に示すチャンバ1に有利に適用することができる。このチャンバは、炭化ケイ素のエピタキシャル成長用のCVD反応炉の中で使用するのに特に適する。

## 【0019】

チャンバ1は、半導体材料の層が堆積される基板を収容するための空洞12を有する。空洞12は、この目的のために、実質的に平坦な、CVD反応炉内に実質的に水平位置で配置される底壁を有する。空洞12は、他の壁によって、特に上部壁および2つの側壁によって囲繞される。反応ガスが、空洞12中を縦方向に流れる。チャンバ1は、空洞12の壁を加熱し、したがってその中を流れる反応ガスも加熱するように、加熱されるのに適する。通常、チャンバ1は、電磁誘導によって加熱されるのに適する。この目的で、チャンバ1は、通常グラファイトからなり、炭化ケイ素、炭化タンタルまたは炭化ニオブの保護層によって裏打ちされる。図1に示すチャンバ1は、軸10に沿って(長さ300mmで)一様に延在し、その断面は、外形が円形である(直径が270mm)、あるいは、この断面は、多角形や橢円形とすることができる。図1に示す空洞12の断面は、内側形状が実質的に矩形である(幅が210mm、高さが25mm)。この断面は、異なる形とすることができる。

20

## 【0020】

本発明による洗浄プロセスは、基板に直面する反応チャンバの表面(図1の場合では、空洞12の上部壁)が、前記基板に極めて近い場合、特に有益である。実際、この場合、この表面(より正確には、この表面上に成長した層)から分離したすべての粒子が、それらが反応ガスの流れによって運び去られる前に、基板上に降りかかる。

30

## 【0021】

チャンバ1の空洞12の壁が保護層、例えば炭化タンタルまたは炭化ニオブによって裏打ちされている場合、成長プロセス中に壁上に堆積した材料の付着が制限され、したがって粒子の形成が一層ありそうである。これは、保護層の材料と堆積した材料が、結晶構造に差があるために異なる場合は、特にそうである。これは、例えば、反応チャンバがグラファイトからなり、炭化タンタルまたは炭化ニオブによって裏打ちされていて、反応チャンバが炭化ケイ素の成長プロセスのために使用されるときのような場合である。

40

## 【0022】

図1に示すタイプの反応チャンバでは、基板は、成長プロセス開始前の取り付け、および成長プロセスの終了時の取り外しを容易にするために、一般に、トレイ上に位置している。図1による実施例では、トレイは、参照番号3で示され、対応する3つの中空部31内に3つの円形基板を支持することができる。今のところ、基板数は、最小1から最大12までの範囲内とすることができます、その直径は、最小2インチ(5.1mm)から最大6インチ(15.2mm)までの範囲とすることができますが、これは、本発明の目的には関係しない。明らかに、基板数を増加すると、その直径が減少する。

## 【0023】

50

図1に示すタイプの反応チャンバでは、基板上に一様に堆積するよう促進するために、基板支持部が回転可能に設けられると好都合である。確実に、効果的および効率的にトレイを回転するためにも、反応チャンバを適切に洗浄することを達成し、したがってチャンバの内壁上に堆積した材料を除去することが有益である。図1による実施例では、トレイ3は、その回転を達成するための手段が示されていないが、回転可能である。トレイを回転させるための様々な方法は、例えば、特許文献1により、当業者に知られている。

【0024】

図1に示されているようなトレイを有するチャンバでは、空洞の内側表面に唐突な突起部や凹部が無いように、トレイが空洞の底壁の凹所内に収納されるように設けられると都合が良い。確実に反応チャンバが適切に洗浄され、したがって空洞の底壁上に堆積した材料が除去されることは、トレイの表面と壁の表面の位置合わせされた状態を維持するためにも有益である。図1による実施例では、(回転可能な)トレイ3は、薄い円盤形状(直径が190mm、厚さが5mm)であり、空洞12の底壁の、円形の凹所11内に収納される。

10

【0025】

図1に示すチャンバなどのチャンバのトレイは、一般に、サセプタ(susceptor)、すなわち、電磁誘導によって加熱しそれが支持する基板を直接加熱する要素としても働く。

【0026】

図1によるチャンバ1は、反応ガスがその中では流れない2つの大きな貫通穴13、14を有し、したがってこれらの穴の壁上に材料が堆積せず、それゆえこれらの壁は、本発明の目的には大きな意味を持たない。

20

【0027】

図1に示すチャンバなど、穴13および14の機能および構造を含んだチャンバの多くの機能的な構造上の細部は、本明細書中に組み込まれて参照される特許文献2および特許文献3から得られるであろう。

【0028】

エピタキシャル反応炉の反応チャンバは、反応環境を正確に制御するために、それを囲繞する環境から物理的に隔離する必要がある。エピタキシャル反応炉の反応チャンバは、それを囲繞する環境から熱的にも隔離する必要がある。実際、エピタキシャル成長プロセス中に、チャンバおよびその環境は、1,000から2,000(堆積する材料に依存する)までの範囲の温度であり、したがって熱損失を制限することが重要である。この目的のために、チャンバは、断熱構造によって囲繞される。

