

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5179690号  
(P5179690)

(45) 発行日 平成25年4月10日(2013.4.10)

(24) 登録日 平成25年1月18日(2013.1.18)

(51) Int.Cl.

F I

C 3 O B 23/06 (2006.01)

C 3 O B 23/06

C 3 O B 29/36 (2006.01)

C 3 O B 29/36

A

H O 1 L 21/203 (2006.01)

H O 1 L 21/203

Z

請求項の数 21 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2001-567829 (P2001-567829)  
 (86) (22) 出願日 平成13年3月13日 (2001.3.13)  
 (65) 公表番号 特表2003-527295 (P2003-527295A)  
 (43) 公表日 平成15年9月16日 (2003.9.16)  
 (86) 国際出願番号 PCT/US2001/007966  
 (87) 国際公開番号 W02001/068954  
 (87) 国際公開日 平成13年9月20日 (2001.9.20)  
 審査請求日 平成20年3月13日 (2008.3.13)  
 (31) 優先権主張番号 60/188,793  
 (32) 優先日 平成12年3月13日 (2000.3.13)  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

前置審査

(73) 特許権者 502334032  
 トゥー-シックス・インコーポレイテッド  
 アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア 16  
 056 サクソンバーグ サクソンバーグ  
 ・ブルヴァード 375  
 (74) 代理人 100107308  
 弁理士 北村 修一郎  
 (72) 発明者 スナイダー, デヴィッド, ダブリュ  
 アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア 15  
 656 リーチバーグ ロード 1 ボッ  
 クス 2486  
 (72) 発明者 エヴァーソン, ウィリアム, ジェイ  
 アメリカ合衆国 ペンシルヴァニア 16  
 023 キャボット カバム・ウッズ 3  
 02

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化ケイ素の大型単結晶を作るための軸芯勾配輸送装置及び方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

物理的気相輸送反応器中で大型単結晶を製造するための装置であって、

(a) 貫通軸芯を有し、その第1端にソース材料を受け入れ、前記第1端から離間しその反対側に位置する第2端に種結晶を受け入れるように構成された反応容器、

(b) 前記反応容器の外側で、前記反応容器の前記軸芯に対して垂直で、前記ソース材料に隣接して配設された、平坦な第1発熱素子、これにより、前記第1発熱素子は、ソース材料を受け入れる反応容器の前記第1端を加熱するもの、(c) 前記反応容器の外側で、かつ、該反応容器の前記貫通軸芯に対して垂直で、前記種結晶に隣接して配設された、平坦な第2発熱素子、これにより前記第2発熱素子は、種結晶を受け入れる反応容器の第2端を加熱するもの、(d) 前記反応容器からの径方向の熱損失を最小化するために、前記反応容器と前記第1及び第2発熱素子とを包囲する熱損失防止手段、この熱損失防止手段は、前記反応容器を包囲し前記反応容器の長さに沿って軸芯方向に延出するガードヒータを含むもの、

(e) 前記反応容器、第1と第2発熱素子、及び前記熱損失防止手段を包囲する、減圧される成長容器、

(f) 前記第1発熱素子から前記第2発熱素子への温度降下幅を維持するために、前記第1発熱素子と第2発熱素子とを異なる温度レベルに加熱するための熱コントローラ、および

(g) 前記成長容器内に所望の圧力を設定する圧力コントローラ、前記熱コントローラ

10

20

と前記圧力コントローラとは、前記ソース材料から種結晶への物理的気相輸送による高品質な結晶成長を可能にする温度圧力条件を前記反応容器内に確立するために、前記ソース材料から種結晶への単軸の熱流と平坦な等温線とを提供するべく操作できるもの、  
を有する装置。

