

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3864696号  
(P3864696)

(45) 発行日 平成19年1月10日(2007. 1. 10)

(24) 登録日 平成18年10月13日(2006. 10. 13)

(51) Int. Cl.

F I

C 3 O B 29/36 (2006. 01)

C 3 O B 29/36

A

C 3 O B 25/16 (2006. 01)

C 3 O B 25/16

請求項の数 30 (全 19 頁)

(21) 出願番号 特願2000-343664 (P2000-343664)  
 (22) 出願日 平成12年11月10日(2000. 11. 10)  
 (65) 公開番号 特開2002-154899 (P2002-154899A)  
 (43) 公開日 平成14年5月28日(2002. 5. 28)  
 審査請求日 平成18年7月6日(2006. 7. 6)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000004260  
 株式会社デンソー  
 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地  
 (74) 代理人 100100022  
 弁理士 伊藤 洋二  
 (74) 代理人 100108198  
 弁理士 三浦 高広  
 (74) 代理人 100111578  
 弁理士 水野 史博  
 (72) 発明者 原 一都  
 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会  
 社デンソー内  
 (72) 発明者 永久保 雅夫  
 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会  
 社デンソー内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

るつば(30)内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板(34)を配置し、前記るつば内にSiを含有するガスとCを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

前記混合ガスを前記るつば内に導入するために用いる導入配管(50)の途中に第1の断熱材(51)を設けると共に、この第1の断熱材から離間した位置に第2の断熱材(52)を設け、前記導入配管に対し、前記るつばに近づく程高温になる温度勾配を設けることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 2】

前記導入配管として、前記るつばに近づく程前記導入配管の穴の断面積が小さくなっていくものを用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方法。

【請求項 3】

前記導入配管の温度勾配を、前記導入配管のうち前記るつば側の先端部から前記導入配管のうち500 になっている部位までの平均が100 /cm以上となるようにすることを特徴とする請求項1又は2に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 4】

前記導入配管の温度勾配を、前記導入配管のうち前記るつば側の先端部から前記導入配管のうち500 になっている部位までの平均が500 /cm以上となるようにするこ

とを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 5】

前記導入配管のうち前記るつぼ側の先端部における前記混合ガスの流速を  $50 \text{ cm/s}$  以上にすることを特徴とする請求項 1 乃至 4 のいずれか 1 つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 6】

前記導入配管のうち前記るつぼ側の先端部における前記混合ガスの流速を  $500 \text{ cm/s}$  以上とすることを特徴とする請求項 1 乃至 5 のいずれか 1 つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 7】

るつぼ (30) 内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 (34) を配置し、前記るつぼ内に Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

前記混合ガスにキャリアガスを混ぜて、前記混合ガスを前記るつぼ内に導入するために用いる導入配管 (50) を介して前記混合ガスと前記キャリアガスとを前記るつぼ内に導入し、

前記導入配管 (50) の途中に第 1 の断熱材 (51) を設けると共に、この第 1 の断熱材から離間した位置に第 2 の断熱材 (52) を設け、前記導入配管に対し、前記るつぼに近づく程高温になる温度勾配を設けたことを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 8】

前記導入配管内における前記混合ガスと前記キャリアガスとを合わせた流量を、前記導入配管に前記混合ガスのみを流す場合よりも大きくすることを特徴とする請求項 7 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 9】

前記キャリアガスが、水素及び不活性ガスの少なくともいずれか一方であることを特徴とする請求項 7 又は 8 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 10】

るつぼ (30) 内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 (34) を配置し、前記るつぼ内に Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

前記るつぼのうち前記混合ガスが導入される導入部の温度よりも、前記るつぼのうち前記混合ガスが前記るつぼから排出される排出部の温度の方を高くすることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 11】

るつぼ (30) 内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 (34) を配置し、前記るつぼ内に Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

前記るつぼの外部に、可動式の温度上昇手段 (9) と X 線装置とを設け、

前記混合ガスから形成された堆積物が前記るつぼに堆積している部位を前記 X 線装置により確認し、前記温度上昇手段を移動して前記部位の温度を上げることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 12】

るつぼ (30) 内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 (34) を配置し、前記るつぼ内に Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

前記るつぼのうち前記炭化珪素単結晶基板上への炭化珪素単結晶の成長が行われる領域

10

20

30

40

50

である成長室内から排出される前記混合ガスを通過させる部屋(40)を設け、

前記部屋を前記成長室よりも低温にすることにより、前記部屋に前記混合ガスから堆積物を堆積させることを特徴とする炭化珪素の製造方法。

【請求項13】

るつぼ(30)内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板(34)が配置され、前記るつぼ内にSiを含有するガスとCを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、

前記混合ガスを前記るつぼ内に導入するための導入配管(50)は、その途中に第1の断熱材(51)が設けられると共に、この第1の断熱材から離間した位置に第2の断熱材(52)が設けられ、前記導入配管は前記るつぼ側が高温になるような温度勾配が設けられる構成となっていることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

10

【請求項14】

るつぼ(30)内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板(34)が配置され、前記るつぼ内にSiを含有するガスとCを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、

前記混合ガスを前記るつぼ内に導入するための導入配管(50)の途中に第1の断熱部材(51)が設けられて、前記導入配管が前記るつぼ側が高温になるような温度勾配が設けられる構成となっており、前記導入配管の材質は、前記導入配管から前記混合ガスが排出される部位である出口(50d)側から、黒鉛、石英、金属の順になっていることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

20

【請求項15】

前記導入配管において、前記黒鉛からなる部位の途中に前記第1の断熱部材が設けられていることを特徴とする請求項14に記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項16】

前記導入配管は、前記るつぼに近づく程前記導入配管の穴の断面積が小さくなっていることを特徴とする請求項13乃至15のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項17】

前記導入配管の温度勾配は、前記導入配管のうち前記るつぼ側の先端部から前記導入配管のうち500 になっている部位までの平均が100 /cm以上となっていることを特徴とする請求項13乃至16のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

30

【請求項18】

前記導入配管の温度勾配は、前記導入配管のうち前記るつぼ側の先端部から前記導入配管のうち500 になっている部位までの平均が500 /cm以上となっていることを特徴とする請求項13乃至17のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項19】

前記導入配管のうち前記るつぼ側の先端部における前記混合ガスの流速が50cm/s以上となっていることを特徴とする請求項13乃至18のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

40

【請求項20】

前記導入配管のうち前記るつぼ側の先端部における前記混合ガスの流速が500cm/s以上となっていることを特徴とする請求項13乃至19のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項21】

前記るつぼと前記導入配管との間に第2の断熱部材(52)が設けられていることを特徴とする請求項14乃至20のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項22】

前記導入配管のうち、少なくとも前記導入配管から前記るつぼに前記混合ガスが排出さ

50

れる部位である出口（５０ｄ）における内面の表面粗さＲａが７μｍ以下であることを特徴とする請求項１３乃至２１のいずれか１つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項２３】

前記導入配管のうち、少なくとも前記導入配管から前記つぼに前記混合ガスが排出される部位である出口（５０ｄ）における内面にＴａＣが形成されて前記導入配管の内面が構成され、前記ＴａＣの表面粗さＲａが７μｍ以下であることを特徴とする請求項１３乃至２１のいずれか１つに記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項２４】