30

【0029】

図1による実施例では、チャンバ1は、断熱シェル2によって囲繞される。シェル2は、例えば多孔性グラファイト、すなわち耐火性で断熱性の材料から製作することができる。シェル2は、円筒形本体21と、周辺リングによって本体21上に取り付けられた2つのサイドカバー(左側に22A、右側に22B)とを含み、その周辺リングによって、本体とサイドカバー間の結合ゾーンの断熱性が向上する。2つのカバー22A、22Bは、反応ガスを流入させ排気ガスを流出させるための、空洞12と実質的に同じ断面を有した2つの開口部221A、221Bをそれぞれ有する。明らかに、これらの開口部は、空洞12と実質的に位置合わせされる。これらの開口部、特に開口部221Aは、適切な手動や自動のツールによって、基板、あるいはむしろ基板を有したトレイの取り付けおよび取り外しのためにも使用される。

40

【0030】

図2に、図1によるアセンブリを含んでいるCVD反応炉の一部分を示す。

【0031】

図1によるアセンブリは、長い、例えば反応チャンバの長さの2倍、3倍、または4倍の長さの水晶チューブ4の中央ゾーン中へ挿入される。チューブ4の機能は、とりわけ、サイドカバー22、特に開口部221から現れる放射エネルギーを分散する機能である。

【0032】

50

注入口結合部 6 および流出口案内部 7 が設けられる。これら要素は、通常水晶から製作される。注入口結合部 6 は、円形断面を有した反応ガス供給ダクト（図 2 に図示せず）をカバー 22A の開口部 221A に接続する機能を有し、それは、矩形で極めて平らの断面を有する。流出口案内部 7 は、排気ガスを排出するためのダクト（図 2 に図示せず）に向けて排気ガスを案内する機能を有する。

【0033】

チューブ 4 は、中央ゾーン中で図 1 によるアセンブリの領域中において、誘導によってチャンバ 1 を加熱する電磁場を発生するソレノイド 5 が、そのまわりに巻き付いている。

【0034】

チューブ 4 の 2 つの末端部は、そのチューブをエピタキシャル反応炉のハウジングに固定するために、2 つの側方フランジ、すなわち左側フランジ 8A および右側フランジ 8B を備える。

【0035】

既に述べたように、図 2 によるアセンブリは、反応チャンバの空洞 12 内で極めて高い温度を発生し維持するように特に設計されているので、炭化ケイ素のエピタキシャル成長のためのプロセスを実施するのに特に適している。

【0036】

図 3 に、炭化ケイ素のエピタキシャル成長のためのプロセス中の、対称軸 10 に沿った図 2 によるアセンブリについての典型的な温度の図を示す。図 3 の上部に、空間対応が一層容易に理解できるように、図 2 のアセンブリを部分的に示す。

【0037】

結合部 6 の出だしの部分では、温度が周囲温度、例えば 20 に一致する。次いで温度は、結合部 6 に沿って段々と上昇する。次いでカバー 22A の開口部 221A の領域中で急速に上昇する。空洞 12 内では、温度は、特に空洞 12 の中央ゾーン中で、ほとんど一定であり、そこでは基板を有したトレイ 3 が位置し、すなわち温度は、通常 1,500 から 1,700 の範囲内にあり、好ましくは 1,550 から 1,650 の範囲内である。次いでカバー 22B の開口部 221B の領域中で急速に低下する。最後に温度は、案内部 7 に沿って段々と下がる。空洞 12 の流入口における温度は、反応ガスが空洞 12 内で流れた結果としても温まるので、空洞 12 の流出口の温度より低い。

【0038】

図 3 に示す温度状況など、温度が一様でない状況では、壁に沿った材料の堆積は、一様でない。さらに、図 2 を参照すると、材料は、空洞 12 の壁に沿ってだけでなく、結合部 6 に沿って、案内部 7 に沿って、さらに 2 つの開口部 221 の領域中でも堆積する。例えば、低温ゾーン中では、シリコン層が堆積し、高温ゾーン中では、炭化ケイ素の層が堆積する。明らかに、堆積した材料にかかわらず、反応炉の部分をできるだけ全部洗浄することは、都合が良い。

【0039】

本発明によれば、CVD 反応炉の反応チャンバを洗浄するためのプロセスは、炭化ケイ素の昇華を開始させる温度以上の温度までチャンバの壁を加熱するステップと

、ガス流をチャンバ中に流入させるステップを基本的に含む。

【0040】

このようにして、チャンバの壁上に、そしてチャンバに近接した他の部分上にも堆積し、高温およびガス流のいずれによっても影響される材料を容易におよび効率的に除去することが可能である。ガスを送るために、成長プロセスに使用されるのと同じダクトを使用し、チャンバを加熱するために、成長プロセスに使用されるのと同じ手段を使用することは、典型的で有利なことである。したがって、このプロセスを実現するために、CVD 反応炉またはその反応チャンバのいずれもまったく分解する必要が無い。

