

(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2009-289960

(P2009-289960A)

(43) 公開日 平成21年12月10日(2009.12.10)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H O 1 L 21/304 (2006.01)	H O 1 L 21/304 6 4 7 Z	4 K O 3 O
C 2 3 C 16/44 (2006.01)	H O 1 L 21/304 6 4 8 G	5 F 1 5 7
	C 2 3 C 16/44 J	

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 11 頁)

(21) 出願番号 特願2008-140714 (P2008-140714)
 (22) 出願日 平成20年5月29日 (2008.5.29)

(71) 出願人 000219967
 東京エレクトロン株式会社
 東京都港区赤坂五丁目3番1号
 (74) 代理人 100095407
 弁理士 木村 満
 (72) 発明者 加藤 寿
 東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
 zタワー 東京エレクトロン株式会社内
 (72) 発明者 岡部 庸之
 東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
 zタワー 東京エレクトロン株式会社内
 (72) 発明者 織戸 康一
 東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂B i
 zタワー 東京エレクトロン株式会社内

最終頁に続く

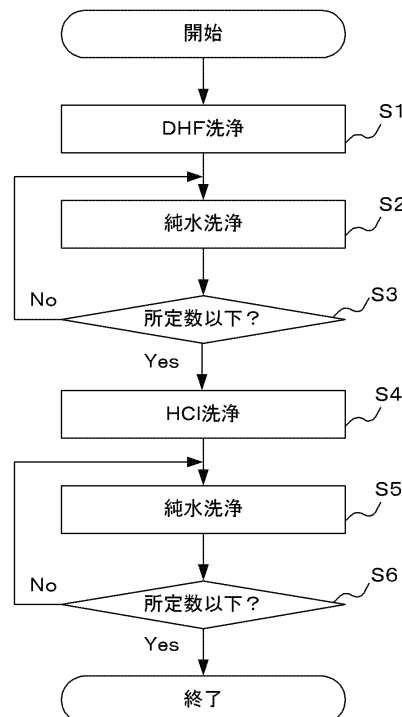
(54) 【発明の名称】 石英部材の洗浄方法及び洗浄システム

(57) 【要約】

【課題】より多くの汚染物質を除去可能な石英部材の洗浄方法及び洗浄システムを提供する。

【解決手段】まず、石英部材を希フッ酸(DHF)で洗浄する。次に、DHFにより洗浄された石英部材を純水で洗浄する。続いて、純水による洗浄を終了するか否かを判別する。終了しないと判別すると、再び、石英部材を純水で洗浄する。終了すると判別すると、純水で洗浄された石英部材を塩酸(HCl)で洗浄する。次に、HClで洗浄された石英部材を純水で洗浄する。続いて、純水による洗浄を終了するか否かを判別する。終了しないと判別すると、再び、石英部材を純水で洗浄する。終了すると判別すると、石英部材の洗浄を終了する。

【選択図】図2



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

石英部材を希フッ酸で洗浄する希フッ酸洗浄工程と、
前記希フッ酸洗浄工程により洗浄された石英部材を純水で洗浄する第 1 の純水洗浄工程と、

前記第 1 の純水洗浄工程により洗浄された石英部材を塩酸で洗浄する塩酸洗浄工程と、
前記塩酸洗浄工程により洗浄された石英部材を純水で洗浄する第 2 の純水洗浄工程と、
を備える、ことを特徴とする石英部材の洗浄方法。

【請求項 2】

前記第 1 の純水洗浄工程および前記第 2 の純水洗浄工程では、純水が収容された洗浄槽に前記石英部材を投入し、当該洗浄槽中に前記石英部材を所定時間浸漬させることにより、前記石英部材を純水で洗浄する、ことを特徴とする請求項 1 に記載の石英部材の洗浄方法。

10

【請求項 3】

前記第 1 の純水洗浄工程後に、前記洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別する第 1 の判別工程をさらに備え、

前記第 1 の判別工程により排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別されると、前記第 1 の純水洗浄工程を再度行う、ことを特徴とする請求項 2 に記載の石英部材の洗浄方法。

20

【請求項 4】

前記第 2 の純水洗浄工程後に、前記洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別する第 2 の判別工程をさらに備え、

