

(43) 国際公開日
2007 年 12 月 27 日 (27.12.2007)

PCT

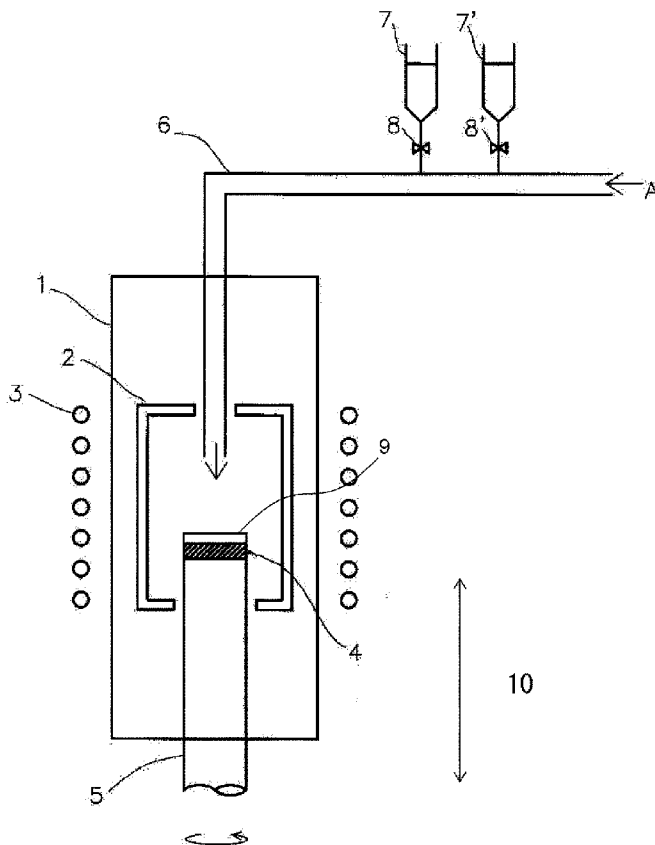
(10) 国際公開番号
WO 2007/148486 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) C30B 1/10 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2007/059911
- (22) 国際出願日: 2007 年 5 月 15 日 (15.05.2007)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2006-173699 2006 年 6 月 23 日 (23.06.2006) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越化学工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてののみ): 碓 真憲 (IKARI, Masanori) [JP/JP]; 〒3790195 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内 Gunma (JP). 金庭 徹 (KANENIWA, Toru) [JP/JP]; 〒3790195 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越化学工業株式会社精密機能材料研究所内 Gunma (JP). 阿部 孝夫 (ABE, Takao) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目 6 番 1 号 信越化学工業株式会社内 Tokyo (JP).
- (74) 代理人: 野口 恭弘 (NOGUCHI, Yasuhiro); 〒1050001 東京都港区虎ノ門 1 丁目 1 番 4 号 アーバン虎ノ門ビル 野口特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH,

[続葉有]

(54) Title: SINGLE-CRYSTAL SiC, PROCESS FOR PRODUCING THE SAME, AND APPARATUS FOR PRODUCING SINGLE-CRYSTAL SiC

(54) 発明の名称: 単結晶 SiC 及びその製造方法並びに単結晶 SiC の製造装置



(57) Abstract: This invention provides a single-crystal SiC for use as a semiconductor device material or an LED material, and a process for producing the same, and an apparatus for producing a single-crystal SiC. In the single-crystal SiC, defects such as micropipes have been suppressed, and the single-crystal SiC has a high quality, is continuous, and has a large diameter. The process for producing a single-crystal SiC comprises the step of fixing an SiC seed single-crystal wafer onto a susceptor, and the step of externally continuously supplying a raw material for single-crystal SiC production onto the SiC seed single-crystal wafer and growing single-crystal SiC. The process is characterized in that the average temperature gradient of the susceptor, SiC seed single-crystal, and single-crystal SiC having a thickness increased with the growth thereof in the vertical direction (longitudinal direction) of the susceptor is not less than 0.5°C/mm and not more than 9°C/mm.