【0041】

温度によって、堆積した材料の分子は、固体壁から離れ、気相に移行しやすい。ガス流

10

20

30

40

50

によって、気相中の化学種の分圧が減少し、したがってこの移行がかなり増加される。これら2つの現象の作用は、堆積した材料を除去することである。この作用は、堆積した材料の低結晶品質によって、さらに促進される。

#### 【0042】

反応チャンバ、したがってSiCの層の場合には、適切な温度まで加熱することによる最適条件下で洗浄が実施され、ガス流は、主な目的が、そのようにして形成されたSiC蒸気を搬送し去るということになる。

#### 【0043】

一方、洗浄プロセスがCVD反応炉の他の要素とも関係するとき、すなわちシリコン堆積物のある恐れがあり、そして温度が最小値に達する場合、加熱は、洗浄プロセスの前に導入されるガス流の適切な成分によって施される化学エッチングと関連付ける必要がある。

#### 【0044】

基本的には、2つのパラメータ、すなわち温度およびガスの組成が、本発明による洗浄プロセスと関連付けられる。

#### 【0045】

本発明による洗浄プロセス中で使用されるガスは、1つだけの化学種またはいくつかの化学種を含むことができる。

#### 【0046】

本発明によるプロセス中で使用すると有利になり得る化学種には、希ガスが含まれる。というのは、それは極めて不活性であり、したがって反応チャンバ内のどのような残留物も、確実に成長プロセスを実施するうえで問題を引き起こさない。通常、ヘリウムやアルゴンを使用することが可能であり、その化学種は、搬送ガスとして、マイクロエレクトロニクス産業で既に共通に使用されている。

#### 【0047】

本発明によるプロセス中で使用すると有利になり得る化学種には、水素も含まれる。これは、いくつかの材料について反応特性を有する。さらに、水素は、極めて小さい分子量を有し、したがって壁を加熱した結果として形成される化学種の拡散係数が極めて大きい。水素は、コストが低いという主な利点も有する。

#### 【0048】

本発明によるプロセス中で使用すると有利になり得る他の化学種は、塩酸や臭化水素酸である。知られているように、これらの物質は、多くの材料に関して顕著な化学エッチング特性を有し、したがって物理的除去に加えて、化学的除去の作用を有する。

#### 【0049】

したがって、いくつかの化学種を使用すると、異なるポイント中で異なる材料の除去が必要なとき、特に都合が良い。例えば、既に述べたように、図2による反応炉内では、いくつかのポイント中にシリコン堆積物があり、他のポイント中に炭化ケイ素の堆積物があり得る。

#### 【0050】

化学種の第1の有利な組み合せは、塩酸と希ガスが設定される。塩酸は、シリコン除去に特に有効であり、希ガスは、高温において炭化ケイ素を除去することに関して特に有効である。

#### 【0051】

化学種の第2の有利な組み合せは、塩酸と水素が設定される。塩酸は、シリコン除去に特に有効であり、水素は、高温において炭化ケイ素を除去することに関して特に有効である。

#### 【0052】

本発明による洗浄プロセス中で使用される温度は、高く、典型的には、1,800より高く、好ましくは基板上に成長させるプロセスの温度（シリコンについては、この温度は、典型的に1,100～1,200の範囲内であり、炭化ケイ素には、この温度は

10

20

30

40

50

、典型的に 1,550 ~ 1,650 の範囲内である)より高い。高温の結果、壁から材料が早く除去される(そして、したがって洗浄プロセスが早い)。しかし、洗浄プロセスの結果としてだけで反応炉を修正することが必要になることを避けるために、高過ぎない温度を選択することが、適切で有利である。

【0053】

本発明の目的のため、最も重要な温度は、反応チャンバの壁の温度である(図1および2を参照すると、空洞12の壁)。しかし、図1に示すCVD反応炉など、「ホットウォール」の反応チャンバを有したCVD反応炉では、チャンバ周囲の温度およびチャンバの壁の温度は、著しくは異なる。

【0054】

有効で効率的な洗浄作用を得るのに適すると判明した温度は、好ましくは1,800から2,400 の範囲であり、より好ましくは1,900 から2,000 の範囲である。これらの温度は、炭化ケイ素の除去にも適している。一方シリコンの場合、より低い温度を使用することもできる。

【0055】

本発明による洗浄プロセスは、  
チャンバ壁の温度を上げる第1の周期と、  
チャンバ壁の温度を維持する第2の周期と、  
チャンバ壁の温度を下げる第3の周期を含むことができる。

【0056】

例えば、図4を参照すると、第1の周期は、参照記号RP2で示す図の部分に対応し、第2の周期は、参照記号EPで示す図の部分に対応し、そして第3の周期は、参照記号FP2で示す図の部分に対応する。図2に部分的に示す反応炉では、空洞12の壁温度の上昇は、ソレノイド5に電圧を加えて達成し、温度は、適切な(知られた)温度制御システムによる、ソレノイド5への通電を制御することによって維持し、そして温度の低下は、例えば、ソレノイド5への電力供給を中断することによって達成することができる。

