(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2024-0128986
(43) 공개일자 2024년08월27일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C23C 16/32 (2006.01) *C23C 16/42* (2006.01)
C23C 16/52 (2018.01) *C23C 16/56* (2006.01)
(52) CPC특허분류
C23C 16/325 (2013.01)
C23C 16/42 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7025256
(22) 출원일자(국제) 2023년11월14일
심사청구일자 2024년07월25일
(85) 번역문제출일자 2024년07월25일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/040933
(87) 국제공개번호 WO 2024/116827
국제공개일자 2024년06월06일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-193588 2022년12월02일 일본(JP)

(71) 출원인
도까이 카본 가부시끼가이샤
일본국 도쿄도 미나또구 기따아오야마 1죠메 2반 3고
(72) 발명자
이마가와 마유리
일본, 도쿄 1078636, 미나토구, 키타아오야마 1쵸메, 2-3, 씨/오 도까이 카본 가부시끼가이샤
오이시 쇼헤이
일본, 도쿄 1078636, 미나토구, 키타아오야마 1쵸메, 2-3, 씨/오 도까이 카본 가부시끼가이샤
(뒷면에 계속)
(74) 대리인
특허법인한얼

전체 청구항 수 : 총 4 항

(54) 발명의 명칭 **SiC 성형체 및 SiC 성형체의 제조 방법**

(57) 요 약

본 개시의 목적은, 저저항의 SiC 성형체 및 상기 SiC 성형체의 제조 방법을 제공하는 것이다.

본 개시는, 체적 저항율이 7.0×10^{-3}Ω · cm 이하이며, 질소 농도가 1000ppm을 초과하며, 또한 4500ppm 이하의 범위 내인, SiC 성형체를 제공한다.

(52) CPC특허분류
C23C 16/52 (2018.01)
C23C 16/56 (2013.01)
(72) 발명자
쿠로야나기 아키히로
일본, 도쿄 1078636, 미나토구, 키타아오야마 1쵸메, 2-3, 씨/오 도까이 카본 가부시끼가이샤
야시키다 레이코
일본, 도쿄 1078636, 미나토구, 키타아오야마 1쵸메, 2-3, 씨/오 도까이 카본 가부시끼가이샤

명 세 서

청구범위

청구항 1

체적 저항율이 $7.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하이며,

질소 농도가 1000ppm을 초과하며, 또한 4500ppm 이하의 범위 내인,

SiC 성형체.

청구항 2

제1항에 있어서, 비행 시간형 2차 이온 질량 분석법에 의해 측정되는 SiN^- 피크 강도에 대한 CN^- 피크 강도의 비가 1.2 이상인, SiC 성형체.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 상기 체적 저항율이 $5.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하인, SiC 성형체.

청구항 4

제1항에 기재된 SiC 성형체의 제조 방법으로서,

반응실 내에, 기판을 준비하는 것과,

상기 반응실 내에, 규소 및 탄소를 포함하는 원료 가스와, 질소 함유 도펀트 가스와, 캐리어 가스와, 염화 수소 가스를 공급하고, 상기 기판 위에 SiC막을 형성하는 것과,

상기 SiC막으로부터 상기 기판을 제거하는 것을 포함하고,

상기 SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 상기 반응실 내의 상기 염화 수소 가스의 분압이, 1000Pa 이상인, SiC 성형체의 제조 방법.

발명의 설명

기 술 분 야

[0001] 본 개시는 SiC 성형체 및 SiC 성형체의 제조 방법에 관한 것이다.

배 경 기 술

[0002] 탄화 규소(SiC) 성형체의 중요한 특성의 일례는 전기 특성이다. 예를 들어 특정 저항률을 갖는 여러 가지 SiC 성형체가 제안되어 있다.

[0003] 하기 특허문헌 1은, CVD법에 의해 얻어진 탄화 규소체를 개시하고 있다. 탄화 규소체는, 0.1 내지 100ppm의 질소 원소를 포함하고, 0.01 내지 10Ω·cm의 비저항을 갖는다. 또한, 규소 이외의 금속 원소 함유량은, 10ppm 이하이다.

[0004] 하기 특허문헌 2는, 0.050Ω·cm 이하의 저항률을 갖는 다결정 SiC 성형체를 개시하고 있다.

선행기술문헌

특허문헌

[0005] (특허문헌 0001) 일본 특허 공개 제2001-220237호 공보

(특허문헌 0002) 일본 특허 공개 제2021-054667호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

[0006] 본 개시의 목적은, 저저항의 SiC 성형체 및 상기 SiC 성형체의 제조 방법을 제공하는 것이다.