【請求項 2】

前記第 1 及び第 2 発熱素子は、それぞれ、前記反応容器に近接したサセプタと、対応の誘導コイルとを備えた誘導発熱素子である請求項 1 の装置。

【請求項 3】

前記誘導発熱素子の前記サセプタと前記誘導コイルとは、すべて前記成長容器内に配置されている請求項 2 の装置。

10

【請求項 4】

前記誘導発熱素子の前記サセプタは前記成長容器内に配置され、前記誘導コイルは前記成長容器の外側に配置されている請求項 2 の装置。

【請求項 5】

前記第 1 及び第 2 発熱素子は、それぞれ、抵抗ヒータである請求項 1 の装置。

【請求項 6】

前記熱損失防止手段は、前記反応容器とそれに隣接する第 1 及び第 2 発熱素子とを包囲する断熱材を含む請求項 1 の装置。

【請求項 7】

前記断熱材は前記反応容器の両端と前記第 1 及び第 2 発熱素子とを包囲する請求項 6 の装置。

20

【請求項 8】

更に、前記成長容器を冷却するための手段を有する請求項 1 の装置。

【請求項 9】

前記成長容器は、その上端と下端の両方に互いに離間した端部プレートとを有し、前記装置は、前記上端と下端との前記離間端部プレート間の空間に冷却液を循環させるための手段を有する請求項 8 の装置。

【請求項 10】

前記大型単結晶は SiC の単結晶であり、前記熱コントローラは、前記第 1 発熱素子を 2050 と 2300 の間の温度に維持し、前記第 2 発熱素子を 2000 と 2250 の間の温度に維持し、これら両発熱素子間の温度差を 5 と 150 の間の温度に維持する請求項 1 の装置。

30

【請求項 11】

前記熱コントローラは、前記種結晶と前記ソース材料との間に 5 ~ 50 / cm の熱勾配が確立されるように前記両発熱素子の温度を維持する請求項 10 の装置。

【請求項 12】

前記反応容器は、高密度黒鉛製上端プレートと、高密度黒鉛製下端プレートとによって閉じられた、高密度黒鉛製円筒状のスリーブ又は坩堝から形成されている請求項 1 から 11 のいずれか一項の装置。

【請求項 13】

40

物理的気相輸送反応器中で大型単結晶を製造する方法であって、

(a) 或る量のソース材料を反応容器中の第 1 位置に配置する工程、

(b) 種結晶を前記反応容器内部の前記ソース材料から離間した第 2 位置に配置する工程、

(c) 平坦な第 1 発熱素子を前記反応容器の外側で前記ソース材料に近接するように配置する工程、

(d) 平坦な第 2 発熱素子を前記反応容器の外側で前記種結晶に近接するように配置する工程、

(e) 前記反応容器を、前記ソース材料、種結晶、及び、前記第 1 及び第 2 発熱素子の中に収納した状態で、減圧される成長容器内に配置する工程、

50

( f ) 前記反応容器からの径方向の熱損失を最小化するために前記反応容器を、前記反応容器を包囲し前記反応容器の長さに沿って軸芯方向に延出するガードヒータを含む熱損失防止手段によって包囲する工程、

( g ) 前記成長容器を結晶成長に適したレベルに減圧する工程、および

( h ) 前記第 1 及び第 2 発熱素子を結晶成長に適した十分なレベルに加熱し、前記第 1 発熱素子と前記第 2 発熱素子との間の温度差を、前記反応容器内において前記ソース材料から前記種結晶への単軸の熱流を提供し、且つ、物理的気相輸送プロセスによる前記ソース材料から前記種結晶への高品質な結晶成長が可能になるような平坦な等温線を提供するよう維持する工程、

を有する方法。

10

【請求項 1 4】

前記ソース材料と前記種結晶は炭化ケイ素である請求項 1 3 の方法。

【請求項 1 5】

前記熱損失防止手段は、前記反応容器の両端と前記第 1 及び第 2 発熱素子とを包囲する断熱材とを含む請求項 1 3 または 1 4 の方法。

【請求項 1 6】

前記第 1 及び第 2 発熱素子は、それぞれ、前記反応容器に近接したサセプタと、対応の誘導コイルとを備えた誘導発熱素子である請求項 1 3 から 1 5 のいずれか一項の方法。

【請求項 1 7】

前記誘導発熱素子の前記サセプタと前記誘導コイルとは、すべて前記成長容器内に配置されている請求項 1 6 の方法。

20

【請求項 1 8】

前記誘導発熱素子の前記サセプタは前記成長容器内に配置され、前記誘導コイルは前記成長容器の外側に配置されている請求項 1 6 の方法。

【請求項 1 9】

前記大型単結晶は  $\text{SiC}$  の単結晶であり、前記第 1 発熱素子は  $2050$  と  $2300$  の間の温度に維持され、前記第 2 発熱素子は  $2000$  と  $2250$  の間の温度に維持され、これら両発熱素子間の温度差は  $5$  と  $150$  の間に維持される請求項 1 3 の方法。

