

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-294506  
(P2005-294506A)

(43) 公開日 平成17年10月20日(2005.10.20)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>

H01L 21/31

H01L 21/02

F I

H01L 21/31

H01L 21/02

B

Z

テーマコード (参考)

5F045

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2004-106931 (P2004-106931)

(22) 出願日 平成16年3月31日 (2004.3.31)

(71) 出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社  
東京都品川区大崎一丁目6番3号

(74) 代理人 100101878

弁理士 木下 茂

(74) 代理人 100064296

弁理士 高 雄次郎

(72) 発明者 武田 修一

山県西置賜郡小国町大字小国町378番地  
東芝セラミックス株式会社小国サイト内

(72) 発明者 佐藤 浩昌

山県西置賜郡小国町大字小国町378番地  
東芝セラミックス株式会社小国サイト内

最終頁に続く

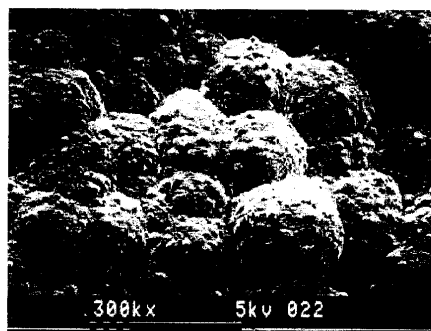
(54) 【発明の名称】 熱処理用部材

(57) 【要約】

【課題】 堆積するデポ膜の累積膜厚を格段に大きくし得る熱処理用部材の提供。

【解決手段】 基材表面が多結晶のSiCによりコーティングされている熱処理用部材であって、コーティング表面が基部の最大直径20~100μm、1mm<sup>2</sup>当たり150~3500個の密度で存在する丘状凸部により凹凸形状をなすように設けられている。

【選択図】 図2



←100μm →

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

基材表面が多結晶のSiCによりコーティングされている熱処理用部材であって、コーティング表面が基部の最大直径20～100μm、1mm<sup>2</sup>当たり150～3500個の密度で存在する丘状凸部により凹凸形状をなすように設けられていることを特徴とする熱処理用部材。

## 【請求項2】

前記コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子が最大粒径2～10μmであることを特徴とする請求項1記載の熱処理用部材。

## 【請求項3】

前記コーティング膜の厚さが30～100μmであることを特徴とする請求項1又は2記載の熱処理用部材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、半導体製造プロセスのうち加熱を伴う工程で使用される熱処理用部材に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

半導体製造プロセスのうちで加熱を伴う工程、例えば、LP-CVD (Low Pressure-Chemical Vapor Deposition: 低圧CVD) によるSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (窒化ケイ素) 膜デポ工程においては、基材表面が多結晶のSiC (炭化ケイ素) によりコーティングされている熱処理用部材が用いられている。

## 【0003】

従来、この種の熱処理用部材としては、ウェーハと接触する面や高い精度が求められる箇所に機械加工を施して極めて凹凸の少ない面とした基材表面が多結晶のSiCによりコーティングされているもの、あるいは凹凸加工を施した基材表面が多結晶のSiCによりコーティングされているものが知られている。

## 【0004】

しかし、従来の熱処理用部材では、半導体ウェーハへのLP-CVDによるSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>膜デポ工程に使用する際、基材表面が平滑な前者の場合、冷熱サイクルによりSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>デポ膜に多結晶のSiC膜との熱膨張係数の違いによって引張応力が発生し、堆積するSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>デポ膜の累積膜厚が小さいうちにクラックが発生してその剥がれやすれによるダストが半導体デバイスの歩留まりを低下させてしまう不具合がある。

かかる不具合に対処するため、デバイスメーカーでは、熱処理用部材のデポ膜除去洗浄タイミングを早めて使用しているため、製造装置の実稼働時間が比較的短い。

## 【0005】

一方、基材表面が凹凸である後者では、前者よりデポ膜除去洗浄タイミングを幾分遅くはできるものの、炉内パーティクルの突発により、堆積するSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>デポ膜の累積膜厚を9μmを超えて大きくすることは困難である。

かような炉内パーティクルの突発は、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>デポ膜の累積膜厚が9μmを超えた際に、基材表面の凸部又は凹部と対応する部分のデポ膜に大きなクラックが発生し、パーティクルが非常に多くなるものである。

