

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5403671号

(P5403671)

(45) 発行日 平成26年1月29日(2014.1.29)

(24) 登録日 平成25年11月8日(2013.11.8)

(51) Int.Cl.

C3OB 29/36 (2006.01)

F1

C3OB 29/36

A

請求項の数 2 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2009-139253 (P2009-139253)	(73) 特許権者	000002004
(22) 出願日	平成21年6月10日(2009.6.10)		昭和電工株式会社
(65) 公開番号	特開2010-285309 (P2010-285309A)		東京都港区芝大門1丁目13番9号
(43) 公開日	平成22年12月24日(2010.12.24)	(74) 代理人	100083806
審査請求日	平成24年3月21日(2012.3.21)		弁理士 三好 秀和
		(72) 発明者	近藤 大輔
			東京都小平市小川東町3-1-1 株式会
			社ブリヂストン 技術センター内
		審査官	鮎沢 輝万

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】炭化珪素単結晶の製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

昇華用原料を収容する坩堝本体と、
前記昇華用原料と対向する位置に種結晶を固定する種結晶支持部を設けた蓋体と、
前記種結晶支持部の外周近傍から前記昇華用原料に向けて筒状に延びるガイド部材と、
前記種結晶支持部の外周側において前記蓋体の内面に配設され、円盤形状を有すると共に、単結晶よりも熱伝導率が低く設定された断熱材と
を備え、

前記昇華用原料および種結晶を加熱して前記単結晶を成長させるときに、前記昇華用原料から前記種結晶に向かう熱の流れを前記断熱材によって前記種結晶に集約させるように構成したことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項2】

前記種結晶支持部は、前記蓋体の内面から前記坩堝本体の内側に突設していることを特徴とする請求項1に記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は炭化珪素単結晶の製造装置に関し、特に径方向端部に凹面が生ずることのない良好な単結晶を製造することのできる炭化珪素単結晶の製造装置に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、炭化珪素を含む種結晶および昇華用原料から、炭化珪素単結晶（以下、単結晶と適宜省略する）を製造する炭化珪素単結晶の製造方法として昇華再結晶法が知られている。この昇華再結晶法は、昇華用原料を加熱して昇華させて昇華ガスを発生させ、昇華ガスを種結晶に供給することにより、この種結晶から炭化珪素の単結晶を成長させる方法である。

【0003】

ここで、昇華ガスを集約して効率的に種結晶に供給するために、下方に向かうにつれて徐々に径が拡大するコーン状ガイドを用いる技術が開示されている（例えば、特許文献1，2参照）。また、坩堝本体の上部内壁面を下方に向かうにつれて徐々に径が拡大する円錐状（テーパ状）に形成した製造装置も知られている（例えば、特許文献3参照）。 10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開平2002-60297号公報

【特許文献2】特開平2004-224663号公報

【特許文献3】特開平2007-308355号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】 20

しかしながら、上述した従来の炭化珪素単結晶の製造装置を用いて単結晶を製造すると、径方向端部の下面が凹状にへこむ品質不良が生じるおそれがあった。この原因として、特許文献1，2に係る技術においては、結晶成長が進行するにつれて、昇華用原料から種結晶に向かう熱がガイド部材から当該ガイド部材の外周側に向けて流れることが考えられる。また、特許文献3に係る技術においては、坩堝本体の上部内壁面が高い熱伝導率の黒鉛からなるため、結晶成長が進行するにつれて、昇華用原料から種結晶に向かう熱が上部内壁面から坩堝本体に向けて流れることが考えられる。

【0006】

そこで、本発明は、このような状況に鑑みてなされたものであり、成長結晶の径方向端部に凹面が形成されることのない良好な品質の炭化珪素単結晶を製造することができる炭化珪素単結晶の製造装置の提供を目的とする。 30

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の第1の特徴は、昇華用原料（昇華用原料3）を収容する坩堝本体（坩堝本体5）と、前昇華用原料と対向する位置に種結晶を固定する種結晶支持部（種結晶支持部7）を設けた蓋体（蓋体9）と、前記種結晶支持部の外周近傍から前記昇華用原料に向けて筒状に延びるガイド部材（ガイド部材11）と、前記種結晶支持部および前記ガイド部材の少なくともいずれかの外周側に配設されると共に、単結晶よりも熱伝導率が低く設定された断熱材（断熱材21，23，25）とを備え、前記昇華用原料および種結晶を加熱して前記単結晶を成長させるときに、前記昇華用原料から前記種結晶に向かう熱（熱H）の流れを前記断熱材によって前記種結晶に集約させるように構成したことを要旨とする。 40

