

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3790029号
(P3790029)

(45) 発行日 平成18年6月28日(2006.6.28)

(24) 登録日 平成18年4月7日(2006.4.7)

(51) Int. Cl.		F I		
C 3 O B	29/36	(2006.01)	C 3 O B	29/36 A
C 2 3 C	16/42	(2006.01)	C 2 3 C	16/42
C 3 O B	25/00	(2006.01)	C 3 O B	25/00
H O 1 L	21/66	(2006.01)	H O 1 L	21/66 Y

請求項の数 1 (全 7 頁)

(21) 出願番号	特願平9-283004	(73) 特許権者	000219576 東海カーボン株式会社 東京都港区北青山1丁目2番3号
(22) 出願日	平成9年9月30日(1997.9.30)	(73) 特許権者	000000044 旭硝子株式会社 東京都千代田区有楽町一丁目12番1号
(65) 公開番号	特開平11-106298	(74) 代理人	100071663 弁理士 福田 保夫
(43) 公開日	平成11年4月20日(1999.4.20)	(74) 代理人	100098682 弁理士 赤塚 賢次
審査請求日	平成14年10月30日(2002.10.30)	(72) 発明者	牛嶋 裕次 東京都港区北青山1丁目2番3号 東海カーボン株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 SiCダミーウエハ

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

CVDにより成膜後基材を除去したSiC膜成形体において、X線回折により得られる結晶面の存在割合が、SiC膜の成膜面側で(111)面に対する(200)面の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が $0.5 \sim 1.30$ 、(111)面に対する(311)面の回折ピーク値の比 $I(311)/I(111)$ が $0.35 \sim 0.60$ であり、SiC膜の基材面側の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が $0.1 \sim 0.4$ の結晶性状を備えたSiC膜成形体からなり、該SiC膜成形体の反りが $-0.5 \sim +0.5$ mmの範囲にあることを特徴とするSiCダミーウエハ。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ICやLSI等の半導体製造工程において、プラズマエッチングチャンバー内を清浄化する工程に用いるダミーウエハ、あるいは拡散炉や縦型炉において製品ウエハが並ぶ端側の位置に配置して製品ウエハの処理性状を安定化するために用いるダミーウエハに関する。

【0002】

【従来の技術】

プラズマエッチング処理は、一对の並行平面電極を設置したエッチング装置内に反応性ガス(C, H, F, O等の原子含有ガス)を導入しながら電極間に高周波電力を印加して放

電させ、生じたガスプラズマを用いてフォトレジストされていない部分をエッチングすることにより高精度で微細な回路パターンを形成する処理工程である。

【0003】

このプラズマエッチング処理は均一なプラズマ条件で行う必要があるが、均一な反応条件に維持することは難しく、例えば縦型炉を用いて減圧CVD法によりエッチング処理を行う場合には、炉の上部と下部において反応性ガスの流れや温度分布等が不均一化し易い。そこで、ウエハをセットした炉の上部及び下部にダミーウエハをセットして、ウエハのエッチング条件を安定化させる方法が採られている。

【0004】

また、プラズマエッチング処理を繰り返し行くと、チャンバー内の電極やウエハホルダー等にエッチングされたシリコンが付着したり、付着シリコンの脱落によりパーティクルが発生する等の問題が生じる。そのため、定期的にウエハの代わりにダミーウエハをセットしてプラズマエッチング処理を行って、系内を洗浄する必要がある。

10

【0005】

したがって、ダミーウエハにはエッチングされ難い材質特性が要求され、また高純度であることが必要である。このダミーウエハの材質としては石英、炭化珪素、グラファイト等が検討されているが、石英は導電性がないため使用できず、焼結炭化珪素は加工性が悪く高純度化も難しいという欠点がある。グラファイトは材質的に組織からパーティクルが脱落する難点がある。シリコンウエハをダミーウエハとして用いる方法もあるが、ウエハの大型化にともないコスト高となり実用的でない。そのためウエハの洗浄時に使用される塩酸ガスにエッチングされにくいSiCが一般的に使用される。

20

【0006】

SiCは耐熱性、高温強度、耐熱衝撃性、耐摩耗性、耐蝕性等の材質特性に優れており半導体製造用の部材をはじめ各種工業用の部材として有用されている。SiC成形体の製造方法としては古くからSiC粉末を焼結する方法があるが、SiCは難焼結性材料であり緻密で表面平滑な成形体を得るには焼結助剤を必要とし、高純度な製品を得ることが困難である。そのため、焼結法で製造されるSiC成形体は、特に高純度が要求される半導体分野での使用には適さない欠点がある。