【0057】

3つの周期の中で、壁から材料を除去するのに最も有効な周期は、第2の周期である。というのは、温度がより高いからである。しかし、第1の周期の最終部分と第3の周期の最初の部分も、ある程度機能することができる。

【0058】

洗浄プロセスを制御するための、第3の極めて重要なパラメータは、ガス流である。最も単純な場合、ガス流は、洗浄プロセスの期間全体にわたって同じである。例としてだけで、プロセス実施例のパラメータ値を示すと、ガス流のレート = 100 s<sup>-1</sup> m (標準リットル/分)、圧力 = 100 mbar (すなわち 10,000 Pa)、温度 = 1,950 、そしてガス流の流速 = 約 25 m / 秒である。

【0059】

洗浄プロセスを3つの周期に分割することを考えると、上記の如く設定されたように、ガス流は、温度が最も高いので、第2の周期中が最も重要である。この第2の周期中に、例えば、上記に示したパラメータ値を使用することができる。

【0060】

第2の周期中のガス流が、第1の周期中のガス流よりずっと多いことが好ましく、好ましくは5倍から20倍多い。実際、温度上昇の周期中に、ガス流が多い場合、多量の熱エネルギーが、ガス流を加熱することに浪費されることになる。

【0061】

第3の周期中のガス流が、第2の周期中のガス流と実質的に同じまたはそれより多いことが好ましく、好ましくは1倍から3倍多い。実際、この周期中にガス流が多いと、チャンバをより迅速に冷却する助けになり、したがってその効率を落とすことなく洗浄プロセスの継続期間を縮小し、一方ガス流は、その除去作用を維持することができる。

【0062】

10

20

30

40

50

本発明によれば、いくつかの異なる連続した除去ステップが設けられることも可能であることは、指摘する価値がある。これらは、異なる継続期間を有し、異なる温度で実施し、異なる化学種を含んだガス流を使用することができる。これら連続したステップは、温度の上昇を伴う単一ステップを先行させることができ、温度の低下を伴う単一ステップを続けることができる。

【0063】

本発明による洗浄プロセスは、例えば図2に部分的に示すCVD反応炉などであって、例えば図1に示す反応チャンバなど、堆積物用の反応チャンバを備えた、基板上に半導体材料を堆積するためのCVD反応炉の操作プロセス内で、典型的で都合の良い用途を有する。

10

【0064】

本発明による操作プロセスには、  
チャンバ内に基板を取り付けるためのプロセスと、  
基板上に半導体材料を堆積するためのプロセスと、  
チャンバから基板を取り外すためのプロセスを、順次、循環的に実施することを含んだ成長プロセスが設けられ、取り外しプロセスの後で、本発明によるチャンバを洗浄するためのプロセスが実施される。

【0065】

洗浄プロセスの頻度は、主に堆積プロセスの特性と洗浄プロセスの特性を含んだ、様々な要因に依存する。

20

【0066】

図4に、図2による反応炉中で実施される、本発明による操作プロセスの一部分に関する時間／温度の図が示されている。図4に、取り外しプロセスに対応する時間周期LPと、成長プロセスに対応する時間周期RP1+DP+FP1と、取り外しプロセスに対応する時間周期UPと、そして洗浄プロセスに対応する時間周期RP2+EP+FP2とを示す。より具体的には、成長プロセスに対応する時間周期は、温度上昇のための時間周期RP1と、堆積のための時間周期DPと、温度低下のための時間周期FP1とに分割される。そして洗浄プロセスに対応する時間周期は、温度上昇のための時間周期RP2と、除去のための時間周期EPと、温度低下のための時間周期FP2とに分割される。

30

【0067】

本発明による操作プロセスには、取り付けプロセスの後で堆積プロセスの前に実施される浄化プロセスを有利に設けることができる。図4による図には、浄化プロセスは示されていない。

【0068】

浄化プロセスの目的は、成長プロセスに、特に堆積プロセスに望ましくないまたは有害であるガス状物質を反応チャンバから除去することである。有害な物質は、半導体材料を酸化させてるので、酸素（空気の成分）である。望ましくない物質は、半導体材料をドーピングするので、窒素（空気の成分）である。

【0069】

有害物質は、通常空気の成分であり、通常基板の取り付けおよび取り外しのプロセス中に反応チャンバ中に侵入することができる。この侵入は、これから処理する基板を「浄化チャンバ」から引き出す場合や、既に処理した基板を「浄化チャンバ」中に挿入する場合、防止することができる。通常2つの浄化チャンバは、同じとすることができる。図2に部分的に示す反応炉は、どのような「浄化チャンバ」も想定されておらず、したがって浄化プロセスが必要である。