【0008】

このように、種結晶支持部およびガイド部材の少なくともいずれかの外周側に断熱材を配設しているため、昇華用原料から種結晶に向かう熱の流れを断熱材によって種結晶に集約させることができる。従って、成長した単結晶の径方向端部に凹面が形成されることなく、良好な品質の単結晶を製造することができる。

【0009】

本発明の他の特徴では、昇華用原料（昇華用原料3）を収容する坩堝本体（坩堝本体5）と、前昇華用原料と対向する位置に種結晶を固定する種結晶支持部（種結晶支持部7）を設けた蓋体（蓋体9）と、前記種結晶支持部の外周近傍から前記昇華用原料に向けて筒 50

状に延びるガイド部材（ガイド部材 3 3）とを備え、前記ガイド部材を単結晶よりも熱伝導率が低い断熱材から形成することにより、前記昇華用原料および種結晶を加熱して前記単結晶を成長させるときに、前記昇華用原料から前記種結晶に向かう熱（熱 H）の流れを前記断熱材によって前記種結晶に集約させるように構成したことを要旨とする。

【0010】

本発明の他の特徴では、前記ガイド部材（ガイド部材 4 3）は、筒状に形成されており、前記ガイド部材の内周面（内周面 4 3 a, 4 3 b）は前記種結晶支持部の外周側から前記昇華用原料に斜めに向けて径が拡がるように形成され、前記ガイド部材の外周面（外周面 4 3 c）は、前記坩堝本体（坩堝本体 5）の内壁面（内壁面 5 a）に当接していることを要旨とする。

10

【発明の効果】

【0011】

本発明に係る炭化珪素単結晶の製造装置によれば、成長した単結晶の径方向端部に凹面が形成されることなく、良好な品質の単結晶を製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図 1】本発明の第 1 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の説明図である。

【図 2】本発明の第 1 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の断面図である。

【図 3】本発明の第 1 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の変形例を示す断面図である。

20

【図 4】本発明の第 1 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の別の変形例を示す断面図である。

【図 5】本発明の第 1 実施形態による単結晶近傍の熱の流れを示す概略図であり、（a）は単結晶の成長初期段階を示し、（b）は単結晶の成長途中段階を示す。

【図 6】比較例による炭化珪素単結晶の製造装置を示す断面図である。

【図 7】比較例による単結晶近傍の熱の流れを示す概略図であり、（a）は単結晶の成長初期段階を示し、（b）は単結晶の成長途中段階を示す。

【図 8】本発明の第 2 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置を示す断面図である。

【図 9】本発明の第 3 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置を示す断面図である。

【発明を実施するための形態】

30

【0013】

以下、本発明の実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造装置の詳細を図面に基づいて説明する。但し、図面は模式的なものであり、各材料層の厚みやその比率などは現実のものとは異なることに留意すべきである。従って、具体的な厚みや寸法は以下の説明を参酌して判断すべきものである。また、図面相互間においても互いの寸法の関係や比率が異なる部分が含まれている。

【0014】

〔第 1 実施形態〕

まず、本発明の第 1 実施形態について説明する。図 1 は、本発明の第 1 実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の説明図である。

40

【0015】

この製造装置 1 は、一方（本実施形態においては、上部。以下、一方を上部とする）が開口されて内方に昇華用原料 3 を収容する坩堝本体 5 と、坩堝本体 5 の開口された上部を封鎖するように配設され、昇華用原料 3 と対向する位置に種結晶を固定する種結晶支持部 7 を設けた蓋体 9 と、種結晶支持部 7 の外周近傍から昇華用原料 3、つまり、一方の反対側である他方（本実施形態においては、下方。以下、一方の反対側である他方を下方とする。）に向けて筒状に延びるガイド部材 1 1 と、種結晶支持部 7 およびガイド部材 1 1 の少なくともいずれかの外周側に配設された断熱材とを備えている。これによって、昇華用原料 3 および種結晶を加熱して単結晶を成長させるときに、昇華用原料 3 から種結晶に向かう熱の流れを断熱材によって種結晶に集約させるように構成されている。

