

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2012 年 11 月 22 日(22.11.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/157161 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/304 (2006.01) *H01L 21/205* (2006.01)
B08B 5/00 (2006.01) *H01L 21/3065* (2006.01)
C23C 16/44 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/001829
- (22) 国際出願日: 2012 年 3 月 15 日(15.03.2012)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2011-112426 2011 年 5 月 19 日(19.05.2011) JP
特願 2011-162261 2011 年 7 月 25 日(25.07.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 古河機械金属株式会社(FURUKAWA CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1008370 東京都千代田区丸の内二丁目 2 番 3 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 水田 正志(MIZUTA, Masashi) [JP/JP]; 〒3238601 栃木県小山市若木町 1-23-15 古河機械金属株式会社 研究開発本部 半導体装置事業室内 Tochigi (JP). 矢口 裕一(YAGUCHI, Yuichi) [JP/JP]; 〒3238601 栃木県小山市若木町 1-23-15

古河機械金属株式会社 研究開発本部 半導体装置事業室内 Tochigi (JP). 錦織 豊(NISHIKORI, Yutaka) [JP/JP]; 〒3238601 栃木県小山市若木町 1-23-15 古河機械金属株式会社 研究開発本部 半導体装置事業室内 Tochigi (JP).

(74) 代理人: 速水 進治(HAYAMI, Shinji); 〒1410031 東京都品川区西五反田 7-9-2 五反田 T G ビル 9 階 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

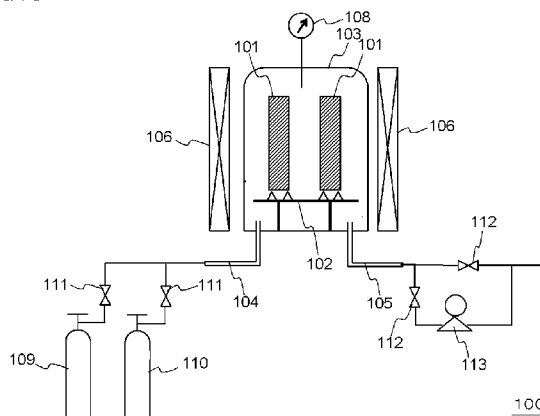
(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,

[続葉有]

(54) Title: METHOD OF WASHING SEMICONDUCTOR MANUFACTURING APPARATUS COMPONENT, APPARATUS FOR WASHING SEMICONDUCTOR MANUFACTURING APPARATUS COMPONENT, AND VAPOR PHASE GROWTH APPARATUS

(54) 発明の名称: 半導体製造装置部品の洗浄方法、半導体製造装置部品の洗浄装置および気相成長装置

[図1]



(57) Abstract: A semiconductor manufacturing apparatus component (101) to which nitride semiconductor that can be expressed as a general formula $Al_xIn_yGa_{1-x-y}N$ (where x and y satisfy $0 \leq x < 1$, $0 \leq y < 1$, and $0 \leq x+y < 1$) is adhered is disposed in a washing apparatus (100) provided with a gas introducing pipe (104) and a gas discharging pipe (105). After making the inside of the apparatus a decompressed state, halogen-containing gas is introduced from the gas introducing pipe (104), and the pressure in the apparatus is made to be not less than 10 kPa and not more than 90 kPa. After that, the halogen-containing gas is kept inside the apparatus to remove the nitride semiconductor adhering to the semiconductor manufacturing apparatus component (101).

(57) 要約:

[続葉有]



ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, 添付公開書類:

MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK,
SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ,
GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

一般式 $Al_xIn_yGa_{1-x-y}N$ (ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。) で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品 (101) を、ガス導入管 (104) とガス排出管 (105) とを備えた洗浄装置 (100) 内に配置する。装置内を減圧状態とした後、ガス導入管 (104) からハロゲン含有ガスを導入し、装置内の圧力を 10 kPa 以上 90 kPa 以下とする。その後、ハロゲン含有ガスを装置内に保持し、半導体製造装置部品 (101) に付着した窒化物半導体を除去する。

明 細 書

発明の名称：

半導体製造装置部品の洗浄方法、半導体製造装置部品の洗浄装置および気相成長装置

技術分野

[0001] 本発明は、半導体製造装置部品の洗浄方法、半導体製造装置部品の洗浄装置および気相成長装置に関する。

背景技術

[0002] 窒化物半導体製造装置（以下、「半導体製造装置」という。）では、シリコンウエハー上にGaN（窒化ガリウム）やAlGaIn（窒化ガリウムアルミニウム）などの窒化物を堆積させて半導体を製造する。この過程で、半導体製造装置内のウエハー上に堆積すべきGaInなどの半導体薄膜が、ウエハーを保持するウエハートレーやガス流路など、ウエハー以外の各種部品に付着してしまう。

ウエハー以外の部品に付着したGaInなどは、不要な汚染物となり、窒化物半導体を製造する上で障害になるため、汚染部品を洗浄して上記の窒化物を除去する必要がある。

[0003] 一般的には、GaInやAlGaInなどの窒化物を、塩素系ガスを主成分とする洗浄ガスと反応させて、半導体製造装置部品に付着した窒化物を除去している。

[0004] 特許文献1（特開2006-332201号公報）では、窒化物半導体製造装置内の汚染された部品を、500℃以上1000℃以下の温度において、塩素系ガスを主成分とする洗浄ガスと接触させる洗浄方法が記載されている。この文献では、汚染された部品の窒化物は洗浄ガス中の塩素系ガスと反応する。生成する反応生成物は500℃以上の温度で気化して除去されるとされている。また、この方法は1000℃以上の高温にする必要がないので、ウエハートレーの熱変形がおこらないとされている。

[0005] また、特許文献2（特開2010-245376号公報）では、洗浄ガス導入管が反応室内の下部に配置されている洗浄装置が記載されている。洗浄ガス導入管が反応室内の下部に配置されているので、反応室内に導入された洗浄ガスは、遮熱部材に衝突して分流することがない。そのため、洗浄ガスを汚染部品の洗浄に効率良く利用できるとされている。

[0006] また、特許文献3（特開2010-212400号公報）では、洗浄ガス導入管と排出ガス排出管とを有する反応管の両端開口部を閉塞する封止キャップの封止面側に、封止面との間に空間を有するように近接して設けられた防着板を備える、窒化物半導体装置部品の洗浄装置が記載されている。防着板により、封止キャップの内壁への反応生成物の付着を抑制することができる。そのため、洗浄後に反応管を開放して洗浄した部品を取り出す際に、この反応生成物と空気中の水分とが反応して有毒なガスが発生することがなく、作業者は安全に洗浄作業ができるとされている。

先行技術文献

特許文献

[0007] 特許文献1：特開2006-332201号公報

特許文献2：特開2010-245376号公報

特許文献3：特開2010-212400号公報

特許文献4：特開2007-109928号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0008] しかしながら、特許文献1～3のような方法では、Ga₂NやAlGa₂Nなどの窒化物と塩素系ガスとの反応生成物が、半導体製造装置部品や洗浄装置内に付着する場合があります。洗浄操作中に反応生成物の除去を連続的にこなう必要があった。このとき、未使用洗浄ガスの一部も反応生成物とともに除去されることになるため、洗浄ガスを連続的に装置内に供給する必要があった。そのため、汚染物を除去するのに必要な洗浄ガスの使用量が多かった。

[0009] 一方、特許文献4（特開2007-109928号公報）には、窒化物半導体製造装置内の汚染された部品を、塩素系ガスを主成分とする第1の洗浄ガスと接触させて汚染物質を除去し、第2の洗浄ガスと接触させて部品に残留している塩素系物質を除去することを特徴とする窒化物半導体製造装置部品の洗浄方法が記載されている。そして、特許文献4には、第1の洗浄ガスとの接触と第2の洗浄ガスとの接触がバッチ処理（封じ切り）方式にておこなわれることが記載されている。

この文献では、封じ切り方式の方が通気処理（気流）方式よりも塩素ガスの使用量を低減できることが示されている。

[0010] 本発明者らは、特許文献4に記載の方法にしたがって、封じ切り方式で半導体製造装置部品の洗浄を試みてみたところ、たしかに気流方式よりも塩素ガスの使用量をある程度低減することができた。しかしながら、洗浄効率はまだまだ低く、さらなる改善の余地があることを確認した。

[0011] 本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、洗浄ガスの使用量を低減でき、洗浄効率に優れた、半導体製造装置部品の洗浄方法および半導体製造装置部品の洗浄装置を提供するものである。

[0012] また、本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、歩留まりに優れた気相成長装置を提供するものである。

課題を解決するための手段

[0013] 本発明によれば、

一般式 $A_{1-x}In_yGa_{1-x-y}N$ （ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。）で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品を、ガス導入管とガス排出管とを備えた装置内に配置する第一工程と、

上記装置内を減圧状態とした後、上記ガス導入管からハロゲン含有ガスを導入する第二工程と

をおこない、その後、

上記ハロゲン含有ガスを上記装置内に保持し、上記半導体製造装置部品に

付着した上記窒化物半導体を除去する第三工程と

をおこなう、半導体製造装置部品の洗浄方法であって、

上記第三工程での上記装置内の圧力が、 10 kPa 以上 90 kPa 以下である、半導体製造装置部品の洗浄方法が提供される。

[0014] この発明によれば、窒化物半導体を除去する第三工程において、装置内の圧力を 10 kPa 以上とすることにより、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応速度が速くなり、半導体製造装置部品に付着した窒化物半導体を効率良く除去できる。また、装置内の圧力を 90 kPa 以下とすることにより、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応生成物の平均自由行程を長くできるため、反応生成物の拡散効率が増し、窒化物とハロゲン含有ガスとの反応効率を上げることができる。したがって、付着した窒化物半導体を除去するのに必要な洗浄ガスの使用量を低減できる。

[0015] また、本発明によれば、

一般式 $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ （ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。）で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品の洗浄装置であって、

上記半導体製造装置部品を保持する部品保持部と、

上記窒化物半導体と反応するハロゲン含有ガスを導入するガス導入管と、

上記窒化物半導体と上記ハロゲン含有ガスとの反応生成物を捕捉する捕捉手段と、

上記反応生成物を排出するガス排出管と

を備えた、半導体製造装置部品の洗浄装置が提供される。

[0016] この発明によれば、洗浄装置に反応生成物を捕捉する捕捉手段を設けることによって、反応生成物が捕捉手段に捕捉されるため、反応生成物が半導体製造装置部品や洗浄装置内の望ましくない部分に付着することを抑制できる。したがって、洗浄ガスの導入と反応生成物の除去を連続的におこなう必要がなく、付着した窒化物半導体を除去するのに必要な洗浄ガスの使用量を低減できる。

[0017] さらに、本発明によれば、

ガリウムを含有する第一原料ガスと、アンモニアを含有する第二原料ガスとを、反応槽内の基板に対して供給し、上記基板上に一般式 $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ （ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。）で表記される窒化物半導体を成長させる気相成長装置であって、

上記基板を保持する基板保持部と、

ハロゲン含有ガスを導入するガス導入管と、

上記窒化物半導体と上記ハロゲン含有ガスとの反応生成物を捕捉する捕捉手段と、

上記反応生成物を排出するガス排出管と
を備えた、気相成長装置が提供される。

発明の効果

[0018] 本発明によれば、洗浄ガスの使用量を低減でき、洗浄効率に優れた、半導体製造装置部品の洗浄方法および半導体製造装置部品の洗浄装置が提供される。

[0019] さらに本発明によれば、歩留まりに優れた気相成長装置が提供される。

図面の簡単な説明

[0020] 上述した目的、およびその他の目的、特徴および利点は、以下に述べる好適な実施の形態、およびそれに付随する以下の図面によってさらに明らかになる。

[図1] 第一の実施形態における洗浄装置の構成を示す断面図である。

[図2] 第一の実施形態における洗浄装置の構成を示す断面図である。

[図3] 第二の実施形態における洗浄装置の構成を示す断面図である。

[図4] 第二の実施形態における洗浄装置の構成を示す断面図である。

[図5] 第二の実施形態における洗浄装置の構成の一部を示す断面図である。

[図6] 第二の実施形態における洗浄装置の構成の一部を示す断面図である。

[図7] 第三の実施形態における気相成長装置の構成を示す断面図である。

[図8] 第三の実施形態における気相成長装置の構成を示す断面図である。

[図9]第三の実施形態における気相成長装置の構成の一部を示す断面図である。

[図10]第三の実施形態における気相成長装置の構成の一部を示す断面図である。

発明を実施するための形態

[0021] 以下、本発明の実施の形態について、図面を用いて説明する。なお、すべての図面において、同様な構成要素には同様の符号を付し、適宜説明を省略する。

[0022] (第一の実施形態)

<洗浄装置>

以下、第一の実施形態における半導体製造装置部品の洗浄装置100について説明するが、第一の実施形態における洗浄装置100はこれらに限定されるものではない。

[0023] 図1は、第一の実施形態における洗浄装置の構成を示す断面図である。洗浄装置100は、一般式 $Al_xIn_yGa_{1-x-y}N$ （ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。）で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品101を保持する部品保持部102と、部品保持部102を収納する反応槽103と、窒化物半導体と反応するハロゲン含有ガスを導入するガス導入管104と、反応槽103で生じた反応生成物を排出するガス排出管105とから構成されている。

また、必要に応じて、反応槽103の周囲には、反応槽103内を加熱する加熱装置106と、反応槽103の内部の圧力をモニターする圧力計108とをそれぞれ設けることができる。

[0024] 反応槽103の材質は、とくに限定されないが、例えば石英などの耐熱性材料により形成されている。反応槽103の内部には、半導体製造装置部品101を保持する部品保持部102が設けられている。