40

【0070】

反応チャンバから望ましくないまたは有害なガスを除去するための最も便利な方法は、反応チャンバ内を真空にすることである。以下のステップ、  
a)、不活性ガス、例えば「希」ガス、典型的にアルゴンやヘリウムで、例えば1 atm（すなわち、約100,000 Pa）においてチャンバを満たすステップと、

50

b ) チャンバ内を低いレベルの真空、例えば 10 Pa にするステップと、  
c ) チャンバ内を高いレベルの真空、例えば 0.0001 Pa にするステップを使用して有利に処理することが可能である。

## 【0071】

ステップ b ) は、例えば標準的な真空ポンプによって実施することができる。

## 【0072】

ステップ c ) は、例えばターボ分子ポンプによって実施することができる。

## 【0073】

ステップ a ) は、極めて短時間であり、例えば約 1 分間持続することができる。

## 【0074】

ステップ b ) は、極めて短時間であり、例えば約 1 分間持続することができる。

## 【0075】

ステップ c ) は、例えば 10 または 15 分間持続することができ、明らかに、その時間は、真空の所望のレベルに依存する。

## 【0076】

通常、ステップ c ) 中、温度は、望ましくないまたは有害な化学種の脱離を促進するために、約 20 毎で、例えば約 1,200 まで上昇させる。

## 【0077】

堆積前に、その表面をエッティングすることによって基板表面を処理することが望ましい。この処理は、堆積プロセスに先行する温度上昇周期、すなわち図 4 を参照すると、周期 RP1 中に有効で効率的な方法で実施することができる。この目的のためには、水素流を、例えば 20 m / 秒または 25 m / 秒の流速で流入させれば十分である。基板を前処理するための水素流は、浄化プロセスの後程なく流入を有利に開始することができる。例えば、それは、約 1,200 で開始し、約 1,600 で終了することができる。通常、水素流は、堆積プロセス中、すなわち図 4 を参照すると、周期 DP 中も継続される。

## 【0078】

本発明による操作プロセスでは、チャンバの洗浄プロセスは、例えば取り外しプロセスの後毎に実施することができる。このようにして、チャンバの壁上に堆積した材料が、堆積した後まもなく除去され、したがってその損傷作用は最小になり、特に壁から粒子が分離することに関連するリスクが最小になる。

## 【0079】

成長プロセス毎に洗浄プロセスを実施する実際の可能性は、本発明による洗浄プロセスの継続期間に連動し、それは十分短い。実際、洗浄プロセスが成長プロセスより極めて長いなら、CVD 反応炉は、生産高が低過ぎることになる。洗浄プロセスの継続期間は、特にそれが実施される温度に連動する。

## 【0080】

以下の実施例は、表示するだけであり、上述のコメントを一層はっきりと理解できるように助けるものである。1,600 において炭化ケイ素の堆積速度が、10 ミクロン / 時である場合、および所与の水素流を伴い、2,000 において炭化ケイ素の除去速度が、100 ミクロン / 時である場合、1 時間で堆積した層を除去するためには、約 6 分で十分である。理論的に、10 % だけの生産高の減少があり、それは、落ちて来る粒子による基板欠陥の可能性が減少することに関する利益を考慮すると、極めて小さい。

## 【0081】

上記に提示した実施例は、既に述べたように、操作プロセスの実施例にもっぱら言及している図 4 の助けて、より詳細に考えることができる。成長プロセスには、約 20 から約 1,600 まで温度を上げるための時間周期 RP1、1,600 で堆積させるための時間周期 DP、および 1,600 から約 20 まで温度を下げるための時間周期 FP1 が設けられる。洗浄プロセスには、約 20 から約 2,000 まで温度を上げるための時間周期 RP2、約 2,000 で除去するための時間周期 EP、および約 2,000 から約 20 まで温度を下げるための時間周期 FP2 が設けられる。図 2 に部分的に示

10

20

30

40

50

す反応炉などの反応炉では、温度は、例えば約 50 / 分の速度で上げて下げるができる。図 4 による実施例では、周期 R P 1 は、約 30 分持続され、周期 F P 1 は、約 60 分持続され、周期 R P 2 は、約 40 分持続され、そして周期 F P 2 は、約 80 分持続される。周期 D P は、約 60 分持続される。周期 E P は、約 6 分持続される。したがって成長プロセスは、約 150 分持続され、洗浄プロセスは、約 126 分、すなわち成長プロセスよりわずかに短く持続され、約 45 % の生産高の減少になる。しかし、上記の計算では、取り付けプロセス、取り外しプロセスおよび浄化プロセスの継続期間がまったく考慮されていない。これらの時間周期が考慮された場合、洗浄プロセスは、成長プロセスより実質的に短い期間持続され、したがって生産高は、20 % ~ 30 % だけ減少することになる。

## 【0082】

したがって、既に述べたように、洗浄プロセスが、成長プロセスより短く、好ましくは成長プロセスの 1 / 2 と 1 / 4 の範囲の短い時間、継続されることが有利である。