【請求項 2 0】

前記両発熱素子の温度は、前記種結晶と前記ソース材料の間に  $5 \sim 10$  /  $\text{cm}$  の熱勾配を確立するように維持される請求項 1 3 の方法。

30

【請求項 2 1】

前記反応容器は、高密度黒鉛製上端プレートと、高密度黒鉛製下端プレートとによって閉じられた、高密度黒鉛製円筒状のスリーブ又は坩堝から形成されている請求項 1 3 から 2 0 のいずれか一項の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

発明の背景

1 . 発明の分野

本発明は、光学及び電子装置用の、炭化ケイ素その他の材料の大型又は大径で高品質で半

40

導体グレードの単結晶の成長に関する。

【0002】

2 . 従来技術の説明

炭化ケイ素 ( $\text{SiC}$ ) 等の材料の単結晶の少なくとも大型又は大径のものは、多くの場合、物理的気相輸送 ( $\text{PVT} = \text{physical vapor transport}$ ) 反応器 ( $\text{reactor}$ ) 内で成長される。すべての  $\text{PVT}$  反応器は、その反応容器 ( $\text{reaction chamber}$ ) 又は反応器の外側周部に配置された誘導式又は抵抗式加熱を使用した、円筒状のアセンブリである。そのヒータの垂直方向位置と出力とを調節することによって、軸芯温度勾配が作り出され、これが、材料蒸気の昇華と、反応器底部の材料ソースから反応器上部の種結晶への輸送とを引き起こす。このプロセスが、反応器上部

50

に SiC などの材料の単結晶を形成する。この分野に於ける従来技術の特許は、例えば、米国特許 5,683,507 号；5,611,955 号；5,667,587 号；5,746,827 号、及び、再発行米国特許 34,861 号を含む。

【0003】

円筒状のサセプタ或いはヒータを使用して径方向に加熱する公知のこの円筒状反応器構造は、成長プロセスを駆動するための所望の勾配を作り出すのに円筒体からの制御された熱損失に頼っている。これらの従来の円筒状 PVT 反応器は、不要な径方向と軸方向の勾配の組み合わせを作り出す。これによって、SiC その他の材料の成長において、たとえば次のような多くの問題が発生する。

【0004】

\* 成長時と冷却時において材料ボウル (bowl) 中に熱勾配と大きな熱応力とが発生し、結晶の転位と亀裂へとつながる。

\* 時間に対する均一な結晶成長率の制御が阻害される。

\* 不均一なソース昇華。および

\* 結晶サイトを直径 3 ~ 4 インチを超える径から大幅なウエハコスト削減を可能にする寸法にスケールアップすることへの厳しい限界。

【0005】

本発明の課題は、従来技術の構成の持つこれらの問題を解決することにある。

【0006】

発明の要旨

そこで、我々は物理的気相輸送反応器中で大型の単結晶を製造するための或る装置を発明した。この装置に設けられた反応容器は、貫通軸芯を備え、且つ、第 1 端でソース材料を受け入れ、第 1 端から離間して対向する反応容器の第 2 端で種結晶を受け入れる形態を備える。略平坦な第 1 発熱素子が、反応容器の外側に、反応容器の軸芯に対して垂直に、且つ、ソース材料に隣接して配設されている。このように、第 1 発熱素子は、ソース材料を受け入れる反応容器の第 1 端を加熱する形態を有する。同様に、略平坦な第 2 発熱素子が、反応容器の外側に、反応容器の軸芯に対して垂直に且つ種結晶に隣接して配設されている。このように、第 2 発熱素子は、種結晶を受け入れる反応容器の第 2 端を加熱する形態を有する。反応容器からの径方向の熱損失を最小化するために、熱損失防止手段が反応容器と第 1 及び第 2 発熱素子を包囲している。減圧される成長容器が、反応容器、第 1 及び第 2 発熱素子、及び、熱損失防止手段を包囲している。熱損失防止手段としては、反応容器を包囲し反応容器の長手に沿って軸芯方向に延出するガードヒータを使用する。第 1 発熱素子から第 2 発熱素子への温度降下幅が維持されるように、第 1 発熱素子と第 2 発熱素子を異なる温度レベルに加熱するための熱コントローラが設けられている。成長容器内の所望の圧力を確立するために、圧力コントローラが使用される。このように、熱コントローラと圧力コントローラは、物理的気相輸送を介してソース材料から種結晶への高品質な結晶成長が可能になるように、反応容器内に温度と圧力の条件を確立するべく、ソース材料から種結晶への略単軸の熱流と略平坦な (planar) 等温線とを提供することが可能である。