(57) 要約: 半導体デバイス用材料やLED用材料として利用される単結晶 SiC 及びその製造方法並びに単結晶 SiC の製造装置に関するものであり、マイクロパイプ等の欠陥を抑制した高品質な長尺、大口径の単結晶 SiC を提供することを目的とする。単結晶 SiC を製造する方法であって、SiC 種単結晶ウエハをサセプタに固定する工程、及び、外部より単結晶 SiC 製造用原料を SiC 種単結晶ウエハ上に連続供給して単結晶 SiC を成長させる工程を含み、前記サセプタ、SiC

種単結晶並びに成長と共に厚みを増した単結晶 SiC の、サセプタの鉛直方向 (長手方向)

[続葉有]



BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY,

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

単結晶SiC及びその製造方法並びに単結晶SiCの製造装置

技術分野

- [0001] 本発明は、半導体デバイス用材料やLED用材料として利用される単結晶SiC及びその製造方法並びに単結晶SiCの製造装置に関する。

背景技術

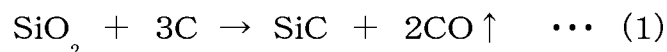
- [0002] 単結晶SiCは結晶の結合エネルギーが大きく、絶縁破壊電界が大きく、また、熱伝導率も大きいため、耐苛酷環境用デバイスやパワーデバイス用の材料として有用である。また、その格子定数がGaNの格子定数と近いため、GaN-LED用の基板材料としても有用である。
- [0003] 従来この単結晶SiCの製造には、黒鉛坩堝内でSiC粉末を昇華させ、黒鉛坩堝内壁に単結晶SiCを再結晶化させるレーリー法や、このレーリー法をベースに原料配置や温度分布を最適化し、再結晶化させる部分にSiC種単結晶を配置してエピタキシャルに再結晶成長させる改良レーリー法、ガスソースをキャリアガスによって、加熱されたSiC種単結晶上に輸送し結晶表面で化学反応させながらエピタキシャル成長させるCVD法、黒鉛坩堝内でSiC粉末とSiC種単結晶を近接させた状態でSiC粉末をSiC種単結晶上にエピタキシャルに再結晶成長させる昇華近接法などがある。
- [0004] ところで現状では、これらの各単結晶SiC製造方法にはいずれも問題があるとされている。レーリー法では、結晶性の良好な単結晶SiCが製造できるものの、自然発生的な核形成をもとに結晶が成長するため、形状制御や結晶面制御が困難であり、且つ大口径ウエハが得られないという問題がある。
- 改良レーリー法では、数100 $\mu\text{m}/\text{h}$ 程度の高速で大口径の単結晶SiCインゴットを得ることができるものの、結晶が螺旋状にエピタキシャル成長するため、結晶内に多数のマイクロパイプといわれる結晶を貫通する微小な孔が発生するという問題がある。CVD法では、高純度で低欠陥密度の良質な単結晶SiCが製造できるものの、結晶を希薄なガスソースを用いてエピタキシャル成長させるため、成長速度が数10 $\mu\text{m}/\text{h}$ 程度と遅く、長尺の単結晶SiCインゴットを得られないという問題がある。

昇華近接法では、比較的簡単な構成で高純度のSiCエピタキシャル成長が実現できるが、構成上の制約から、長尺の単結晶SiCインゴットを得ることは不可能という問題がある。

[0005] 最近、加熱保持されたSiC種単結晶上に、二酸化ケイ素超微粒子と炭素超微粒子とを不活性キャリアガスで供給し、SiC種単結晶上で二酸化ケイ素を炭素で還元することで単結晶SiCをSiC種単結晶上にエピタキシャルに高速成長させる方法が発明された(特許文献1参照)。この方法では、マイクロパイプ等の欠陥を抑制した高品質な単結晶SiCを高速で得ることができると記載されている。