前記導入配管の前記出口における内面が磨き面となっていることを特徴とする請求項２又は２３に記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

10

【請求項２５】

前記導入配管の前記出口における内面が鏡面となっていることを特徴とする請求項２又は２３に記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項２６】

前記導入配管の前記出口における内面の表面粗さＲａが１μｍ以下であることを特徴とする請求項２又は２３に記載の炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項２７】

るつぼ（３０）内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（３４）が配置され、前記るつぼ内にＳｉを含有するガスとＣを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、

20

前記るつぼのうち前記炭化珪素単結晶基板上への炭化珪素単結晶の成長が行われる領域である成長室（３５）と前記混合ガスを前記るつぼ内に導入するための導入配管（５０）とを繋ぐ連通路（３８ａ）を有する突出部（３８）が、前記炭化珪素単結晶基板側に突出するようにして前記るつぼ内に形成されており、

前記連通路の開口面積は前記炭化珪素単結晶基板側に向かうにつれて大きくなっており、

前記連通路の壁面が凹凸面となっていることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項２８】

30

るつぼ（３０）内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（３４）が配置され、前記るつぼ内にＳｉを含有するガスとＣを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、

前記るつぼのうち前記混合ガスが導入される導入部の温度よりも、前記るつぼのうち前記混合ガスが前記るつぼから排出される排出部の温度の方が高い構成となっていることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項２９】

るつぼ（３０）内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（３４）が配置され、前記るつぼ内にＳｉを含有するガスとＣを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、

40

前記るつぼの外部に、可動式の温度上昇手段（９）とＸ線装置とが設けられ、

前記混合ガスから形成された堆積物が前記るつぼに堆積している部位を前記Ｘ線装置により確認し、前記温度上昇手段を移動させて前記堆積物が堆積している部位の温度を上昇させることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【請求項３０】

るつぼ（３０）内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板（３４）が配置され、前記るつぼ内にＳｉを含有するガスとＣを含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、前記炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置におい

50

て、

前記るつぼのうち前記炭化珪素単結晶基板上への炭化珪素単結晶の成長が行われる領域である成長室(35)内から排出される前記混合ガスを通過させる部屋(40)が設けられており、

前記部屋が前記成長室よりも低温になっていることを特徴とする炭化珪素の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、欠陥の少ない高品質な炭化珪素単結晶を効率良く製造する炭化珪素単結晶の製造方法及びこれに適した炭化珪素単結晶の製造装置に関する。

10

【0002】

【従来の技術】

炭化珪素単結晶は、高耐圧、高電子移動度という特徴を有するため、パワーデバイス用半導体基板として期待されている。炭化珪素単結晶には、一般に昇華法(改良レーリー法)と呼ばれる単結晶成長方法が用いられる。

【0003】

改良レーリー法は、黒鉛製るつぼ内に炭化珪素原料を挿入すると共にこの原料部と対向するように種結晶を黒鉛製るつぼの内壁に装着し、原料部を2200~2400に加熱して昇華ガスを発生させ、原料部より数十~数百低温にした種結晶に再結晶化させることで炭化珪素単結晶を成長させるものである。

20

【0004】

この改良レーリー法では、炭化珪素単結晶の成長に伴って炭化珪素原料が減少するため、成長させることができる量に限界がある。たとえ、成長途中に原料を追加する手段をとったとしても、SiCが昇華する際にSi/C比が1を超える比で昇華するため、成長中に原料を追加するとるつぼ内の昇華ガスの濃度が揺らぎ、結晶を連続的に高品質に作製することの障害となってしまう。

【0005】

一方、CVDによって炭化珪素をエピタキシャル成長させるものとして、特表平11-508531号公報に記載の発明が開示されている。図4はこの発明の製造装置の概略断面図である。図4に示すように、円筒形状のケース1の中央付近に円筒形状のるつぼであるサセプタ2を配置している。このサセプタ2は高純度の黒鉛等からなる。サセプタ2の上端面には種結晶となる炭化珪素単結晶基板3が配置されている。ケース1外部のサセプタ2の外周に相当する位置にはサセプタ2内の気体を加熱するための加熱手段4が配置されている。

30

【0006】

サセプタ2の周囲は断熱材5である多孔質の黒鉛により充填されている。そして、サセプタ2の下端において、この断熱材5によって漏斗状の通路6が形成されている。ケース1の下端には炭化珪素単結晶の成長に必要なSiやCを含有する混合ガスを供給する供給手段7が配置されている。また、サセプタ2の上端面には混合ガスが排気される通路8が形成されており、ケース1の上部にはケース1の外部に繋がる通路9が形成されている。

40

【0007】

このような構成の製造装置では、供給手段7から供給された混合ガスが断熱材5により形成された通路6を通過してサセプタ2内に移動し、混合ガスが加熱手段4により加熱されて種結晶3上に炭化珪素単結晶としてエピタキシャル成長される。そして残留した混合ガスはサセプタ2上端面の通路8を通り、ケース1の上部に形成された通路9を通過して排気される。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このCVDによる炭化珪素単結晶の製造では、通路6が断熱材5からできているためサセプタ2の熱が通路には伝わり難く、通路6における混合ガスの温度は低く

50

なっている。その混合ガスがサセプタ 2 内に移動すると急激に加熱される。この様に急激に混合ガスが加熱された場合、一般に品質の良い炭化珪素単結晶は得られない。

【0009】

そこで、通路 6 内でも混合ガスの温度を高くして、サセプタ 2 内にある程度高い温度になった混合ガスを供給することが考えられる。しかし、混合ガスの温度が 500 程度以上になると、Si がこの壁面に堆積してしまう。また、混合ガスが Si と C の反応温度に達すると、Si と C とが反応して通路 6 の壁面に SiC が堆積してしまう。そして、これらの堆積により通路が詰まってしまう。

【0010】

また、混合ガスの通過経路のうち細くなっているサセプタ上端面の通路 8 や、ケース上部の外部に繋がる通路 9 でも、混合ガスに残留している Si や反応生成物の SiC が堆積したりして、これらの通路が詰まる恐れがある。

【0011】

本発明は上記点を鑑みて、混合ガスによる詰まりを抑制した炭化珪素単結晶の製造方法及び製造装置を提供することを目的とする。

【0012】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、請求項 1 に記載の発明では、るつぼ (30) 内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 (34) を配置し、るつぼ内に Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、混合ガスをるつぼ内に導入するために用いる導入配管 (50) の途中に第 1 の断熱材 (51) を設けると共に、この第 1 の断熱材から離間した位置に第 2 の断熱材 (52) を設け、前記導入配管に対して、るつぼに近づく程高温になる温度勾配を設けることを特徴としている。

【0013】

このような温度勾配を設けることにより、混合ガスがるつぼ内に導入されてから急激に加熱されるのではなく、導入配管を通過する際に加熱された高温の混合ガスがるつぼ内に導入される。そのため、品質の良い炭化珪素単結晶を形成することができる。