前記第 2 の判別工程により排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別されると、前記第 2 の純水洗浄工程、または、前記塩酸洗浄工程および前記第 2 の純水洗浄工程を再度行う、ことを特徴とする請求項 2 または 3 に記載の石英部材の洗浄方法。

【請求項 5】

前記塩酸洗浄工程では、前記石英部材を洗浄する塩酸の濃度を 1 ~ 30 重量% に設定する、ことを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 項に記載の石英部材の洗浄方法。

30

【請求項 6】

石英部材を希フッ酸で洗浄する希フッ酸洗浄装置と、

石英部材を塩酸で洗浄する塩酸洗浄装置と、

前記希フッ酸洗浄装置または前記塩酸洗浄装置により洗浄された石英部材を純水で洗浄する純水洗浄装置と、

システムの各部を制御する制御部と、を備え、

前記制御部は、希フッ酸洗浄装置を制御して石英部材を希フッ酸で洗浄した後、純水洗浄装置を制御して希フッ酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄し、さらに、塩酸洗浄装置を制御して前記純水で洗浄された石英部材を塩酸で洗浄した後、純水洗浄装置を制御して塩酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄する、ことを特徴とする石英部材の洗浄システム

40

【請求項 7】

前記純水洗浄装置は、純水が収容された洗浄槽を備え、

前記洗浄槽に前記石英部材を投入し、当該洗浄槽中に前記石英部材を所定時間浸漬させることにより、前記石英部材を純水で洗浄する、ことを特徴とする請求項 6 に記載の石英部材の洗浄システム。

【請求項 8】

前記純水洗浄装置の洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定する測定装置をさらに備え、

前記制御部は、前記測定装置により測定された排液中に含まれるパーティクルの数が所

50

定数より多いか否かを判別し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別すると、純水洗浄装置を制御して希フッ酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄する、ことを特徴とする請求項 7 に記載の石英部材の洗浄システム。

【請求項 9】

前記純水洗浄装置の洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定する測定装置をさらに備え、

前記制御部は、前記測定装置により測定された排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別すると、純水洗浄装置を制御して塩酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄、または、塩酸洗浄装置を制御して石英部材を塩酸で洗浄した後、純水洗浄装置を制御して塩酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄する、ことを特徴とする請求項 7 または 8 に記載の石英部材の洗浄システム。

10

【請求項 10】

前記塩酸洗浄装置は、前記石英部材を洗浄する塩酸の濃度を 1 ~ 30 重量% に設定されている、ことを特徴とする請求項 6 乃至 9 のいずれか 1 項に記載の石英部材の洗浄システム。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、石英部材の洗浄方法及び洗浄システムに関する。

20

【背景技術】

【0002】

半導体装置の高集積化に伴うデバイスパターンの微細化により、半導体ウエハに付着した汚染物質に対する許容範囲が厳しくなっている。このため、石英から構成された石英治具のような石英部材を、薄膜形成装置に使用する前には、石英表面に付着した汚染物質、例えば、金属不純物を除去する、石英部材の洗浄が行われている。

【0003】

石英部材の洗浄には、例えば、フッ酸 (HF) を純水で希釈した希フッ酸 (DHF) を用いて洗浄した後、純水で洗浄する DHF 洗浄が用いられている。また、特許文献 1 では、酸洗浄後に 30 ~ 70 の純水中で超音波洗浄を行い、金属不純物の除去を行う石英ガラス治具または部材の洗浄方法が提案されています。

30

【特許文献 1】特開 2006 - 188419 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかし、石英部材を DHF 洗浄をしても、石英部材の表面には、金属不純物が付着しやすい。これは、石英バルク中に含有される金属、例えば、アルミニウム (Al) が DHF 洗浄液中に溶出し、これが石英部材の表面に付着し、さらに水洗後の石英部材の表面に $Al(OH)_3$ の形で再付着されるためと考えられる。

【0005】

40

このように $Al(OH)_3$ が付着した状態の石英部材を使用して、被処理体、例えば、半導体ウエハに薄膜を形成すると、例えば、300 以上の加熱により $Al(OH)_3$ が Al_2O_3 に変わり、この Al_2O_3 が炉内に拡散して半導体ウエハ上に Al が付着してしまう。このため、より多くの汚染物質を除去可能な石英部材の洗浄方法及び洗浄システムが求められている。