【0007】

一方、CVD法(化学的気相蒸着法)を利用するSiC成形体の製造方法は、原料ガスを気相反応させて基材面上にSiC生成物を析出させて被膜を生成したのち基材を除去するもので、緻密で高純度のSiC成形体を得ることができる。また、基材は切削や研磨等により除去されるが、基材に炭素材を用いると空气中で熱処理することにより容易に燃焼除去できるのでプロセスを簡易化できる利点がある。

30

【0008】

しかしながら、基材に炭素材、例えば表面平滑で平板状の黒鉛材を用いてCVD法によりSiCを気相析出させると、黒鉛基材とSiC膜との熱膨張率の相違やSiC膜の気相析出速度の相違による結晶組織の変化に起因して、黒鉛基材を除去して得られるSiC膜成形体には反りが発生する難点がある。すなわち、黒鉛基材の熱膨張係数がSiCの熱膨張係数よりも大きい場合にはSiC膜に圧縮応力がかかりSiC膜の表面が凸形状に反る。逆に、黒鉛基材の熱膨張係数が小さい場合にはSiC膜に引張り応力が働くためSiC膜の表面が凹形状に反ることとなる。

40

【0009】

また、CVD法により析出するSiC膜の形成過程は、基材上でまずSiCの核が生成してアモルファス質あるいは微粒多結晶に成長し、更に柱状組織の結晶組織に成長を続けてSiC膜が析出被着する。この基材と接するアモルファス質あるいは微粒多結晶のSiC膜の熱膨張係数は柱状組織の結晶組織の熱膨張係数に比べて小さいために、基材である黒鉛材を空气中で加熱して燃焼除去する場合にはアモルファス質あるいは微粒多結晶部では圧縮応力が、柱状組織の結晶組織部では引っ張り応力がそれぞれ作用するので、SiC膜形成時とは逆に全体として凹形状に反りが発生することとなる。

50

【0010】

そこで、CVD法によるSiC成形体の製造方法として、基体の表面にCVD法によりSiC膜を形成し、前記基体を除去して得られたSiC基板の両面に、更にSiC膜を形成することを特徴とするCVD法によるSiC成形体の製造方法（特開平8-188408号公報）や、基体の表面にCVD法によりSiC膜を形成し、前記基体を除去することにより、SiC成形体を製造する方法において、CVD法によりSiC層を形成し、次いで該SiC層の表面を平坦化する工程を複数回繰り返すことにより、各層の厚みが100μm以下のSiC層を所望厚み以上に積層した後、基体を除去することを特徴とするCVD法によるSiC成形体の製造方法（特開平8-188468号公報）等が提案されている。

【0011】

上記の特開平8-188408号公報および特開平8-188468号公報の発明は、SiC成形体に発生する亀裂や反りの抑制を目的として、SiC膜を所望厚みまで一気に形成せずに途中で止め、SiC膜に蓄積される内部応力を最小限に抑えることにより結晶粒の大きさがそろい、膜表面の凹凸度合いを減少させたSiC膜を基板として、その上面と下面の両面にSiC膜を形成する、あるいはSiC層形成を初期段階で止めて、層表面を平坦化する工程を複数回繰り返すものである。すなわち、特開平8-188408号公報、同8-188468号公報の製造方法によれば、CVD法で形成するSiC膜を所望の膜厚にまで一気に形成することなく途中で止め、また平坦化処理が必要となるなど工程が煩雑化し、製造効率が低下する問題点がある。

【0012】

更に、ウエハは搬送用ロボットで支持ポートに装着されるが、ウエハの認識はレーザー光を照射することにより行われている。したがって、ウエハの光透過性が高いとロボットがウエハの位置を的確に認識することができず、反応装置内の所定の位置にウエハを装着することが困難となる。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】

本発明者らは、上記の問題点を解消するためにSiC膜の結晶性状について研究を進めた結果、SiC膜の結晶配向が等方的であると反りが少なく、また光透過性も低くなることを見出した。

【0014】

本発明は上記の知見に基づいて完成したものであり、その目的はプラズマエッチング用等のチャンパー内を清浄化する工程、あるいは拡散炉や縦型炉等で製品ウエハを処理する工程に用いられる、反りが少なく平坦性に優れ、また光透過性の低いSiCダミーウエハを提供することにある。

