

技術紹介

半導体材料ガスに対する部材の耐性評価技術

Resistant-Test of Various Materials in Reactive Gasses

鈴木 克昌*

SUZUKI Katsumasa

1. はじめに

半導体などの電子部品の製造工程では、Si等の微細加工（エッチング反応）にハロゲン系ガスやアミン系ガス、およびプラズマ励起ガスが広く使われている。これらは、その反応性の高さから樹脂、セラミックス、金属などの合成や改質、表面処理にも有効であり、利用を期待する産業分野はますます広がっている。

一方で、これらのガスを新たに使用するには、新規分野での効果や、新しい使用環境における接ガス部材の耐性を予め検証することが重要である。本稿では、当社で行っている半導体材料ガス雰囲気における部材評価について紹介する。

2. 部材評価方法

2.1 ガス処理設備

部材の耐久性は、対象となる半導体材料ガスの種類だけでなく、共存ガスや温度、圧力、更には装置内のガス流路など、様々な要因に影響される。そのため、絶対評価は実機でなければ難しいが、実機で耐性評価を行うことは現実的ではない。そこで我々は、よりシンプルな議論に繋げるため、円筒状の反応場を用いること、および相対比較を行うことを基本とした。

その一例を図1に示す。半導体製造装置チャンバのIn-Situドライクリーニングを模擬しており、NF₃ガスをリモートプラズマ源で励起してからチャンバ内に導入する場合を想定した部材の耐性評価が可能となる。円筒状アルミナ管内に評価対象部材（サンプル）を設置し、管状電気炉で外部から加熱するとともに、リモートプラズマで励起したNF₃ガスをサンプルに曝露する。

この時、サンプル種やガス条件、温度などが異なるデータを取得することで、相対的検証が可能にな

る。管内に挿入できるサイズであれば、複数種類・複数個のサンプルを同時に処理できるため、よりわかりやすい比較が可能となる。

また、リモートプラズマ源を取り外してガス自体の反応性を評価することや、円筒管を石英製に変更して内部確認しやすくすることも可能である。

なお、長時間の封止雰囲気で評価する場合は、容器内にサンプルと所定条件の反応ガスを封入した後、恒温槽内で一定時間放置する。

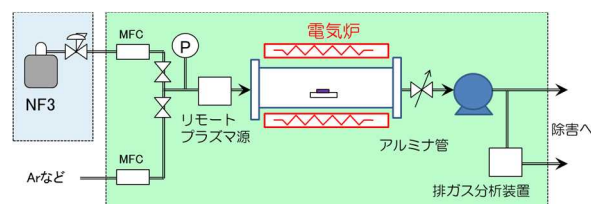


図1 リモートプラズマ雰囲気処理設備の概略

2.2 分析装置

ガス暴露処理前後の物理的変化として、処理前後で重量や表面状態、薄膜特性の評価を行っている。表面状態は、SEM-EDX (Hitachi製 TM3000) を用いて評価する。例えば SUS や AL, アルマイト被覆などのチャンバ構成部材の表面の荒れ方に対する処理条件依存に加え、部材の材質による違いを評価する。また、Si や SiO₂ などのクリーニング対象物の披エッチング特性については、薄膜の膜厚と屈折率を分光エリプソメトリ (SOPRA製 GESSE) を用いて評価する場合もある。

3. 評価実績

3.1 リモートプラズマ特性

はじめに、図1の設備で供給されるガスの反応性について検証した。アルミナ管の中央部に Si 基板を設置し、電気炉で 250 °C に加温した状態で、NF₃ お

* 開発本部 つくば研究所 電子機材技術部 技術課

よび共存ガスをリモートプラズマ源で励起してから供給した。評価指標は、基板の重量変化から求めた Si エッチングレートとし、30 sccm かつ 0.2 Torr の時のレートを基準とする相対値で検証した。

図 2 は、100 %NF₃ での Si エッチングレートを示す。1.5 Torr と 1.1 Torr の比較で、エッチングレートが圧力、すなわち衝突頻度に比例していないことから、低圧力では F₂ に加えて F ラジカルもエッチングに寄与していると言える。更に 0.2 Torr 条件の結果を見ると、圧力低下による衝突頻度低下と流速低下による F ラジカル失活が重なって大幅にエッチングレートが下がったと考えられる。