【0007】

第 1 及び第 2 発熱素子は、反応容器に隣接するサセプタとそれに対応する誘導コイルとを各々備えた誘導発熱素子であっても良い。サセプタは双方共に成長容器内に配置されるのが好ましいが、誘導発熱素子の誘導コイルは成長容器の内部または外部のいずれに配置されても良い。第 1 及び第 2 発熱素子として抵抗式ヒータを使用することも可能である。

【0008】

一実施形態では、熱損失防止手段は、反応容器とこの反応容器に隣接する第 1 及び第 2 発熱素子とを略包囲する断熱材を含む。この実施形態では、断熱材は反応容器の両端と第 1 及び第 2 発熱素子とを略包囲することになる。

【0009】

装置は成長容器を冷却するための手段をも含むことができる。一実施形態では、成長容器

10

20

30

40

50

はその両端に、互いに離間した端部プレートを備え、冷却水等の冷却液が、各端部において互いに離間した前記端部プレート間の空間を循環する。

【 0 0 1 0 】

前記大型の単結晶として S i C の単結晶を製造する場合、熱コントローラは、第 1 発熱素子を 2 0 5 0 と 2 3 0 0 の間の温度に、第 2 発熱素子を 2 0 0 0 と 2 2 5 0 の間の温度に維持して、これら両発熱素子間の温度差を 5 と 1 5 0 の間に維持することができる。更に、熱コントローラは、両加熱素子の温度を、種結晶とソース材料との間に 5 ~ 5 0 / c m の熱勾配が確立されるように維持できる。

【 0 0 1 1 】

我々は物理的気相輸送反応器中で大型の単結晶を製造する方法も開発した。この方法は、反応容器内の第 1 位置に或る量のソース材料を配置する工程と、ソース材料から離間した反応容器内の第 2 位置に種結晶を配置する工程と、反応容器の外側でソース材料に近接した位置に平坦な第 1 発熱素子を配置する工程と、反応容器の外側で種結晶に近接した位置に平坦な第 2 発熱素子を配置する工程と、反応容器をその中のソース材料と種結晶、並びに、第 1 及び第 2 発熱素子と共に、減圧される成長容器内に配置する工程と、前記反応容器からの径方向の熱損失を最小化するために反応容器を熱損失防止手段によって包囲する工程と、前記成長容器を結晶成長に適したレベルにまで減圧する工程と、第 1 及び第 2 発熱素子を結晶成長に十分なレベルに加熱する工程と、物理的気相輸送プロセスを介するソース材料から種結晶への高品質な結晶成長が可能となるように、反応容器内におけるソース材料から種結晶への略単軸の熱流を提供し、且つ、略平坦な等温線を提供するために、第 1 発熱素子と第 2 発熱素子の間の温度差を維持する工程とを有し、前記熱損失防止手段は、反応容器を包囲し反応容器の長さに沿って軸芯方向に延出するガードヒータを含む。

。

【 0 0 1 2 】

本発明の上記装置と方法は、共に、S i C であるソース材料と種結晶から S i C を成長させるのに特に適している。

【 0 0 1 3 】

以下の記載と添付の図面から本発明の完全な理解が得られるであろう。これら図面全部を通じて類似の参照符号は類似の部材を示している。

【 0 0 1 4 】

図面の簡単な説明

図 1 は、本発明に係る軸芯勾配輸送のプロセス及び装置に含まれる概念の略図、そして図 2 は、本発明による誘導加熱式炭化ケイ素軸芯勾配輸送成長反応器の一実施形態の概略的な側面図である。

【 0 0 1 5 】

好適実施例の説明

本発明は、従来技術による構成の問題を解決するために、軸芯勾配輸送の反応器及び方法を使用する。図 1 は、S i C 成長反応器に関連する本発明の主要な特徴を概略的に示す。この記載は、本発明の好適な利用法として S i C の成長に焦点を当てているが、勿論 S i C 以外の結晶材料も、本発明を使用して成長させることが可能である。