【0006】

本発明は、上記問題に鑑みてなされたものであり、より多くの汚染物質を除去可能な石英部材の洗浄方法及び洗浄システムを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

50

上記目的を達成するため、本発明の第1の観点にかかる石英部材の洗浄方法は、
石英部材を希フッ酸で洗浄する希フッ酸洗浄工程と、
前記希フッ酸洗浄工程により洗浄された石英部材を純水で洗浄する第1の純水洗浄工程と、

前記第1の純水洗浄工程により洗浄された石英部材を塩酸で洗浄する塩酸洗浄工程と、
前記塩酸洗浄工程により洗浄された石英部材を純水で洗浄する第2の純水洗浄工程と、
を備える、ことを特徴とする。

【0008】

前記第1の純水洗浄工程および前記第2の純水洗浄工程では、例えば、純水が収容された洗浄槽に前記石英部材を投入し、当該洗浄槽中に前記石英部材を所定時間浸漬させることにより、前記石英部材を純水で洗浄する。

10

【0009】

前記第1の純水洗浄工程後に、前記洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別する第1の判別工程をさらに備え、

前記第1の判別工程により排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別されると、前記第1の純水洗浄工程を再度行ってもよい。

【0010】

前記第2の純水洗浄工程後に、前記洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別する第2の判別工程をさらに備え、

20

前記第2の判別工程により排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別されると、前記第2の純水洗浄工程、または、前記塩酸洗浄工程および前記第2の純水洗浄工程を再度行ってもよい。

【0011】

前記塩酸洗浄工程では、例えば、前記石英部材を洗浄する塩酸の濃度を1～30重量%に設定する。

【0012】

本発明の第2の観点にかかる石英部材の洗浄システムは、
石英部材を希フッ酸で洗浄する希フッ酸洗浄装置と、

30

石英部材を塩酸で洗浄する塩酸洗浄装置と、

前記希フッ酸洗浄装置または前記塩酸洗浄装置により洗浄された石英部材を純水で洗浄する純水洗浄装置と、

システムの各部を制御する制御部と、を備え、

前記制御部は、希フッ酸洗浄装置を制御して石英部材を希フッ酸で洗浄した後、純水洗浄装置を制御して希フッ酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄し、さらに、塩酸洗浄装置を制御して前記純水で洗浄された石英部材を塩酸で洗浄した後、純水洗浄装置を制御して塩酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄する、ことを特徴とする。

【0013】

前記純水洗浄装置は、純水が収容された洗浄槽を備えてもよい。この場合、前記洗浄槽に前記石英部材を投入し、当該洗浄槽中に前記石英部材を所定時間浸漬させることにより、前記石英部材を純水で洗浄する。

40

【0014】

前記純水洗浄装置の洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定する測定装置をさらに備え、

前記制御部は、前記測定装置により測定された排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別すると、純水洗浄装置を制御して希フッ酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄してもよい。

【0015】

50

前記純水洗浄装置の洗浄槽内から排出される排液中に含まれるパーティクルの数を測定する測定装置をさらに備え、

前記制御部は、前記測定装置により測定された排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いか否かを判別し、排液中に含まれるパーティクルの数が所定数より多いと判別すると、純水洗浄装置を制御して塩酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄、または、塩酸洗浄装置を制御して石英部材を塩酸で洗浄した後、純水洗浄装置を制御して塩酸で洗浄された石英部材を純水で洗浄してもよい。

【0016】

前記塩酸洗浄装置は、例えば、前記石英部材を洗浄する塩酸の濃度を1～30重量%に設定されている。

【発明の効果】

【0017】

本発明によれば、より多くの汚染物質を除去することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明の石英部材の洗浄方法及び洗浄システムについて説明する。本実施の形態では、石英部材として、薄膜形成装置の反応管を構成する石英チューブを用いた場合を例に、本発明の石英部材の洗浄方法及び洗浄システムについて説明する。また、本実施の形態では、汚染物質としてアルミニウム不純物を除去する場合を例に本発明を説明する。図1(a)～図1(c)に、本発明の石英部材の洗浄システム1を構成する各装置の一例を示す。