図 3 は、Si エッチングレートに対する共存ガス種の影響を示す。共存ガスを Ar から O₂ に変えることで、エッチングレートが 1/10 程度になることがわかる。これは O₂ 共存させたことで、F ラジカルの失活や Si 表面の酸化が生じたためと考えられる。

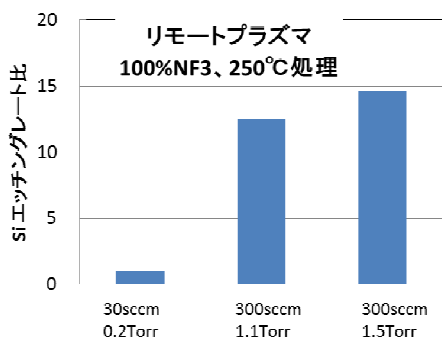


図 2 Si エッチングレート (NF₃ 条件依存)

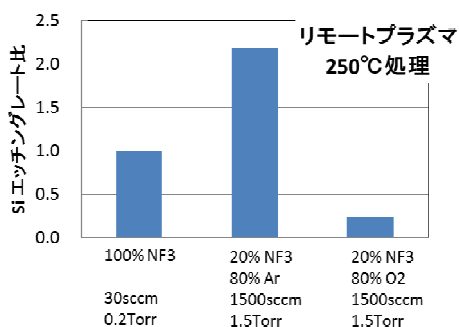


図 3 Si エッチングレート (共存ガス依存)

3.2 金属部材の耐性評価

図 4 および図 5 は、アルマイト処理された Al および Al₂O₃ の表面の SEM 撮像を示す。それぞれ処理前 (a) と NF₃/O₂ 混合ガスでリモートプラズマ処理した後 (b) を比較している。いずれもフッ素ガス耐性があることで知られる金属部材であるが、ガス処

理後のアルマイト表面にのみクラックが生じていることがわかる。また、本処理は 300 °C 雰囲気で行った結果であるが、加熱しない場合はこのようなクラックは生じなかった。加えて、Al 基材種やアルマイト処理方法によって、クラックの生じ方が変わることも確認された。

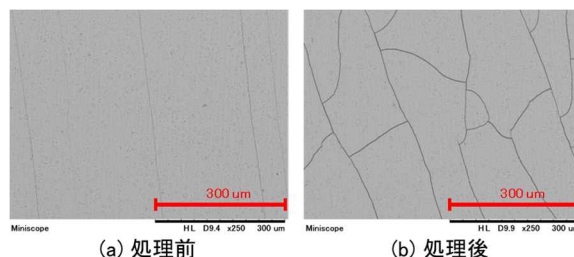


図 4 Al アルマイト表面の SEM 撮像

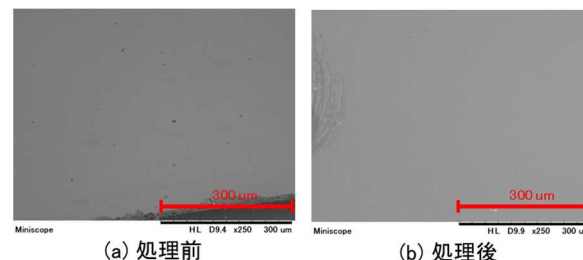


図 5 Al₂O₃ 表面の SEM 撮像

3.3 O リングの耐性評価

2.1 節に記載の通り、NF₃ ガスとリモートプラズマ源を用いる In-Situ ドライクリーニングは一般的であるが、近年、クリーニング時間短縮のために温度を上げる傾向がある。しかしながら、プラズマ耐性、フッ素耐性と熱耐性をバランスよく満たす O リングの選定は非常に難しい。当社では、図 1 のような設備で、各種 O リングを同時に処理することで、各種開発設備に適した O リングの選定を行っている。

4. おわりに

円筒状の反応場で相対比較を行うという手法により、リモートプラズマを用いる複雑系に対しても反応特性の検証が行えることを紹介した。ガス種依存やガス条件依存など、反応メカニズムの推察を行いたい場合には、排気側に分析計を加えることも有効であるが、ここでは割愛する。ここでご紹介した評価技術は基盤技術の一つであり、今後の各種開発に活かしていく。