50

【0016】

坩堝本体5は、上端が開口した円筒体に形成され、その底部5bに炭化珪素からなる粉体状の昇華用原料3が収容されている。また、上端部の外周側には、ネジ部5cが形成されており、蓋体9が螺合可能に構成されている。坩堝本体5は、黒鉛から形成されている。

【0017】

蓋体9も円筒状に形成されており、側壁部の内周面には、坩堝本体5の上端部に螺合するネジ部9aが形成されている。また、蓋体9において、昇華用原料と対向する位置内面の径方向中央部には、坩堝本体5の内方側（即ち、昇華用原料側となる下側）に向けて、種結晶を固定する円柱状の種結晶支持部7が突設されている。この蓋体9も黒鉛から形成されている。

10

【0018】

さらに、ガイド部材11が、種結晶支持部7の外周側近傍から下方に向けて円錐台状に広がって形成されている。ガイド部材11の下端部11aが坩堝本体5の内壁面5aに係止されることにより、ガイド部材11が保持されている。

【0019】

そして、蓋体9を坩堝本体5の上端部に螺合させた状態では、種結晶支持部7の外周面7aと、ガイド部材11の外周面と、坩堝本体5の上端部の内壁面5aと、蓋体9の内面とによって、図1のハッチングに示す所定空間Sが画成される。この所定空間Sは、略円筒状に形成されている。本実施形態においては、この所定空間S内のいずれかの部位、即ち、種結晶支持部7およびガイド部材11の少なくともいずれかの外周側に断熱材を配設する。この断熱材の材質としては、例えば、カーボンフェルトなどが好ましい。

20

【0020】

図2は、本発明の第1実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の断面図である。

【0021】

前述した断熱材の一例として、蓋体9の内面に円盤状の断熱材21を取り付けることが好ましい。この断熱材21の内周面は種結晶支持部7の外周面7aに当接し、断熱材21の外周面21aは蓋体9の内周面に当接している。この断熱材21の厚さtは、種結晶支持部7の高さよりも薄く形成されており、取付手段は、接着剤による接着などを採用することができる。

30

【0022】

図3は、本発明の第1実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の変形例を示す断面図である。

【0023】

この断熱材23は、図2とほぼ同じであるが、厚さが種結晶支持部7の高さと略同一に設定されている。従って、断熱材23を蓋体9に取り付けた状態では、断熱材23の下面23aと種結晶支持部7の下面とは略同一面状に形成されている。

【0024】

図4は、本発明の第1実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置の別の変形例を示す断面図である。

40

【0025】

この断熱材25も円盤状に形成されており、高さ位置がガイド部材11の上部に配置されている。即ち、ガイド部材11の上部の外周面から横方向に拡がり坩堝本体5の内壁面5aまで延びている。

【0026】

次いで、本実施形態の製造装置におけるガイド部材近傍の熱流れを簡単に説明する。

【0027】

図5は、本発明の第1実施形態による単結晶近傍の熱の流れを示す概略図であり、(a)は単結晶の成長初期段階を示し、(b)は単結晶の成長途中段階を示す。

【0028】

50

なお、2000℃を超える高温領域では、空間、黒鉛（カーボン）、炭化珪素（SiC）、断熱材の熱伝導率を比較すると、空間>黒鉛（カーボン）>炭化珪素（SiC）>断熱材の順となる。

【0029】

また、図5（a）、（b）においては、単結晶近傍における温度が等しい部位を結んだ線を等温線Tとし、矢印で熱の流れを示している。矢印が等温線Tと直交しているため、熱Hの流れ方向は等温線Tに直交した向きになる。ガイド部材11の外周側には、断熱材25が配設されている。

【0030】

まず、図5（a）に示すように、昇華用原料3と種結晶を加熱すると、昇華用原料3から上方に向かって熱Hが移動する。この加熱温度は、昇華用原料3の方が種結晶よりも高く設定されている。ガイド部材11の外周側には、断熱材25が配設されており、断熱材25の熱伝導率は、単結晶を構成する炭化珪素よりも低いいため、ガイド部材11近傍に熱Hが移動した場合には、ガイド部材11の内周側に沿って移動方向が変わり、SiC単結晶に向けて熱Hが集約され、等温線Tが下に凸の形状に形成される。従って、図5（b）に示すように、単結晶27は等温線Tに沿って下に凸状に成長するため、従来のように径方向端部に凹面が形成されることがない。