【0014】

また、たとえ導入配管内で混合ガスが Si や SiC 等の堆積可能な温度に達したとしても、Si や SiC が昇華する温度以上の高温な導入配管内の領域に速やかにその混合ガスが移動すれば、これらの堆積は起こらない。本発明では、るつぼに温度勾配を設けてより高温な部位に移動させるようにし、また、高温になる程混合ガスは体積膨張するため、高温になる程導入配管内の混合ガスの速度を大きくすることができる。

【0015】

従って、混合ガスをより高温な部位に速く移動させることができるため、導入配管における混合ガスの詰まりを抑制した炭化珪素単結晶の製造方法を提供することができる。

【0016】

この場合、請求項 2 に記載の発明では、導入配管として、るつぼに近づく程導入配管の穴の断面積が小さくなっているものを用いることを特徴としている。これによれば、るつぼに近づく程混合ガスの経路が細くなるため、るつぼに近づく程混合ガスの流速を大きくすることができる。従って、導入配管の穴の断面積が一定である場合と比較して、更に混合ガスの流速を高めることができる。

【0017】

また、請求項 1 又は 2 の発明において、請求項 3 に記載の発明のように、導入配管の温度勾配を、導入配管のうちのるつぼ側の先端部から導入配管のうちの 500 になっている部位までの平均が 100 / cm 以上となるようにすると好適である。更に、請求項 4 に記載の発明のように、500 / cm 以上となるようにすると望ましい。

【0018】

また、請求項 5 に記載の発明のように、導入配管のうちのるつぼ側の先端部における混合ガ

10

20

30

40

50

スの流速を  $50\text{ cm/s}$  以上とすると好適である。更に、請求項 6 に記載の発明のように、 $500\text{ cm/s}$  以上とすると望ましい。

【0019】

請求項 7 に記載の発明では、混合ガスにキャリアガスを混ぜて、導入配管 (50) を介して混合ガスとキャリアガスとをるつぼ内に導入し、導入配管 (50) の途中に第 1 の断熱材 (51) を設けると共に、この第 1 の断熱材から離間した位置に第 2 の断熱材 (52) を設け、導入配管に対し、るつぼに近づく程高温になる温度勾配を設けたことを特徴としている。

【0020】

この様にキャリアガスを導入配管に流すことにより、導入配管内の流速を高めることができる。従って、混合ガスが導入配管に詰まることを抑制することができる。又、温度勾配を設けることにより、混合ガスがるつぼ内に導入されてから急激に加熱されるのではなく、導入配管を通過する際に加熱された高温の混合ガスがるつぼ内に導入されるため、品質の良い炭化珪素単結晶を形成することができる。

10

【0021】

具体的には、請求項 8 に記載の発明のように、導入配管内における混合ガスとキャリアガスとを合わせた流量を、導入配管に混合ガスのみを流す場合よりも大きくすると良い。

【0022】

請求項 7 又は 8 の発明では、請求項 9 に記載の発明のように、キャリアガスとしては水素及び不活性ガスの少なくともいずれか一方を用いることができる。

20

【0023】

請求項 10 に記載の発明は、るつぼのうち混合ガスが導入される導入部の温度よりも、るつぼのうち混合ガスがるつぼから排出される排出部の温度の方を高くすることを特徴としている。

【0024】

混合ガスによる堆積物は周囲よりも低温の部位に堆積し易いため、排出部の温度を高くすることにより排出部に堆積物が堆積して排出部が詰まることを抑制することができる。

【0025】

請求項 11 に記載の発明は、るつぼの外部に、可動式の温度上昇手段と X 線装置とを設け、混合ガスから形成された堆積物がるつぼに堆積している部位を X 線装置により確認し、温度上昇手段 (9) を移動して堆積物がるつぼに堆積している部位の温度を上げることを特徴としている。

30

【0026】

これにより、堆積物の温度を上昇させて昇華させ、堆積物を減少させることができ、堆積物による詰まりを抑制することができる。

【0027】

請求項 12 に記載の発明は、るつぼのうち炭化珪素単結晶基板上への炭化珪素単結晶の成長が行われる領域である成長室内から排出される混合ガスを通過させる部屋 (40) を設け、この部屋を成長室よりも低温にすることにより、この部屋に混合ガスから堆積物を堆積させることを特徴としている。

40

【0028】

混合ガスによる堆積物は温度が低い部位に堆積し易いため、この部屋に堆積物を堆積させて、混合ガスを装置の外部に排出する排気配管が、混合ガスによる堆積物により詰まることを抑制することができる。なお、堆積物はこの部屋の壁面に堆積するため、この部屋におけるガスの流路は確保される。

【0029】

請求項 13 に記載の発明では、るつぼ (30) 内に種結晶となる炭化珪素単結晶基板 (34) が配置され、るつぼ内に Si を含有するガスと C を含有するガスとを含む混合ガスを導入することにより、炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素単結晶を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置において、導入配管 (50) は、その途中に第 1 の断熱材 (51) が設け

50

られると共に、この第1の断熱材から離間した位置に第2の断熱材(52)が設けられ、導入配管はるつば側が高温になるような温度勾配が設けられる構成となっていることを特徴としている。これにより、請求項1の炭化珪素単結晶の製造方法を好適に行うことができる製造装置を提供することができる。

【0030】

請求項14に記載の発明では、導入配管(50)の途中に第1の断熱部材(51)が設けられて、導入配管がるつば側が高温になるような温度勾配が設けられる構成となっていることを特徴としている。

【0031】

導入配管の途中に第1の断熱部材を設けることにより、高温になっているるつば近傍の導入配管の熱を伝わり難くし、好適に導入配管に温度勾配を設けることができる。

10

【0032】

又、請求項14に記載の発明は、導入配管の材質が導入配管からるつばに混合ガスが排出される部位である出口(50d)側から、黒鉛、石英、金属の順になっていることを特徴としている。るつばは高温になっているため、るつば近傍の導入配管の材質を黒鉛にすると好適である。また、黒鉛と金属との間に石英を設けると黒鉛から金属への熱伝導を抑制することができる。

【0033】

この場合、請求項15に記載の発明のように、導入配管において、黒鉛からなる部位の途中に第1の断熱部材を設けると、るつばから伝わった熱の伝導を調節して、黒鉛からなる部位において好適に温度勾配を設けることができる。

20

【0034】

請求項16に記載の発明では、請求項13～15の発明において、導入配管は、るつばに近づく程導入配管の穴の断面積が小さくなっていることを特徴としている。これによれば、請求項2の発明と同様に、導入配管の穴の断面積が一定である場合と比較して、更に混合ガスの流速を高めることができる。

【0035】

この場合、請求項17に記載の発明のように、導入配管の温度勾配は、導入配管のうちるつば側の先端部から導入配管のうち500 になっている部位までの平均が100 /cm以上となっていると好適である。更に、請求項18に記載の発明のように、500 /cm以上となっていると望ましい。

30

【0036】

また、請求項19に記載の発明のように、導入配管のうちるつば側の先端部における混合ガスの流速が50cm/s以上となっていると好適である。更に、請求項20に記載の発明のように、500cm/s以上となっていると望ましい。