[0006] 特許文献1に開示された製造方法は、単結晶SiC製造用原料として、固体の二酸化ケイ素超微粒子と固体の炭素超微粒子とを用いる点で、研磨材用SiC製造法として有名なアチソン法に似ている。アチソン法は無水ケイ酸と炭素源とを2,000℃以上に加熱して、無水ケイ酸を炭素で還元することで、体積収縮を伴いながら単結晶SiCを製造する方法である。アチソン法は、反応が複雑なため、さまざまな多形、サイズ、向きのSiC多結晶体が製造される。これに対し、特許文献1に開示された製造方法は、二酸化ケイ素超微粒子と炭素超微粒子とからなる単結晶SiC製造用原料を、加熱保持されたSiC種単結晶上に供給することで、体積収縮を伴いながら製造される単結晶SiCの向きや多形を制御し、SiC種単結晶上にSiC単結晶がエピタキシャルに配列されることを期待しているものである。

[0007] ところが実際には、特許文献1に開示された製造方法において、単結晶SiCの結晶成長を制御することは難しい。固体の二酸化ケイ素超微粒子1molと固体の炭素超微粒子3molとが固相反応すると、式(1)の反応により、1molのSiCが製造される他に、2molの一酸化炭素ガスが発生する。この一酸化炭素ガスは反応の進行するSiC種単結晶上で発生すると推定される。



従って、速やかにSiC種単結晶上から除去しないと、SiC種単結晶と反応成長層とが、この一酸化炭素ガスにより分断されることとなる。その結果、SiC種単結晶表面の結晶配列情報が反応成長層に伝わらなくなることが原因であると考えられる。

[0008] 特許文献1:特許第3505597号明細書

発明の開示

発明が解決しようとする課題

- [0009] 本発明は上記の課題を解決するためになされたものであり、本発明の目的は、マイクロパイプ等の欠陥を抑制した高品質な長尺、大口径の単結晶SiC及びその製造方法を提供することにある。更に本発明は、前記製造方法に好適に使用できる単結晶SiCの製造装置を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [0010] 上記の課題は以下の<1>、<4>及び<5>に記載の手段によって解決された。好ましい実施態様である<2>及び<3>と共に以下に記載する。

<1> 単結晶SiCを製造する方法であって、SiC種単結晶ウエハをサセプタに固定する工程、及び、外部より単結晶SiC製造用原料をSiC種単結晶ウエハ上に連続供給して単結晶SiCを成長させる工程を含み、前記サセプタ、SiC種単結晶並びに成長と共に厚みを増した単結晶SiCの、サセプタの軸方向の平均温度勾配を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下とすることを特徴とする単結晶SiCの製造方法、

<2> 前記単結晶SiC製造用原料がシリカ及びカーボンである<1>に記載の単結晶SiCの製造方法、

<3> 前記平均温度勾配が $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $3^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下である<1>又は<2>に記載の単結晶SiCの製造方法、

<4> <1>～<3>いずれか1つ記載の方法により製造された単結晶SiC、

<5> 坩堝を設けたチャンバ及び坩堝を加熱する手段、坩堝内にSiC種単結晶ウエハを固定するサセプタ、及び、SiC種単結晶に単結晶SiC製造用原料を供給する手段を有し、前記サセプタが制御可能な熱交換機能を有していることを特徴とする単結晶SiCの製造装置。

発明の効果

- [0011] 本発明によれば、成長速度が大きく、低コストな単結晶SiC及びその製造方法並びに単結晶SiCの製造装置を提供することができる。

本発明により得られた単結晶SiCはマイクロパイプの発生が低減されており、高品

質である。さらに、本発明によれば、大口径の良好な単結晶SiCを提供することができる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]本発明の単結晶SiCを製造するための装置の一例である。

符号の説明

- [0013]
- 1 密閉チャンバ
 - 2 密閉坩堝
 - 3 高周波誘導加熱コイル
 - 4 種単結晶ウエハ
 - 5 サセプタ
 - 6 供給管
 - 7、7' 原料貯蔵槽
 - 8、8' 調節弁
 - 9 成長層
 - 10 サセプタ鉛直方向
 - A 不活性キャリアガス