과제의 해결 수단

[0007] 본 개시는 이하의 실시 형태를 포함한다.

[0008] <1> 체적 저항율이 $7.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하이며, 질소 농도가 1000ppm을 초과하며, 또한 4500ppm 이하의 범위 내인, SiC 성형체.

[0009] <2> 비행 시간형 2차 이온 질량 분석법에 의해 측정되는 SiN^- 피크 강도에 대한 CN^- 피크 강도의 비가 1.2 이상인, <1>에 기재된 SiC 성형체.

[0010] <3> 상기 체적 저항율이 $5.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하인, <1> 또는 <2>에 기재된 SiC 성형체.

[0011] <4> <1>에 기재된 SiC 성형체의 제조 방법이며, 반응실 내에, 기판을 준비하는 것과, 상기 반응실 내에, 규소 및 탄소를 포함하는 원료 가스와, 질소 함유 도펀트 가스와, 캐리어 가스와, 염화 수소 가스를 공급하고, 상기 기판 위에 SiC막을 형성하는 것과, 상기 SiC막으로부터 상기 기판을 제거하는 것을 포함하고, 상기 SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 상기 반응실 내의 상기 염화 수소 가스의 분압이, 1000Pa 이상인, SiC 성형체의 제조 방법.

발명의 효과

[0012] 본 개시의 일 실시 형태에 따르면, 저저항의 SiC 성형체가 제공된다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0013] 이하, 본 개시의 실시 형태에 대해서 상세하게 설명한다. 이하에 설명되는 실시 형태는, 본 개시의 취지를 일탈하지 않는 범위 내에서 적절히 변경되어도 된다.

[0014] 본 개시에 있어서, 서수사(예를 들어 "제1" 및 "제2")는 요소를 구별하기 위하여 사용되는 용어이며, 요소의 수량, 요소의 순서 및 요소의 우열을 제한하지 않는다.

[0015] 본 개시의 일 실시 형태에 따른 SiC 성형체는 다음의 특징을 갖는다. SiC 성형체의 체적 저항율이 $7.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하이며, 또한, SiC 성형체 중의 질소 농도가 1000ppm을 초과하며, 또한 4500ppm 이하의 범위 내이다. 이 실시 형태에 따르면, 저저항인 SiC 성형체가 제공된다. SiC 성형체는, 바람직하게는 다결정 SiC 성형체이다.

[0016] SiC 성형체의 체적 저항율은, $7.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하이다. SiC 성형체의 체적 저항율은, 바람직하게는 $5.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하, 보다 바람직하게는 $3.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하, 더욱 바람직하게는 $1.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 이하이다. 예를 들어 저저항의 SiC 성형체는, 플라스마 에칭 장치용 부재로의 사용에 적합하다. 저저항의 SiC 성형체를 얻는다는 목적에 있어서, 체적 저항율의 하한은 제한되지 않는다. 체적 저항율의 하한은, $0.1\times10^{-3}\Omega\cdot cm$, $0.3\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 또는 $0.5\times10^{-3}\Omega\cdot cm$이어도 된다. 예를 들어 체적 저항율은, $0.1\times10^{-3}\Omega\cdot cm$ 내지 $7.0\times10^{-3}\Omega\cdot cm$의 범위 내이어도 된다. 본 개시에 있어서, 체적 저항율은 4탐침법에 의해 측정된다. 측정 장치의 예로서는, "로레스타-GP MCT-T610"(미츠비시 케미컬 애널리텍 가부시키가이샤)을 들 수 있다.

[0017] SiC 성형체 중의 질소 농도는, 1000ppm을 초과하며, 또한 4500ppm 이하의 범위 내이다. SiC 성형체 중의 질소 농도가 높아지면, 체적 저항율은 낮아지는 경향이 있다. 체적 저항율의 저감 관점에서, 질소 농도는, 바람직하게는 1500pppm 이상, 보다 바람직하게는 2000ppm 이상, 더욱 바람직하게는 2500ppm 이상이다. 질소 농도의 상한은, 4000ppm, 3500pppm 또는 3000ppm이어도 된다. 본 개시에 있어서, 질소 농도는 2차 이온 질량 분석법(SIMS)에 의해 측정된다.