【0037】

請求項21に記載の発明では、請求項14～20の発明において、るつばと導入配管との間に第2の断熱部材(52)が設けられていることを特徴としている。

【0038】

この様に第2の断熱部材を設けることにより、高温になっているるつばから導入配管への伝熱量を減少させることができるため、好適に導入配管に温度勾配を設けることができる。

40

【0039】

また、請求項22に記載の発明のように、請求項13～21の発明において、導入配管のうち、少なくとも出口(50d)における内面の表面粗さRaを7μm以下にすると、導入配管の内面と混合ガスとの接触面積が小さくなるため、導入配管の内面付近での混合ガスの流速の低下を抑制することができる。その結果、導入配管が詰まることを更に抑制することができる。

【0040】

また、請求項23に記載の発明のように、導入配管のうち、少なくとも出口(50d)

50

における内面にＴ a Cを形成して導入配管の内面を構成し、Ｔ a Cの表面粗さＲ aを７ μ m以下にしても良い。

【 0 0 4 1 】

これらの場合、具体的には、請求項 2 4 に記載の発明のように、導入配管の内面を磨き面としたり、請求項 2 5 に記載の発明のように、導入配管の内面を鏡面としたりすることができる。また、請求項 2 6 に記載の発明のように、導入配管の内面の表面粗さＲ aを１ μ m以下にすると更に好適である。

【 0 0 4 2 】

請求項 2 7 に記載の発明は、成長室（ 3 5 ）と導入配管とを繋ぐ連通通路（ 3 8 a ）を有する突出部（ 3 8 ）が、炭化珪素単結晶基板側に突出するようにしてつば内に形成されており、連通通路の開口面積は炭化珪素単結晶基板側に向かうにつれて大きくなっており、連通通路の壁面が凹凸面となっていることを特徴としている。

10

【 0 0 4 3 】

一般に、るつぼ内の混合ガスが過飽和になった時、混合ガスがるつぼの壁面に衝突してこの壁面に堆積物が堆積する。そして、るつぼ内で炭化珪素単結晶側に突出した突出部の連通通路を介して混合ガスを供給すると、連通通路の壁面に堆積物が堆積して、この堆積した堆積物が導入配管に落ちて導入配管が詰まる恐れがある。

【 0 0 4 4 】

しかし、本発明のように、通路の壁面を凹凸面とすると、この凹凸面に堆積物が引っかかり、導入配管に落ちて導入配管が詰まることを抑制することができる。

20

【 0 0 4 5 】

請求項 2 8 に記載の発明では、るつぼのうち混合ガスが導入される導入部の温度よりも、るつぼのうち混合ガスがるつぼから排出される排出部の温度の方が高い構成となっていることを特徴としている。これにより、請求項 1 0 の炭化珪素単結晶の製造方法を好適に行うことができる製造装置を提供することができる。

【 0 0 4 6 】

請求項 2 9 に記載の発明では、るつぼの外部に、可動式の温度上昇手段（ 9 ）と X 線装置とが設けられ、混合ガスから形成された堆積物がるつぼに堆積している部位を X 線装置により確認し、温度上昇手段を移動させて堆積物が堆積している部位の温度を上昇させることを特徴としている。これにより、請求項 1 1 の炭化珪素単結晶の製造方法を好適に行うことができる製造装置を提供することができる。

30

【 0 0 4 7 】

請求項 3 0 に記載の発明では、成長室（ 3 5 ）内から排出される混合ガスを通過させる部屋（ 4 0 ）が設けられており、部屋が成長室よりも低温になっていることを特徴としている。これにより、請求項 1 2 の炭化珪素単結晶の製造方法を好適に行うことができる製造装置を提供することができる。

【 0 0 4 8 】

なお、上記各手段の括弧内の符号は、後述する実施形態に記載の具体的手段との対応関係を示すものである。

【 0 0 4 9 】

40

【発明の実施の形態】

（第 1 実施形態）

以下、図に示す実施形態について説明する。図 1 は炭化珪素単結晶の製造装置（以下、単に製造装置という）の概略断面図である。図 1 に示すように、筒形状の容器 1 は、るつぼを入れる部位である下部容器 2 と完成した炭化珪素（ S i C ）を取り出す部位である上部容器 3 とを有し、上部容器 3 の空間と下部容器 2 の空間とが連通されて構成されている。

【 0 0 5 0 】

上部容器 3 は例えば S U S （ステンレス）からなり、その側面には、結晶成長させた S i C 単結晶を取り出すための試料取り出し口 3 a が設けられている。この上部容器 3 の上端の開口部は例えば S U S からなる上部蓋材 4 により塞がれている。上部蓋材 4 には排気配

50

管 6 が接続されており、排気配管 6 には真空ポンプ（図示せず）が接続されている。この真空ポンプにより容器 1 の中が圧力制御されて真空排気されるようになっている。

【 0 0 5 1 】

下部容器 2 は例えば石英からなり、下端の開口部が例えば S i S からなる下部蓋材 5 によって塞がれている。この下部容器 2 内には断熱部材 7 により囲まれてるつぼ 3 0 が配置されている。

【 0 0 5 2 】

るつぼ 3 0 は、第 1 の部材 3 1 と第 2 の部材 3 2 とを有して構成されている。第 1 の部材 3 1 は筒状部材（第 1 の筒状部材）からなる。第 1 の部材 3 1 のうち上部容器 3 に近い側の内側には、第 1 の部材 3 1 の内壁との間に隙間が形成されるように、S i C 単結晶基板 10  
取り付け台座（以下、単に台座という）3 3 が配置されている。この台座 3 3 の一面に、炭化珪素単結晶基板 3 4 が取り付けられ、この炭化珪素単結晶基板 3 4 を種結晶として、第 1 の部材 3 1 の内側の空間 3 5 内で S i C 単結晶が成長するようになっている。以下、炭化珪素単結晶基板 3 4 を種結晶といい、第 1 の部材 3 1 の内側の空間 3 5 を成長室という。

【 0 0 5 3 】

第 2 の部材 3 2 は、筒状部材（第 2 の筒状部材）3 6 と壁面 3 7 とを備えて構成されている。壁面 3 7 は第 2 の筒状部材 3 6 のうち上部容器 3 から遠い側の端部に設けられ、壁面 3 7 の中央部には突出部 3 8 が設けられている。突出部 3 8 は、第 2 の筒状部材 3 6 の内側に向けて突出するように形成され、突出部 3 8 の内部には第 2 の筒状部材 3 6 の内側と 20  
第 2 の部材 3 2 の外部とを連通する連通通路 3 8 a が形成されている。この連通通路 3 8 a の開口面積は台座 3 3 側に向かうに連れて大きくなるように構成されている。

【 0 0 5 4 】

このように構成された第 2 の部材 3 2 の内側に第 1 の部材 3 1 が配置されている。具体的には、第 1 の部材 3 1 が第 2 の筒状部材 3 6 と突出部 3 8 との間に挟まれ、第 1 の部材 3 1 の壁面 3 7 側の先端部と壁面 3 7 との間に隙間が形成されるように配置されている。これにより、突出部 3 8 が壁面 3 7 から種結晶 3 4 側に突出した状態となり、連通通路 3 8 a によって成長室 3 5 とるつぼ 3 0 の外部とが連通された構成となる。