## 【特許文献1】特開平4-358068号公報

## 【特許文献2】特開2000-064048号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

本発明は、堆積するデポ膜の累積膜厚を格段に大きくし得る熱処理用部材の提供を課題とする。

10

20

30

40

50

## 【課題を解決するための手段】

## 【0007】

本発明の熱処理用部材は、基材表面が多結晶のSiCによりコーティングされている熱処理用部材であって、コーティング表面が基部の最大直径20～100 $\mu\text{m}$ 、1 $\text{mm}^2$ 当たり150～3500個の密度で存在する丘状凸部により凹凸形状をなすように設けられていることを特徴とする。

## 【0008】

一方、前記コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子が最大粒径2～10 $\mu\text{m}$ であることが好ましい。

## 【0009】

又、前記コーティング膜の厚さが30～100 $\mu\text{m}$ であることが好ましい。

10

## 【発明の効果】

## 【0010】

本発明の熱処理用部材によれば、堆積するデポ膜の各部に発生する応力が均等に分散されるので、デポ膜の累積膜厚を格段に大きくすることができ、ひいては熱処理用部材のデポ膜除去洗浄に要する時間を低減することができる。

## 【0011】

一方、コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子が最大粒径2～10 $\mu\text{m}$ であることにより、SiC単結晶粒子と対応する部分のデポ膜に発生する応力が集中することがないので、デポ膜の累積膜厚をより一層大きくすることができる。

20

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0012】

基材としては、Si含浸SiC焼結体（反応焼結SiC）、自焼結SiC、カーボン、その他が用いられる。

基材表面は、平滑であっても、凹凸であってもよいが、凹凸である場合、凸部の大きさは、丘状凸部の大きさの同等以下とする。

## 【0013】

丘状凸部は、円錐状の多結晶SiCの表面部であって、ほぼ半球状を呈するものであり、その基部の最大直径が、20 $\mu\text{m}$ 未満であると、許容される累積膜厚は従来技術並（<15 $\mu\text{m}$ ）である。一方、100 $\mu\text{m}$ を超えると、許容される累積膜厚は15～20 $\mu\text{m}$ が上限となる。

30

丘状凸部の基部の最大直径は、40～70 $\mu\text{m}$ がより好ましい。

ここで、基部とは、丘状凸部の裾をいう。

## 【0014】

丘状凸部の1 $\text{mm}^2$ 当たり存在する密度が、150個未満であると、許容される累積膜厚は従来技術並（<15 $\mu\text{m}$ ）となる。一方、3500個を超えても許容される累積膜厚は従来技術並（<15 $\mu\text{m}$ ）となる。

丘状凸部の1 $\text{mm}^2$ 当たり存在する密度は、400～2000個がより好ましい。

## 【0015】

一方、コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子の最大粒径が、2 $\mu\text{m}$ 未満であると、許容される累積膜厚を飛躍的に大きくすることは難しい。一方、10 $\mu\text{m}$ を超えると、突発的にパーティクル量が増えることがある。

40

コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子の最大直径は、7～9 $\mu\text{m}$ がより好ましい。

## 【0016】

又、コーティング膜の厚さが、30 $\mu\text{m}$ 未満であると、CVD SiC膜の特性が長続きしない。一方、100 $\mu\text{m}$ を超えても性能は更に向上することがない。

コーティング膜の厚さは、30～80 $\mu\text{m}$ がより好ましい。

ここで、コーティング膜の厚さとは、基材表面が平滑な場合、（コーティング膜の凹部の厚さ+コーティング膜の凸部の厚さ） $\div$ 2をいい、基材表面に凹凸がある場合、（断面

50

の最大厚さ + 断面の最小厚さ) ÷ 2 をいう。

【実施例 1】

【0017】

図 1、図 2 及び図 3 は、それぞれ本発明に係る熱処理用部材の実施例 1 を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真、図 1 の部分拡大顕微鏡写真及び図 2 の部分拡大顕微鏡写真である。