[0018] SiC 성형체에 관하여 비행 시간형 2차 이온 질량 분석법(TOF-SIMS)에 의해 측정되는 SiN^- 피크 강도에 대한 CN^- 피크 강도의 비가 커지면, 체적 저항율이 낮아지는 경향이 있다. TOF-SIMS는, 고체 시료에 일차 이온을 조사하고, 고체 시료 표면에서 방출되는 2차 이온을 검출하여, 고체 시료 표면을 분석하는 수법이다. 이하, "SiN^- 피크 강도에 대한 CN^- 피크 강도의 비"를 "CN^-/SiN^- 피크 강도비"라고 한다. 체적 저항율 저감의 관점에서, CN^-/SiN^- 피크 강도비는, 바람직하게는 1 이상, 보다 바람직하게는 1.2 이상, 더욱 바람직하게는 1.5 이상이다. 또한, CN^-/SiN^- 피크 강도비는, 바람직하게는 2.0 이상, 보다 바람직하게는 2.5 이상이다. 체적 저항율이 낮아지는 이유는 완전히 해명되어 있는 것은 아니지만, 체적 저항율의 저하는 다음과 같은 결정 구조의 차이에 기인한다고 추정된다. 일반적으로, SiC에 도입된 질소(N)는 SiC 결정에 있어서 규소(Si)의 위치와 비교하여 탄소(C)의 위치를 우선적으로 차지한다고 생각되고 있다. 이 경우, CN^-/SiN^- 피크 강도비는 작아지는 경향이 있다. 대조적으로, CN^-/SiN^- 피크 강도비의 증대는, SiC 결정에 있어서 질소(N)가 규소(Si)의 위치를 우선적으로 차지하는 것을 시사하고 있다. 혹은, 결정 구조 중의 원자의 위치가 약간 벗어나 있을 가능성도 있다. 상기와 같은 결정 구조의 차이가 에너지 준위에 영향을 부여함으로써 체적 저항율이 낮아진다고 추정된다. 목적으로 하는 체적 저항율을 갖는 SiC 성형체가 제공되는 한, CN^-/SiN^- 피크 강도비의 상한은 제한되지 않는다. CN^-/SiN^- 피크 강도비의 상한은, 3.0 또는 4.0이어도 된다. 예를 들어 CN^-/SiN^- 피크 강도비는, 1.0 내지 4.0의 범위 내이어도 된다.

[0019] SiC 성형체에 있어서의 Si:C 몰비는, 바람직하게는 49.00:51.00 내지 51.00:49.00이며, 보다 바람직하게는 49.50:50.50 내지 50.50:49.50이다. 본 개시에 있어서, Si:C 몰비는 2차 이온 질량 분석법(SIMS)에 의해 측정된다.

[0020] SiC 성형체의 형상은 제한되지 않는다. SiC 성형체의 형상은, 용도를 고려하여 결정되어도 된다. SiC 성형체는, 평판상의 SiC 성형체이어도 된다. SiC 성형체는, 원판상, 링상, 원통상 또는 막대 형상의 SiC 성형체이어도 된다. 원판상 또는 링상의 SiC 성형체 용도의 예로서는, 반도체 부재를 들 수 있다. 원통상 또는 막대 형상의 SiC 성형체 용도의 예로서는, 히터 구성 부재를 들 수 있다.

[0021] SiC 성형체의 두께는 제한되지 않는다. SiC 성형체의 두께는, 용도를 고려하여 결정되어도 된다. SiC 성형체의 두께는, 적어도 0.15㎜이어도 된다. SiC 성형체의 두께는, 적어도 0.35㎜이어도 된다. SiC 성형체의 두께는, 적어도 4㎜이어도 된다. SiC 성형체의 두께는, 0.1㎜ 내지 5㎜의 범위 내이어도 된다. SiC 성형체의 두께는, 0.2㎜ 내지 3㎜의 범위 내이어도 된다.

[0022] SiC 성형체의 용도는 제한되지 않는다. SiC 성형체 용도의 예로서는, 반도체 제조 장치용 부재를 들 수 있다. 반도체 제조 장치의 예로서는, 플라스마 에칭 장치 및 열처리 장치를 들 수 있다. 플라스마 에칭 장치용 부재의 예로서는, 에지링, 전극판 및 히터를 들 수 있다. 열처리 장치용 부재의 예로서는, 더미 웨이퍼를 들 수 있다. SiC 성형체 용도의 예로서는, 박막 형성 장치의 반응실용 부재도 들 수 있다. 박막 형성 장치의 예로서는, CVD 장치를 들 수 있다. CVD는, 화학 증착(Chemical Vapor Deposition)의 약칭이다.