【0015】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するための本発明によるSiCダミーウエハは、CVDにより成膜後基材を除去したSiC膜成形体において、X線回折により得られる結晶面の存在割合が、SiC膜の成膜面側で(111)面に対する(200)面の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が0.5~1.30、(111)面に対する(311)面の回折ピーク値の比 $I(311)/I(111)$ が0.35~0.60であり、SiC膜の基材面側の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が0.1~0.4の結晶性状を備えたSiC膜成形体からなり、該SiC膜成形体の反りが-0.5~+0.5mmの範囲にあることを構成上の特徴とする。

【0016】

【発明の実施の形態】

CVD法によりSiCを気相析出させてSiC膜を成膜する基材には、空气中で熱処理することにより容易に除去可能な炭素系、特に黒鉛材が好適に用いられる。黒鉛材は表面平滑で平坦性の高いものが好ましい。黒鉛基材の表面にCVD法により気相析出させて形成したSiC被膜は黒鉛基材を除去することにより、SiC膜成形体を得られる。黒鉛基材

10

20

30

40

50

の除去は黒鉛材を切削除去、ショットブラスト等による研磨除去、あるいは空气中で加熱して燃焼除去する方法等適宜な手段により行うことができるが、燃焼除去の操作が簡便であり好ましい。

【0017】

本発明のSiCダミーウエハは、このようにして得られるSiC膜成形体の結晶性状を特定の結晶形状とした、すなわちX線回折により得られる結晶面の存在割合を、SiC膜の成膜面側（すなわち膜の表面側）で(111)面に対する(200)面の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が $0.5 \sim 1.30$ 、(111)面に対する(311)面の回折ピーク値の比 $I(311)/I(111)$ が $0.35 \sim 0.60$ であり、SiC膜の基材面側（すなわち膜の裏面側）の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が 0.1 10
 ~ 0.4 の範囲に設定した点に特徴がある。なお、X線回折により求める回折ピーク値はCuのK α で測定した値である。

【0018】

結晶面の存在割合として、SiC膜の成膜面側のX線回折の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ の値が0.5未満の場合は、結晶の粒界が基材に対し平行に配列する度合いが多くなりSiC膜成形体の反りが大きくなる。また回折ピーク値の比 $I(311)/I(111)$ が $0.35 \sim 0.60$ の範囲を外れる場合にも同様に結晶の粒界が基材に対し平行に配列する度合いが多くなるためSiC膜成形体の反りが大きくなる。また、SiC膜の基材面側の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ の値が $0.1 \sim 0.4$ の範囲を外れると反りが大きくなるばかりでなく、成長過程で徐々に $I(200)/I(111)$ 20
 (111) の比率が大きくなり光透過性が低下する。

【0019】

このように本発明は、SiC膜の結晶面の存在割合を特定の範囲に設定した結晶性状とすることにより、SiCの結晶配向が比較的等方性となり、SiC膜成形体の反りを抑制することができ、平坦なダミーウエハとすることが可能となる。そして、SiC膜の成膜面側で(111)面に対する(200)面の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が0.5以上、(111)面に対する(311)面の回折ピーク値の比 $I(311)/I(111)$ が $0.35 \sim 0.60$ であり、SiC膜の基材面側の回折ピーク値の比 $I(200)/I(111)$ が $0.1 \sim 0.4$ の範囲に設定することによりSiC膜成形体の反りを $-0.5 \sim +0.5$ mmの範囲に抑制することが可能となる。更に、SiC結晶の配向性が低いので、(111)面と 30
 交差する結晶面の存在割合が多くなり、光透過性を低くすることができる。なお、本発明のダミーウエハはSiC膜成形体の厚さには特に制約されない。

【0020】

SiC膜成形体は、黒鉛等の基材面にCVD法によりSiCを気相析出させてSiC膜を被着した後基材を除去することにより得られ、CVD法によるSiC膜の被着はCVD反応装置内に黒鉛基材をセットし、水素ガスをキャリアガスとし、トリクロロメチルシラン、トリクロロフェニルシラン、ジクロロメチルシラン、ジクロロジメチルシラン、クロロトリメチルシランなどの原料ガスを送入して熱分解反応させることにより行われる。この場合に、熱分解温度、原料ガス濃度〔(原料ガス)/(原料ガス)+(キャリアガス)〕、原料ガス送入流量等を適宜設定制御することにより本発明の結晶性状を備えたSiC膜 40
 成形体が得られる。