【 0 0 5 5 】

なお、第 1 及び第 2 の筒状部材 3 1、3 2 における上部容器 3 側は、部分的に互いに連結 30  
されて一体となっている。

【 0 0 5 6 】

このような構成のるつぼ 3 0 は、言い換えれば以下のような構成になっている。すなわち、るつぼ 3 0 は、第 1 の部材 3 1 に相当する円筒部材と、第 2 の部材 3 2 に相当するコップ形状部材とを有して構成されている。コップ形状部材の内側に円筒部材が配置され、コップ形状部材の入口側端部と円筒部材の一端とが同じ面上に位置すると共に、円筒部材の他端が壁面 3 7 に相当するコップ形状部材の底部側に位置し、円筒部材の他端とコップ形状部材の底面との間に隙間が空けられた状態とされている。また、コップ形状部材の底部の中央付近にコップ形状部材の入口方向に突出させた突出部 3 8 が形成され、この突出部 3 8 に円筒部材 3 1 の内側の空間（成長室 3 5）とるつぼ 3 0 の外部とを繋ぐ連通通路 3 8 40  
a が形成された構成となっている。

【 0 0 5 7 】

また、このように構成されるるつぼ 3 0 の材料としては、例えば高温（例えば、2 4 0 0 程度）に耐え得る高純度の黒鉛を用いることができる。このような高純度の黒鉛を用いることにより、加熱されたるつぼ 3 0 から不純物が発生して結晶成長中に結晶内に不純物が取り込まれることを低減することができる。

【 0 0 5 8 】

一方、第 2 の筒状部材 3 6 の壁面 3 7 には導入配管 5 0 が接続されており、導入配管 5 0 と成長室 3 5 とが連通通路 3 8 a を介して連通されている。そして、導入配管 5 0 及び連通通路 3 8 a を通じて、成長室 3 5 内に S i C の結晶成長に使用される混合ガスが導入さ 50

れるようになっている。

【0059】

導入配管50は、るつぼ30に近づく程導入配管50が高温になる温度勾配が設けられる構成になっている。本実施形態では、導入配管50は3つの部位から構成され、導入配管50のうちの成長室35に混合ガスが排出される部位である出口50d側から順に、第1の導入配管50a、第2の導入配管50b、第3の導入配管50cが配置されている。

【0060】

第1の導入配管50aは導入配管50の出口50d方向の先端部に位置しており、高温となるるつぼ30の近傍に配置されるため、高温にも耐え得る物質、例えば黒鉛によって構成されている。この第1の導入配管50aの途中には第1の断熱部材51が設けられ、第1の導入配管50aにおいて好適に温度勾配が設けられるようになっている。

10

【0061】

また、第1の導入配管50aとるつぼ30との間には第2の断熱部材52が設けられている。これにより、高温になるるつぼ30から第1の導入配管50aへの伝熱量を減少させ、好適に第1の導入配管50aに温度勾配が設けられるようになっている。

【0062】

この様な構成により、第1の導入配管50aのうち第1の断熱部材51の下方における温度が500 程度となるようにすることができる。なお、第1及び第2の断熱部材51、52としては、具体的には多孔質な黒鉛を用いることができる。

【0063】

20

第2の導入配管50bは第1の導入配管50aの熱を第3の導入配管50cに伝え難くするために設けられており、熱伝導率の低い物質、例えば石英から構成されている。また、第3の導入配管50cは、例えば金属によって構成され、具体的にはSUS（ステンレススチール）によって構成されている。この第3の導入配管50cには、例えば第3の導入配管50cを水で冷却する等の冷却機構50eが備えられている。

【0064】

ここで、導入配管50の内表面において、表面における出ている部位と凹んだ部位における面に垂直な方向の寸法の差の平均を表面粗さRaとすると、第1の導入配管50aの内表面の表面粗さRaが7μm以下、望ましくは1μm以下とされている。

【0065】

30

これは、特に第1の導入配管50a内において、混合ガスが高温（例えば500 以上）になることから、第1の導入配管50aの内面に混合ガスによる堆積物が堆積し易いためである。この様に、第1の導入配管50aの内面の表面粗さRaを制御すると、第1の導入配管50aの内面と混合ガスとの接触面積を小さくすることができ、導入配管50の内面付近での混合ガスの流速の低下を抑制することができる。その結果、導入配管50が詰まることを更に抑制することができる。

【0066】

なお、この表面粗さRaは、具体的には、第1の導入配管50aの内面を治具により磨いて磨き面にしたり、鏡面にしたりすることで制御される。

【0067】

40

さらに、導入配管50の出口50dとは反対側（以下、下方側という）の部位は、下部蓋材5を貫いて容器1外まで延設されている。その更に下方側には、図示していないが、マスフローコントローラが備えられており、導入配管50に流す混合ガスの流量を制御できるようになっている。また、図示していないが、導入配管50の下方にはパイロメータが備えられており、このパイロメータにより導入配管50を通して種結晶34又は結晶成長しつつあるSiC単結晶の表面の温度を測定できるようになっている。

【0068】

また、台座33のうち種結晶34が配置されている側とは反対側である他面側には、種結晶34をSiC単結晶の成長方向とは反対側に引き上げる結晶引き上げシャフト（以下、単にシャフトという）8が接合されている。このシャフト8は管状になっており、シャフ

50

ト 8 のうちるつぼ 3 0 に近い側は石英からなり遠い側は S i C からなる。そして、シャフト 8 の上方にパイロメータが備えられ、台座 3 3 の温度を測定できるようになっている。なお、シャフト 8 のうちるつぼ 3 0 の近傍も断熱部材 7 により覆われている。

【 0 0 6 9 】

また、容器 1 の外部におけるるつぼ 3 0 とほぼ同じ高さの部位には、温度上昇手段 9 が配置されている。この温度上昇手段としては R F コイル 9 を用いている。図示例では、R F コイル 9 は上下に独立しており、るつぼ 3 0 の上方と下方の温度を独立して制御できるようになっている。また、図示していないが、容器 1 の外部には X 線装置が配置されている。

【 0 0 7 0 】

次に、このような製造装置を用いた S i C 単結晶の製造方法について述べる。まず、台座 3 3 の一面側に種結晶 3 4 を取り付け、シャフト 8 により調節して成長室 3 5 内の所定の位置に種結晶 3 4 を配置する。

【 0 0 7 1 】

次に、容器 1 の中を真空排気すると共に、るつぼ 3 0 内に導入配管 5 0 を介して A r を導入する。その後、R F コイル 9 に電力投入してるつぼ 3 0 を誘導加熱する。そして、るつぼ 3 0 の温度を所定温度 ( S i の熔融温度である 1 4 2 0 以上、好ましくは S i C が昇華可能な 2 4 0 0 前後 ) で安定させると同時に、容器 1 の中の圧力を所定圧力とする。なお、るつぼ 3 0 は断熱部材 7 により囲まれているため簡便に均一な高温にすることができる。