【0018】

この熱処理用部材は、表面粗さ  $R_a$  を  $0.1 \mu\text{m}$  程度に表面を平滑にした  $\text{Si}$  (金属シリコン) 含浸  $\text{SiC}$  焼結体を基材とし、その表面が多結晶の  $\text{SiC}$  によりコーティングされているものである。

そして、コーティング表面が、前記基部の最大直径  $20 \sim 100 \mu\text{m}$ 、 $1 \text{mm}^2$  当たり  $150 \sim 3500$  個の密度 ( $n = 10$  の範囲、以下同じ) で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすように設けられており、コーティング膜を形成する  $\text{SiC}$  単結晶粒子の最大粒径が  $2 \sim 10 \mu\text{m}$  であり、又、コーティング膜の厚さ ( (凹部の厚さ + 凸部の厚さ) ÷ 2 ) が  $50 \sim 60 \mu\text{m}$  であるものである。 10

【0019】

上述した熱処理用部材を製造するには、先ず、 $\text{SiC}$  仮焼体を  $\text{Si}$  と反応焼結させた後に、研削加工を施して表面が表面粗さ  $R_a$  が  $0.1 \mu\text{m}$  程度の平滑な  $\text{Si}$  含浸  $\text{SiC}$  焼結体を基材とする。

次に、基材表面に  $\text{CVD}$  法により多結晶の  $\text{SiC}$  をコーティングするのであるが、 $\text{CVD}$  初期段階において、原料供給濃度を大きく (対キャリアーモル比で  $1.5 \sim 5$  倍と) し、コーティング表面が、基部の最大直径  $20 \sim 90 \mu\text{m}$ 、 $1 \text{mm}^2$  当たり  $200 \sim 1000$  個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすようにした後、定常の原料供給濃度に戻して  $\text{CVD}$  し、最終的なコーティング表面が、基部の最大直径  $20 \sim 100 \mu\text{m}$ 、 $1 \text{mm}^2$  当たり  $150 \sim 3500$  個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすと共に、コーティング膜を形成する  $\text{SiC}$  単結晶粒子の最大粒径が  $2 \sim 10 \mu\text{m}$  であり、かつ、コーティング膜の厚さが  $30 \sim 100 \mu\text{m}$  であるようにする。 20

なお、 $\text{CVD}$  条件は、以下の通りである。

温度： $1200$

ガス (定常) :  $\text{SiCl}_4$  (四塩化ケイ素) +  $\text{C}_3\text{H}_8$  (プロパン) +  $\text{H}_2$  (水素) =  $3 + 1 + 20 \text{slm}$  30

【0020】

ここで、上述した熱処理用部材を用いて、 $\text{LP-CVD}$  による  $\text{Si}_3\text{N}_4$  膜デポ工程を行ったところ、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  デポ膜の許容累積膜厚は、表 1 に示すように、 $20 \mu\text{m}$  以上となり、又、 $\text{LP-CVD}$  の炉内における  $\text{Si}_3\text{N}_4$  パーティクル量は、表 1 に示すように、少なかった。

【0021】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4
最大直径 ( $\mu\text{m}$ )	20~100	20~100	90~140	10~200
密度 (個/ $0.01\text{mm}^2$ )	150~3500	200~2500	50~130	3500~12000
最大粒径 ( $\mu\text{m}$ )	2~10	2~10	1~5	8~20
許容累積膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	>20	>20	15~20	<15
炉内 $\text{Si}_3\text{N}_4$ パーティクル量	少ない	少ない	少ない	多い

10

※1 許容累積膜厚： $>0.5\mu\text{m}$ パーティクル数が、10個以上/ $200\text{mm}$  wafとなる累積膜厚

※2 炉内  $\text{Si}_3\text{N}_4$  パーティクル量： $>0.5\mu\text{m}$ パーティクル量が、10個以上/ $200\text{mm}$  wafとなるまでの、 $>0.2\mu\text{m}$ パーティクル量/操炉

20

## 【実施例 2】

## 【0022】

図 4 及び図 5 は、それぞれ本発明に係る熱処理用部材の実施例 2 を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真及び図 4 の部分拡大顕微鏡写真である。