【0021】

【実施例】

以下、本発明の実施例を比較例と対比して具体的に説明する。

【0022】

実施例1～6、比較例1～2

高密度 1.8 g/cm^3 、熱膨張係数 3.9×10^{-6} 、灰分10 ppmの等方性黒鉛材を直径20.2mm、厚さ5mmに加工して基材を作製した。この黒鉛基材をCVD反応装置にセットして、原料ガスにトリクロロメチルシランを用い、水素ガスをキャリアガスとして、熱分解温度を1400℃に、原料ガス濃度〔(トリクロロメチルシラン)流量/(トリクロロメ 50

チルシラン) + (水素ガス) 流量] を 5 ~ 10 Vol% に、またトリクロロメチルシランの流量を 100 ~ 500 リットル/分の範囲で設定制御し、CVD 反応時間を変えて黒鉛基材面に SiC を析出させた。このようにして黒鉛基材面に厚さ 0.9 ~ 1.5 mm の SiC 膜を成膜した。次いで空气中で加熱して黒鉛基材を燃焼除去した後、ショットプラストにより基材面に接していた側を研磨して平滑化し、SiC 膜成形体を得た。

【0023】

これらの SiC 膜成形体について、印加電圧；40 kV、印加電流；20 mA、走査速度；4°/min.、発散スリット；1°、入射スリット；1°、散乱スリット；0.3 mm、フィルター；Ni の条件で X 線回折を行って、回折ピーク値を求めた。なお回折ピーク値は Cu の K で測定した。また、3次元形状測定機により静置した SiC 膜成形体表面の高さを測定して、高低差の最大値をもって反り量 (mm) とした。更に、SiC 膜成形体を厚さ 0.5 mm、面粗さ Ra を 1 μm 以下に平面研削した後、分光光度計により波長 2000 nm における透過率を測定した。また、ダミーウエハに加工後、片面から白色光源で照射して透過光の色調を目視により観察した。得られた結果を表 1 に示した。

【0024】

【表 1】

例 No.		SiC 膜成形体					
		X 線回折ピーク値の比			反り量 (mm)	光透過率 (%)	色調
		成膜面側		基材面側			
		I (200) / (111)	I (311) / (111)	I (200) / (111)	*1		
実 施 例	1	0.50	0.60	0.13	-0.47	1.1	黄色半透明
	2	0.68	0.58	0.15	-0.36	1.0	黄色半透明
	3	0.75	0.52	0.20	-0.13	0.9	やや茶色味
	4	0.88	0.50	0.38	-0.10	0.9	やや茶色味
	5	1.00	0.45	0.16	+0.15	0.4	茶色不透明
	6	1.30	0.37	0.25	+0.49	≤0.1	黒色不透明
比 較 例	1	0.25	0.65	0.26	-0.72	1.2	黄色半透明
	2	1.40	0.30	0.23	+0.66	≤0.1	黒色不透明

(表注) *1 + は基材面側が凹形状 (成膜面側が凸形状) の反りを意味する。

- は基材面側が凸形状 (成膜面側が凹形状) の反りを意味する。

【0025】

表1の結果から、本発明で特定した結晶性状を備えた実施例のSiC膜成形体は、いずれも反りが少なく、平坦性に優れ、また光透過性も低位にあることが判る。これに対してSiC膜が成長する側の(200)結晶面の発達が小さく、全体として結晶面の配向性が高い比較例1では反りが大きく、光透過率も高いことが認められる。また(311)結晶面の発達が小さい比較例2でも反りが大きくなっている。

【0026】

【発明の効果】

以上のとおり、本発明によれば、CVDにより成膜した後基材を除去したSiC膜成形体の結晶性状として、SiC膜の成膜面側のX線回折による回折ピーク値の比 $I(200) / (111)$ 及び $I(311) / (111)$ の値、ならびにSiC膜の基材面側の回折ピーク値の比 $I(200) / (111)$ の値をそれぞれ特定して、各結晶面の存在割合、すなわち結晶面の配向性が相対的に等方性のSiC膜成形体によりダミーウエハを構成したものであるから結晶面の配向性による反りの発生が効果的に抑制され、反り量を ± 0.5 mmの範囲内に抑えることが可能となる。更に結晶面の交差面により光の透過も低く、光透過率を低位に保持することができる。したがって、プラズマエッチング用等のチャンバー内を清浄化する工程、あるいは拡散炉や縦型炉等で製品ウエハを処理する工程に用いられる、反りが少なく平坦性に優れ、また光透過性の低いSiCダミーウエハとして極めて有用である。

フロントページの続き

(72)発明者 金井 健一
東京都港区北青山1丁目2番3号 東海カーボン株式会社内

審査官 田中 則充

(56)参考文献 特開昭59-099401(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B1/00-35/00

C23C16/00-16/56

H01L21/66