【 0 0 7 2 】

このようにるつぼ 3 0 を高温にすることにより、導入配管 5 0 に対してるつぼ 3 0 に近く程高温になる温度勾配が設けられる。具体的には、導入配管 5 0 における温度勾配が、導入配管 5 0 のうちるつぼ 3 0 側の先端部から導入配管 5 0 のうち 5 0 0 になっている部位までで、平均して 1 0 0 / c m 以上となる。なお、この温度勾配は更に急激であっても良く、5 0 0 / c m 以上としても良い。

【 0 0 7 3 】

本実施形態では、るつぼ 3 0 に第 1 及び第 2 の断熱部材 5 1、5 2 を配置しており、これらの断熱部材 5 1、5 2 として多孔質な黒鉛を用いている。これにより、黒鉛は高温に耐えることができ、多孔質であるために R F コイル 9 により誘導加熱され難い。従って、好適に導入配管 5 0 に対してこのような温度勾配を設けることができる。なお、本実施形態では、第 1 の導入配管 5 0 a のうち第 1 の断熱部材 5 1 の下部において 5 0 0 程度になる。また、第 1 の導入配管 5 0 a のるつぼ側 ( 第 2 の断熱部材 5 2 付近 ) では、2 0 0 0 程度とした。

【 0 0 7 4 】

そして、導入配管 5 0 を介して、混合ガスとキャリアガスをるつぼ 3 0 内に導入する。これらのうち混合ガスは、S i を含有するガスと C を含有するガスとを含んでいる。具体的には混合ガスとして、S i H<sub>4</sub>、C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>、H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>を用いている。

【 0 0 7 5 】

これらのガスのうち、S i H<sub>4</sub>と C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>は、S i C 単結晶を結晶成長させるために必要なガスである。また、H<sub>2</sub>は S i C 単結晶表面の炭化を防ぐためのものであり、S i C 単結晶の表面の過剰な炭素と結合して炭化水素となる。また、N<sub>2</sub>はドーピングガスであり、n 型伝導の S i C を得るために導入している。なお、p 型伝導の S i C を得るためには、トリメチルアルミニウム等のガスを用いて A l を導入すれば良い。

【 0 0 7 6 】

また、キャリアガスは導入配管 5 0 内におけるガスの流量を混合ガスのみを導入する場合よりも大きくするためのものであり、例えば A r を用いることができる。

【 0 0 7 7 】

この様に、温度勾配が設けられた導入配管 5 0 を介してるつぼ 3 0 内に混合ガスを導入することにより、混合ガスがるつぼ 3 0 内に導入されてから急激に加熱されるのではなく、導

10

20

30

40

50

入配管 50 を通過する際に加熱された高温の混合ガスが りつば 30 内に導入される。そのため、品質の良い炭化珪素単結晶を形成することができる。

【0078】

この場合、混合ガスの温度が高くなり 500 程度以上になると、 $\text{SiH}_4$  が導入配管 50 の内面に衝突した際に、この内面に  $\text{Si}$  が堆積する恐れがある。また、更に高温になると混合ガス中の  $\text{SiH}_4$  と  $\text{C}_3\text{H}_8$  とが反応温度に達し、 $\text{SiC}$  が導入配管 50 の内面に堆積する恐れがある。ただし、これらが堆積する前に  $\text{Si}$  や  $\text{SiC}$  の昇華温度もしくは融点以上の高温な導入配管内の領域にその混合ガスが速やかに移動すれば、これらの堆積は起こらない。このような導入配管 50 内の高温な領域の温度としては、 $\text{SiC}$  が昇華可能な 1800 である。

10

【0079】

本実施形態では、導入配管 50 に温度勾配を設けてより高温な部位に速やかに移動させるようにしており、高温になる程混合ガスは体積膨張するため、高温になる程導入配管 50 内の混合ガスの流速を大きくすることができる。また、混合ガスにキャリアガスを混ぜているため、好適に導入配管 50 内の流速を高めることができる。

【0080】

具体的には、導入配管 50 のうち りつば 30 側の先端部における混合ガスの流速を 50 cm/s 以上にすると好適であり、500 cm/s 以上にすると更に望ましい。

【0081】

この様に、混合ガスをより高温な部位に速く移動させることができるため、導入配管 50 における混合ガスによる詰まりを抑制することができる。

20

【0082】

また、導入配管 50 を介して りつば 30 の成長室 35 内に導入された混合ガスは、種結晶 34 上又は先に種結晶 34 上に結晶化した  $\text{SiC}$  単結晶上で結晶化される。この時の  $\text{SiC}$  単結晶の結晶性は、種結晶 34 の結晶性や りつば 30 の温度等の条件により変化し、 $4\text{H-SiC}$  や  $6\text{H-SiC}$  等の  $\text{SiC}$  単結晶を成長させることができる。

【0083】

その後、混合ガスは、突出部 38 と第 1 の部材 31 の内壁との間に形成された隙間を通り、第 1 の部材 31 の先端部と第 2 の部材 32 の壁面 37 (コップ形状部材の底部) との間隙間を通り、第 1 の部材 31 の外壁と第 2 の筒状部材 36 の内壁との間に形成された隙間を通って りつば 30 外に排出される。

30

【0084】

一般に、混合ガスによる堆積物 (例えば、多結晶  $\text{SiC}$  等の混合ガスの成分が固体化したもの) は周囲よりも低温になっている部位に堆積し易い。そのため、本実施形態では、上下に独立した RF コイル 9 の各々の出力を調節して、りつば 30 のうち混合ガスが導入される導入部の温度よりも、混合ガスが りつば 30 から排出される排出部の温度の方を高くしている。なお、図示例では、導入部は突出部 38 の連通通路 38a 近傍であり、排出部とは第 1 の部材 31 と第 2 の筒状部材 36 とで形成されている隙間を示す。

【0085】

この様に排出部の温度を高くすることにより、混合ガスが りつば 30 から排出される際に排出部が混合ガスによる堆積物により詰まることを防止できる。つまり、高温な部位では  $\text{SiC}$  の蒸気圧が高くなるため、多結晶  $\text{SiC}$  の付着を防止して滞りなくガスを りつば 30 外に排出することができる。

40

【0086】

そして、結晶成長を終了する際は、混合ガスの供給を停止し、RF 電源の電力を下げて降温する。その後、 $\text{SiC}$  単結晶を上部容器 3 に搬送して Ar ガスで上部容器 3 を大気圧まで昇圧した後、試料取り出し口 3a から  $\text{SiC}$  単結晶を取り出す。

【0087】

この様にして、導入配管 50 における混合ガスによる詰まりと、りつば 30 の排出部における混合ガスによる詰まりを抑制して、 $\text{SiC}$  単結晶を成長させることができる。

50

## 【0088】

なお、結晶成長時において、種結晶34又はSiC単結晶の温度は、導入配管50の下方向に取り付けたパイロメータによりこれらの温度を測温し、これらの温度がるつぼ30よりも低くなるように設定することができる。従って、るつぼ30や台座33の配置状態や熱的劣化に伴う温度変化に関わらず、混合ガスが種結晶34又はSiC単結晶の表面で一定温度で結晶化することができる。