また、反応槽103の形状や大きさは、とくに限定されないが、洗浄をおこなう半導体製造装置部品101の大きさや処理量によって適宜決められる

。

[0025] 部品保持部１０２は 半導体製造装置部品１０１を保持するための部材であり、例えばカーボンや石英などの耐熱性材料により形成されている。この部品保持部１０２は 半導体製造装置部品１０１を支持することができ、かつその状態を保持できるように構成されている。このとき、半導体製造装置部品１０１の表面全体が処理されるように保持されることが好ましい。

[0026] 半導体製造装置部品１０１を保持する構成は、とくに限定されないが、例えば部品保持部１０２の表面に半導体製造装置部品１０１の一部を挿入できる溝を設けておく構成が挙げられる。半導体製造装置部品１０１をその溝へ差し込むことによって保持できる。

また、部品保持部１０２には、半導体製造装置部品１０１を引っ掛けて保持するための引っ掛け部が形成されている構成でもよい。この引っ掛け型の部品保持部１０２は、半導体製造装置部品１０１を引っ掛けて保持するため、半導体製造装置部品１０１と部品保持部１０２との接触面積を最小限にすることができ、半導体製造装置部品１０１の未洗浄部分を最小にすることができる。

[0027] また、部品保持部１０２には、複数の貫通孔が形成されていてもよい。複数の貫通孔が形成されていると、下方から供給されるハロゲン含有ガスが上方向へ流れやすくなる。これにより、部品保持部１０２に保持された半導体製造装置部品１０１にハロゲン含有ガスが接触しやすくなり、部品保持部１０２の洗浄処理がより一層効率的におこなえる。なお、部品保持部１０２が半導体製造装置部品１０１を保持できる強度を維持できるものであれば、貫通孔の形状はとくに限定されない。例えば、貫通孔の形状は四角形や丸形でもよい。また、部品保持部１０２に貫通孔を形成する以外に、部品保持部１０２を格子状に形成してもよい。

[0028] ハロゲン含有ガスは、ハロゲン含有ガスが充填された容器１０９から、ガス導入管１０４を通して反応槽１０３の内部に導入される。また、必要に応じて、ハロゲン含有ガスの導入とともに、不活性ガスが充填された容器１１

0から反応槽103の内部に不活性ガスを導入し、ハロゲン含有ガスの濃度を調節することもできる。このとき、ハロゲン含有ガスおよび不活性ガスの導入量は、ガス導入弁111によって調節できる。

[0029] ガス排出管105は、ガス排出弁112を介して真空ポンプ113に接続されており、これにより反応槽103の内部を減圧状態とすることができる。さらに、ガス排出管105および真空ポンプ113は、必要に応じて、図示しない排ガス除害処理装置に接続でき、反応槽103から排出される反応生成物を無害化させて、大気中に排出することができる。

[0030] また、図1ではガス導入管104およびガス排出管105は、反応槽103の下部に接続している記載を示したが、反応槽103の側部や上部でもよく、接続部位はとくに限定されない。

[0031] 加熱装置106は、とくに限定されないが、例えば反応槽103の内部を加熱できる加熱手段と、この加熱手段の出力を調整して、反応槽103の内部を一定の温度に保持できる温度調整器とから構成される。加熱手段は、とくに限定されないが、発熱線、ランプ加熱など公知の加熱手段が使用でき、半導体製造装置部品101を加熱できるものなら何でもよい。

[0032] また、図2に示すように、洗浄装置100は、排出される反応生成物から窒化物半導体を回収する回収手段114を、さらに備えていてもよい。回収手段114は、例えばガス排出管105に接続された回収部115と、 NH_3 （アンモニア）ガスが充填された容器116とから構成されており、排出された反応生成物が回収部115の内部に捕捉されるようになっている。さらに、回収部115は容器116と接続されており、これにより回収部115の内部に NH_3 ガスを導入することができる。

[0033] 回収部115は、とくに限定されないが、例えばカーボン、石英、ステンレス鋼、ハステロイ、窒化炭素、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化ホウ珪素など、耐熱性およびハロゲン含有ガスへの耐食性を有する材料から形成されている。また、回収部115には、例えば、反応生成物を導入できる導入口と、 NH_3 ガスを導入できる導入口と、排ガスを排出できる排出口がそれぞれ設

けられている。

[0034] 半導体製造装置部品101は、とくに限定されないが、窒化物半導体を製造する装置であるMOCVD装置などの、付着物による汚染が激しい部品を適用することができる。とくに、サセプタやウエハートレーなどの反応炉周辺の部品に対して効果的である。

[0035] <洗浄方法>

つぎに、洗浄装置100を用いて、窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品101を洗浄する方法について説明する。第一の実施形態における半導体製造装置部品101の洗浄方法は、窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品101を、反応槽103の内部に配置する第一工程と、反応槽103の内部を減圧状態とした後、ガス導入管104からハロゲン含有ガスを導入する第二工程とをおこない、その後、ハロゲン含有ガスを反応槽103の内部に保持し、半導体製造装置部品101に付着した窒化物半導体を除去する第三工程とを有する。ここで、第三工程での反応槽103の内部の圧力は、10kPa以上90kPa以下である。

[0036] 以下、各工程について詳細に説明する。

(第一工程)

はじめに、半導体装置内の窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品101を取り外して、反応槽103内の部品保持部102に配置する。このとき、配置する半導体製造装置部品101の数は、とくに限定されないが、1部品であってもよいし、1部品以上であってもよい。

[0037] つぎに、反応槽103の内部を、加熱装置106によって後述する所望の温度まで加熱し、さらに真空ポンプ113によって減圧状態とする。ここで、反応槽103の内部の圧力は1kPa以下が好ましく、とくに0.1kPa以下が好ましい。上記上限値以下とすると、導入するハロゲン含有ガスの量を増やすことができ、同時に望ましくない残留ガスによる副反応を抑制して、反応生成物をより一層効率良く除去できる。

ここで、反応槽103の内部を減圧状態にしてから加熱してもよく、加熱

操作と減圧操作を同時におこなってもよい。最終的に上記の温度および圧力になればよく、加熱操作と減圧操作の順番はとくに限定されない。

[0038] (第二工程)

反応槽 103 の内部が所望の圧力になった後、ガス導入弁 111 を開いて、ハロゲン含有ガスを反応槽 103 の内部に導入する。

[0039] ハロゲン含有ガスは、例えば、 Cl_2 、 HCl 、 SiCl_4 、 SiHCl_3 、 SiH_2Cl_2 、 SiH_3Cl 、 BCl_3 、 CHCl_3 、 CH_2Cl_2 、 CH_3Cl などの分子内に塩素を含む化合物の 1 種または 2 種以上の混合物が用いられる。これらの中では、価格、反応性などのバランスから Cl_2 がとくに好ましい。

[0040] また、必要に応じてハロゲン含有ガスの導入とともに、容器 110 から不活性ガスを反応槽 103 の内部に導入してもよい。不活性ガスの導入により、ハロゲン含有ガスの濃度を調節することができる。

不活性ガスとしては、例えば、窒素、ヘリウム、アルゴンなどのハロゲン含有ガスと反応しない任意のガスの 1 種または 2 種以上の混合ガスを用いることができる。

[0041] なお、上記の不活性ガスを導入したときの反応槽 103 内のハロゲン含有ガス濃度は、とくに限定されないが、濃度が高すぎると半導体製造装置部品自体が腐食する場合があるため、部品の種類によって適宜設定される。

[0042] 不活性ガスを導入したときの反応槽 103 内のハロゲン含有ガス濃度は、とくに限定されないが、5 体積%以上が好ましく、とくに 10 体積%以上が好ましい。上記下限値以上とすると、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応速度が速くなり、半導体製造装置部品に付着した窒化物半導体をより一層効率良く除去できる。

ハロゲン含有ガス濃度は、とくに限定されないが、100 体積%以下が好ましく、とくに 80 体積%以下が好ましい。上記上限値以下とすると、ハロゲン含有ガス量が少なく済み、また装置構成部品の腐食を抑えることができる。

[0043] (第三工程)

反応槽 103 の内部が所望の温度、圧力になった後、ハロゲン含有ガスを反応槽 103 の内部に一定の時間保持する。このとき、半導体製造装置部品 101 に付着した窒化物半導体はハロゲン含有ガスと反応し、ハロゲン化ガリウムなどの反応生成物が生成される。この反応生成物は直ちに蒸発して蒸気となり、反応槽 103 の内部を漂う。

[0044] 第三工程において反応槽 103 の内部圧力は、10 kPa 以上であり、好ましくは 12 kPa 以上であり、さらに好ましくは 15 kPa 以上である。内部圧力を上記下限値以上とすると、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応速度が速くなり、半導体製造装置部品に付着した窒化物半導体を効率良く除去できる。

また、内部圧力は、90 kPa 以下であり、好ましくは 85 kPa 以下であり、さらに好ましくは 80 kPa 以下である。内部圧力を上記上限値以下とすると、反応生成物の平均自由行程を長くできるため、反応生成物の拡散効率が増し、窒化物とハロゲン含有ガスとの反応効率を上げることができる。

したがって、洗浄ガスの導入と反応生成物の除去を連続的におこなう必要がなく、付着した窒化物半導体を除去するのに必要な洗浄ガスの使用量を低減できる。

[0045] 第三工程における反応槽 103 の内部温度は、とくに限定されないが、500℃以上が好ましく、とくに 750℃以上が好ましい。内部温度を上記下限値以上とすると、反応生成物の揮発速度が速くなり、半導体製造装置部品に付着した窒化物半導体をより一層効率良く除去できる。

また、内部温度は、とくに限定されないが、1000℃以下が好ましく、とくに 800℃以下が好ましい。内部温度を上記上限値以下とすると、半導体製造装置部品 101 の熱変形をより一層防止することができる。

[0046] 第三工程におけるハロゲン含有ガスの保持時間は、とくに限定されないが、反応槽 103 の大きさや半導体製造装置部品 101 の処理量などによって

適宜設定される。

[0047] また、第三工程では、ガス導入弁 1 1 1 およびガス排出弁 1 1 2 は密閉性を保つために、完全に閉じているのが好ましいが、閉じていなくてもよい。例えば、反応槽 1 0 3 の内部圧力が上記の圧力範囲を満たすように、ガス導入弁 1 1 1 およびガス排出弁 1 1 2 を調節してもよい。

[0048] (第四工程)

また、第一の実施形態における半導体製造装置部品 1 0 1 の洗浄方法は、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応生成物を除去する第四工程をさらにおこなうのが好ましい。具体的には、ハロゲン含有ガスを反応槽 1 0 3 の内部に一定時間保持後、ガス排出弁 1 1 2 を開いて、ガス排出管 1 0 5 から反応生成物の蒸気を除去する。

[0049] このとき、ガス導入管 1 0 4 を開いて、容器 1 1 0 から反応槽 1 0 3 に不活性ガスを導入し、反応槽 1 0 3 の内部を大気圧に戻した後、反応生成物の蒸気を排出するのがさらに好ましい。不活性ガスを導入することにより、反応生成物の蒸気が不活性ガスにより押し出され、蒸気をより一層効率良く排出することができる。このとき使用する不活性ガスは、とくに限定されないが、前述の不活性ガスを使用してもよいし、他のガスを使用してもよい。

[0050] また、第一の実施形態における半導体製造装置部品 1 0 1 の洗浄方法は、上記の第二工程から第四工程までを 2 回以上おこなうのが好ましい。2 回以上おこなうと、半導体製造装置部品 1 0 1 の表面がさらに活性化され、窒化物とハロゲン含有ガスとの反応効率をより一層上げることができる。繰り返し回数は、とくに限定されないが、反応槽 1 0 3 の大きさや半導体製造装置部品 1 0 1 の処理量などによって適宜設定される。

[0051] (第五工程)

また、第一の実施形態における半導体製造装置部品 1 0 1 の洗浄方法は、反応生成物からガリウム化合物を回収する第五工程をさらにおこなうのが好ましい。回収方法は、とくに限定されないが、例えば図 2 に示すように、ガス排出管 1 0 5 から排出された反応生成物の蒸気を回収部 1 1 5 に捕捉する

。その後、容器 116 から回収部 115 に NH_3 ガスを導入し、反応生成物と NH_3 とを反応させ、ガリウム化合物などの固体を生成させる。この第五工程をおこなうことにより、有害な排ガスの量を低減することができる。

[0052] 以上、図面を参照して本発明の第一の実施形態について述べたが、これらは本発明の例示であり、上記以外の様々な構成を採用することもできる。

[0053] 第一の実施形態では、真空ポンプ 113 がガス排出管 105 に接続されている場合を示したが、他の部位に真空ポンプ 113 を接続する構成を採用することもできる。

[0054] また、第一の実施形態では、半導体製造装置部品 101 を洗浄する場合を示したが、半導体製造装置本体を反応槽 103 の内部に配置して洗浄してもよい。ただし、この場合は、半導体製造装置自体が損傷しないように注意する必要がある。

[0055] また、第四工程の後に、水素、メタン、エタンなどの分子内に水素を含む水素系ガスと、これを希釈するアルゴン、ヘリウム、窒素などの不活性ガスからなる混合ガスを導入し、部品に付着して残留しているハロゲン化合物を除去する工程をさらにおこなう構成を採用することもできる。

[0056] (第二の実施形態)