## 【0083】

ここで、前述の周期のいくつかの継続期間について、2 点コメントする価値がある。基板を取り付け、取り外すための周期 L P および U P の継続期間は、C V D 反応炉の自動化の程度に大いに依存する。壁上に堆積した材料の除去は、周期 E P 中単独では行われない、しかし、ガス流がある場合、チャンバの温度がかなり高い、例えば 1,500 より高いとき行われる。したがって、たとえ最初および最後の段階では除去がかなり遅くなるにしても、除去は、周期 R P 2 中に開始され、周期 F P 2 中に終了される。一方、周期 E P 中では、除去は、最大速度で行われることになる。この観察に基づき、洗浄プロセスの様々なステップの継続期間を正しく選択することが可能になる。

## 【0084】

ともかく、C V D 反応炉の生産高が、極めてわずかな量で減少することになる場合、本発明による操作プロセスでは、チャンバの洗浄プロセスが、所定数の取り外しプロセス、したがって成長プロセスの後、実施されるようにする。この数は、2 から 10 の範囲から有利に選択することができる。

## 【0085】

本発明は、基板上に半導体材料を堆積するための C V D 反応炉に、洗浄プロセスおよび操作プロセスともに關して適用される。

## 【0086】

本発明は、堆積プロセス中に、炭化ケイ素が、既に述べた理由のために高温で堆積される、すなわち堆積材料の高品質のために、炭化ケイ素の堆積が、1,500 と 1,700 の範囲、好ましくは 1,550 と 1,650 の範囲の温度で実施され、一方、最適な除去のために、除去が、1,800 と 2,400 の範囲、好ましくは 1,900 と 2,000 の範囲の温度で実施される反応炉において、特に有利である。

## 【0087】

本発明は、反応チャンバの壁が、なによりもまず、炭化タンタルおよび炭化ニオブの少なくとも 1 つの表面層を備えた反応炉において、特に有益である。既に述べたように、表面層は、グラファイトからなるチャンバのための保護層として働く。

## 【0088】

炭化タンタルまたは炭化ニオブの表面層は、特に耐久性があり、したがって洗浄プロセスの継続期間があまり重要にならないことに留意すべきである。実際、耐久性の表面層がない場合、洗浄プロセスの継続期間は、壁上に堆積した材料だけでなく前記壁の材料も除去してしまうことを防止するために、正確に計算する必要がある。

## 【0089】

本発明による洗浄プロセスまたは操作プロセスを実現するために、C V D 反応炉は、適切な手段を備える必要がある。C V D 反応炉では、本発明による洗浄プロセスを実現するために必要な機械部品、電気部品および材料は、既にたいていは存在していることがしばしばである。さらに、C V D 反応炉は、一般にコンピュータ化された電子制御システムを備えている。したがって本発明を実現するためには、ソフトウェアプログラム、あるいは

10

20

30

40

50

反応炉を制御するソフトウェアプログラムを変更することで、実質的に十分であることがしばしばである。

【 0 0 9 0 】

上記の記述は、炭化ケイ素を堆積するCVD反応炉に関して与えられたことが理解される。しかし、これは、反応チャンバおよび／または反応炉構成要素が、確実に反応炉を正しく動作させるために除去する必要がある不要な付着物または堆積物の形成を被る、CVD反応炉のそれらの場合すべてにおいて、適用可能である。

### 【図面の簡単な説明】

【 0 0 9 1 】

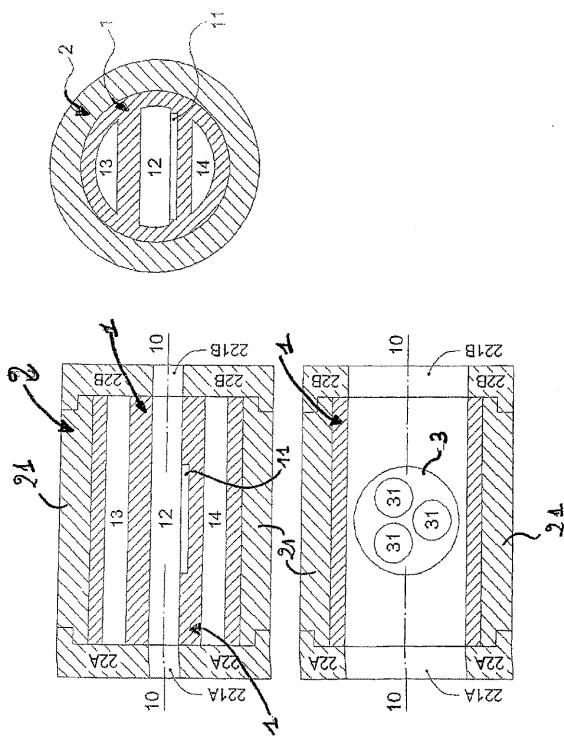
【図1】断熱シェルによって囲繞され、本発明による洗浄プロセスを適用することができる反応チャンバの、側面断面図、正面断面図および上から見た断面図である。