## 【0089】

また、連通路38aの成長室35側の開口部を導入配管50側の開口部よりも大きくしているため、導入配管50から導入された混合ガスは種結晶34付近で流速を低下することができる。そのため、種結晶34付近における混合ガスの滞留時間を長くすることができ、混合ガス中のSiH<sub>4</sub>とC<sub>3</sub>H<sub>8</sub>の多くをSiC単結晶とすることができる。

10

## 【0090】

また、導入配管50やるつぼ30の排出部等において混合ガスによる堆積物が堆積することを抑制できるため、混合ガスがSiC単結晶の成長以外で消費されることを低減することができる。

## 【0091】

なお、この様な製造装置では、台座33はシャフト8に接続され、SiC単結晶の結晶成長の進行により上方向（上部容器3方向）に移動させることができる構成になっている。そのため、限られた空間である成長室35内であっても、結晶を連続的に長尺に成長させることができる。

20

## 【0092】

（第2実施形態）

図2は第2実施形態に係る製造装置の概略断面図である。以下、主として第1実施形態と異なる部分について述べ、図2中、図1と同一部分は同一符号を付して説明を省略する。

## 【0093】

本実施形態では第1実施形態と比較して導入配管50の先端部の形状が異なる。図2に示すように、るつぼ30に近づく程導入配管50の穴の断面積が小さくなっている。

## 【0094】

これにより、るつぼ30に近づく程混合ガスの経路が細くなるため、るつぼ30に近づく程混合ガスの流速を大きくすることができる。従って、第1実施形態のように導入配管50の穴の断面積が一定である場合と比較して、更に導入配管50の先端部における混合ガスの流速を高め、導入配管50における混合ガスによる詰まりを抑制することができる。

30

## 【0095】

また、本実施形態の導入配管50は、第1実施形態のように3つの異なる部材から構成されておらず、1つの部材又は2つの部材から構成されている。そして、導入配管50の途中に第1の断熱部材51を設けている。また、るつぼ30と導入配管50との間に第2の断熱部材52を設けている。この様にして、導入配管50に温度勾配を設けるようにしてもよい。

## 【0096】

なお、本実施形態の場合、導入配管50は1つ又は2つの部材からなるが、導入配管50の内面の表面粗さは、導入配管50の内面のうち温度勾配が設けられている部位を第1実施形態と同様に制御すると望ましい。具体的には、導入配管50のうち500程度以上になっている部位に堆積物が堆積し易いため、その部位を制御すると好適である。

40

## 【0097】

また、るつぼ30内には突出部38が設けられていない。この様な構成であっても、十分にSiC単結晶を製造することができる。

## 【0098】

また、壁面37と第1の部材31の先端部との隙間は、この隙間を通る混合ガスの流量が制限される程度に狭くなっている。そのため、成長室35における混合ガスが成長室35から排出され難くなる。その結果、混合ガスが成長室35に長く止まり、混合ガスから多

50

くのSiCを結晶成長させることができる。

【0099】

なお、導入配管50の内面の表面粗差Raは、必ずしも導入配管50のうち温度勾配が設けられている部位全体を制御しなくても、少なくとも最も導入配管50の穴の断面積が小さくなって堆積物がつまりやすくなっている部位である出口50dにおいて制御されているようにすれば良い。

【0100】

(第3実施形態)

図3は第3実施形態に係る製造装置の概略断面図である。以下、主として第1実施形態と異なる部分について述べ、図3中、図1と同一部分は同一符号を付して説明を省略する。

10

【0101】

本実施形態では、第1実施形態と比較して突出部38の連通通路38aの壁面の形状が異なる。図3に示すように、連通通路38aの壁面が凹凸面となっている。具体的には、種結晶34側に開口したスリット状の溝38bが形成されている。

【0102】

一般に、成長室35内の混合ガスが過飽和になった時、混合ガスがるつぼ30の壁面に衝突してこの壁面に堆積物が堆積する。そして、るつぼ30内で種結晶34側に突出した突出部38の連通通路38aを介して混合ガスを供給すると、連通通路38aの壁面に堆積物が堆積して、この堆積した堆積物が導入配管50に落ちて導入配管50が詰まる恐れがある。

20

【0103】

しかし、本実施形態のように、連通通路38aの壁面に溝38bを形成すると、この溝38bに堆積物が引っかかり、導入配管50に落ちて導入配管50が詰まることを抑制することができる。なお、溝38bに引っかかった堆積物は、再び昇華させてSiCの結晶成長に用いれば良い。また、連通通路38aの壁面に溝38bを形成する代わりに段差を設けても良い。

【0104】

また、本実施形態では、図3に示すように、るつぼ30に対する上部容器3側に、成長室35から排出される混合ガスを通過させる部屋としてのガストラップ容器40を設けている。このガストラップ容器40は成長室35よりも低温になっている。また、ガストラップ容器40にはるつぼ30の排出部と連通する開口部41がるつぼ30側の一面に形成されており、るつぼ30とは反対側の他面には1つの開口部42が形成されている。この他面の開口部42と位置合わせして、断熱部材7にも開口部7aが形成されている。

30

【0105】

この様にガストラップ容器40が設けられているため、るつぼ30から排出される混合ガスはガストラップ容器40を通過する。混合ガスによる堆積物は温度が低い部位に堆積し易いため、このガストラップ容器40に堆積物を堆積させることができる。従って、混合ガスの成分を固体化して混合ガス中の成分濃度を低減することができる。その結果、混合ガスを装置の外部に排出する排気配管6が、混合ガスによる堆積物により詰まることを抑制することができる。

40

【0106】

なお、堆積物はこのガストラップ容器40の壁面に堆積するため、ガストラップ容器40内におけるガスの流路は十分に確保される。また、ガストラップ容器40はるつぼ30と別体で設けて、堆積物の量が多くなったら適宜交換すれば良い。

【0107】

また、上記各実施形態では、導入配管50に第1及び第2の断熱部材51、52を設けて温度勾配を好適に設けているが、図3に示すように、第1及び第2の断熱部材51、52を設けなくても良い。

【0108】

(他の実施形態)

50

上記各実施形態において、RFコイル9を可動式として配置する。そして、混合ガスから形成された堆積物がるつぼ30内において堆積している部位をX線装置により確認し、RFコイル9を移動させて堆積物が堆積している部位のるつぼ30の温度を上昇させるようにすることができる。

【0109】

これにより、堆積物の温度を上昇させて昇華させ、堆積物を減少させることができ、堆積物によるるつぼ30内の詰まりを抑制することができる。

【0110】

また、上記各実施形態において導入配管50の内面にTaC等を形成して導入配管50の内面を構成し、TaCの表面粗さRaを上記各実施形態のように制御しても良い。特に、第1実施形態の様に、導入配管50のうち黒鉛からなる部位の内面の表面粗さRaを制御する際に、この内面にTaCを形成し、TaCの表面粗さRaを制御すると好適である。