[0023] 목적으로 하는 SiC 성형체가 얻어지는 한, SiC 성형체의 제조 방법은 제한되지 않는다. 예를 들어 SiC 성형체는, 화학 증착을 이용함으로써 제조된다. 바람직한 실시 형태에 있어서, SiC 성형체의 제조 방법은, (1) 반응실 내에, 기판을 준비하는 것과, (2) 상기 반응실 내에, 규소 및 탄소를 포함하는 원료 가스와, 질소 함유 도펀트 가스와, 캐리어 가스를 공급하고, 상기 기판 위에 SiC막을 형성하는 것과, (3) 상기 SiC막으로부터 상기 기판을 제거하는 것을 포함한다. 이하, 각 공정에 대하여 설명한다.

[0024] 이하, 공정 (1)에 대해서 설명한다. 공정 (1)은 반응실 내에, 기판을 준비하는 것을 포함한다.

[0025] 반응실 내에 배치되는 기판의 수는 제한되지 않는다. 1개의 반응실 내에, 1개 또는 복수의 기판이 배치되어도 된다.

[0026] 반응실은, 기판 상에 SiC막을 형성하는 반응을 행하기 위한 공간을 획정한다. 반응실을 포함하는 박막 형성 장치는, 공지된 CVD 장치로부터 선택되어도 된다. CVD 장치는, 핫 월형 CVD 장치 또는 콜드 월형 CVD 장치이어도 된다.

[0027] 기판은, 바람직하게는 흑연 기판이다. 기판의 형상 및 치수는, 목적으로 하는 SiC막의 형상 및 치수를 고려하여 결정되어도 된다. 기판은, 원판상의 기판이어도 된다. 기판의 두께는, 0.5㎜ 내지 100㎜의 범위 내이어도

된다.

[0028] 이하, 공정 (2)에 대해서 설명한다. 공정 (2)는 반응실 내에, 규소 및 탄소 모두를 포함하는 원료 가스와, 질소 함유 도펀트 가스와, 캐리어 가스를 공급하여, 기판 위에 SiC막을 형성하는 것을 포함한다. 이하, "규소 및 탄소 모두를 포함하는 원료 가스"를 단순히 "원료 가스"라고 하는 경우가 있고, "질소 함유 도펀트 가스"를 단순히 "도펀트 가스"라고 하는 경우가 있다.

[0029] 원료 가스는, 규소(Si) 및 탄소(C) 모두를 포함한다. 원료 가스는, SiC의 공급원이다. 규소(Si) 및 탄소(C) 모두를 포함하는 원료 가스의 종류는, 제한되지 않는다. 원료 가스는, 단일 성분 또는 다성분의 가스이어도 된다. 단일 성분의 가스의 예로서는, 규소-탄소 결합을 갖는 유기 규소 화합물을 들 수 있다. 규소-탄소 결합을 갖는 유기 규소 화합물의 예로서는, 메틸트리클로로실란, 트리클로로페닐실란, 디클로로메틸실란, 디클로로디메틸실란 및 클로로트리메틸실란을 들 수 있다. 단일 성분의 가스는, 바람직하게는 메틸트리클로로실란이다. 다성분의 가스의 예로서는, 규소 함유 화합물 및 탄소 함유 화합물 모두를 포함하는 혼합물을 들 수 있다. 규소 함유 화합물의 예로서는, 트리클로로실란 및 모노실란을 들 수 있다. 규소 함유 화합물은, 탄소를 포함하지 않는 화합물이어도 된다. 탄소 함유 화합물의 예로서는, 탄화 수소를 들 수 있다. 탄화 수소의 예로서는, 메탄, 에탄 및 프로판을 들 수 있다.

[0030] 도펀트 가스는, 질소(N)를 포함한다. 질소 함유 도펀트 가스의 예로서는, 질소 가스(N_2) 및 암모니아 가스(NH_3)를 들 수 있다. 도펀트 가스는, 바람직하게는 질소 가스이다.

[0031] 캐리어 가스의 예로서는, 수소 가스(H_2)를 들 수 있다.

[0032] 원료 가스, 도펀트 가스 및 캐리어 가스에 더하여, 다른 가스가 반응실 내에 공급되어도 된다. 다른 가스의 예로서는, 염화 수소(HCl) 가스를 들 수 있다. 염화 수소 가스의 사용은, SiC 성형체 중의 질소 농도의 증대 또는 SiC 성형체의 내산화성의 향상에 기여할 수 있다.