【図2】図1によるアセンブリを含むCVD反応炉の一部分を示す図である。

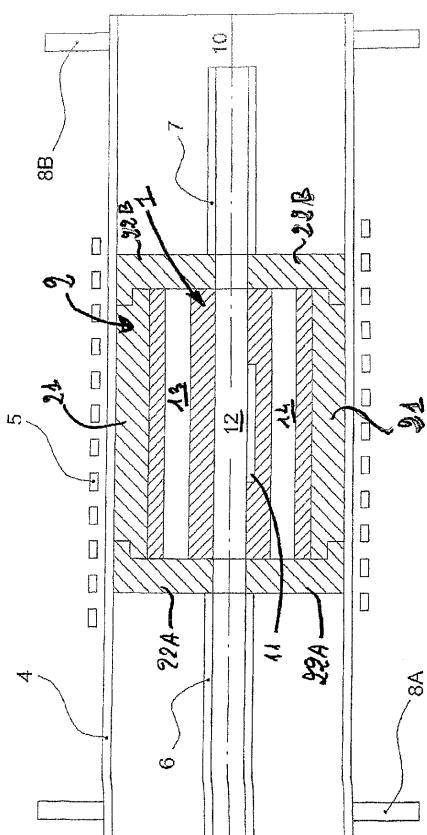
【図3】図2の反応炉内の温度の空間の図である。

【図4】図2による反応炉中で実施される、本発明による操作プロセスに関する時間／温度の図である。

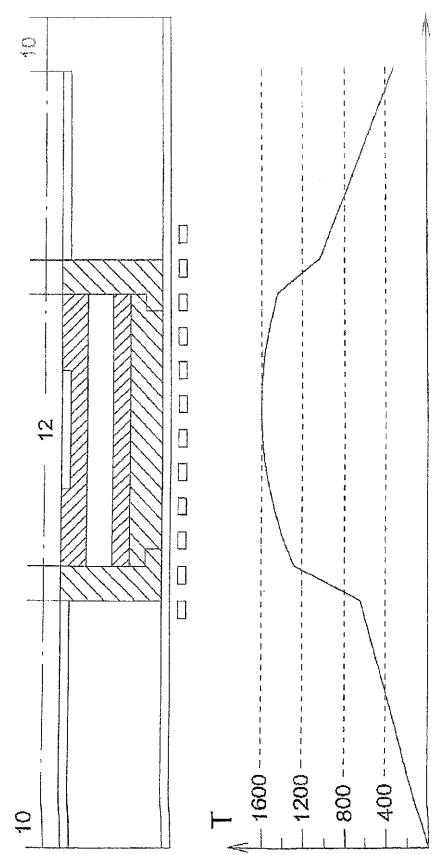
【 义 1 】



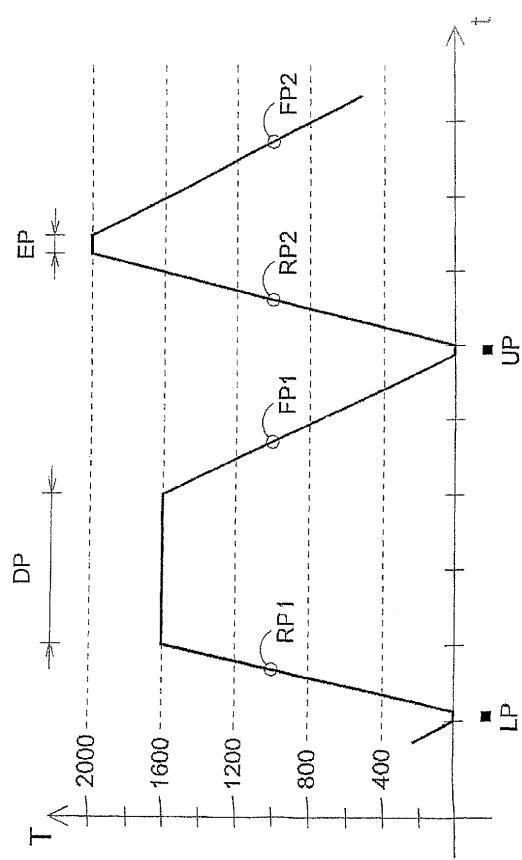
【 义 2 】



【図3】



【図4】



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No  
PCT/EP2005/053328

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C23C16/32 C23C16/44		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C23C C30B		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, PAJ, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 1 160 354 A (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO., LTD) 5 December 2001 (2001-12-05) paragraph '0030! - paragraph '0059! paragraph '0064! - paragraph '0068! paragraph '0074! paragraph '0087!; claims 1-12; figures 1,3	1,4,5,9, 10, 12-18,22 19-21
Y	WO 00/43577 A (MAKAROV, JURY NIKOLAEVICH) 27 July 2000 (2000-07-27) page 10, line 4 - page 11, line 24; claims 1-3,7,8; figures 1-3	1-10,22 19,21
X	SE 524 279 C2 (OKMETIC OYJ 'FI!') 20 July 2004 (2004-07-20) figures 1-4	1-11,22 -/-
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
* Special categories of cited documents :		
*A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		
*E* earlier document but published on or after the International filing date		
*L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		
*O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		
*P* document published prior to the International filing date but later than the priority date claimed		
*T* later document published after the International filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention		
*X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone		
*Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.		
*&* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search  2 December 2005	Date of mailing of the International search report  12/12/2005	
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016	Authorized officer  Lavéant, P	