【0019】

図1に示すように、石英部材の洗浄システム1は、希フッ酸(DHF: Diluted Hydrofluoric Acid)を用いて石英チューブ2を洗浄するDHF洗浄装置3(図1(a))と、純水を用いて石英チューブ2を洗浄する純水洗浄装置4(図1(b))と、塩酸(HCl)により石英チューブ2を洗浄するHCl洗浄装置5(図1(c))と、を備えている。

【0020】

なお、本実施の形態では、石英部材の洗浄システム1が、DHF洗浄装置3、純水洗浄装置4、および、HCl洗浄装置5の3つの洗浄装置を備える場合を例に本発明を説明するが、例えば、DHF洗浄装置3と純水洗浄装置4と同じ洗浄装置を用いてもよい。この場合、この洗浄装置は、DHF、または、純水を用いて石英チューブ2を洗浄することができる。また、純水洗浄装置4とHCl洗浄装置5と同じ洗浄装置を用いてもよい。これらの場合、本発明の石英部材の洗浄システム1は、2つの洗浄装置を備えている。

【0021】

図1(a)に示すように、DHF洗浄装置3は、DHFを収容する洗浄槽31を備えている。洗浄槽31は、金属汚染源とならない材料から構成されていればよく、例えば、合成樹脂、ガラス、セラミック等から構成されている。洗浄槽31の上方には、所定の濃度に調整されたDHFを供給するDHF供給源32と、DHF供給源32から供給されるDHFの量を制御するバルブ33が設けられている。このため、DHF供給源32からバルブ33を介して所定量のDHFが洗浄槽31に供給される。

【0022】

DHF洗浄装置3の洗浄槽31の底面には排気管34が設けられ、排気管34から洗浄槽31内のDHFの廃液が排出される。排気管34には、その上流側からポンプ35、フィルタ36、および、バルブ37が介設されている。ポンプ35は、排気管34を介して洗浄槽31のDHFの廃液を排出する。フィルタ36は、排気管34を介して排出されるDHFの廃液から金属不純物等の汚染物質を除去する。バルブ37は、その開度を制御して排気管34から排出されるDHFの廃液の量を調整する。なお、DHF洗浄装置3は、フィルタ36等により汚染物質が除去されたDHFの廃液を再利用するように構成してもよい。

【0023】

10

20

30

40

50

図1(b)に示すように、純水洗浄装置4は、純水を収容する洗浄槽41を備えている。洗浄槽41は、洗浄槽31と同様に、金属汚染源とならない材料、例えば、合成樹脂、ガラス、セラミック等から構成されている。洗浄槽41の上方には、純水を供給する純水供給源42と、純水供給源42から供給される純水の量を制御するバルブ43が設けられている。このため、純水供給源42からバルブ43を介して所定量の純水が洗浄槽41に供給される。

【0024】

純水洗浄装置4の洗浄槽41の底面には排気管44が設けられ、排気管44から洗浄槽41内の廃液が排出される。排気管44には、排気管34と同様に、その上流側からポンプ45、フィルタ46、および、バルブ47が介設されている。

10

【0025】

また、排気管44には、洗浄槽41からの廃液を測定装置、例えば、パーティクルカウンタに導くバイパス48が設けられている。パーティクルカウンタでは、このバイパス48から供給された廃液に含まれるパーティクルの量(数)を測定する。この測定されたパーティクルの数に基づいて、後述するように、DHF洗浄、およびHCl洗浄の終了の有無が判別される。

【0026】

図1(c)に示すように、HCl洗浄装置5は、HClを収容する洗浄槽51を備えている。洗浄槽51は、洗浄槽31と同様に、金属汚染源とならない材料、例えば、合成樹脂、ガラス、セラミック等から構成されている。洗浄槽51の上方には、所定の濃度に調整されたHClを供給するHCl供給源52と、HCl供給源52から供給されるHClの量を制御するバルブ53が設けられている。このため、HCl供給源52からバルブ53を介して所定量のHClが洗浄槽51に供給される。

20

【0027】

HCl洗浄装置5の洗浄槽51の底面には排気管54が設けられ、排気管54から洗浄槽51内のHClの廃液が排出される。排気管54には、排気管34と同様に、その上流側からポンプ55、フィルタ56、および、バルブ57が介設されている。