10

【0031】

一方、従来技術に係る製造装置101は、図6に示すように断熱材を設けていないため、丸で囲った単結晶127の径方向端部127aが凹面に形成されてしまう。これを図7

20

【0032】

まず、図7（a）に示すように、昇華用原料3と種結晶を加熱すると、昇華用原料3から上方に向かって熱Hが移動する。この加熱温度は、昇華用原料3の方が種結晶よりも高く設定されている。熱伝導率は、空間Sの方がSiC単結晶127よりも高いため、ガイド部材11近傍に熱Hが移動した場合には、ガイド部材11を通過してガイド部材11の外周側に抜けて移動する。従って、SiC単結晶127に向けて熱Hが集約されないため、等温線Tの形状が上に凸の湾曲形状となり、単結晶27の径方向端部127aに凹面が形成される。

【0033】

30

本実施形態による作用効果を説明する。

【0034】

（1）本発明の第1実施形態による単結晶製造装置1は、昇華用原料3を収容する坩堝本体5と、昇華用原料3と対向する位置に種結晶を固定する種結晶支持部7を設けた蓋体9と、種結晶支持部7の外周近傍から昇華用原料3に向けて筒状に伸びるガイド部材11と、種結晶支持部7およびガイド部材11の少なくともいずれかの外周側に配設された断熱材21、23、25と、を備え、昇華用原料3および種結晶を加熱して単結晶27を成長させるときに、昇華用原料3から種結晶に向かう熱Hの流れを断熱材21、23、25によって種結晶に集約させるように構成している。

【0035】

40

このように、種結晶支持部7およびガイド部材11の少なくともいずれかの外周側に断熱材21、23、25を配設しているため、昇華用原料3から種結晶に向かう熱Hの流れを断熱材21、23、25によって種結晶に集約させることができる。従って、成長した単結晶27の径方向端部に凹面が形成されることがなく、良好な品質の単結晶27を製造することができる。

【0036】

[第2実施形態]

次いで、本発明の第2実施形態について説明するが、前述した第1実施形態と同一構造の部位には同一符号を付して説明を省略する。

【0037】

50

本実施形態では、ガイド部材自体を断熱材から形成している。

【0038】

図8は、本発明の第2実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置を示す断面図である。

【0039】

本実施形態による製造装置31は、上部が開口され、内方に昇華用原料3を収容する坩堝本体5と、坩堝本体5の開口された上部を封鎖するように配設され、坩堝本体5の内方に種結晶支持部7を設けた蓋体9と、種結晶支持部7の外周近傍から昇華用原料3、つまり、下方に向けて筒状に延びるガイド部材33とを備え、ガイド部材33を断熱材から形成している。これにより、昇華用原料3および種結晶を加熱して単結晶を成長させるときに、昇華用原料3から種結晶に向かう熱Hの流れをガイド部材33によって種結晶に集約させるように構成している。

10

【0040】

ガイド部材33の形状は、第1実施形態と同一形状に形成されており、種結晶支持部7の外周側近傍から下方に向けて円錐台状に広がって形成されている。ガイド部材33の下端部33aが坩堝本体5の内壁面5aに係止されることにより、ガイド部材33が保持されている。このガイド部材33自体の材質が、断熱材から形成されている。

【0041】

本実施形態による作用効果を説明する。

【0042】

(1) 本実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置31は、昇華用原料3を収容する坩堝本体5と、昇華用原料3と対向する位置に種結晶を固定する種結晶支持部7を設けた蓋体9と、種結晶支持部7の外周近傍から昇華用原料3に向けて筒状に延びるガイド部材33と、を備え、ガイド部材33を断熱材から形成することにより、昇華用原料3および種結晶を加熱して単結晶27を成長させるときに、昇華用原料3から種結晶に向かう熱Hの流れを断熱材からなるガイド部材33によって種結晶に集約させるように構成している。

20

【0043】

本実施形態によっても、昇華用原料3から種結晶に向かう熱Hの流れを断熱材からなるガイド部材33によって種結晶に集約させることができる。従って、成長した単結晶27の径方向端部に凹面が形成されることなく、良好な品質の単結晶27を製造することができる。

30

【0044】

[第3実施形態]