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No PCT/EP2005/053328
---

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category	Relevant to claim No.
P,X - & EP 1 471 168 A (OKMETIC OYJ) 27 October 2004 (2004-10-27) paragraph '0013! - paragraph '0019!; claims 1-4,9-12; figures 1-4 -----	1-11,22
Y WO 2004/053189 A (E.T.C. EPITAXIAL TECHNOLOGY CENTER S.R.L; SPECIALE, NATALE; VALENTE, G) 24 June 2004 (2004-06-24) cited in the application page 12, line 10 - line 18 -----	20,21
X WO 2005/021842 A (CAPE SIMULATIONS, INC; MOTAKEF, SHARIAR; WORLIKAR, ANIRUDDHA, S) 10 March 2005 (2005-03-10) page 8 - page 14; claims 1,5-8,10,17,18; figures 1-8 -----	22
P,X WO 2004/111316 A (LPE SPA; VALENTE, GIANLUCA; POZZETTI, VITTORIO; KORDINA, OLLE; MASI, M) 23 December 2004 (2004-12-23) page 6, line 1 - page 7, line 27; claims 1-6; figures 1-3 -----	1-5,8,22
A WO 00/02674 A (MATTSON TECHNOLOGY, INC) 20 January 2000 (2000-01-20) page 1 -----	1-21

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No  
PCT/EP2005/053328

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
EP 1160354	A	05-12-2001	JP TW US	2001345268 A 508839 B 2001047750 A1		14-12-2001 01-11-2002 06-12-2001
WO 0043577	A	27-07-2000	AT DE DE EP RU	237703 T 60002173 D1 60002173 T2 1151155 A1 2162117 C2		15-05-2003 22-05-2003 04-03-2004 07-11-2001 20-01-2001
SE 524279	C2	20-07-2004	SE	0301225 A		20-07-2004
EP 1471168	A	27-10-2004	CN JP	1570225 A 2004323351 A		26-01-2005 18-11-2004
WO 2004053189	A	24-06-2004	AU AU EP EP WO	2002368439 A1 2003242999 A1 1570108 A1 1581667 A1 2004053188 A1		30-06-2004 30-06-2004 07-09-2005 05-10-2005 24-06-2004
WO 2005021842	A	10-03-2005		NONE		
WO 2004111316	A	23-12-2004		NONE		
WO 0002674	A	20-01-2000		NONE		

---

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW,GH,GM,KE,LS,MW,MZ,NA,SD,SL,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(AM,AZ,BY,KG,KZ,MD,RU,TJ,TM),EP(AT,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR,GB,GR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,NL,PL,PT,RO,SE,SI,SK,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,ML,MR,NE,SN,TD,TG),AE,AG,AL,AM,AT,AU,AZ,BA,BB,BG,BR,BW,BY,BZ,CA,CH,CN,CO,CR,CU,CZ,DE,DK,DM,DZ,EC,EE,EG,ES,FI,GB,GD,GE,GH,GM,HR,HU,ID,IL,IN,IS,JP,KE,KG,KM,KP,KR,KZ,LC,LK,LR,L,S,LT,LU,LV,MA,MD,MG,MK,MN,MW,MX,MZ,NA,NG,NI,NO,NZ,OM,PG,PH,PL,PT,RO,RU,SC,SD,SE,SG,SK,SL,SM,SY,TJ,TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,YU,ZA,ZM,ZW

(72)発明者 ステファノ レオン

イタリア アイ- 95030 カタニア サン アガタ リ バッティアティ ピア パレルモ  
4

(72)発明者 マルコ マウセリ

イタリア アイ- 95100 カタニア ピア アリゴ ポイト 2ディー

(72)発明者 ジュゼッペ アポンダンザ

イタリア アイ- 95030 カタニア トрапエート ピア ジー. レオパルディ 62

(72)発明者 ダニーロ クリッパ

イタリア アイ- 28100 ノバーラ ピア クリミア 24

(72)発明者 ジャンルカ バレンテ

イタリア アイ- 20127 ミラノ ピアーレ モンツア 76

(72)発明者 マウリツィオ マシ

イタリア アイ- 20124 ミラノ ピア フェリス カサティ 19

(72)発明者 フランコ プレティ

イタリア アイ- 20133 ミラノ ピア サン ベニーニョ 4

F ターム(参考) 4G077 AA03 BE08 DB01 EG28 HA06 HA12 TA04 TB01 TD03

4K030 BA37 BB02 DA06 GA05 JA05 JA10 KA47

5F045 AA03 AB06 AC01 AC07 AC13 AC16 AC17 AD18 DP14 DQ06

EB06 EC05 EK06