【0028】

また、石英部材の洗浄システム1には、図示しない搬送装置が設けられている。搬送装置は、DHF洗浄装置3、純水洗浄装置4、および、HCl洗浄装置5間で、石英チューブ2のような石英部材を搬送可能な構造であればよく、各種の搬送装置を用いることができる。例えば、DHF洗浄装置3では、搬送装置は、石英チューブ2をDHF洗浄装置3の洗浄槽31に搬入し、この洗浄槽31中に石英チューブ2を所定時間浸漬するように保持し、石英チューブ2をDHF洗浄装置3の洗浄槽31から搬出する。

30

【0029】

DHF洗浄装置3、純水洗浄装置4、HCl洗浄装置5、図示しない搬送装置および測定装置には、図示しない制御部が接続されている。制御部は、マイクロプロセッサ、プロセッサコントローラ等から構成され、上記各装置に制御信号等を出し、石英部材の洗浄システム1の各部を制御する。

【0030】

次に、本発明の石英部材の洗浄方法について説明する。本発明の石英部材の洗浄方法は、石英部材(石英チューブ2)に、DHF洗浄および純水洗浄を行った後、さらにHCl洗浄および純水洗浄を行う洗浄方法である。図2は、石英部材の洗浄方法の手順を説明するためのフローチャートである。なお、以下の説明において、石英部材の洗浄システム1の各装置の動作は、図示しない制御部によりコントロールされている。また、本実施の形態では、純水洗浄後の廃液中に含まれるパーティクルの数が所定数以下になると、純水洗浄を終了する場合を例に本発明を説明する。

40

【0031】

まず、洗浄の対象である石英チューブ2をDHF洗浄する(ステップS1)。具体的には、DHF洗浄装置3(バルブ33)を制御して、DHF洗浄装置3の洗浄槽31に所定

50

の濃度に調整されたDHFを供給する。また、搬送装置を制御して、洗浄の対象である石英チューブ2をDHF洗浄装置3に搬送する。次に、搬送した石英チューブ2をDHFで満たされた洗浄槽31に搬入(投入)し、この洗浄槽31中に石英チューブ2が所定時間浸漬されるように保持する。洗浄槽31中に石英チューブ2が所定時間浸漬されることにより、石英チューブ2のDHF洗浄が終了する。

【0032】

次に、DHF洗浄された石英チューブ2を純水洗浄する(ステップS2)。まず、搬送装置を制御して、DHF洗浄された石英チューブ2を洗浄槽31から取り出し、純水洗浄装置4に搬送する。また、純水洗浄装置4(バルブ43)を制御して、純水洗浄装置4の洗浄槽41に純水を供給する。次に、搬送した石英チューブ2を純水で満たされた洗浄槽41に投入し、この洗浄槽41中に石英チューブ2が所定時間浸漬されるように保持する。

10

【0033】

続いて、この純水洗浄を終了してもよいか否かを判別する(ステップS3)。すなわち、純水洗浄後の廃液中に含まれるパーティクルの数が所定数以下であるか否かを判別する。まず、搬送装置を制御して、純水洗浄された石英チューブ2を洗浄槽41から取り出す。また、純水洗浄装置4のポンプ45およびバルブ47を制御して洗浄槽41内の排液を排気管4に排出するとともに、所定量の廃液をバイパス48を介して測定装置(パーティクルカウンタ)に供給する。廃液のがパーティクルカウンタに供給されると、パーティクルカウンタを制御して、供給された廃液に含まれるパーティクルの数を測定させる。制御部は、この測定されたパーティクルの数に基づいて、この純水洗浄を終了してもよいか否かを判別する。

20

【0034】

パーティクルの数が所定数より多いと判別すると(ステップS3; No)、ステップS2に戻り、再び純水洗浄を行う。すなわち、純水洗浄装置4(バルブ43)を制御して、純水洗浄装置4の洗浄槽41に純水を供給し、搬送した石英チューブ2を純水で満たされた洗浄槽41に投入し、この洗浄槽41中に石英チューブ2が所定時間浸漬されるように保持する。

【0035】

パーティクルの数が所定数以下と判別すると(ステップS3; Yes)、純水洗浄された石英チューブ2をHCl洗浄する(ステップS4)。具体的には、HCl洗浄装置5(バルブ53)を制御して、HCl洗浄装置5の洗浄槽51に所定の濃度に調整されたHClを供給する。また、搬送装置を制御して、純水洗浄された石英チューブ2をHCl洗浄装置5に搬送する。次に、搬送した石英チューブ2をHClで満たされた洗浄槽51に投入し、この洗浄槽51中に石英チューブ2が所定時間浸漬されるように保持する。洗浄槽51中に石英チューブ2が所定時間浸漬されることにより、石英チューブ2のHCl洗浄が終了する。