つぎに、第 2 の実施形態に係る洗浄装置 100 について説明する。第 2 の実施形態は、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応生成物を捕捉する捕捉手段 117 を備えている以外は、基本的には第 1 の実施形態に係る洗浄装置 100 と同様である。そのため、第 2 の実施形態では、第 1 の実施形態と異なる部分を中心に説明し、共通する構成については説明を省略する。

[0057] <洗浄装置>

図 3 は、第二の実施形態における洗浄装置の構成を示す断面図である。洗浄装置 100 は、一般式 $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ (ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。) で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品 101 を保持する部品保持部 102 と、部品保持部 102 を収納する反応槽 103 と、窒化物半導体と反応するハロゲン含

有ガスを導入するガス導入管１０４と、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応生成物を捕捉する捕捉手段１１７と、反応生成物を排出するガス排出管１０５とから構成されている。

[0058] 洗浄装置１００は、図４に示すように、洗浄処理部１１８と、捕捉手段１１７を冷却するための冷却部１１９とをさらに備え、洗浄処理部１１８の内部に部品保持部１０２が配置され、冷却部１１９の内部に捕捉手段１１７が配置されている構成を取ることがより好ましい。

こうした構成を取ることにより、半導体製造装置部品の洗浄処理と反応生成物の捕捉を明確に分けることができる。さらに、冷却部１１９により、捕捉手段１１７に捕捉された反応生成物の蒸気を冷却し、反応生成物を析出させることができるため、反応生成物が半導体製造装置部品や洗浄装置内の望ましくない部分に付着することをより一層抑制でき、反応生成物をより一層効率よく捕捉することができる。

[0059] また、捕捉手段１１７は、とくに限定されないが、冷却パネルが好ましい。冷却パネルを用いることにより、反応生成物の蒸気をより一層効率よく冷却できるため、反応生成物をより一層効率よく捕捉することができる。

[0060] また、捕捉手段１１７は、とくに限定されないが、例えばカーボン、石英、ステンレス鋼、ハステロイ、炭化ケイ素、窒化ケイ素、窒化ホウ素など、反応生成物と反応しない材料から形成されているのが好ましい。とくに石英が、耐熱性に優れることから好ましい。ここでの反応とは、腐食などの不可逆的な反応をいう。ただ単に析出している場合や吸着している場合は含まない。

[0061] また、冷却部１１９は、捕捉手段１１７内部の温度を調節する機能を備えていることが好ましい。低温にすることによって反応生成物を捕捉した後、高温に切り替えることによって、捕捉した反応生成物を再び蒸気にすることができる。そのため、ガス排出管１０５から反応生成物をより一層効率よく排出することができる。

[0062] 上述の捕捉手段１１７内部の温度を調節する機能は、例えば、温度制御流

体循環器 120 などが挙げられる。温度制御流体循環器 120 から例えば水を冷却部 119 に流すことによって、冷却部 119 を低温にすることができる。また、温度制御流体循環器 120 から例えば油を流すことによって、冷却部 119 を高温にすることができる。

[0063] 冷却部 119 を冷却する水の温度は 0℃以上 40℃以下が好ましい。また、冷却部 119 を温める油の温度は 80℃以上 200℃以下が好ましい。

[0064] ガス導入管 104 の接続部位は、図 3 では反応槽 103 の上部に接続している記載を示したが、反応槽 103 の側部や下部でもよく、接続部位はとくに限定されない。

また、ガス排出管 105 の接続部位は、とくに限定されないが、捕捉手段 117 に接続されていることが好ましい。こうした接続により、捕捉手段 117 に捕捉された反応生成物を効率良く排出することができる。

[0065] また、図 5 に示すように、洗浄装置 100 は、排出される反応生成物から窒化物半導体を回収する回収手段 114 を、さらに備えていてもよい。回収手段 114 は、例えばガス排出管 105 に接続された回収部 115 と、NH₃（アンモニア）ガスが充填された容器 116 とから構成されており、排出された反応生成物が回収部 115 の内部に捕捉されるようになっている。さらに、回収部 115 は容器 116 と接続されており、これにより回収部 115 の内部にアンモニアガスを導入することができる。

[0066] 回収部 115 は、とくに限定されないが、例えばカーボン、石英、ステンレス鋼、ハステロイ、窒化炭素、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化ホウ珪素など、耐熱性およびハロゲン含有ガスへの耐食性を有する材料から形成されている。また、回収部 115 には、例えば、反応生成物を導入できる導入口と、アンモニアガスを導入できる導入口と、排ガスを排出できる排出口がそれぞれ設けられている。

[0067] また、図 6 に示すように、洗浄装置 100 は、ガス排出管 105 と回収部 115 との間に、複数のトラップ 121 を設けてもよい。トラップ 121 はガス排出管 105 から排出された反応生成物を溜めることができる。

[0068] また、洗浄装置 100 が回収手段 114 を備える場合、ガス排出管 105 からトラップ 121 または回収部 115 までの距離は短い方が好ましい。距離を短くすることで、反応生成物の蒸気が拡散する距離を短くでき、途中で析出するのをより一層防ぐことができる。

[0069] 半導体製造装置部品 101 は、とくに限定されないが、窒化物半導体を製造する装置である MOCVD 装置などの、付着物による汚染が激しい部品を適用することができる。とくに、サセプタやウエハートレーなどの反応炉周辺の部品に対して効果的である。

[0070] <洗浄方法>

つぎに、第二の実施形態における洗浄装置 100 を用いた、窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品 101 の洗浄方法について説明するが、第二の実施形態における洗浄方法はこれらに限定されるものではない。なお、ここでも、第 1 の実施形態と異なる部分を中心に説明し、共通する構成については説明を省略する。

[0071] 第二の実施形態における半導体製造装置部品 101 の洗浄方法は、窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品 101 を、装置内に配置する第一工程と、ガス導入管 104 からハロゲン含有ガスを導入し、半導体製造装置部品 101 に付着した窒化物半導体を除去する第二工程と、ハロゲン含有ガスと窒化物半導体との反応で生じた反応生成物を捕捉する第三工程とを有している。

[0072] 以下、各工程について詳細に説明するが、各工程はこれらに限定されるものではない。

(第一工程)

はじめに、半導体装置内の窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品 101 を取り外して、反応槽 103 内の部品保持部 102 に配置する。洗浄装置 100 が洗浄処理部 118 と冷却部 119 とをさらに備えている場合は、洗浄処理部 118 内に部品保持部 102 を配置する。このとき、配置する半導体製造装置部品 101 の数は、とくに限定されないが、1 部品であっても

よいし、2部品以上であってもよい。

[0073] つぎに、必要に応じて、反応槽103または洗浄処理部118の内部を、加熱装置106によって後述する所望の温度まで加熱する。ここで、さらに真空ポンプ113によって反応槽103または洗浄処理部118の内部を減圧状態としてもよい。

[0074] このとき、反応槽103または洗浄処理部118の内部の圧力は1kPa以下が好ましく、とくに0.1kPa以下が好ましい。上記上限値以下とすると、導入するハロゲン含有ガスの量を増やすことができ、同時に望ましくない残留ガスによる副反応を抑制して、反応生成物をより一層効率良く除去できる。

ここで、反応槽103の内部を減圧状態にしてから加熱してもよく、加熱操作と減圧操作を同時におこなってもよい。最終的に上記の温度および圧力になればよく、加熱操作と減圧操作の順番はとくに限定されない。

[0075] (第二工程)

反応槽103の内部が所望の温度、圧力になった後、ガス導入弁111を開いて、ハロゲン含有ガスを反応槽103の内部に導入する。ハロゲン含有ガスは、第一の実施形態と同様のものを用いることができる。

[0076] 第二工程では、半導体製造装置部品101に付着した窒化物半導体はハロゲン含有ガスと反応し、ハロゲン化ガリウムなどの反応生成物が生成される。この反応生成物は直ちに蒸発して蒸気となり、反応槽103または洗浄処理部118および捕捉手段117の内部を漂う。

このとき、ガス導入弁111およびガス排出弁112を閉じて、ハロゲン含有ガスを装置内に保持して、ハロゲン含有ガスと窒化物半導体との反応をおこなうのが好ましい。ハロゲン含有ガスを装置内に保持することによって、ハロゲン含有ガスと窒化物半導体との反応率を向上させることができ、ハロゲン含有ガスの使用量をより一層低減することができる。ただし、ガス導入弁111およびガス排出弁112は完全に閉じていなくてもよい。

[0077] ハロゲン含有ガスを装置内に保持する場合は、反応槽103または洗浄処

理部 118 の内部が所望の圧力になった後、ガス導入弁 111 を閉じて、ハロゲン含有ガスを反応槽 103 または洗浄処理部 118 および捕捉手段 117 の内部に一定の時間保持する。

[0078] 第二工程における反応槽 103 または洗浄処理部 118 の内部圧力は、好ましくは 10 kPa 以上であり、より好ましくは 12 kPa 以上である。内部圧力を上記下限値以上とすると、窒化物半導体とハロゲン含有ガスとの反応速度が速くなり、半導体製造装置部品に付着した窒化物をより一層効率良く除去できる。

また、内部圧力は、好ましくは 90 kPa 以下であり、より好ましくは 85 kPa 以下である。内部圧力を上記上限値以下とすると、反応生成物の平均自由行程を長くできるため、反応生成物の拡散効率が増し、窒化物とハロゲン含有ガスとの反応効率をより一層上げることができる。

[0079] 第二工程における反応槽 103 または洗浄処理部 118 の内部温度は、とくに限定されないが、500℃以上が好ましく、とくに 750℃以上が好ましい。内部温度を上記下限値以上とすると、反応生成物の揮発速度が速くなり、半導体製造装置部品に付着した窒化物半導体をより一層効率良く除去できる。

また、内部温度は、とくに限定されないが、1000℃以下が好ましく、とくに 800℃以下が好ましい。内部温度を上記上限値以下とすると、半導体製造装置部品 101 の熱変形をより一層防止することができる。

[0080] 第二工程におけるハロゲン含有ガスの保持時間は、とくに限定されないが、反応槽 103 の大きさや半導体製造装置部品 101 の処理量などによって適宜設定される。

[0081] (第三工程)

つづいて、ハロゲン含有ガスと窒化物半導体との反応で生じた反応生成物を、捕捉手段 117 によって捕捉する。例えば、温度制御流体循環器 120 から水を冷却部 119 に流し、捕捉手段 117 を冷却する。すると、反応生成物の蒸気は、捕捉手段 117 の内部で冷却され、捕捉手段 117 の表面に

析出して捕捉される。

なお、第二工程と第三工程は同時におこなうことが好ましい。

[0082] 反応槽 103 または洗浄処理部 118 の内部に、ハロゲン含有ガスを一定時間保持後、ガス排出弁 112 を開いて、ガス排出管 105 から、未反応のハロゲン含有ガスや捕捉されなかったガスなどの排気ガスを排出する。

[0083] このとき、ガス導入管 104 を開いて、容器 110 から反応槽 103 に不活性ガスを導入し、反応槽 103 の内部を大気圧に戻した後、排気ガスを排出するのがさらに好ましい。不活性ガスを導入することにより、排気ガスが不活性ガスにより押し出され、排気ガスをより一層効率良く排出することができる。このとき使用する不活性ガスは、とくに限定されないが、前述の不活性ガスを使用してもよいし、他のガスを使用してもよい。

また、第二の実施形態における洗浄装置 100 を用いた、半導体製造装置部品 101 の洗浄方法は、上記のハロゲン含有ガスの導入から排気ガスの排出までを 2 回以上おこなうのが好ましい。2 回以上おこなうと、半導体製造装置部品 101 の表面がさらに活性化され、窒化物とハロゲン含有ガスとの反応効率をより一層上げることができる。繰り返し回数は、とくに限定されないが、反応槽 103 または洗浄処理部 118 の大きさや半導体製造装置部品 101 の処理量などによって適宜設定される。

[0084] (第四工程)

また、第二の実施形態における洗浄装置 100 を用いた、半導体製造装置部品 101 の洗浄方法は、捕捉された反応生成物を排出する第四工程をさらにおこなうのが好ましい。反応生成物を排出する方法は、とくに限定されないが、例えば温度制御流体循環器 120 から高温の油を冷却部 119 に流し、捕捉手段 117 を温める。すると、捕捉手段 117 の表面に析出した反応生成物は、再び、蒸気となり、ガス排出管 105 から排出される。

[0085] このとき、ガス導入管 104 を開いて、容器 110 から反応槽 103 に不活性ガスを導入し、反応槽 103 の内部を大気圧に戻した後、反応生成物の蒸気を排出するのがさらに好ましい。不活性ガスを導入することにより、反

応生成物の蒸気が不活性ガスにより押し出され、蒸気をより一層効率良く排出することができる。このとき使用する不活性ガスは、とくに限定されないが、前述の不活性ガスを使用してもよいし、他のガスを使用してもよい。

[0086] また、第二の実施形態における洗浄装置 100 を用いた、半導体製造装置部品 101 の洗浄方法は、上記の第一工程から第三工程までを繰り返しおこない、捕捉手段 117 に捕捉された反応生成物を一定量溜めてから、第四工程をおこなうのが好ましい。繰り返し回数は、とくに限定されないが、反応生成物の捕捉量によって適宜設定される。

[0087] (第五工程)

また、第二の実施形態における洗浄装置 100 を用いた、半導体製造装置部品 101 の洗浄方法は、反応生成物からガリウム化合物を回収する第五工程をさらにおこなうのが好ましい。回収方法は、とくに限定されないが、例えば図 5 に示すような装置を用いておこなうことができる。はじめに、ガス排出管 105 から排出された反応生成物の蒸気を回収部 115 に捕捉する。その後、容器 116 から回収部 115 にアンモニアガスを導入し、反応生成物に含まれるハロゲン化ガリウムなどとアンモニアとを反応させ、ガリウム化合物などの固体を生成させる。この第五工程をおこなうことにより、有害な排ガスの量を低減することができる。