次いで、本発明の第3実施形態について説明するが、前述した第1および第2実施形態と同一構造の部位には同一符号を付して説明を省略する。

【0045】

図9は、本発明の第3実施形態による炭化珪素単結晶の製造装置41を示す断面図である。

【0046】

本実施形態によるガイド部材43は断熱材からなり、図9に示すように、略円筒状に形成されている。具体的にガイド部材43は、筒状に形成されており、その内周面は種結晶支持部7の外周側から昇華用原料3の位置する、一方の反対側である他方（本実施形態においては、下方）に斜めに向けて径が拡がるように形成され、外周面は坩堝本体5の内壁面5aに当接している。即ち、ガイド部材43の内周面は、縦方向に延びる上側内周面43aと、上側内周面43aの下端から斜め下方に径寸法が拡がるテーパ状の下側内周面43bとからなる。また、外周面43cは、上端から下端に至るまで縦方向に延びる円筒面に形成されている。なお、ガイド部材43の上面43dが蓋体9の内面に当接したまま接合されている。

40

【0047】

本実施形態による作用効果を説明する。

【0048】

50

(1) ガイド部材 4 3 は、筒状に形成されており、その内周面 4 3 a, 4 3 b は、種結晶支持部 7 の外周側から昇華用原料 3 に斜めに向けて径が拡がるように形成され、外周面 4 3 c は坩堝本体 5 の内壁面 5 a に当接している。

【0049】

本実施形態によっても、昇華用原料 3 から種結晶に向かう熱 H の流れを断熱材からなるガイド部材 4 3 によって種結晶に集約させることができる。従って、成長した単結晶 2 7 の径方向端部に凹面が形成されることなく、良好な品質の単結晶 2 7 を製造することができる。

【0050】

なお、前述した実施の形態の開示の一部をなす論述および図面はこの発明を限定するものであると理解すべきではない。この開示から当業者には様々な代替実施の形態、実施例および運用技術が明らかとなろう。

10

【0051】

例えば、ガイド部材 1 1 を設けると共に、図 1 に示す所定空間 S 全体に断熱材を配設するようにしても良い。

【実施例】

【0052】

次いで、本発明を実施例を通してさらに具体的に説明する。

【0053】

まず、本発明例に係る炭化珪素単結晶の製造装置として、図 2 で説明した製造装置を用いた。また、比較例として、図 6 で説明した製造装置 1 0 1 を用いた。

20

【0054】

それぞれの蓋体および坩堝本体は、黒鉛から形成した。本発明例による断熱材には、カーボンフェルトを主原料とした成形断熱材を用いた。この断熱材は、蓋体および坩堝本体よりも熱伝導率の低いものを使用した。なお、蓋体および坩堝本体の材質である黒鉛の室温における熱伝導率は、約 $100 \text{ W} / (\text{m} \cdot \text{K})$ であり、断熱材の室温における熱伝導率は、約 $0.2 \text{ W} / (\text{m} \cdot \text{K})$ であった。このように、本発明例による製造装置には断熱材が配設され、比較例となる従来の製造装置には断熱材が配設されていない。

【0055】

これらの製造装置を用いて、炭化珪素単結晶を成長させたところ、本発明例の単結晶は、径方向端部に凹面が形成されない良好な単結晶を得ることができたが、比較例の単結晶では、径方向端部に図 6 に示すような凹面が形成された。このように、本発明例の製造装置の方が良好な単結晶を製造することができることが判明した。

30

【0056】

[その他の実施形態]

本実施形態においては、坩堝本体 5 の上部が開口されているが、これに限られず、例えば、坩堝本体 5 の下部が開口されていてもよい。この場合、ガイド部材は、種結晶支持部の外周近傍から下部の反対側である上部に向けて筒状に延びる。

【0057】

このように、本発明は、ここでは記載していない様々な実施の形態などを含むことは勿論である。したがって、本発明の技術的範囲は、上述の説明から妥当な特許請求の範囲に係る発明特定事項によってのみ定められるものである。