30

【0036】

ここで、HCl洗浄装置5の洗浄槽51に供給されるHClの濃度は、石英チューブ2の表面に付着されるAl等の金属不純物を除去できるとともに、材料である石英をエッチングしない程度の濃度であればよく、例えば、1~30重量%であることが好ましく、5~15重量%であることがさらに好ましい。

40

【0037】

次に、HCl洗浄された石英チューブ2を純水洗浄する(ステップS5)。まず、搬送装置を制御して、HCl洗浄された石英チューブ2を洗浄槽51から取り出し、純水洗浄装置4に搬送する。また、純水洗浄装置4(バルブ43)を制御して、純水洗浄装置4の洗浄槽41に純水を供給する。次に、搬送した石英チューブ2を純水で満たされた洗浄槽41に投入し、この洗浄槽41中に石英チューブ2が所定時間浸漬されるように保持する。

【0038】

50

続いて、純水洗浄後の廃液中に含まれるパーティクルの数が所定数以下であるか否かを判別する（ステップ S 6）。すなわち、ステップ S 3 と同様に、洗浄槽 4 1 内の排液を排気管 4 に排出するとともに、所定量の廃液をバイパス 4 8 を介してパーティクルカウンタに供給し、供給された廃液に含まれるパーティクルの数をパーティクルカウンタに測定させる。制御部は、この測定されたパーティクルの数に基づいて、この純水洗浄を終了してもよいか否かを判別する。

【 0 0 3 9 】

パーティクルの数が所定数より多いと判別すると（ステップ S 6 ; N o）、ステップ S 5 に戻り、再び純水洗浄を行う。すなわち、純水洗浄装置 4（バルブ 4 3）を制御して、純水洗浄装置 4 の洗浄槽 4 1 に純水を供給し、搬送した石英チューブ 2 を純水で満たされた洗浄槽 4 1 に投入し、この洗浄槽 4 1 中に石英チューブ 2 が所定時間浸漬されるように保持する。

10

【 0 0 4 0 】

ここで、パーティクルの数が所定数より多いと判別したとき（ステップ S 6 ; N o）、ステップ S 5 に戻って再び純水洗浄を行うのではなく、図 3 に示すように、ステップ S 4 に戻って H C l 洗浄（ステップ S 4）および純水洗浄（ステップ S 5）を行ってもよい。この場合、さらに多くの汚染物質を除去することができる。

【 0 0 4 1 】

一方、パーティクルの数が所定数以下と判別すると（ステップ S 6 ; Y e s）、この処理を終了する。

20

【 0 0 4 2 】

次に、本発明の効果を確認するため、アルミニウム汚染させた合成石英ウエハについて、図 4 に示す工程を実施した、実施例 1、2、比較例 1 ~ 3 の最終工程後の廃液に含まれるアルミニウムの数（atoms/cm²）を測定した。結果を図 5 に示す。なお、合成石英中にはアルミニウムが含まれないことから、本例では H C l 洗浄、および、純水洗浄を行うことによる効果の確認を行った。また、実施例 1、2 では H C l の濃度を 1 0 重量%として H C l 洗浄を行った。

【 0 0 4 3 】

図 5 に示すように、H C l 洗浄および純水洗浄を行うことにより最終工程後の廃液に含まれるアルミニウムの数が少なくなることが確認できた。また、実施例 1、2 に示すように、H C l 洗浄および純水洗浄を複数回行うことにより、最終工程後の廃液に含まれるアルミニウムの数が大きく減少することが確認できた。

30

【 0 0 4 4 】

なお、比較例 1 ~ 3 に示すように、H C l 洗浄を行わずに純水洗浄を複数回行うことによっても最終工程後の廃液に含まれるアルミニウムの数を減少することはできるが、比較例 3 の数値を見ると、所定数（本例では 5×10^{10} 程度）までしか減少させることができず、さらに少なくすることは困難であると考えられる。このため、さらに減少させるには、H C l 洗浄および純水洗浄を行うことが必要であることが確認できた。