【 0 0 1 6 】

本発明は、一般に坩堝の底部にある S i C ソース材料から一般に坩堝の上部にある S i C 種結晶又はボウルに略一次元の垂直な軸芯温度勾配を直接的に作り出すことによって、P V T 反応器の主要な熱的限界を克服する。本発明の反応器は、誘導加熱のためにも二つのサセプタ、すなわち、ソース用ヒータとしてソース材料の下方に配置される高温サセプタ、及び、ボウルヒータ用として S i C ボウルの下方に配置される別の低温サセプタを使用する。各々が専用の別の誘導部材（図 1 には図示されていない）によって駆動されるこれら二つのサセプタは、軸芯温度勾配を形成、制御する作用をなし、この作用から、高温帯に於ける S i C ソース材料から S i C ボウルへの結晶成長のための昇華 / 気相輸送 / 凝縮の機構が得られる。抵抗式ヒータなど他の加熱方法も利用可能であろう。

## 【 0 0 1 7 】

一つの好適実施形態では、反応器の上方と下方の二つの独立したパンケーキ型コイルが、反応器のそれぞれ上端と下端の隣接するサセプタを誘導加熱する。厚い断熱層及び/又はガードヒータが反応器を包囲し、高温帯からの径方向の熱損失を抑制し、望ましい軸芯熱流を確実にする。

## 【 0 0 1 8 】

本発明の軸芯勾配輸送プロセスを用いたSiC用の円筒状成長反応器の一実施例が図2に図示されている。反応容器2は、高密度黒鉛製上端プレート6と、高密度黒鉛製下端プレート8とによって閉じられた、高密度黒鉛製円筒状のスリーブ又は坩堝4から形成されている。一般に粉末状のSiCソース材料10が反応容器2の下端に配置され、種結晶13、並びに、気化してSiC気相空間14を通して移動する輸送されるソース粉末10とから後に成長されるSiCボウル12が、反応容器2の上端に形成される。上方又は低温サセプタ16が反応容器2の上方に配置され、この上方サセプタ16の上に上方炭素発泡断熱層18が配置されている。下方又は高温サセプタ20が反応容器2の下方に配置され、この下方サセプタ20の下に下部炭素発泡断熱層22が配置されている。炭素発泡断熱スリーブ24が、反応容器2、サセプタ16、20及び炭素発泡層18、22を包囲している。以上の構造体が円筒状金属製（好ましくはステンレス鋼）の成長容器26内に収納されている。この成長容器26の真空気密端部プレートは、成長用の反応器の高温帯を形成する反応容器2の黒鉛部分（坩堝4と端部プレート6、8）を収納するため、及び、SiCソース材料10を昇華させるために必要な真空状態を（真空ポート28を介して）形成するために使用される。一つの実施形態では端部プレートは溶融石英であるが、他の適当な材料も使用可能である。

## 【 0 0 1 9 】

成長容器26用の端部プレートは、その上部と底部の両方に、互いに離間した内側及び外側の端部プレートを含むことができ、この内側と外側の端部プレートの間には、冷却水通路が形成され、この冷却水通路と流体連通するインジェクタから冷却水が供給される。具体的には、図2に示す成長容器26の上方又は低温端部は、上方冷却水通路34を間に形成するために互いに離間した、上方外側石英端部プレート30と上方内側石英端部プレート32とによって閉じられている。水は、上方冷却水インジェクタ36から上方冷却水通路34を通して上方冷却水出口38へと流れる。同様に、図2に示す成長容器26の底部又は高温端部は、底部冷却水通路44を間に形成するために互いに離間した、底部外側石英端部プレート40と底部内側石英端部プレート42とによって閉じられている。水は、底部冷却水インジェクタ46から底部冷却水通路44を通して底部冷却水出口48へと流れる。成長容器26の上端の外面を包囲する上方フランジ50は、上端プレート30、32、上方水インジェクタ36及び上方水出口38を、ボルト52等によって成長容器26に取り外し可能に取り付けることを可能にしている。同様に、成長容器26の下端の外面を包囲する下方フランジ54は、底部端部プレート40、42、底部水インジェクタ46及び底部水出口48を、ボルト56等によって成長容器26に取り外し可能に取り付けることを可能としている。多数の端部プレート30、32、40、42、水インジェクタ36、46、及び、水出口38、48は、当業者に周知の種々のリング状シール58を介して、水密状態で成長容器26にピッタリと（t i g h t l y）シールすることができる。