[0088] また、図 6 に示すように、洗浄装置 100 は、ガス排出管 105 と回収部 115 との間の、複数のトラップ 121 に排出された反応生成物を捕捉して一定量溜めてから、回収部 115 に反応生成物を送ってもよい。こうした構成を取ることで、ガリウム化合物の回収工程を段階的におこなうことができる。

[0089] 以上、図面を参照して本発明の実施形態について述べたが、これらは本発明の例示であり、上記以外の様々な構成を採用することもできる。

[0090] 第二の実施形態では、真空ポンプ 113 がガス排出管 105 に接続されている場合を示したが、他の部位に真空ポンプ 113 を接続する構成を採用することもできる。

[0091] また、第二の実施形態では、半導体製造装置の部品 101 を洗浄する場合を示したが、半導体製造装置本体を反応槽 103 の内部に配置して洗浄してもよい。ただし、この場合は、半導体製造装置自体が損傷しないように注意する必要がある。

[0092] (第三の実施形態)

<気相成長装置>

つづいて、第3の実施形態に係る気相成長装置 200 について説明する。

[0093] はじめに、第三の実施形態における気相成長装置 200 の構成について説明する。図7は、第三の実施形態における気相成長装置 200 の構成を示す断面図である。

気相成長装置 200 は、ガリウムを含有する第一原料ガスと、アンモニアを含有する第二原料ガスとを、反応槽 203 内の基板 201 に対して供給し、基板 201 上に一般式 $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ (ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。) で表記される窒化物半導体を成長させる装置である。そして、気相成長装置 200 は、反応槽 203 と、基板保持部 202 と、ガス導入管 204 と、捕捉手段 217 と、ガス排出管 205 とを備えている。

ガス導入管 204 からは、ガリウムを含有する第一原料ガスや、アンモニアを含有する第二原料ガスを、基板 201 に向けて供給できる。さらに、ガス導入管 204 からは、ハロゲン含有ガスを反応槽 203 内に導入でき、気相成長装置 200 内の各種部品から付着した汚染物を除去できる。除去された汚染物はガス排出管 205 から排出できる。

[0094] また、必要に応じて、気相成長装置 200 は反応槽 203 の周囲に、反応槽 203 内を加熱する加熱装置 206 と、反応槽 203 の内部の圧力をモニターする圧力計 208 とをそれぞれ設けることができる。

[0095] 反応槽 203 は、とくに限定されないが、例えば石英などの耐熱性材料により形成されている。反応槽 203 の内部には、基板保持部 202 が配置され、基板保持部 202 上に窒化物半導体を成長させる基板 201 が配置され

る。

また、反応槽 203 の形状や大きさは、とくに限定されないが、基板 201 の大きさや処理量によって適宜決められる。

[0096] 捕捉手段 217 は、Ga N などの汚染物とハロゲン含有ガスとの反応によって生じる反応生成物を捕捉する役割を担う。従来の気相成長装置を用いて窒化物半導体を製造すると、Ga N などの汚染物が基板を保持するトレーやガス流路など、基板以外の各種部品にも付着してしまう。そのため、新たな半導体を製造する前に、一度汚染された部品を洗浄する必要があった。

一方、第三の実施形態における気相成長装置 200 では、窒化物半導体を製造後、ガス導入管 204 を通じて反応槽 203 内に、ハロゲン含有ガスを導入し、反応槽 203 内の各種部品の洗浄を気相成長装置 200 内でおこなう。

[0097] このとき、捕捉手段 217 は、ハロゲン含有ガスと汚染物との反応生成物を捕捉する役割を担う。反応生成物は捕捉手段 217 に捕捉されるため、反応生成物が他の部品などに付着することを抑制でき、効率よく付着した汚染物を除去できる。よって、捕捉手段 217 を備える気相成長装置 200 は、一度汚染された部品を取り外して洗浄する必要がなく、窒化物半導体を歩留まり良く製造できる。

[0098] 気相成長装置 200 は、図 8 に示すように、捕捉手段 217 を冷却するための冷却部 219 をさらに備え、反応槽 203 の内部に基板保持部 202 が配置され、冷却部 219 の内部に捕捉手段 217 が配置されている構成を取ることがより好ましい。

こうした構成を取ることにより、気相成長装置 200 内の部品の洗浄処理と、反応生成物の捕捉を明確に分けることができる。さらに、冷却部 219 により、捕捉手段 217 に捕捉された反応生成物の蒸気を冷却し、反応生成物を析出させることができるため、反応生成物が気相成長装置 200 内の部品に付着することをより一層抑制でき、反応生成物をより一層効率よく捕捉することができる。

- [0099] 捕捉手段 217 は、反応生成物を捕捉できるものであればとくに限定されないが、冷却パネルが好ましい。冷却パネルを用いることにより、反応生成物の蒸気を効率よく冷却できるため、反応生成物をより一層効率よく捕捉することができる。
- [0100] また、捕捉手段 217 は、とくに限定されないが、例えばカーボン、石英、ステンレス鋼、ハステロイ、炭化ケイ素、窒化ケイ素、窒化ホウ素など、反応生成物と反応しない材料から形成されているのが好ましい。とくに石英が、耐熱性に優れることから好ましい。ここでの反応とは、腐食などの不可逆的な反応をいう。ただ単に析出している場合や吸着している場合は含まない。
- [0101] また、冷却部 219 は、捕捉手段 217 内部の温度を調節する機能を備えていることが好ましい。低温にすることによって反応生成物を捕捉した後、高温に切り替えることによって、捕捉した反応生成物を再び蒸気にすることができる。そのため、ガス排出管 205 から反応生成物をより一層効率よく排出することができる。
- [0102] 上述の捕捉手段 217 内部の温度を調節する機能は、例えば、温度制御流体循環器 220 などが挙げられる。温度制御流体循環器 220 から冷却水を冷却部 219 に流すことによって、冷却部 219 を低温にすることができる。また、温度制御流体循環器 220 から油を流すことによって、冷却部を高温にすることができる。
- [0103] 冷却部 219 を冷却する冷却水の温度は 0℃以上 40℃以下が好ましい。また、冷却部 219 を温める油の温度は 80℃以上 200℃以下が好ましい。
- [0104] 基板保持部 202 は 基板 201 を保持するための部材であり、例えばカーボンや石英などの耐熱性材料により形成されている。この基板保持部 202 は基板 201 を支持することができ、かつその状態を保持できるように構成されている。
- [0105] ガリウムを含有する第一原料ガスや、アンモニアを含有する第二原料ガス

は、第一原料ガス生成室 2 2 3 や第二原料ガスが充填された容器 2 1 8 から、ガス導入管 2 0 4 を通って反応槽 2 0 3 の内部に導入される。このとき、第一原料ガスおよび第二原料ガスの導入量は、ガス導入弁 2 1 1 によって調節できる。

[0106] ハロゲン含有ガスは、ハロゲン含有ガスが充填された容器 2 1 0 から、ガス導入管 2 0 4 を通って反応槽 2 0 3 の内部に導入される。また、必要に応じて、ハロゲン含有ガスの導入とともに、不活性ガスが充填された容器 2 2 2 から不活性ガスを導入し、ハロゲン含有ガスの濃度を調節することもできる。このとき、ハロゲン含有ガスおよび不活性ガスの導入量は、ガス導入弁 2 1 1 によって調節できる。

ガス導入管 2 0 4 の一方の口は反応槽 2 0 3 内に接続され、他方の口はハロゲン含有ガスが充填された容器 2 1 0 や第一原料ガス生成室 2 2 3、第二原料ガスが充填された容器 2 1 8、不活性ガスが充填された容器 2 2 2 に接続されている。

[0107] ガス排出管 2 0 5 は、ガス排出弁 2 1 2 を介して真空ポンプ 2 1 3 に接続されており、これにより反応槽 2 0 3 の内部を減圧状態とすることができる。さらに、ガス排出管 2 0 5 および真空ポンプ 2 1 3 は、必要に応じて、図示しない排ガス除害処理装置に接続でき、反応槽 2 0 3 から排出される反応生成物を無害化させて、大気中に排出することができる。

[0108] ガス導入管 2 0 4 の接続部位は、図 7、8 では反応槽 2 0 3 の上部に接続している記載を示したが、反応槽 2 0 3 の側部や下部でもよく、接続部位はとくに限定されない。また、それぞれのガスに対して、ガス導入管 2 0 4 が一つの場合を示したが、ガス導入管 2 0 4 は、一つである必要はなく、それぞれのガスについて専用のガス導入管を設けてもよいし、図 7 および図 8 のように共通のガス導入管であってもよい。

[0109] ガス排出管 2 0 5 の接続箇所は、とくに限定されないが、図 7 および図 8 のように捕捉手段 2 1 7 に接続されていることが好ましい。こうした接続により、捕捉手段 2 1 7 に捕捉された反応生成物を効率良く排出することがで

きる。

[0110] 加熱装置206は、とくに限定されないが、例えば反応槽203の内部を加熱できる加熱手段と、この加熱手段の出力を調整して、反応槽203の内部を一定の温度に保持できる温度調整器とから構成される。加熱手段は、とくに限定されないが、発熱線、ランプ加熱など公知の加熱手段が使用でき、気相成長装置200内を加熱できるものなら何でもよい。

[0111] また、図9に示すように、第三の実施形態における気相成長装置200は、排出される反応生成物からガリウム化合物を回収する回収手段214を、さらに備えていてもよい。回収手段214は、例えばガス排出管205に接続された回収部215と、アンモニアが充填された容器216とから構成されており、排出された反応生成物が回収部215の内部に捕捉されるようになっている。さらに、回収部215は容器216と接続されており、これにより回収部215の内部にアンモニアを導入することができる。

[0112] 回収部215は、とくに限定されないが、例えばカーボン、石英、ステンレス鋼、ハステロイ、窒化炭素、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化ホウ珪素など、耐熱性およびハロゲン含有ガスへの耐食性を有する材料から形成されている。また、回収部215には、例えば、反応生成物を導入できる導入口と、アンモニアを導入できる導入口と、排ガスを排出できる排出口がそれぞれ設けられている。

[0113] また、図10に示すように、気相成長装置200は、ガス排出管205と回収部215との間に、複数のトラップ221を設けてもよい。トラップ221はガス排出管205から排出された反応生成物を溜めることができる。

[0114] また、気相成長装置200が回収手段214を備える場合、ガス排出管205からトラップ221または回収部215までの距離は短い方が好ましい。距離を短くすることで、反応生成物の蒸気が拡散する距離を短くでき、途中で析出するのをより一層抑制できる。

[0115] つづいて、気相成長装置200の使用方法について説明する。主に、窒化物半導体の製造と、気相成長装置200内の各種部品に付着した汚染物を取

り除く洗浄操作とからなる。

[0116] <窒化物半導体の製造>

はじめに、第三の実施形態における気相成長装置200を用いた、窒化物半導体の製造について説明するが、気相成長装置200による窒化物半導体の製造方法はこれらに限定されるものではない。

[0117] 窒化物半導体を製造する場合は、一般的に気相成長法、とくにMOCVD (Metal Organic Chemical Vapour Deposition; 有機金属気相成長) 法あるいはHVPE (Hydride Vapour Phase Epitaxy; ハイドライド気相成長) 法が用いられている。

第三の実施形態における気相成長装置200では、とくに限定されないが、一般的なMOCVD法やHVPE法を使用して基板201上に窒化物半導体層を成長させる。以下、HVPE法による窒化物半導体の製造について説明する。

[0118] まず、反応槽203内には、基板201を載置し、反応槽203内を一定の温度に昇温する。つぎに、第一原料ガス生成室223からガリウムを含有する第一原料ガスを、ガス導入管204を通じて反応槽203内に導入する。ここで、第一原料ガス生成室223について説明する。この第一原料ガス生成室223は、ハロゲン含有ガスが充填された容器209に接続しているとともに、内部にGaを収容するソースポートを含んでいる。ハロゲン含有ガスを第一原料ガス生成室223に導入すると、原料のGaとハロゲン含有ガスが反応してGaClなどの第一原料ガスが生成する。

なお、容器210に充填されるハロゲン含有ガスは、例えば、Cl₂、HCl、SiCl₄、SiHCl₃、SiH₂Cl₂、SiH₃Cl、BCl₃、CHCl₃、CH₂Cl₂、CH₃Clなどの分子内に塩素を含む化合物の1種または2種以上の混合物が用いられる。これらの中では、価格、反応性などのバランスからCl₂がとくに好ましい。

[0119] つぎに、ガリウムを含有する第一原料ガスの導入と同時に、容器218に

充填されたアンモニアを含有する第二原料ガスを反応槽 203 内に導入する。すると、第一原料ガスである GaCl と第二原料ガスであるアンモニアとが反応して GaN と塩化水素と水素が生成し、 GaN が基板 201 上に窒化物半導体層として成長する。塩化水素と水素とは排気ガスとして排出され、人体に有害な塩化水素は、図示しない除害装置で除去される。

[0120] なお、第三の実施形態において、窒化物半導体層を形成する方法は、以上に説明した HVPE 法に限られず、他の方法を用いてもよい。

[0121] (洗浄操作)

以下、気相成長装置 200 内の各種部品に付着した汚染物を取り除く洗浄操作について説明するが、気相成長装置 200 による汚染物を取り除く洗浄操作はこれらに限定されるものではない。