[0033] 적어도 하나의 가스는, 다른 가스와 따로따로 반응실 내에 공급되어도 된다. 적어도 2개의 가스는, 반응실로의 공급 전에 혼합되어도 된다. 후자의 경우, 적어도 2개의 가스를 포함하는 혼합 가스가 반응실 내에 공급된다. 예를 들어 혼합 가스는, 원료 가스, 도펀트 가스 및 캐리어 가스를 포함해도 된다. 예를 들어 혼합 가스는, 원료 가스, 도펀트 가스, 캐리어 가스 및 염화 수소 가스를 포함해도 된다. 혼합 가스를 구성하는 각 가스의 분압은, 다음 수치 범위 내에서 조절되어도 된다. 원료 가스의 분압은, 0.0030MPa 내지 0.0150MPa의 범위 내이어도 된다. 원료 가스의 분압의 하한은, 0.0030MPa, 0.0040MPa 또는 0.0050MPa이어도 된다. 원료 가스의 분압의 상한은, 0.0150MPa, 0.0130MPa 또는 0.0100MPa이어도 된다. 도펀트 가스의 분압은, 0.0100MPa 내지 0.0600MPa의 범위 내이어도 된다. 도펀트 가스의 분압의 하한은, 0.0100MPa, 0.0200MPa 또는 0.0300MPa이어도 된다. 도펀트 가스의 분압의 상한은, 0.0600MPa, 0.0500MPa 또는 0.0400MPa이어도 된다. 캐리어 가스의 분압은, 0.0300MPa 내지 0.1000MPa의 범위 내이어도 된다. 캐리어 가스의 분압의 하한은, 0.0300MPa, 0.0400MPa 또는 0.0500MPa이어도 된다. 캐리어 가스의 분압의 상한은, 0.1000MPa, 0.0800MPa 또는 0.0600MPa이어도 된다. 염화 수소 가스의 분압은, 0.0008MPa 내지 0.0020MPa의 범위 내이어도 된다. 염화 수소의 분압의 하한은, 0.0008MPa, 0.0009MPa 또는 0.0010MPa이어도 된다. 염화 수소의 분압의 상한은, 0.0020MPa, 0.0018MPa 또는 0.0015MPa이어도 된다.

[0034] 원료 가스 중의 규소(Si)에 대한 도펀트 가스 중의 질소(N)의 몰비는, 바람직하게는 4.0 내지 24.0, 보다 바람직하게는 5.0 내지 20.0, 더욱 바람직하게는 6.0 내지 16.0의 범위 내이다. 상기 몰비가 4.0 이상이면, SiC막에 도입되는 질소의 양이 많아진다. 상기 몰비가 24.0 이하이면, 생산성이 향상된다.

[0035] 기판의 표면적에 대한 반응실 내에 공급되는 모든 가스의 총유량의 비는, 바람직하게는 $0.007L/(min \cdot cm^2)$ 이하, 보다 바람직하게는 $0.006L/(min \cdot cm^2)$ 이하, 더욱 바람직하게는 $0.005L/(min \cdot cm^2)$ 이하이다. 기판의 표면적에 대하여 반응실 내에 공급되는 모든 가스의 총유량이 상대적으로 작아지면, SiC막에 도입되는 질소의 양이 많아지는 경향이 있다. 이 결과, SiC 성형체 중의 질소 농도가 높아지고, SiC 성형체의 체적 저항율도 낮아진다. 기판의 표면적에 대한 반응실 내에 공급되는 모든 가스의 총유량의 비의 하한은 제한되지 않는다. 하한은, $0.001L/(min \cdot cm^2)$ 또는 $0.003L/(min \cdot cm^2)$이어도 된다. 예를 들어 기판의 표면적에 대한 반응실 내에 공급되는 모든 가스의 총유량의 비는, $0.001L/(min \cdot cm^2)$ 내지 $0.007L/(min \cdot cm^2)$의 범위 내이어도 된다.

[0036] SiC막의 성막 속도는, 바람직하게는 10㎛/hr 내지 2000㎛/hr이다. SiC막의 성막 속도가 10㎛/hr 이상이면, 생

산성이 향상된다. SiC막의 성막 속도가 2000㎛/hr 이하이면, 결정 구조의 형성이 촉진되거나, 또는 결정 구조의 결함이 저감된다.