## 【0023】

この熱処理用部材は、前記基部の最大直径  $10 \sim 100\mu\text{m}$ 、 $1\text{mm}^2$  当たり  $100 \sim 1000$  個の密度で存在する丘状凸部により表面が凹凸形状をなすように設けられた  $\text{Si}$  含浸  $\text{SiC}$  焼結体を基材とし、その表面が多結晶の  $\text{SiC}$  によりコーティングされているものである。

そして、コーティング表面が、基部の最大直径  $70 \sim 80\mu\text{m}$ 、 $1\text{mm}^2$  当たり  $200 \sim 1000$  個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすように設けられており、コーティング膜を形成する  $\text{SiC}$  単結晶粒子の最大粒径が  $9 \sim 10\mu\text{m}$  であり、又、コーティング膜の厚さ（断面の最大厚さ + 断面の最小厚さ）が、 $40 \sim 50\mu\text{m}$  であるものである。

30

## 【0024】

上述した熱処理用部材を製造するには、先ず、 $\text{SiC}$  仮焼体に  $\text{Si}$  を含浸した後、染み出した  $\text{Si}$  をグラインダーで除去し、しかる後に、その表面を、 $\#1800$  の  $\text{SiC}$  砥粒を用い、 $1\text{kgf}/\text{cm}^2$  の圧力で全面サンドブラスト処理し、表面が、基部の最大直径  $10 \sim 100\mu\text{m}$ 、 $1\text{mm}^2$  当たり  $100 \sim 1000$  個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなす  $\text{Si}$  含浸  $\text{SiC}$  焼結体を基材とする。

40

次に、基材表面に  $\text{CVD}$  法により多結晶の  $\text{SiC}$  をコーティングし、コーティング表面が、基部の最大直径  $20 \sim 100\mu\text{m}$ 、 $1\text{mm}^2$  当たり  $200 \sim 2500$  個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすと共に、コーティング膜を形成する  $\text{SiC}$  単結晶粒子の最大粒径が  $2 \sim 10\mu\text{m}$  で、かつ、コーティング膜の厚さが  $30 \sim 100\mu\text{m}$  であるようにする。

なお、 $\text{CVD}$  条件は、以下の通りである。

温度： $1250$

ガス： $\text{SiCl}_4 + \text{C}_3\text{H}_8 + \text{H}_2 = 3 + 1 + 20\text{slm}$

## 【0025】

ここで、上述した熱処理用部材を用いて、 $\text{LP-CVD}$  による  $\text{Si}_3\text{N}_4$  膜デポ工程を行

50

ったところ、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ デポ膜の許容累積膜厚は、表1に示すように、 $20\ \mu\text{m}$ を超え、又、LP-CVDの炉内における $\text{Si}_3\text{N}_4$ パーティクル量は、表1に示すように、少なかった。

(比較例1)

【0026】

図6及び図7は、比較のための熱処理用部材の比較例1を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真及び図6の部分拡大顕微鏡写真である。

【0027】

この熱処理用部材は、表面粗さRaが $0.1\ \mu\text{m}$ 程度に表面を平滑にしたSi含浸SiC焼結体を基材とし、その表面が多結晶のSiCによりコーティングされているものである。

10

そして、コーティング表面が、基部の最大直径 $90\sim 140\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \text{mm}^2$ 当たり $2\sim 5$ 個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部によりまばらな凸形状をなすように設けられており、コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子の最大粒径が $1\sim 5\ \mu\text{m}$ であり、又、コーティング膜の厚さ(丘状凸部を除く部分の厚さ)が、 $40\sim 60\ \mu\text{m}$ であるものである。

【0028】

上述した熱処理用部材を製造するには、先ず、実施例1と同様に、SiC仮焼体にSiを含浸した後、染み出したSiをグラインダーで除去し、しかる後に、研削加工を施して表面が表面粗さRaが $0.1\ \mu\text{m}$ 程度の平滑なSi含浸SiC焼結体を基材とする。

20

次に、基材表面にCVD法により多結晶のSiCをコーティングし、コーティング表面が、基部の最大直径 $90\sim 140\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \text{mm}^2$ 当たり $50\sim 130$ 個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部によりまばらな凸形状をなすと共に、コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子の最大粒径が $15\sim 20\ \mu\text{m}$ で、かつ、丘状凸部の部分を除くコーティング膜の厚さが $60\sim 70\ \mu\text{m}$ であるようにする。