[0122] はじめに、窒化物半導体層を形成した基板 201 を反応槽 203 から取り出し、必要に応じて、反応槽 203 の内部を、加熱装置 206 によって後述する所望の温度まで加熱する。ここで、さらに真空ポンプ 213 によって反応槽 203 の内部を減圧状態としてもよい。

[0123] このとき、反応槽 203 の内部の圧力は 1 kPa 以下が好ましく、とくに 0.1 kPa 以下が好ましい。上記上限値以下とすると、導入するハロゲン含有ガスの量を増やすことができ、同時に望ましくない残留ガスによる副反応を抑制して、反応生成物をより一層効率良く除去できる。

ここで、反応槽 203 の内部を減圧状態にしてから加熱してもよく、加熱操作と減圧操作を同時におこなってもよい。最終的に上記の温度および圧力になればよく、加熱操作と減圧操作の順番はとくに限定されない。

[0124] 反応槽 203 の内部が所望の温度、圧力になった後、ガス導入弁 211 を開いて、ハロゲン含有ガスを反応槽 203 の内部に導入する。

ハロゲン含有ガスは、例えば、 Cl_2 、 HCl 、 SiCl_4 、 SiHCl_3 、 SiH_2Cl_2 、 SiH_3Cl 、 BCl_3 、 CHCl_3 、 CH_2Cl_2 、 CH_3Cl などの分子内に塩素を含む化合物の 1 種または 2 種以上の混合物が用いられる。これらの中では、価格、反応性などのバランスから Cl_2 がとくに好まし

い。

[0125] また、必要に応じてハロゲン含有ガスの導入とともに、容器 210 から不活性ガスを反応槽 203 の内部に導入してもよい。不活性ガスの導入により、ハロゲン含有ガスの濃度を調節することができる。

不活性ガスとしては、例えば、窒素、ヘリウム、アルゴンなどのハロゲン含有ガスと反応しない任意のガスの 1 種または 2 種以上の混合ガスが用いられる。

[0126] なお、上記の不活性ガスを導入したときの反応槽 203 内のハロゲン含有ガス濃度は、とくに限定されないが、濃度が高すぎると気相成長装置 200 内の各種部品自体が腐食する場合があるため、汚染の程度などによって適宜設定される。

[0127] 不活性ガスを導入したときの反応槽 203 内のハロゲン含有ガス濃度は、とくに限定されないが、5 体積%以上が好ましく、とくに 10 体積%以上が好ましい。上記下限値以上とすると、汚染物とハロゲン含有ガスとの反応速度が速くなり、気相成長装置 200 内の各種部品に付着した汚染物をより一層効率良く除去できる。

ハロゲン含有ガス濃度は、とくに限定されないが、100 体積%以下が好ましく、とくに 80 体積%以下が好ましい。上記上限値以下とすると、ハロゲン含有ガス量が少なく済み、また装置構成部品の腐食を抑えることができる。

[0128] 各種部品に付着した窒化ガリウムなどの汚染物はハロゲン含有ガスと反応し、ハロゲン化ガリウムなどの反応生成物が生成される。この反応生成物は直ちに蒸発して蒸気となり、反応槽 203 および捕捉手段 217 の内部を漂う。

このとき、ガス導入弁 211 およびガス排出弁 212 を閉じて、ハロゲン含有ガスを装置内に保持して、ハロゲン含有ガスと汚染物との反応をおこなうのが好ましい。ハロゲン含有ガスを装置内に保持することによって、ハロゲン含有ガスと汚染物との反応率を向上させることができ、ハロゲン含有ガ

スの使用量をより一層低減することができる。ただし、ガス導入弁 2 1 1 およびガス排出弁 2 1 2 は完全に閉じていなくてもよい。

[0129] ハロゲン含有ガスを装置内に保持する場合は、反応槽 2 0 3 の内部が所望の圧力になった後、ガス導入弁 2 1 1 を閉じて、ハロゲン含有ガスを反応槽 2 0 3 および捕捉手段 2 1 7 の内部に一定の時間保持する。

[0130] このとき、反応槽 2 0 3 の内部圧力は、1 0 k P a 以上が好ましく、とくに 1 2 k P a 以上が好ましい。内部圧力を上記下限値以上とすると、汚染物とハロゲン含有ガスとの反応速度が速くなり、気相成長装置 2 0 0 内の各種部品に付着した汚染物をより一層効率良く除去できる。

また、内部圧力は、9 0 k P a 以下が好ましく、とくに 8 5 k P a 以下が好ましい。内部圧力を上記上限値以下とすると、反応生成物の平均自由程を長くできるため、反応生成物の拡散効率が増し、汚染物とハロゲン含有ガスとの反応効率をより一層上げることができる。

[0131] このときの反応槽 2 0 3 の内部温度は、とくに限定されないが、5 0 0 °C 以上が好ましく、とくに 7 5 0 °C 以上が好ましい。内部温度を上記下限値以上とすると、反応生成物の揮発速度が速くなり、気相成長装置 2 0 0 内の各種部品に付着した汚染物をより一層効率良く除去できる。

また、内部温度は、とくに限定されないが、1 0 0 0 °C 以下が好ましく、とくに 8 0 0 °C 以下が好ましい。内部温度を上記上限値以下とすると、気相成長装置 2 0 0 内の各種部品の熱変形をより一層防止することができる。

[0132] ハロゲン含有ガスの保持時間は、とくに限定されないが、反応槽 2 0 3 の大きさや気相成長装置 2 0 0 内の各種部品の処理量などによって適宜設定される。

[0133] ハロゲン含有ガスと汚染物との反応で生じた反応生成物は、捕捉手段 2 1 7 によって捕捉される。例えば、温度制御流体循環器 2 2 0 から水を冷却部 2 1 9 に流し、捕捉手段 2 1 7 を冷却する。すると、反応生成物の蒸気は、捕捉手段 2 1 7 の内部で冷却され、捕捉手段 2 1 7 の表面に析出して捕捉される。

[0134] 反応槽 203 の内部に、ハロゲン含有ガスを一定時間保持後、ガス排出弁 212 を開いて、ガス排出管 205 から、未反応のハロゲン含有ガスや捕捉されなかったガスなどの排気ガスを排出する。

[0135] このとき、ガス導入管 204 を開いて、容器 210 から反応槽 203 に不活性ガスを導入し、反応槽 203 の内部を大気圧に戻した後、排気ガスを排出するのがさらに好ましい。不活性ガスを導入することにより、排気ガスが不活性ガスにより押し出され、排気ガスをより一層効率良く排出することができる。このとき使用する不活性ガスは、とくに限定されないが、前述の不活性ガスを使用してもよいし、他のガスを使用してもよい。

また、第三の実施形態における気相成長装置 200 を用いた、気相成長装置 200 内の各種部品の洗浄操作は、上記のハロゲン含有ガスの導入から排気ガスの排出までを 2 回以上おこなうのが好ましい。2 回以上おこなうと、各種部品の表面がさらに活性化され、汚染物とハロゲン含有ガスとの反応効率をより一層上げることができる。繰り返し回数は、とくに限定されないが、反応槽 203 の大きさや各種部品の処理量などによって適宜設定される。

[0136] また、第三の実施形態における気相成長装置 200 を用いた、気相成長装置 200 内の各種部品の洗浄操作は、捕捉された反応生成物の排出をさらにおこなうのが好ましい。反応生成物を排出する方法は、とくに限定されないが、例えば温度制御流体循環器 220 から高温の油を冷却部 219 に流し、捕捉手段 217 を温める。すると、捕捉手段 217 の表面に析出した反応生成物は、再び、蒸気となり、ガス排出管 205 から排出される。

[0137] このとき、ガス導入管 204 を開いて、容器 210 から反応槽 203 に不活性ガスを導入し、反応槽 203 の内部を大気圧に戻した後、反応生成物の蒸気を排出するのがさらに好ましい。不活性ガスを導入することにより、反応生成物の蒸気が不活性ガスにより押し出され、蒸気をより一層効率良く排出することができる。このとき使用する不活性ガスは、とくに限定されないが、前述の不活性ガスを使用してもよいし、他のガスを使用してもよい。

[0138] また、第三の実施形態における気相成長装置 200 を用いた、気相成長装

置 200 内の各種部品の洗浄操作は、捕捉手段 217 に捕捉された反応生成物を一定量溜めてから、捕捉された反応生成物を排出するのが好ましい。繰り返し回数は、とくに限定されないが、反応生成物の捕捉量によって適宜設定される。

[0139] また、第三の実施形態における気相成長装置 200 を用いた、気相成長装置 200 内の各種部品の洗浄操作は、反応生成物からガリウム化合物を回収することをさらにおこなうのが好ましい。回収方法は、とくに限定されないが、例えば図 9 に示すような装置を用いておこなうことができる。はじめに、ガス排出管 205 から排出された反応生成物の蒸気を回収部 215 に捕捉する。その後、容器 216 から回収部 215 にアンモニアガスを導入し、反応生成物に含まれるハロゲン化ガリウムなどとアンモニアとを反応させ、ガリウム化合物などの固体を生成させる。この反応生成物からガリウム化合物を回収することにより、有害な排ガスの量を低減することができる。

[0140] また、図 10 に示すように、気相成長装置 200 は、ガス排出管 205 と回収部 215 との間の、複数のトラップ 221 に排出された反応生成物を捕捉して一定量溜めてから、回収部 215 に反応生成物を送ってもよい。こうした構成を取ることで、ガリウム化合物の回収を段階的におこなうことができる。

[0141] 以上、図面を参照して本発明の第三の実施形態について述べたが、これらは本発明の例示であり、上記以外の様々な構成を採用することもできる。

[0142] 第三の実施形態では、HVPE 法による成長を例に挙げたが、MOCVD 法や原子層堆積法 (ALD) などに本発明を適用することも可能である。

実施例

[0143] 以下、本発明を実施例および比較例により説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

[0144] (実施例 1)

以下、実施例 1～7 および比較例 1～2 では、図 1 に示す洗浄装置を用いた。

GaNが付着した半導体製造装置部品を反応槽内の部品保持部に配置し、反応槽内の温度を750℃とし、圧力を0.1kPa以下とした。つぎに、N₂ガスを反応槽内に導入して圧力を20kPaとし、その後、Cl₂ガスを反応槽内に導入して圧力を40kPaとした（Cl₂ガス圧力は20kPa）。このまま10分間保持した後、排気弁を開いて反応生成物の蒸気を排出した。

つづいて、N₂ガスの導入により、反応槽内を大気圧に戻した後、GaNが付着した部品の重さを測定した。ここで、使用したCl₂ガス量および除去されたGaN量から、下記（1）式を用いて反応効率を算出した。

反応効率 [%] = 100 × (除去されたGaNのモル数 × 1.5) / (使用したCl₂のモル数) (1)

なお、GaNを1モル除去するのに必要なCl₂ガス量は理論的には1.5モルである。

除去されたGaNは3.5g（0.042モル）、使用したCl₂ガス量は合計3.2L（0.13モル）であった。よって、反応効率は48.2%であった。

[0145]（実施例2）

上記のN₂ガスの導入、Cl₂ガスの導入、10分間保持、反応生成物の排出、の一連の操作を4回にした以外は実施例1と同様の洗浄処理をおこなった。得られた結果を表1に示す。

[0146]（実施例3）

GaNが付着した半導体製造装置部品を反応槽内の部品保持部に配置し、反応槽内の温度を730℃とし、圧力を0.1kPa以下とした。つぎに、N₂ガスを反応槽内に導入して圧力を10kPaとし、その後、Cl₂ガスを反応槽内に導入して圧力を30kPaとした。このまま10分間保持した後、排気弁を開いて反応生成物の蒸気を排出した。つづいて、上記のN₂ガスの導入、Cl₂ガスの導入、10分間保持、反応生成物の排出、の一連の操作を2回おこなった。

つづいて、 N_2 ガスの導入により、反応槽内を大気圧に戻した後、 GaN が付着した部品の重さを測定した。ここで、使用した Cl_2 ガス量および除去された GaN 量から、上記（１）式を用いて反応効率を算出した。得られた結果を表１に示す。

[0147] （実施例４～７、比較例１）

反応槽内の圧力を表１に記載した値にそれぞれ設定した以外は実施例３と同様の洗浄処理をおこなった。得られた結果を表１に示す。

[0148] （比較例２）

GaN が付着した部品を反応槽内の部品保持部に配置し、反応槽内の温度を $800^{\circ}C$ とした。つぎに、排気弁を開いた状態で、 Cl_2 ガスと N_2 ガスとの混合ガスを反応槽内に３０分間供給した。ここで、 Cl_2 ガスの流量は 0.3 L/min とし、 N_2 ガスの流量は 0.3 L/min とした。

反応槽内を N_2 置換した後、 GaN が付着した部品の重さを測定した。除去された GaN は 1.0 g （ 0.011 mol ）、使用した Cl_2 ガス量は合計 9.0 L （ 0.37 mol ）であった。よって、反応効率は 5% であった。

[0149] （評価結果）

以上の評価結果を表１に示す。洗浄方式を封じ切り方式とし、反応槽内の圧力を 90 kPa 以下とすることにより、比較例１、２に比べて反応効率を向上させることができた。

また、洗浄回数を増やすことによって、反応効率をさらに向上できた。

[0150]

[表1]