10

【0111】

また、導入配管50の先端部（例えば、黒鉛からなる部位）の表面粗さRaのみ制御するのではなく、導入配管50の内面全体の表面粗さRaを制御しても良い。

【0112】

また、上記実施形態ではキャリアガスとしてArを用いているが、Ar以外にもHe等の不活性ガスを用いることができる。また、上記実施形態では、混合ガスにH<sub>2</sub>を含めるようにしているがH<sub>2</sub>をキャリアガスとしても良い。H<sub>2</sub>やHeはSiH<sub>4</sub>やC<sub>3</sub>H<sub>8</sub>よりも熱伝導度が高いため、種結晶34又はSiC単結晶表面に到達した際に、これらの表面から熱を奪うことができる。従って、これらの表面がるつぼ30よりも低温になるため、SiCの結晶成長を促すことができる。

20

【0113】

【実施例】

まず、台座33に種結晶34を取り付け、るつぼ内の所定の位置に種結晶34を配置した。この際、種結晶34は、6H-SiCの(0001)のSi面が成長室35側に向くように配置した。

【0114】

そして、容器1内を真空排気すると共に、導入配管50を介してArを10リットル/分の流量で導入した。また、RFコイル9に電力を投入し、るつぼを2400に昇温加熱した。

30

【0115】

その後、るつぼ30の温度が2400で安定した時点で容器1の中の圧力を $2.66 \times 10^4$  Paとし、上述の混合ガスとキャリアガスをマスフローコントローラにより流量を調節してるつぼ30内に導入した。これらのガスの流量は、SiH<sub>4</sub>を1リットル/分、C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>を0.27リットル/分、H<sub>2</sub>を1リットル/分、N<sub>2</sub>を0.4リットル/分、Arを5リットル/分とした。

【0116】

結晶成長時において、種結晶34又は種結晶34上に結晶成長したSiC単結晶の表面温度を、導入配管50の下方に配置したパイロメータにより測定して、この表面温度を2350に制御した。また、シャフト8を回転させることで結晶表面での温度分布とガス濃度分布を均一化した。

40

【0117】

結晶成長開始後1時間経過した時点で、X線装置を用いたるつぼ30の透過像の観察から、結晶成長中に結晶成長量をモニタリングした。その結果、その成長量から成長速度が1.5 mm/時であることが分かった。この成長速度にあわせてシャフト8を上方に引き上げ、結晶成長を引き続き行った。

【0118】

また結晶成長中に導入配管50の下方から導入配管50内を観察したが導入配管50内の詰まりは発生することはなかった。また排気配管6の出口から排気配管6内の状態を観察

50

したが堆積物等による排気配管 6 内の詰まりはほとんど発生していないことを確認できた。

【0119】

この様にして結晶成長を 40 時間行った時点で  $\text{SiH}_4$ 、 $\text{C}_3\text{H}_8$ 、 $\text{H}_2$ 、 $\text{N}_2$  のガスの供給を停止し、RF 電源の電力を下げ降温した。その後、作製した  $\text{SiC}$  単結晶を上部容器 3 へ搬送し  $\text{Ar}$  ガスで上部容器 3 を大気圧まで昇圧した後、試料取り出し口 3a より取り出した。

【0120】

上記の実験の後、 $\text{SiC}$  単結晶の成長量を測定したところ 57 mm ほどの成長量であった。取り出した  $\text{SiC}$  単結晶のインゴットは成長した表面の中央に (0001) 面のファセットを有していたことから、中心対象に温度分布、ガス濃度分布が形成できていることが分かった。

10

【0121】

更に  $\text{SiC}$  単結晶から  $\text{SiC}$  単結晶切断機を使用して厚さ 500  $\mu\text{m}$  のウエハを切り出し研磨した。この様にして得られた  $\text{SiC}$  ウエハのラマン散乱分光特性を調べた結果、6H -  $\text{SiC}$  結晶多形であることが分かった。また、 $\text{He-Cd}$  レーザー (325 nm) を  $\text{SiC}$  ウエハに照射し、面内の発光特性分布を調査した結果、ウエハ全面で同じ結晶多形の 6H -  $\text{SiC}$  であることが分かった。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の第 1 実施形態における製造装置の概略断面図である。

20

【図 2】本発明の第 2 実施形態における製造装置の概略断面図である。

【図 3】本発明の第 3 実施形態における製造装置の概略断面図である。

【図 4】従来の製造装置の概略断面図である。

【符号の説明】

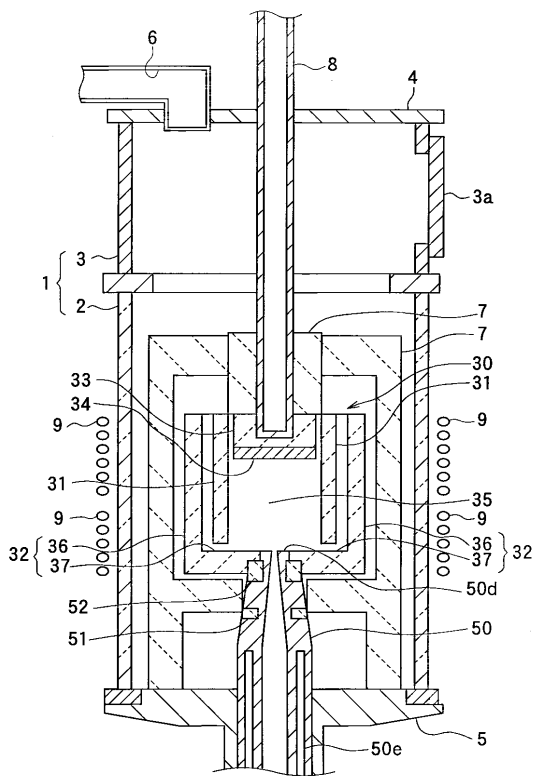
9 ... RF コイル (温度上昇手段)、30 ... るつば、

34 ... 種結晶 (炭化珪素単結晶基板)、35 ... 成長室、

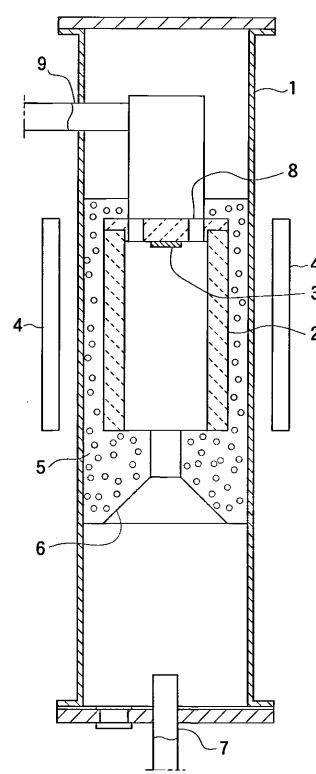
40 ... ガストラップ容器 (部屋)、50 ... 導入配管、50d ... 導入配管の出口、

51 ... 第 1 の断熱部材、52 ... 第 2 の断熱部材。

【 図 2 】



【 図 4 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 恩田 正一  
愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会社デンソー内

審査官 五十棲 毅

(56)参考文献 特開平11-035390(JP,A)  
特表平11-508531(JP,A)  
国際公開第98/14643(WO,A1)  
国際公開第98/14644(WO,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl.,DB名)  
C30B 1/00-35/00  
H01L21/205