なお、CVD条件は、以下の通りである。

温度： $1250$

ガス： $\text{SiCl}_4 + \text{C}_3\text{H}_8 + \text{H}_2 = 3 + 1 + 20\ \text{s l m}$

【0029】

ここで、上述した熱処理用部材を用いて、LP-CVDによる $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜デポ工程を行ったところ、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ デポ膜の許容累積膜厚は、表1に示すように、 $15\sim 20\ \mu\text{m}$ となり、又、LP-CVDの炉内における $\text{Si}_3\text{N}_4$ パーティクル量は、表1に示すように、少なかった。

30

(比較例2)

【0030】

図8及び図9は、比較のための熱処理用部材の比較例2を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真及び図8の部分拡大顕微鏡写真である。

【0031】

この熱処理用部材は、表面粗さRaが $0.1\ \mu\text{m}$ 程度に表面を平滑にしたSi含浸SiC焼結体を基材とし、その表面が多結晶のSiCによりコーティングされているものである。

40

そして、コーティング表面が、基部の最大直径 $10\sim 20\ \mu\text{m}$ 、 $1\ \text{mm}^2$ 当たり $50\sim 120$ 個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすように設けられており、コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子の最大粒径が $8\sim 20\ \mu\text{m}$ であり、又、コーティング膜の厚さ((凹部の厚さ+凸部の厚さ) $\div 2$ )が $50\sim 60\ \mu\text{m}$ であるものである。

【0032】

上述した熱処理用部材を製造するには、先ず、実施例1と同様に、SiC仮焼体にSiを含浸した後、染み出したSiをグラインダーで除去し、しかる後に、研削加工を施して表面が表面粗さRaが $0.1\ \mu\text{m}$ 程度の平滑なSi含浸SiC焼結体を基材とする。

50

次に、基材表面にCVD法により多結晶のSiCをコーティングし、コーティング表面が、基部の最大直径10～20μm、1mm<sup>2</sup>当たり3500～12000個の密度で存在するほぼ半球状の丘状凸部により凹凸形状をなすと共に、コーティング膜を形成するSiC単結晶粒子の最大直径が8～20μmであり、かつ、コーティング膜の厚さが40～50μmであるようにする。

なお、CVD条件は、以下の通りである。

温度：1200

ガス：SiCl<sub>4</sub> + C<sub>3</sub>H<sub>8</sub> + H<sub>2</sub> = 3 + 1 . 1 + 20 s l m

【0033】

ここで、上述した熱処理用部材を用いて、LP-CVDによるSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>膜デポ工程を行ったところ、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>デポ膜の許容累積膜厚は、表1に示すように、15μm未満となり、又、LP-CVDの炉内におけるSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>パーティクル量は、表1に示すように、多かつた。 10

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】本発明に係る熱処理用部材の実施例1を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真である。

【図2】図1の部分拡大顕微鏡写真である。

【図3】図2の部分拡大顕微鏡写真である。

【図4】本発明に係る熱処理用部材の実施例2を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真である。 20

【図5】図4の部分拡大顕微鏡写真である。

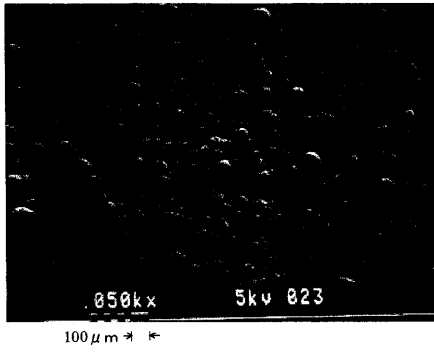
【図6】比較のための熱処理用部材の比較例1を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真である。

【図7】図6の部分拡大顕微鏡写真である。

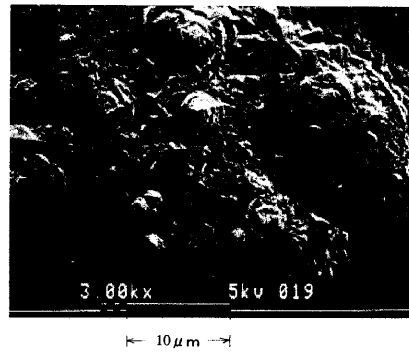
【図8】比較のための熱処理用部材の比較例2を示す表面の粒子構造の顕微鏡写真である。