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	比較例1	比較例2
洗浄方式	封じ切り方式	封じ切り方式	封じ切り方式	封じ切り方式	封じ切り方式	封じ切り方式	封じ切り方式	封じ切り方式	気流方式
反応槽内の温度 (°C)	750	750	730	730	730	730	730	730	800
反応槽内のN ₂ ガス圧力 (kPa)	20	20	10	20	40	60	70	80	-
反応槽内のCl ₂ ガス圧力 (kPa)	20	20	20	20	20	20	20	20	-
反応槽内の圧力 (kPa)	40	40	30	40	60	80	90	100	-
洗浄回数 (回)	1	4	2	2	2	2	2	2	1
1回の処理時間 (分)	10	10	10	10	10	10	10	10	30
使用したCl ₂ ガスの合計量 (L)	3.2	12.8	6.4	6.4	6.4	6.4	6.4	6.4	9.0
除去されたGaN量 (g)	3.5	28.1	11.9	11.4	10.5	9.5	8.4	4.2	1.0
反応効率 (%)	48.2	96.9	82.0	78.6	72.4	65.5	57.9	28.9	5.0

[0151] (実施例 8)

以下、実施例 8 では、図 4 および図 5 に示す洗浄装置を用いた。

Ga N が付着した半導体製造装置部品を洗浄処理部内の部品保持部に配置し、洗浄処理部内の温度を 75 °C とした。また、温度制御流体循環器により、水温 25 °C の水を 2 L / m i n で冷却部に循環させた。その後、真空ポンプを作動させ、洗浄処理部内の圧力を 0.1 k P a 以下とした。

つぎに、N₂ ガスを洗浄処理部内に導入して圧力を 20 k P a とし、その後、C l₂ ガスを反応槽内に導入して圧力を 40 k P a とした。このまま 10 分間保持した後、排気弁を開いて排気ガスを排出した。上記の N₂ ガスの導入、C l₂ ガスの導入、10 分間保持、排気ガスの排出、の一連の操作は合計 4 回おこなった。

つぎに、温度制御流体循環器により、100 °C の油を 3 L / m i n で冷却部に循環させ、冷却部内の冷却パネルを温めた。つづいて、N₂ ガスの導入により、装置内を大気圧に戻した後、ガス排気弁を開けて、反応生成物である Ga C l₃ の蒸気を回収部に導入した。これと同時に、回収部に N H₃ ガスを導入し、Ga C l₃ と N H₃ とを反応させた。冷却部内の冷却パネルに付着したガリウム塩化物が無くなったら、N H₃ ガスの導入弁を閉じた。

さらに、10 分間 N₂ ガスを装置内に導入した後、Ga N が付着した部品を取り出し、重さを測定した。ここで、使用した C l₂ ガス量および除去された Ga N 量から、下記 (1) 式を用いて反応効率を算出した。

反応効率 [%] = 100 × (除去された Ga N のモル数 × 1.5) / (使用した C l₂ のモル数) (1)

なお、Ga N を 1 モル除去するのに必要な C l₂ ガス量は理論的には 1.5 モルである。

除去された Ga N は 28.1 g (0.336 モル)、使用した C l₂ ガス量は合計 12.8 L (0.520 モル) であった。よって、反応効率は 96.9 % であった。

また、回収部からは N H₄ C l、Ga を含んだオリゴマ (N H₂ Ga C l₂)

n、Ga_nNなどのガリウム化合物が捕捉された。

[0152] この出願は、2011年5月19日に出願された日本出願特願2011-112426号および2011年7月25日に出願された日本出願特願2011-162261号を基礎とする優先権を主張し、その開示の全てをここに取り込む。

請求の範囲

- [請求項1] 一般式 $A l_x I n_y G a_{1-x-y} N$ (ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。) で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品を、ガス導入管とガス排出管とを備えた装置内に配置する第一工程と、
- 前記装置内を減圧状態とした後、前記ガス導入管からハロゲン含有ガスを導入する第二工程と
- をおこない、その後、
- 前記ハロゲン含有ガスを前記装置内に保持し、前記半導体製造装置部品に付着した前記窒化物半導体を除去する第三工程と
- をおこなう、半導体製造装置部品の洗浄方法であって、
- 前記第三工程での前記装置内の圧力が、 10 kPa 以上 90 kPa 以下である、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項2] 請求項 1 に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- 前記装置内に生成する反応生成物を除去する第四工程をさらに含む、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項3] 請求項 2 に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- 前記第四工程では、前記装置内に不活性ガスを導入し、前記反応生成物の蒸気を前記装置外に排出する、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項4] 請求項 2 または 3 に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- ガリウム化合物を回収する第五工程をさらに含む、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項5] 請求項 4 に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- 前記第五工程では、 NH_3 と前記反応生成物とを反応させることにより、前記ガリウム化合物を回収する、半導体製造装置部品の洗浄方法。

- [請求項6] 請求項2乃至5いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- 前記第二工程から前記第四工程までを2回以上おこなう、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項7] 請求項1乃至6いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- 前記第二工程では、前記装置内に不活性ガスをさらに導入する、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項8] 請求項1乃至7いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄方法において、
- 前記第三工程での前記装置内の温度が、 500°C 以上 1000°C 以下である、半導体製造装置部品の洗浄方法。
- [請求項9] 一般式 $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ （ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。）で表記される窒化物半導体が付着した半導体製造装置部品の洗浄装置であって、
- 前記半導体製造装置部品を保持する部品保持部と、
- 前記窒化物半導体と反応するハロゲン含有ガスを導入するガス導入管と、
- 前記窒化物半導体と前記ハロゲン含有ガスとの反応生成物を捕捉する捕捉手段と、
- 前記反応生成物を排出するガス排出管と
- を備えた、半導体製造装置部品の洗浄装置。
- [請求項10] 請求項9に記載の半導体製造装置部品の洗浄装置において、
- 洗浄処理部と、前記捕捉手段を冷却するための冷却部とをさらに備え、
- 前記洗浄処理部の内部に前記部品保持部が配置され、前記冷却部の内部に前記捕捉手段が配置される、
- 半導体製造装置部品の洗浄装置。

- [請求項11] 請求項10に記載の半導体製造装置部品の洗浄装置において、
前記冷却部が、前記捕捉手段内部の温度を調節する機能を備える、
半導体製造装置部品の洗浄装置。
- [請求項12] 請求項9乃至11いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄
装置において、
前記捕捉手段が、冷却パネルである、半導体製造装置部品の洗浄装
置。
- [請求項13] 請求項9乃至12いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄
装置において、
前記捕捉手段が、前記反応生成物と反応しない材料からなる、半導
体製造装置部品の洗浄装置。
- [請求項14] 請求項13に記載の半導体製造装置部品の洗浄装置において、
前記捕捉手段が、石英からなる、半導体製造装置部品の洗浄装置。
- [請求項15] 請求項9乃至14いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄
装置において、
前記反応生成物からガリウム化合物を回収する回収手段をさらに備
える、半導体製造装置部品の洗浄装置。
- [請求項16] 請求項15に記載の半導体製造装置部品の洗浄装置において、
前記回収手段では、 NH_3 と前記反応生成物とを反応させることに
より、前記ガリウム化合物を回収する、半導体製造装置部品の洗浄装
置。
- [請求項17] 請求項9乃至16いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄
装置において、
前記ガス導入管と前記ガス排出管とを閉じて、前記ハロゲン含有ガ
スを装置内に保持して使用する、半導体製造装置部品の洗浄装置。
- [請求項18] 請求項9乃至17いずれか一項に記載の半導体製造装置部品の洗浄
装置において、
前記部品保持部に、前記半導体製造装置部品の表面全体が処理され

るように、前記半導体製造装置部品を引っ掛けて保持するための引っ掛け部が形成されている、半導体製造装置部品の洗浄装置。

[請求項19] ガリウムを含有する第一原料ガスと、アンモニアを含有する第二原料ガスとを、反応槽内の基板に対して供給し、前記基板上に一般式 $\text{Al}_x\text{In}_y\text{Ga}_{1-x-y}\text{N}$ （ただし、 x 、 y は $0 \leq x < 1$ 、 $0 \leq y < 1$ 、 $0 \leq x + y < 1$ である。）で表記される窒化物半導体を形成する気相成長装置であって、