[0037] SiC막은, 바람직하게는 가열 처리에 의해 형성된다. SiC막은, 바람직하게는 1100℃ 내지 1900℃, 보다 바람직하게는 1200℃ 내지 1600℃의 범위 내의 온도에서 형성된다. 가열 처리는, 기판의 가열에 의해 실시되어도 된다. 상기와 같은 수치에 기초하여, 기판의 온도가 조절되어도 된다. 기판을 가열하는 방법의 예로서는, 저항 가열, 유도 가열 및 레이저 가열을 들 수 있다.

[0038] SiC막은, 바람직하게는 0.08MPa 내지 0.12MPa, 보다 바람직하게는 0.09MPa 내지 0.11MPa의 범위 내의 압력 하에서 형성된다. 상기와 같은 수치에 기초하여, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 압력이 조절된다.

[0039] SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 염화 수소 가스의 분압은, 바람직하게는 1000Pa 이상, 보다 바람직하게는 1500Pa 이상, 더욱 바람직하게는 2000Pa 이상이다. 반응실 내의 염화 수소 가스의 분압이 높아지면, 질소(N)에 의한 규소(Si)의 치환이 우세해진다. 이 결과, SiC 성형체의 체적 저항율이 저하된다. SiC 성형체의 내산화성 향상의 관점에서, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 염화 수소 가스의 분압은, 바람직하게는 3000Pa 이하이다. 예를 들어 SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 염화 수소 가스의 분압은, 1000Pa 내지 3000Pa의 범위 내이어도 된다. 본 개시에 있어서, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 염화 수소 가스의 분압은 가스 크로마토그래피를 이용함으로써 측정된다. 구체적으로, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실로부터 빼낸 가스를 가스 크로마토그래피에 의해 분석하고, 다음에 가스 중의 각 성분 농도 및 반응실 내의 압력에 기초하여, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 염화 수소 가스의 분압을 산출한다. "SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 염화 수소 가스"라고 하는 용어는, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내에 존재하는 모든 염화 수소 가스를 의미하고, SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내에 공급된 염화 수소 가스뿐만 아니라, 원료 가스의 분해에 의해 생긴 염화 수소 가스를 포함한다.

[0040] 이하, 공정 (3)에 대해서 설명한다. 공정 (3)은 SiC막으로부터 기판을 제거하는 것을 포함한다. 기판의 제거에 의해, SiC 성형체가 얻어진다.

[0041] 기판을 제거하는 방법은 제한되지 않는다. 기판을 제거하는 방법의 예로서는, 기계 가공 및 산화 등을 들 수 있다.

[0042] SiC 성형체의 제조 방법은, 필요에 따라, 다른 공정을 추가로 포함해도 된다. 어떤 실시 형태에 있어서, SiC 성형체의 제조 방법은, 공정 (2)와 공정 (3) 사이에, SiC막을 가공하는 것을 포함해도 된다. 가공의 예로서는, 기계 가공을 들 수 있다. SiC막은, 소정의 형상 또는 치수로 가공되어도 된다. SiC막의 가공에 있어서, SiC막과 함께 기판도 가공되어도 된다. 어떤 실시 형태에 있어서, SiC 성형체의 제조 방법은, 공정 (3) 다음에, SiC 성형체를 가공하는 것을 포함해도 된다. SiC 성형체는, 소정의 형상 또는 치수로 가공되어도 된다. SiC 성형체는, 표면 처리에 의해 가공되어도 된다. 표면 처리의 예로서는, 경면 마감을 들 수 있다.

[0043] **실시예**

[0044] 이하, 실시예에 기초하여 본 개시를 설명한다. 단, 본 개시는, 이하의 실시예로 제한되지 않는다. 하기의 기술적 사항은, 본 개시의 취지를 일탈하지 않는 범위 내에서 적절히 변경되어도 된다.

[0045] <실시예 1>

[0046] 160㎜의 직경 및 5㎜의 두께를 갖는 흑연 기판을 준비하였다.

[0047] 흑연 기판을, CVD 장치의 반응실 내에 배치하였다. 하기 가스 (A) 내지 (D)를 혼합하여, 혼합 가스를 생성하였다. 각 가스의 분압을 표 1에 나타낸다. 반응실 내에 혼합 가스를 공급한 후, 흑연 기판 위에 다결정 SiC막을 형성하였다. 다른 상세한 조건을 표 2에 나타낸다.

[0048] (A) 원료 가스: 메틸트리클로로실란(이하, "MTS"라고 한다.)