40

【符号の説明】

【0058】

3 昇華用原料

5 坩堝本体

7 種結晶支持部

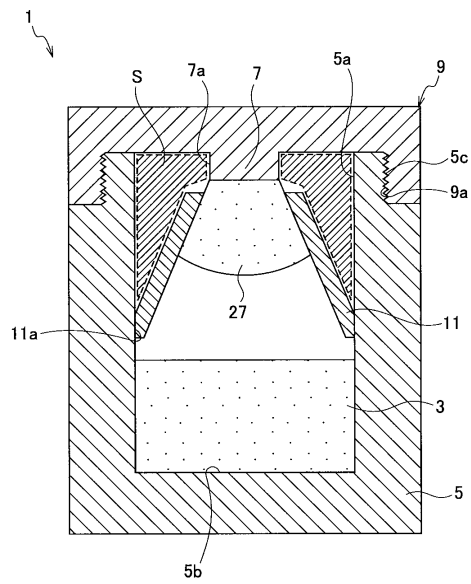
9 蓋体

11, 33, 43 ガイド部材

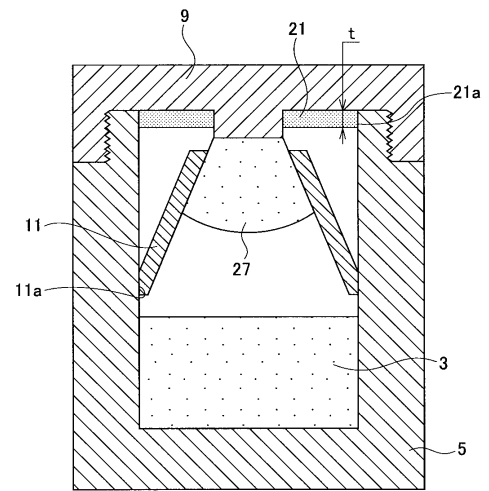
21, 23, 25 断熱材

50

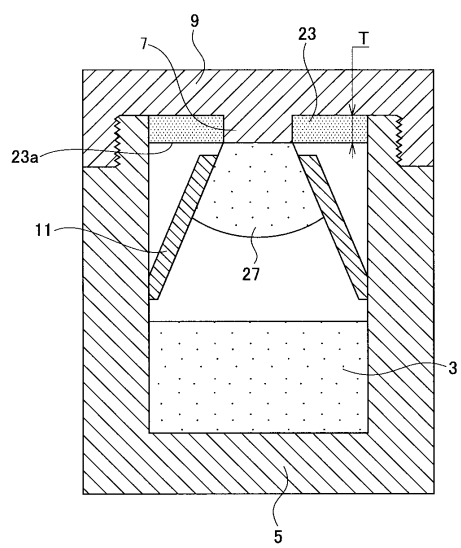
【図 1】



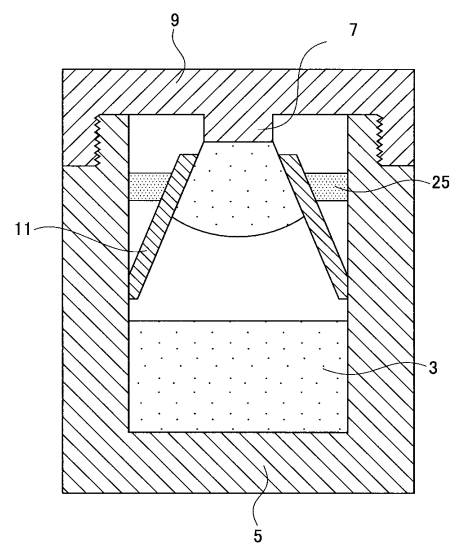
【図 2】



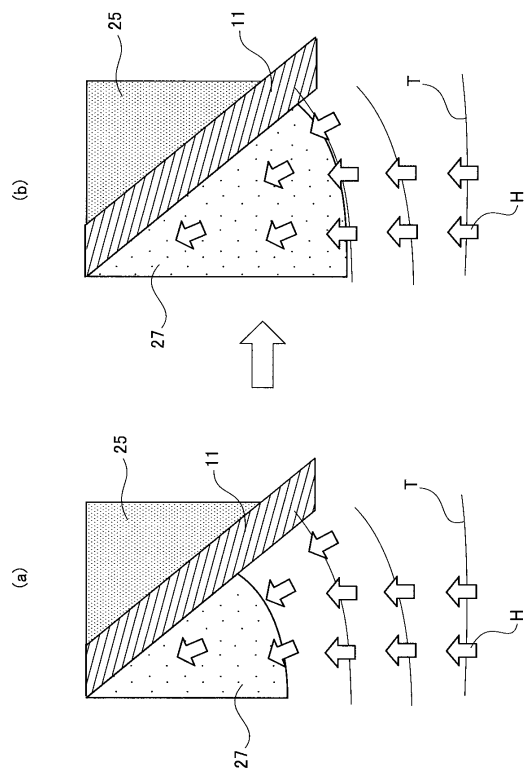
【図 3】