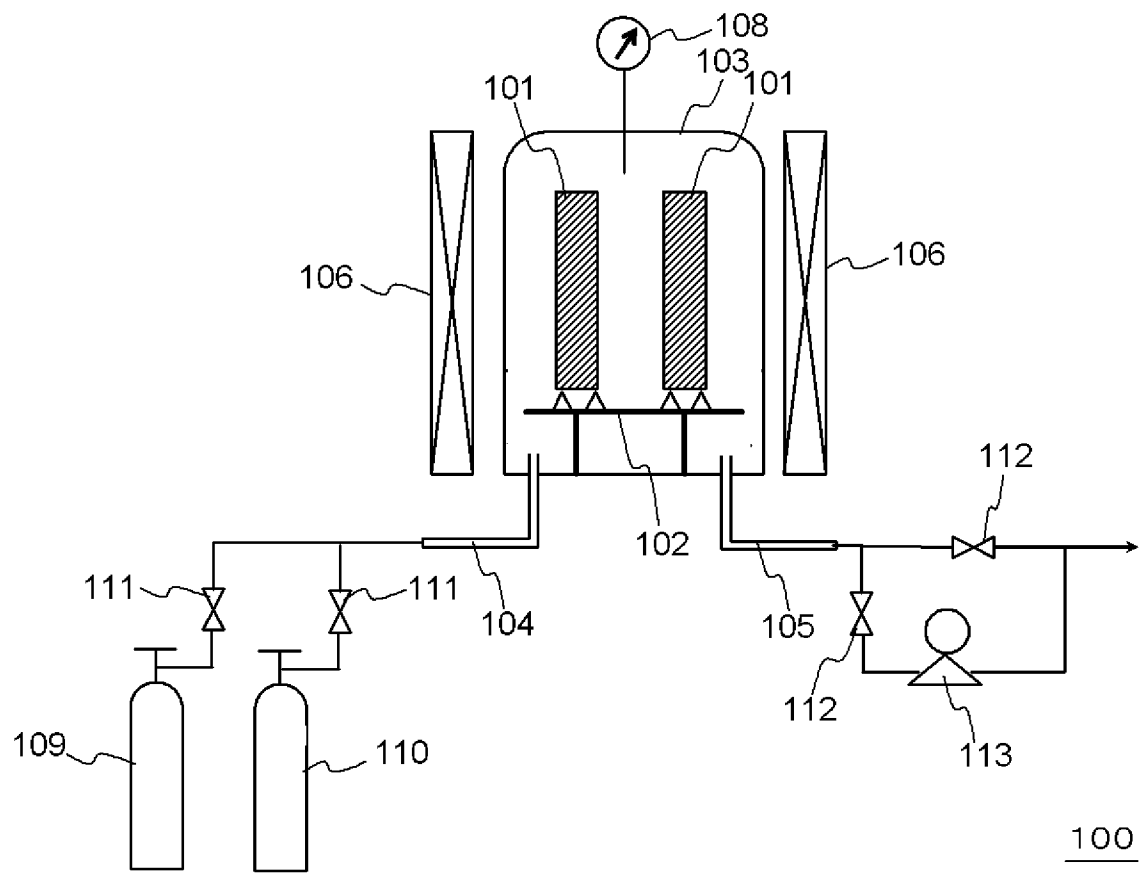
前記基板を保持する基板保持部と、

ハロゲン含有ガスを導入するガス導入管と、

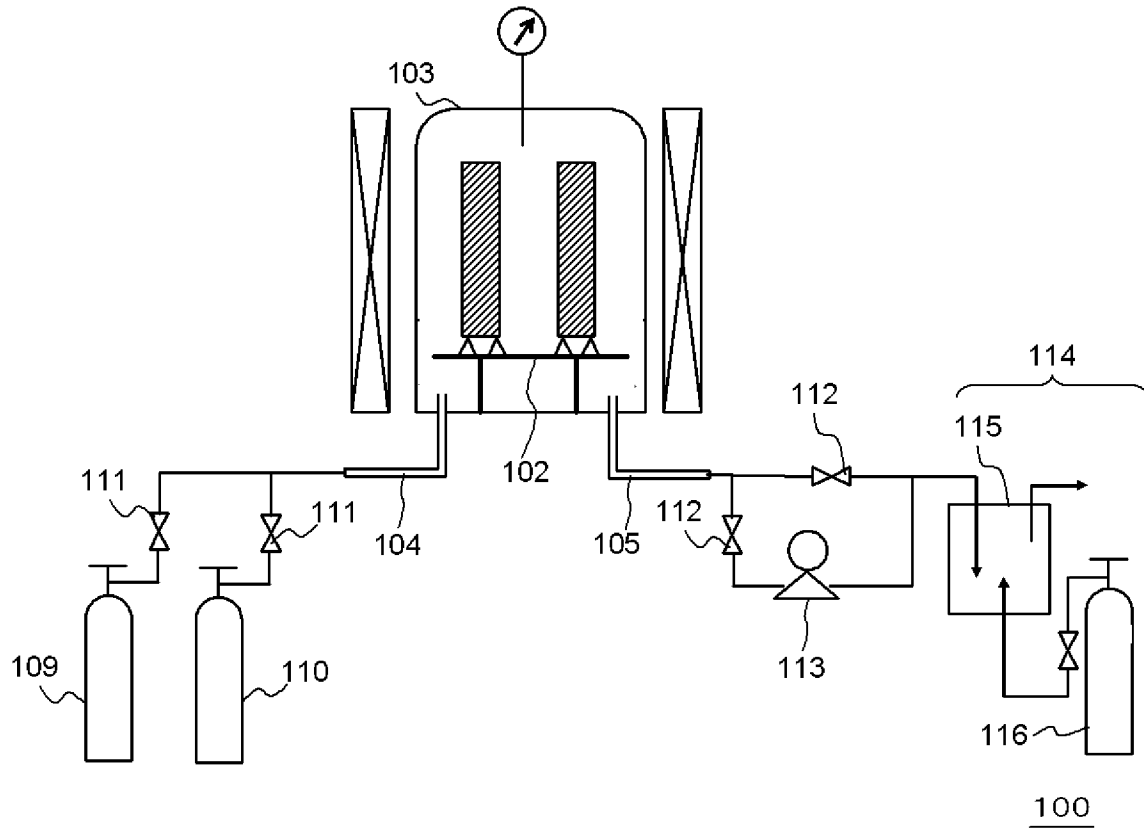
前記窒化物半導体と前記ハロゲン含有ガスとの反応生成物を捕捉する捕捉手段と、

前記反応生成物を排出するガス排出管と
を備えた、気相成長装置。

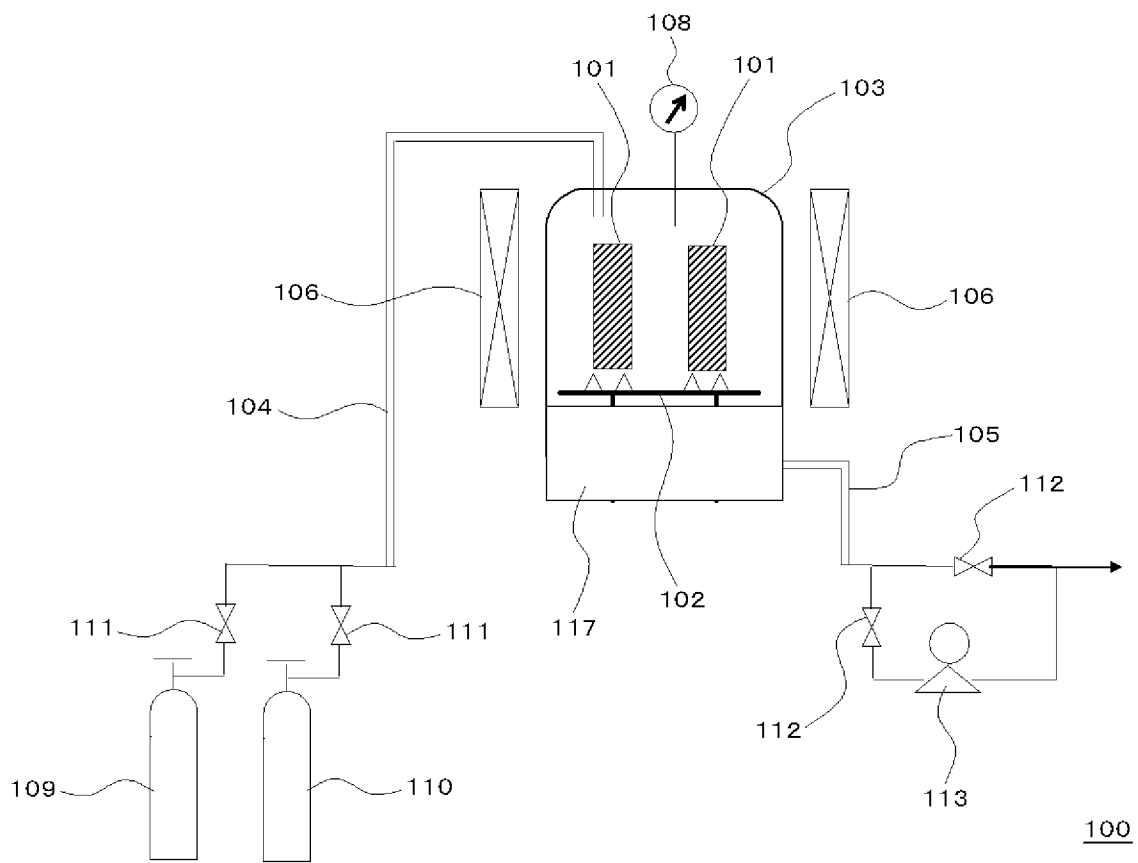
[図1]



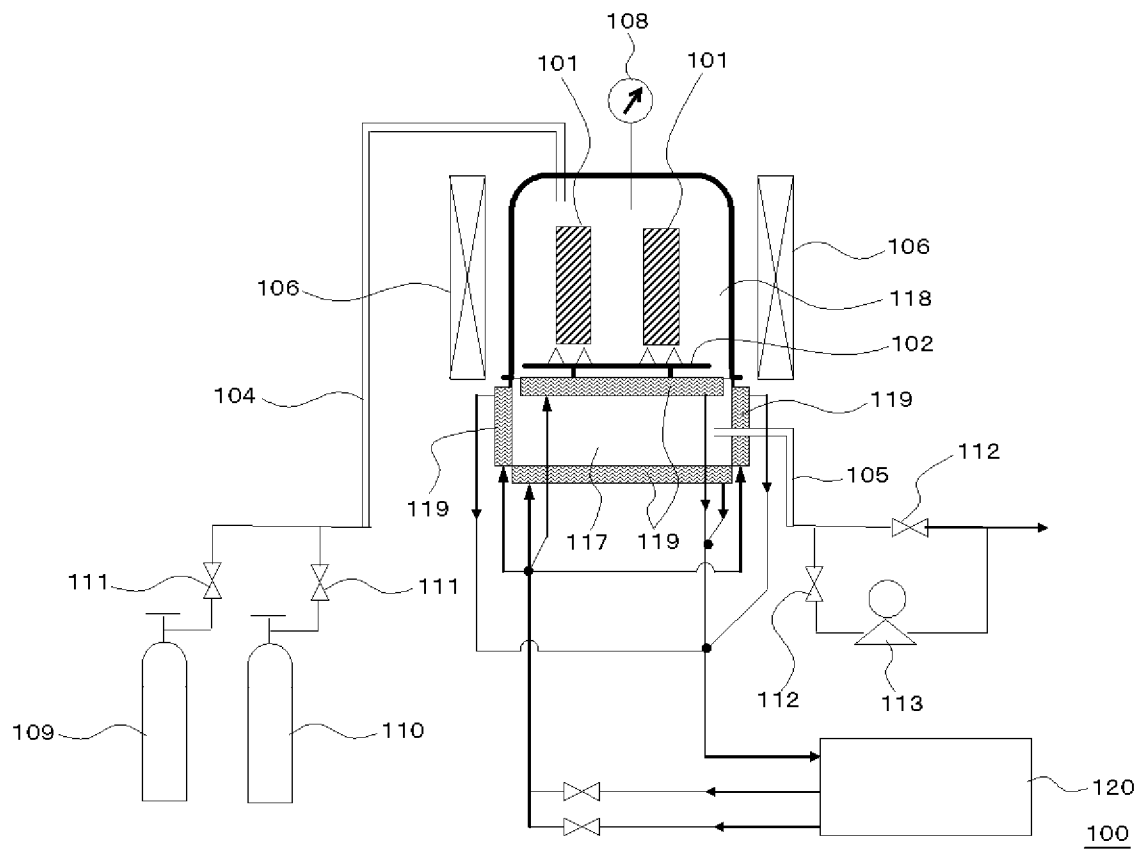
[図2]



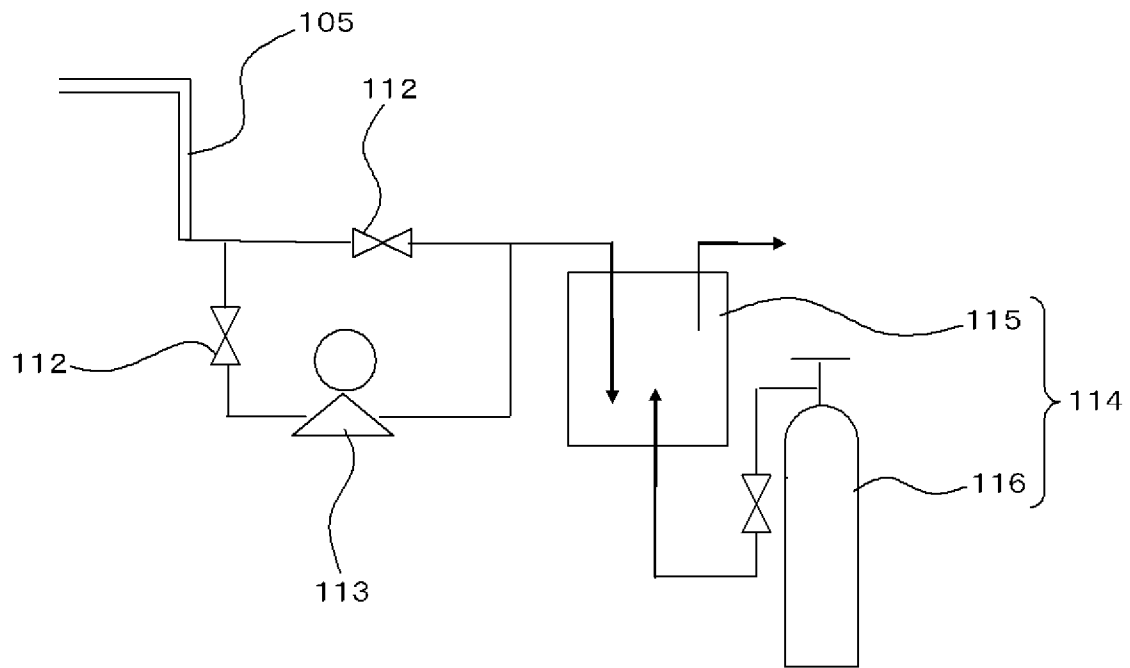
[図3]



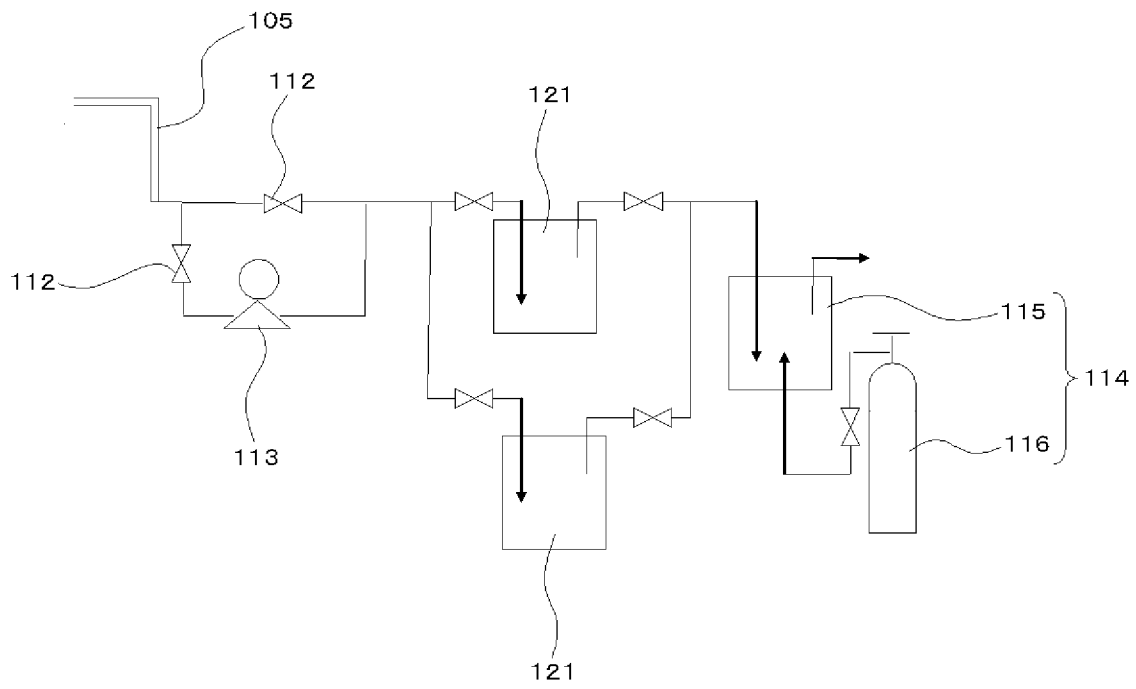
[図4]