[0049] (B) 도펀트 가스: N_2

[0050] (C) 캐리어 가스: H_2

[0051] (D) 그 밖의 가스: 염화 수소(HCl)

[0052] 0.6㎜의 두께를 갖는 다결정 SiC막을 형성한 후, 반응실로부터 흑연 기판과 다결정 SiC막을 포함하는 적층체를 취출하였다. 적층체를 가공하고, 다음에 흑연 기판을 제거하여, 150㎜의 직경 및 0.6㎜의 두께를 갖는 다결정 SiC 성형체를 얻었다. 적층체의 가공에 있어서는, 적층체의 인연을 제거하고, 다음에 적층체를 분할하였다. 다결정 SiC 성형체는, 제1면 및 상기 제1면의 반대 측에 제2면을 갖는다. 다결정 SiC 성형체의 제1면 및 제2면은 서로 반대 방향을 향하고 있다. 다결정 SiC 성형체의 제1면은, 흑연 기판의 제거에 의해 노출된 다결정 SiC 성형체의 표면이다. 다결정 SiC 성형체의 제1면 및 제2면의 각각을 평면 연삭에 의해 적어도 50㎛ 연마하였다. 완성된 다결정 SiC 성형체는, 150㎜의 직경 및 0.5㎜의 두께를 갖는다.

[0053] <실시예 2 내지 10 및 비교예 1 내지 5>

[0054] 표 1 및 표 2의 기재에 따라 다결정 SiC막을 형성하는 조건을 변경한 것을 제외하고, 실시예 1에 기재된 방법에 따라 SiC 성형체를 얻었다.

[0055] <측정>

[0056] 상기 실시예 및 상기 비교예에서 얻어진 각 다결정 SiC 성형체의 특성을 조사하였다. 이하, 측정 방법 및 결과에 대하여 설명한다.

[0057] (질소 농도)

[0058] 2차 이온 질량 분석법에 의해, 다결정 SiC 성형체 중의 질소 농도를 측정하였다. 측정 장치로서 "SIMS-4000"(ATOMIKA)을 사용하였다. 측정 결과를 표 3에 나타낸다.

[0059] (CN^-/SiN^- 피크 강도비)

[0060] 비행 시간형 2차 이온 질량 분석법에 의해, SiN^- 피크 강도 및 CN^- 피크 강도를 측정하였다. 측정 장치로서 "TOF.SIMS5"(IONTOF GmbH)를 사용하였다. 측정 조건을 이하에 나타낸다. SiN^- 피크 강도에 대한 CN^- 피크 강도의 비를 산출하였다. 측정 결과를 표 3에 나타낸다.

[0061] (1) 일차 이온종: Bi^+

[0062] (2) 가속 전압: 30kV

[0063] (3) 측정 시야 사이즈: 200㎛×200㎛

[0064] (4) 픽셀수: 1024pixel×1024pixel

[0065] (5) 측정 이온종: 음이온

[0066] (체적 저항율)

[0067] 4탐침법에 의해, 다결정 SiC 성형체의 체적 저항율을 측정하였다. 측정 장치로서 "로레스타-GP MCT-T610"(미츠비시 케미컬 애널리텍 가부시키가이샤)을 사용하였다. 구체적으로, 측정 장치의 프로브를 다결정 SiC 성형체의 제1면에 접촉시켜 체적 저항율을 측정하였다. 측정 결과를 표 3에 나타낸다.

[0068] (산화 시험 후의 표면 조도 Sa)

[0069] 경면 마감에 의해 다결정 SiC 성형체의 표면 조도 Sa를 0.2±0.1㎚으로 조절하여, 분석면을 형성하였다. 다결정 SiC 성형체의 분석면을 노출시킨 상태에서, 칸탈로를 사용하여 950℃ 및 공기 분위기에서 1시간 열처리를 행하였다. 백색 간섭을 이용한 비접촉식 표면 조도 측정기를 사용하여, 시야 1.5㎜각, 배율 5배의 조건으로 산화 시험 후의 표면 조도 Sa를 측정하였다. 측정 결과를 표 2에 나타낸다. 산화 시험 전의 표면 조도 Sa와 산화 시험 후의 표면 조도 Sa의 차이가 작은 것은, 내산화성이 우수하다는 것을 나타낸다.

[0070] (Si:C 몰비)

[0071] 2차 이온 질량 분석법(SIMS)을 사용하고, 0.1㎛ 내지 8.0㎛의 깊이 방향 분석의 범위 내에서 다결정 SiC 성형체의 성분을 측정하여, Si:C 몰비를 측정하였다. 측정 결과를 표 3에 나타낸다.