【 0 0 4 5 】

以上説明したように、本実施の形態によれば、石英チューブ 2 に、D H F 洗浄および純水洗浄を行った後、さらに H C l 洗浄および純水洗浄を行うことにより、より多くのアルミニウムを除去することができる。このため、この方法により、より多くの汚染物質を除去することができる。

40

【 0 0 4 6 】

なお、本発明は、上記の実施の形態に限られず、種々の変形、応用が可能である。以下、本発明に適用可能な他の実施の形態について説明する。

【 0 0 4 7 】

上記実施の形態では、汚染物質がアルミニウムの場合を例に本発明を説明したが、汚染物質はアルミニウムに限定されるものではない。汚染物質として、ナトリウム（N a）、マグネシウム（M g）、鉄（F e）、チタン（T i）、クロム（C r）等についても同様

50

の試験を行ったところ、同様の傾向を有することが確認できた。

【0048】

上記実施の形態では、純水洗浄において、純水を満たした洗浄槽41に石英チューブ2を投入し、この洗浄槽41中に石英チューブ2が所定時間浸漬されるように保持する場合を例に本発明を説明したが、例えば、純水により石英チューブ2を洗浄可能であればよく、例えば、石英チューブ2に純水のシャワーをかけることにより純水洗浄してもよい。

【0049】

上記実施の形態では、純水洗浄を終了してもよいか否かを純水洗浄後の廃液中に含まれるパーティクルの数により判断する場合を例に本発明を説明したが、他の種々の方法により定めてもよい。

【0050】

上記実施の形態では、石英部材が石英チューブ2の場合を例に本発明を説明したが、石英部材は、石英より構成された部材であればよく、石英チューブ2に限定されるものではない。例えば、バッチ式縦型熱処理装置に用いられる石英部材としては、石英チューブ2の他、ウエハポート、保温筒等がある。

【0051】

上記実施の形態では、所定の濃度に調整されたDHFを供給するDHF供給源32を用いた場合を例に本発明を説明したが、例えば、純水供給源とHF供給源とを設け、DHFの濃度を調整するようにしてもよい。また、所定の濃度に調整されたHClを供給するHCl供給源52についても、純水供給源とHCl供給源とを設け、HClの濃度を調整する

【0052】

上記実施の形態では、純水洗浄後に、この純水洗浄を終了してもよいか否かを判別する場合を例に本発明を説明したが、純水洗浄を終了してもよいか否かを判別することなく、純水洗浄を終了してもよい。