## 【 0 0 2 0 】

上方又は低温誘導コイル60が、成長容器26の上方に上方サセプタ16と平行に配置されている。下方又は高温誘導コイル62が、成長容器26の下方に下方サセプタ20と平行に配置されている。これらの誘導コイル60、62は、図2において真空部の外側で成長容器26の内部に配置されているが、それらは、真空部の内側でかつ成長容器26の内部に配置することも可能であろう。この内部の配置構成によって、上方及び下方フランジ50、54との相互作用による接続損失（c o u p l i n g l o s s）を無くして、より薄い石英端部プレートを使用することが可能となる。サセプタ16、18及び誘導コイ

10

20

30

40

50

ル60, 62は、反応容器2を貫通する中央軸芯Aに対して略垂直である。

#### 【0021】

本発明によれば、略単一の軸芯熱流が、ソース、反応帯(SiC気相空間)、及び成長結晶(ボウル)内で達成され、これによって、大型で高品質のSiC結晶が得られる。これは、反応容器の円筒状垂直面を加熱するのではなく、反応容器をその両端から加熱することと、前記成長帯からの径方向の熱損失を最小化することによって得られる。この径方向の温度勾配の低減又は除去は、たとえば以下のような多数の大きな利点を有する。

#### 【0022】

- \* ボウルの成長を、大径へと容易にスケールアップできる。
- \* ボウル中の低い結晶熱応力が、そのボウルからスライスされるウエハの低欠陥密度を導く。
- \* 加熱中及び冷却中の低い熱応力が、ボウルの亀裂を減少させる。
- \* 均一な温度が、ソース利用の効率と制御を大幅に改善する。
- \* 均一な温度が、成長速度と種の核形成の高精度な制御を可能にする。

10

#### 【0023】

本発明によれば、SiC半導体ウエハの単位面積当たりコストが大幅に低減するだけでなく、二つの主要なデバイス劣化欠陥である微小管(micro-pipes)と結晶の転位とが低減又は除去させることによって、ウエハの品質が大きく向上する。本発明は、SiCその他の材料のための大幅に改善された形態の物理的気相輸送結晶成長法であって、これによって、大型又は大径で、化学的に均質で、欠陥密度の低い結晶が得られる。

20

#### 【0024】

典型的なプロセスシーケンスは以下の各工程を含むことができる。上方端部プレート又はカバーが取り外され、適当なSiCソース材料が黒鉛坩堝又は反応容器の中に載置される。SiCソースは、SiC粉末(powder)、SiCの固体片、又は、構成要素であるSiとCの他のソースとすることができる。SiC種結晶が適当なホルダーに取り付けられ、黒鉛坩堝コンポーネントの残余に組み付けられ、結晶成長用の「高温帯」を形成する。ステンレス鋼製反応器が、熔融石英等の適当な真空気密断熱材の上方カバー又は端部プレートによってシールされる。誘導加熱手段を使用するか、何らかの他の加熱手段を使用するかに応じて、カバーには石英以外の材料を使用することができる。反応器が約10 torrまで真空引きされ、1000 以上まで加熱されて、黒鉛部材を空焼きし、窒素その他の不純物を除去する。一般的な方法では、容器は、アルゴン又は、窒素等のドーピングガス又は混合ガスでバックフィル(backfill)される。温度差がSiCソース(より高温)と種(より低温)との間に形成され、反応器圧が制御された状態で低下され、成長を開始、継続する。

30

#### 【0025】

典型的には、ソース温度は2100 と2200 の間、又は2050 と2300 の間の特定の温度に設定され、種は2050 と2150 の間又は2000 と2250 の間の特定の温度に設定されて、10~30 /cm又は5~50 /cmの勾配を確立する。これらの条件は限定的なものではない。特定のSiCポリタイプ(結晶形態)に対する高品質の成長が達成されるように、プロセスを圧力、温度、及び勾配に関して最適化することができる。通常、プロセスは1900~2300 の温度範囲、2~30 torrの圧力範囲、及び5~50 /cmの温度勾配で最も効率的に行われるが、具体的な値は一般に実験的最適化によって決定される。本発明の軸芯輸送では、反応器は、結晶中の応力発生と欠陥を最小化し、均一な輸送を促進するために、略軸芯(に沿った)の温度勾配を作り出すように構成されている。