표 1

[0072]

	조건 : 각 가스의 분압(MPa)			
	원료 가스 (MTS)	도펀트 가스 (N_2)	캐리어 가스 (H_2)	기타 가스 (HCl)
실시예 1	0.0050	0.0300	0.0600	0.0009
실시예 2	0.0050	0.0300	0.0600	0.0015
실시예 3	0.0040	0.0400	0.0600	0.0008
실시예 4	0.0050	0.0300	0.0600	0.0013
실시예 5	0.0130	0.0400	0.0500	0.0011
실시예 6	0.0130	0.0400	0.0500	0.0011
실시예 7	0.0130	0.0400	0.0500	0.0009
실시예 8	0.0090	0.0500	0.0400	0.0010
실시예 9	0.0050	0.0300	0.0600	0.0019
실시예 10	0.0040	0.0400	0.0600	0.0008
비교예 1	0.0050	0.0300	0.0600	0.0005
비교예 2	0.0060	0.0100	0.0800	0.0004
비교예 3	0.0050	0.0300	0.0600	0.0007
비교예 4	0.0050	0.0300	0.0600	0.0006
비교예 5	0.0060	0.0100	0.0800	0.0005

표 2

[0073]

	조건					
	반응 온도	도펀트 가스 중의 N/원료 가스 중의 Si 몰비	혼합 가스 유량/기판의 표면적	SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 반응실 내의 압력	SiC막을 형성하는 과정에 있어서의 염화수소 가스의 분압	성막 속도
	℃	-	L/(min·cm²)	MPa	Pa	μm/hr
실시예 1	1410	11.2	0.006	0.0959	1200	28
실시예 2	1410	11.2	0.005	0.0965	2133	25
실시예 3	1430	17.6	0.007	0.1048	1066	30
실시예 4	1410	10.4	0.005	0.0963	1733	26
실시예 5	1310	6.0	0.001	0.1041	1200	616
실시예 6	1260	6.0	0.001	0.1041	1333	452
실시예 7	1360	6.0	0.002	0.1039	1066	743
실시예 8	1400	10.0	0.007	0.1000	1066	1530
실시예 9	1410	12.4	0.005	0.0969	2666	20
실시예 10	1420	15.0	0.007	0.1048	1066	32
비교예 1	1410	11.2	0.008	0.0955	667	37
비교예 2	1420	6.6	0.010	0.0964	533	40
비교예 3	1410	11.2	0.009	0.0957	933	34
비교예 4	1380	11.6	0.010	0.0956	866	20
비교예 5	1450	6.6	0.015	0.0965	667	50

표 3

	측정				
	N 농도	CN^-/SiN^- 피크 강도비	체적 저항률	산화 시험 후 표면 조도Sa	Si:C 몰비
	ppm	-	Ω · cm	nm	-
실시예 1	1812	2.0	2.1×10^{-3}	0.19	50.12:49.88
실시예 2	2975	3.6	0.6×10^{-3}	0.22	49.95:50.05
실시예 3	1022	1.6	5.2×10^{-3}	0.18	50.22:49.78
실시예 4	2677	3.5	0.9×10^{-3}	0.21	49.98:50.02
실시예 5	1141	2.1	3.0×10^{-3}	0.20	50.25:49.75
실시예 6	1900	2.2	2.2×10^{-3}	0.17	50.27:49.73
실시예 7	1015	1.5	5.1×10^{-3}	0.15	50.21:49.79
실시예 8	1101	1.7	3.8×10^{-3}	0.16	50.15:49.85
실시예 9	3646	3.7	0.5×10^{-3}	0.25	49.90:50.10
실시예 10	1009	1.1	5.0×10^{-3}	0.18	50.23:49.77
비교예 1	400	1.0	13.3×10^{-3}	0.16	50.40:49.60
비교예 2	365	1.0	15.0×10^{-3}	0.15	50.38:49.62
비교예 3	750	1.1	7.9×10^{-3}	0.18	50.15:49.85
비교예 4	585	1.1	8.3×10^{-3}	0.17	50.21:49.79
비교예 5	486	1.0	10.2×10^{-3}	0.18	50.17:49.83

[0074]

[0075] (결과의 고찰)

[0076] 실시예 1 내지 10에서 얻어진 다결정 SiC 성형체의 체적 저항율은, 7.0×10^{-3}Ω · cm 이하이다. 대조적으로, 비교예 1 내지 5에서 얻어진 다결정 SiC 성형체의 저항률은, 7.0×10^{-3}Ω · cm을 초과하였다.