【図9】図8の部分拡大顕微鏡写真である。

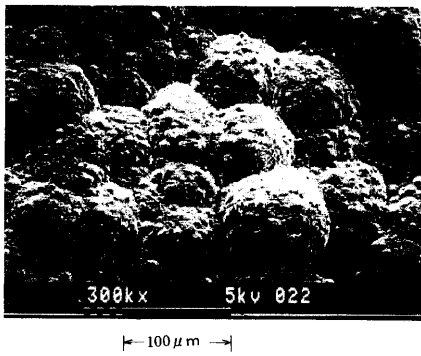
【 図 1 】



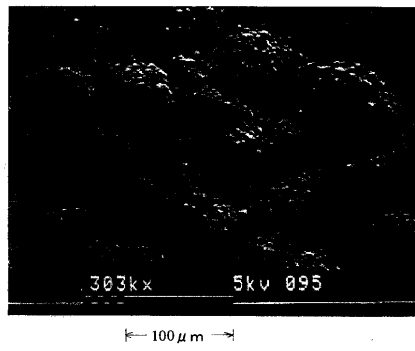
【 図 3 】



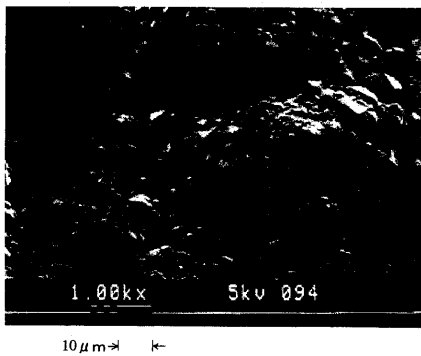
【 図 2 】



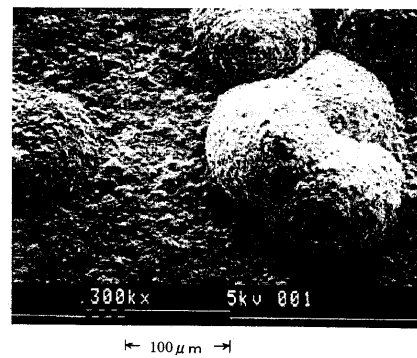
【 図 4 】



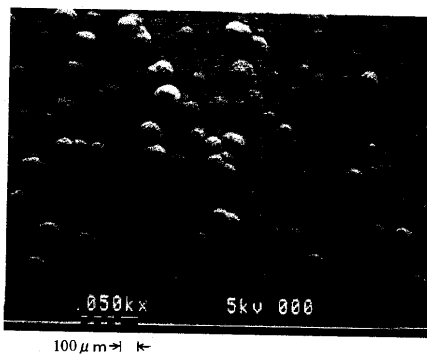
【 図 5 】



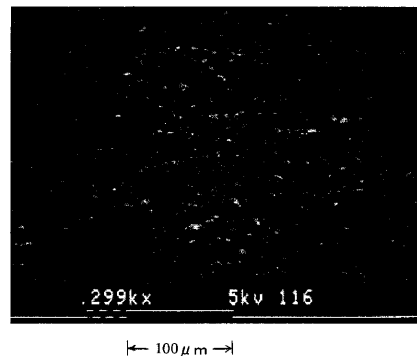
【 図 7 】



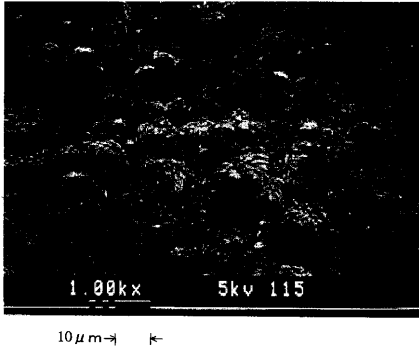
【 図 6 】



【 図 8 】



【 図 9 】



フロントページの続き

(72)発明者 大塚 朋秀

山県県西置賜郡小国町大字小国町378番地 東芝セラミックス株式会社小国サイト内

Fターム(参考) 5F045 AA06 AB33 BB15 EC05 EF11 EM09