40

#### 【0026】

誘導加熱が現時点での好適な方法であるが、誘導、抵抗、又は種々の熱源の組み合わせを使用することが可能である。所与の条件の向き合わせの下で、SiC結晶は、SiCソースの昇華、SiCガス状種の輸送、及び、ポリタイプを制御し単結晶形成を促進するためのテンプレートとして作用する種結晶上へのデポジット(堆積)によって成長する。ソー

50

スがほぼ枯渇する時、成長は止まり、形成された結晶又はボウルは数時間かけて室温まで冷却され、以降のプロセスを進めるために反応器から取り出される。

【0027】

本発明に拠れば、結晶中における低い熱弾性応力の発生と少ない欠陥形成とを促進する気相および成長中の結晶中の略平坦な等温線を含む熱環境、成長反応器中における均一な気相種輸送、及び、直径3インチ又はそれ以上の大径結晶の生産、を作り出す略単軸の熱流が結晶成長方向に沿って形成される気相輸送によって、SiCの大型又は大径の単結晶を成長させることが可能である。

【0028】

本発明に拠れば、SiCソース材料は固体結晶ディスクから形成することができ、この固体結晶ディスクは、純粋形態であっても良く、或いは、単結晶SiCを固体光学デバイス又は電気デバイスとして使用することの利点を加えるために不純物でドーピングされたものでも良い。SiCソース材料は、固体ディスクよりも小さな、粒子状物質、粉末化された原料、又は、粒子として形成することが可能である。更に、SiCソース材料は、溶解されて液体を形成するケイ素、及び、気体又は固体の炭素ソースから形成することも可能である。

【0029】

特定のポリタイプの不純物の単結晶SiC原料を、単結晶を形成するSiC気相種のデポジットのための種として提供することが可能である。更に、単結晶を形成するためのSiC種のデポジットのために、結晶学的に配向されたSiC原料を提供することも可能である。

【0030】

本発明を、複数の孔を有するとともに反応容器内のソース材料の容器の上方に配置された炭素ディスクと組み合わせることも可能である。この炭素ディスクは、残留した粒子状固体原料が、気相中を移動して成長中の結晶に接触し、有害な二次粒子が形成されるのを抑制する役割を果たすか、もしくは、成長のために必要なSiC<sub>2</sub>, Si<sub>2</sub>C及びCの気相種の発生を提供する付加的な炭素ソースとして作用する。更に、デバイス用途のために結晶の電子特性を制御するために、窒素又はアルミニウムなどの、電気的に活性なドーピング元素を成長中に導入するために、適当なシステムを成長炉に組み合わせて使用することが可能であろう。更に、後に形成される単結晶に半絶縁特性を与えて、マイクロ波抵抗器などのある種のデバイス用に適したものとするために、単結晶に対して成長プロセス中に周期律表から選択された適当なドーピング用元素を導入することも企図される。以上要約すると、本出願の方法と装置は、電子、光学及びオプトエレクトロニクスの各デバイス、人造宝石、或いはカスタムセラミック部品を製造するための、大型で単一ポリタイプの、ドーピングされた或いはドーピングされないSiC単結晶を生成するために使用できる。以上、本発明を、記載した実施例との関連で詳細説明したが、当業者においては、本発明の意図及び範囲から逸脱することなく、種々の改変が可能であろう。従って、本発明の範囲は、添付の請求項によって決定されるべきである。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の軸芯勾配輸送プロセスと装置に含まれる概念の略図

【図2】本発明による誘導加熱炭化ケイ素軸芯勾配輸送成長反応器の一実施例の略側面図





---

フロントページの続き

審査官 近野 光知

- (56)参考文献 特開平 0 9 - 2 2 1 3 9 7 ( J P , A )  
特開平 0 6 - 0 0 1 6 9 9 ( J P , A )  
特表平 1 0 - 5 0 9 6 8 9 ( J P , A )  
特開平 0 7 - 0 1 0 6 9 7 ( J P , A )  
特開平 1 0 - 1 0 1 4 9 5 ( J P , A )  
特開平 1 0 - 1 0 0 3 1 9 ( J P , A )

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)  
C30B 1/00 ~ 35/00