【図面の簡単な説明】

【0053】

【図1】本発明の石英部材の洗浄システム1を構成する各装置の一例を示す図である。

【図2】石英部材の洗浄方法の手順を説明するためのフローチャートである。

【図3】他の石英部材の洗浄方法の手順を説明するためのフローチャートである。

【図4】実施例1、2、および、比較例1～3の各工程を説明するための図である。

【図5】実施例1、2、および、比較例1～3の最終工程後の廃液に含まれるアルミニウム

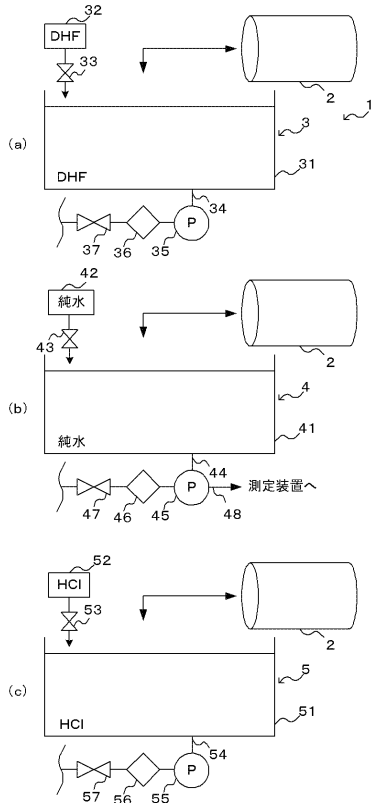
の数を示す図である。

【符号の説明】

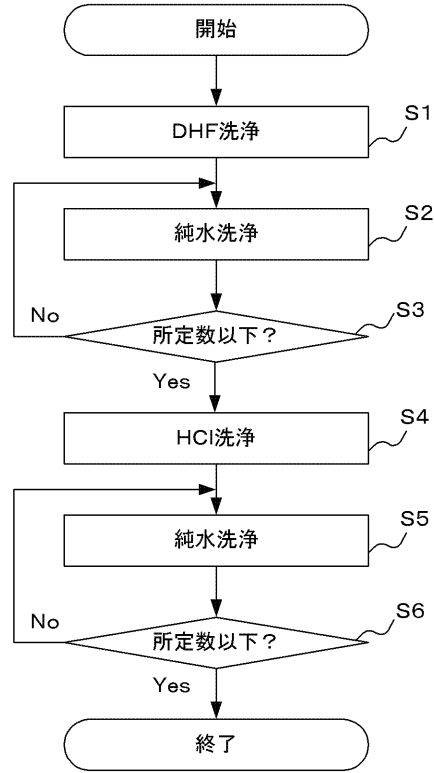
【0054】

- 1 石英部材の洗浄システム
- 2 石英チューブ
- 3 DHF洗浄装置
- 4 純水洗浄装置
- 5 HCl洗浄装置
- 31、41、51 洗浄槽
- 32 DHF供給源
- 42 純水供給源
- 52 HCl供給源
- 33、37、43、47、53、57 バルブ
- 34、44、54 排気管
- 35、45、55 ポンプ
- 36、46、56 フィルタ
- 48 バイパス

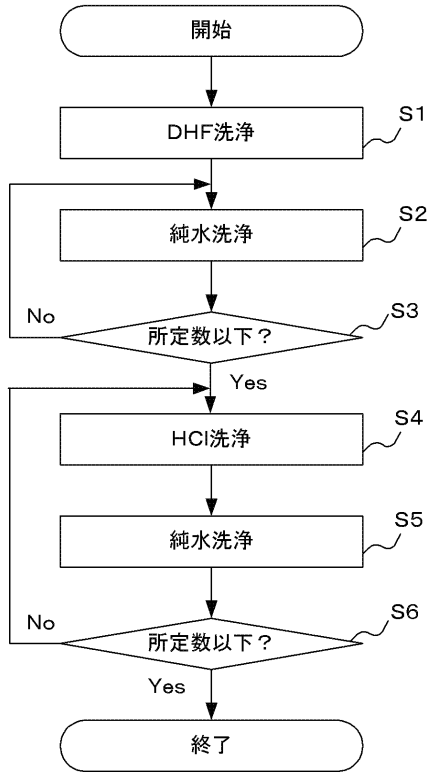
【図1】



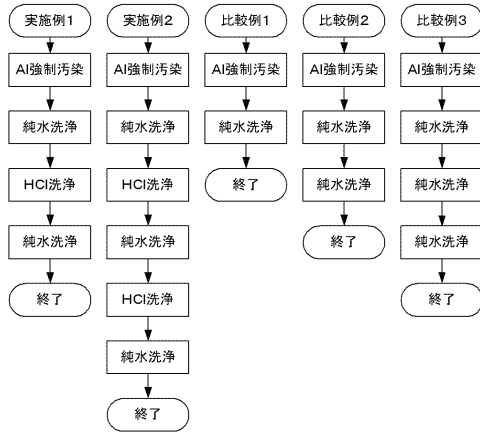
【図2】



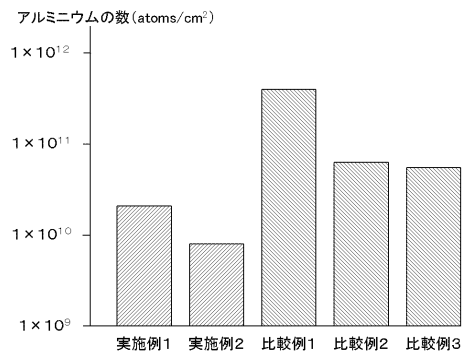
【図3】



【図4】



【図5】



フロントページの続き

(72)発明者 千葉 貴司

東京都港区赤坂五丁目3番1号 赤坂Bizタワー 東京エレクトロン株式会社内

Fターム(参考) 4K030 CA04 CA12 DA06 KA09 LA15

5F157 AA73 AC01 AC02 AC55 BB03 BC02 BC03 BE12 BE44 BE46

CB03 CB32 CD15 CE05 CE08 CF62 DB03 DB51 DC90