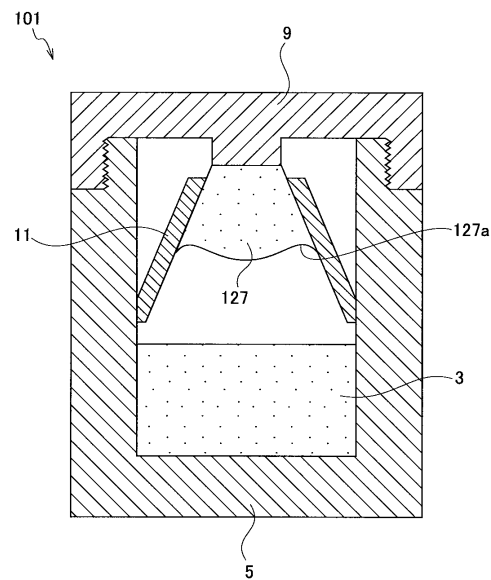
【図 4】



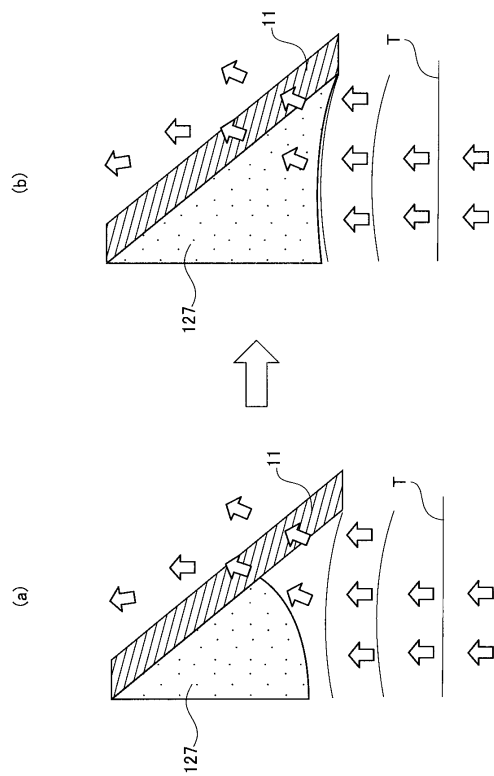
【図 5】



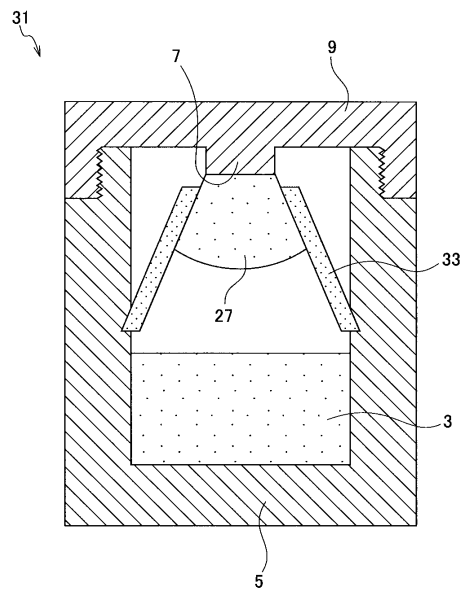
【図 6】



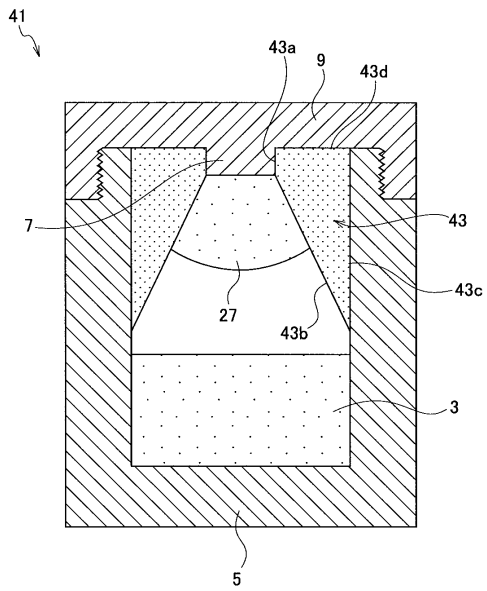
【図 7】



【図 8】



【図 9】



フロントページの続き

(56)参考文献 国際公開第2008/089181 (WO, A1)

特開2005-225710 (JP, A)

特開2009-091173 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00-35/00