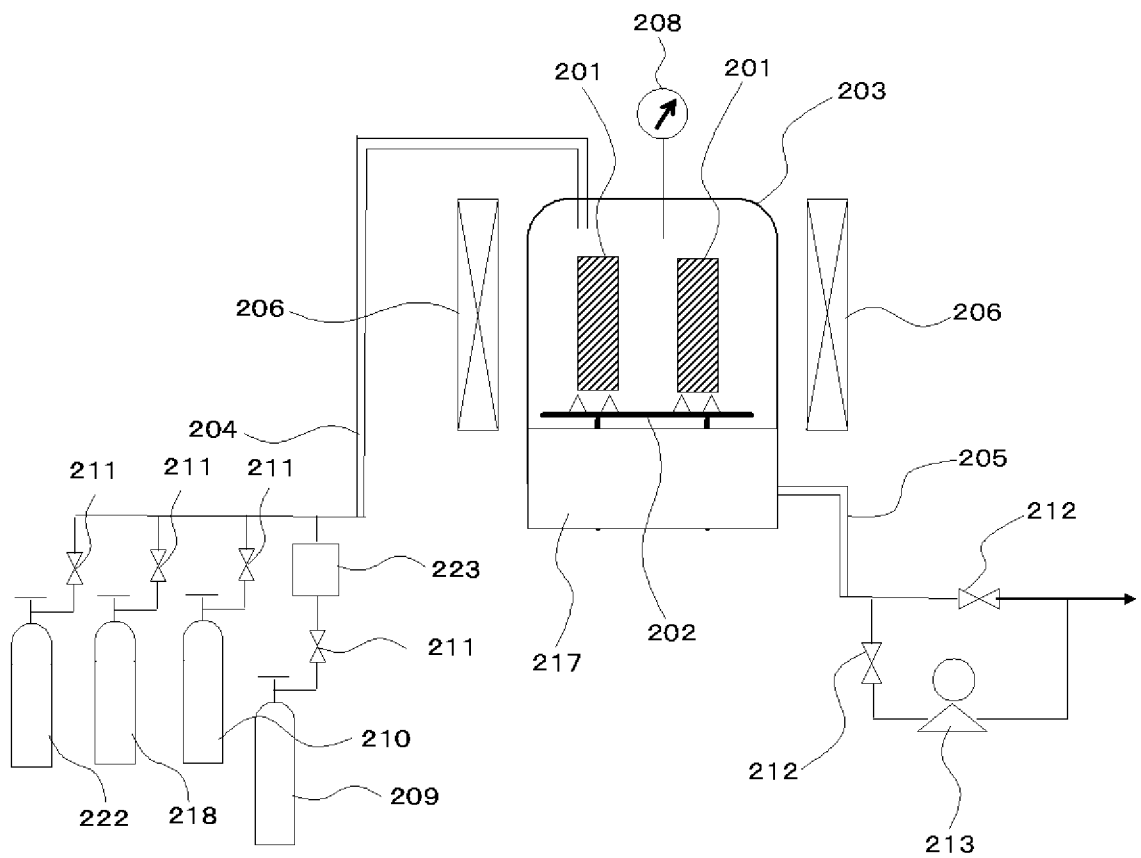
[図5]



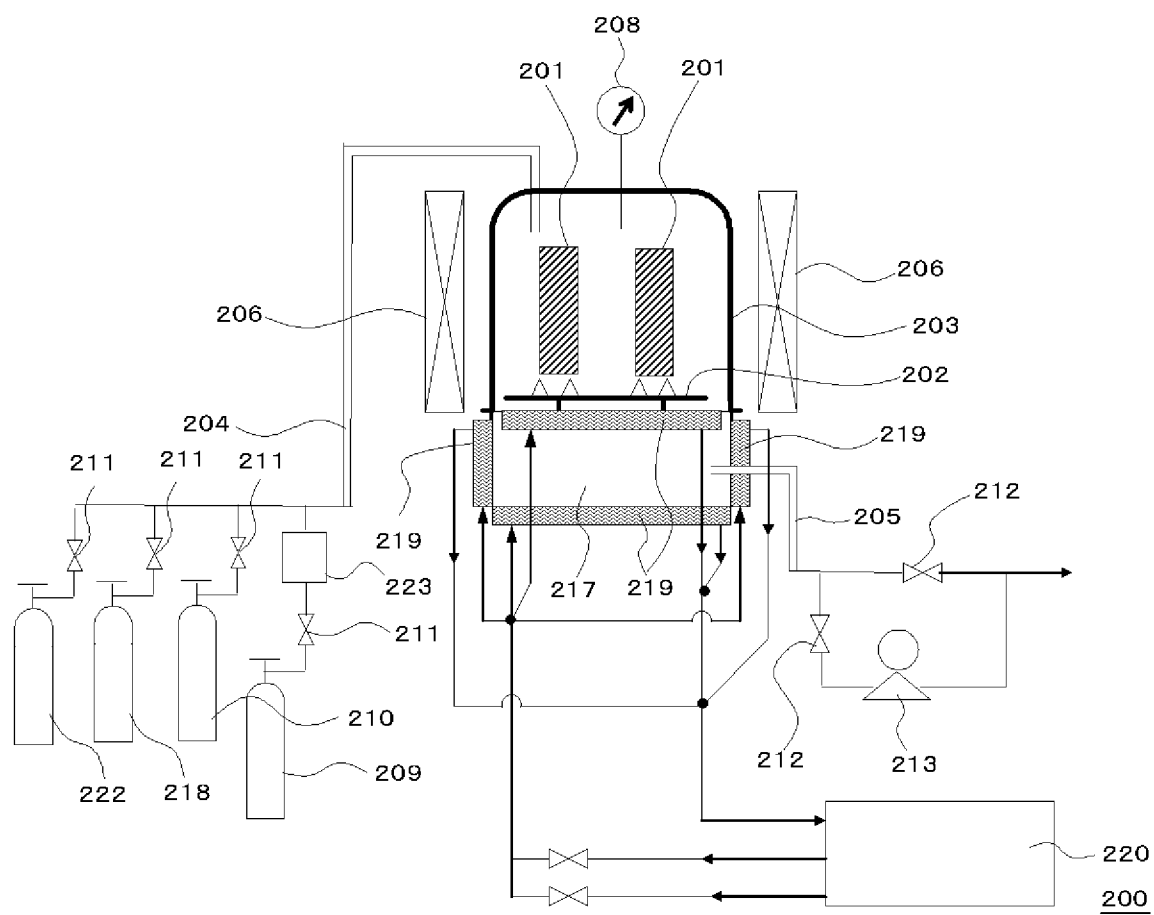
[図6]



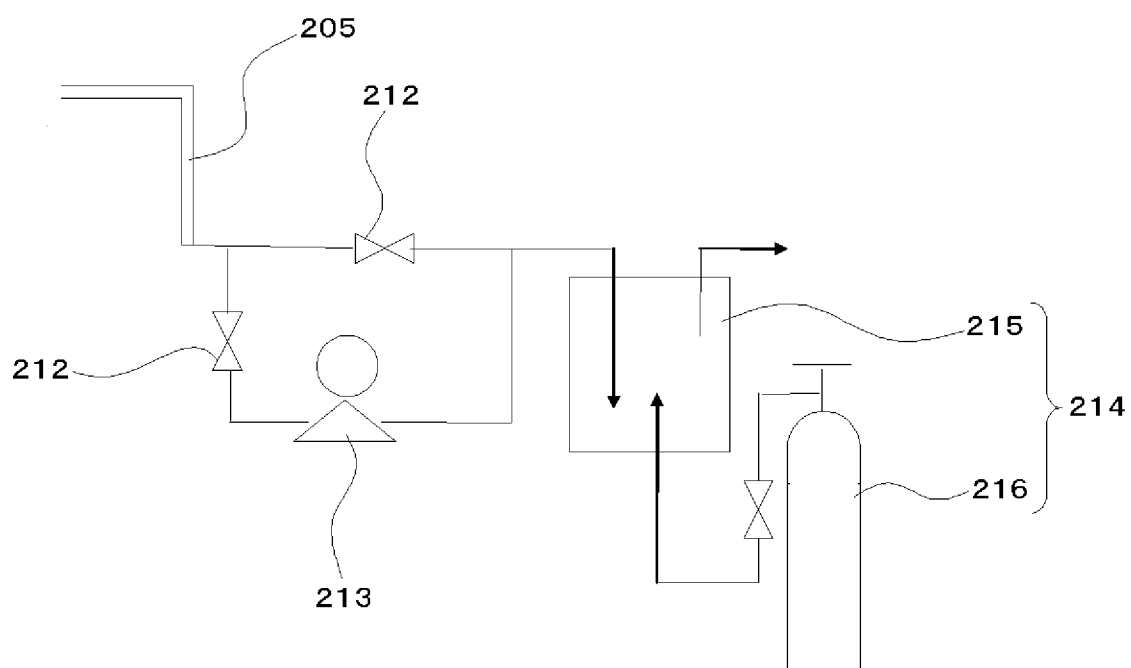
[図7]



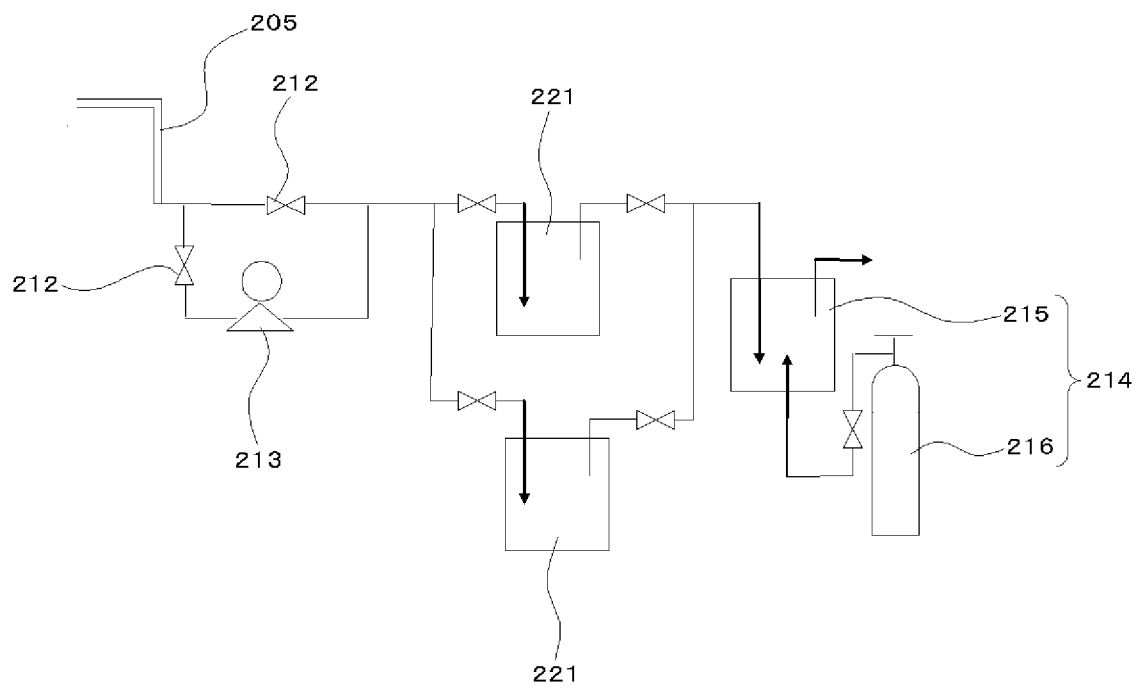
[図8]



[図9]



[図10]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/001829

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/304(2006.01)i, B08B5/00(2006.01)i, C23C16/44(2006.01)i, H01L21/205(2006.01)i, H01L21/3065(2006.01)i

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)

H01L21/304, B08B5/00, C23C16/44, H01L21/205, H01L21/3065

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2012
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2012	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2012

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2007-109928 A (Taiyo Nippon Sanso Corp.), 26 April 2007 (26.04.2007), paragraphs [0014] to [0025]; fig. 1 (Family: none)	1-19
Y	JP 2009-124050 A (Hitachi Kokusai Electric Inc.), 04 June 2009 (04.06.2009), paragraphs [0134] to [0138], [0142] & US 2009/0130860 A1 & KR 10-2009-0050907 A	1-19
Y A	JP 2009-188198 A (Taiyo Nippon Sanso Corp.), 20 August 2009 (20.08.2009), paragraphs [0002], [0019] (Family: none)	4-19 1-3

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family 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 application or patent 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
07 June, 2012 (07.06.12)

Date of mailing of the international search report
19 June, 2012 (19.06.12)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/001829

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 64-65023 A (Rhone-Poulenc Chimie), 10 March 1989 (10.03.1989), page 3, lower right column, line 16 to page 4, upper left column, line 3 & EP 290318 A1 & DE 3877813 A & DE 3877813 T & FR 2614887 A & NO 881951 A & AU 1561588 A & PT 87418 A & BR 8802170 A & CA 1334891 A & IE 59640 B & AT 85035 T & ES 2043864 T & IN 170892 A & KR 10-1993-0003637 B & CN 88102672 A & AU 606153 B & NO 881951 A0	5-8, 10-19 1-4, 9
Y A	JP 2010-16200 A (Zetafoton Kabushiki Kaisha), 21 January 2010 (21.01.2010), paragraph [0023] (Family: none)	10-19 1-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. H01L21/304 (2006.01)i, B08B5/00 (2006.01)i, C23C16/44 (2006.01)i, H01L21/205 (2006.01)i, H01L21/3065 (2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. H01L21/304, B08B5/00, C23C16/44, H01L21/205, H01L21/3065

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2007-109928 A (太陽日酸株式会社) 2007. 04. 26, 段落【0014】 - 【0025】, 図1 (ファミリーなし)	1-19
Y	JP 2009-124050 A (株式会社日立国際電気) 2009. 06. 04, 段落【0134】 - 【0138】, 段落【0142】 & US 2009/0130860 A1 & KR 10-2009-0050907 A	1-19

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 7 . 0 6 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

1 9 . 0 6 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

石川 貴志

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 3 3 2

3 K

4 4 8 3

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y A	JP 2009-188198 A (大陽日酸株式会社) 2009. 08. 20, 段落【0002】, 段落【0019】 (ファミリーなし)	4-19 1-3
Y A	JP 64-65023 A (ローヌ - プーラン・シミ) 1989. 03. 10, 第3頁右下欄第16行ー第4頁左上欄第3行 & EP 290318 A1 & DE 3877813 A & DE 3877813 T & FR 2614887 A & NO 881951 A & AU 1561588 A & PT 87418 A & BR 8802170 A & CA 1334891 A & IE 59640 B & AT 85035 T & ES 2043864 T & IN 170892 A & KR 10-1993-0003637 B & CN 88102672 A & AU 606153 B & NO 881951 A0	5-8, 10-19 1-4, 9
Y A	JP 2010-16200 A (ゼータフォトン株式会社) 2010. 01. 21, 段落【0023】 (ファミリーなし)	10-19 1-9