発明を実施するための最良の形態

[0014] 本発明の単結晶SiCの製造方法は、SiC種単結晶ウエハをサセプタに固定する工程、外部より単結晶SiC製造用原料をSiC種単結晶ウエハ上に連続供給して単結晶SiCを成長させる工程を含み、前記サセプタ、SiC種単結晶並びに成長と共に厚みを増した単結晶SiCの、サセプタの軸方向の平均温度勾配を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下とすることを特徴とする。

平均温度勾配は $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下であるが、 $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $3^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下であることが好ましい。

平均温度勾配は、SiC単結晶の成長層が高温となり、サセプタ側が低温となるように平均温度勾配を設定する。

[0015] 平均温度勾配を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下とすることにより、製造される単結晶SiCをエピタキシャルに成長させることができる。これは、SiC種単結晶表面の結

晶配列情報がSiC単結晶の成長層に伝わるためと考えられる。

さらに詳述すれば、平均温度勾配をサセプタ側で低く、成長層側で高くするので、SiC種単結晶表面よりも、成長単結晶SiC表面の温度が高い。このように温度勾配を設定することにより、反応生成物である一酸化炭素ガスが、熱拡散により速やかに成長単結晶SiC表面に移動し、坩堝内に放出される。即ち、成長単結晶SiC内部に、生成した一酸化炭素ガスが滞留せず、SiC種単結晶と反応成長層とが一酸化炭素ガスによって分断されることがない。その結果、SiC種単結晶表面の結晶配列情報が反応成長層に良好に伝わるためであると考えられる。

但し、温度勾配が $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ より大きくなると、SiC種単結晶表面の過飽和度が大きくなり、SiC種単結晶表面の結晶配列情報と無関係な多形核が発生し、単結晶が得られない。一方、温度勾配が $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ より小さいと、成長速度が低下し、逆にエッチングが発生する場合がある。

[0016] 本発明において、平均温度勾配は、以下のようにして測定することができる。

温度勾配は、サセプタ側(低温側)及び成長層側(高温側)で測定し、この温度差をサセプタの熱交換器部に設置された温度センサから成長層表面までの距離で割った値である。具体的には、サセプタの熱交換器が付与されている部分に温度センサを設置して温度測定し、低温側の温度とする。また、SiC種単結晶表面の温度と密閉坩堝外側表面の温度との相関を予め測定しておき、実際には密閉坩堝外側表面の温度を放射温度計で測定し、算出された温度を成長層表面の温度とみなし、高温側の温度とする。これらの温度及び、温度センサからサセプタ表面まで距離、種単結晶の厚み並びにSiC単結晶の成長速度から、平均温度勾配を算出することができる。

[0017] 平均温度勾配を上記範囲とするためには、何れの方法も使用することができるが、サセプタが制御可能な熱交換機能を有することによって、温度勾配を制御することが好ましい。

具体的には、高温側の温度は、単結晶SiCの製造温度に固定し、温度勾配調整は、低温側(サセプタの熱交換器が付与されている側)の温度調整をもって行うことが例示できる。温度勾配は、サセプタと熱交換器の接触面積や熱交換容量を調整し、低温側の温度を制御することで調整が可能である。

尚、上記の製造装置を、温度勾配をつけないで使用する場合には、熱交換器を停止させると共に、サセプタと熱交換器との間に断熱材挿入することで、温度勾配の制御をせずに他の用途に使用することも可能である。

[0018] 前記単結晶SiC製造用原料はシリカ及びカーボンからなることが好ましい。

本発明に使用するシリカ粒子の種類、粒径、粒子形状等は特に限定されず、例えば火炎加水分解法で得られる高純度シリカなどが好適に利用できる。

本発明に使用するカーボン粒子の種類、粒径、粒子形状等は特に限定されず、例えば市販の高純度カーボンブラックなどが好適に利用できる。

[0019] 上記シリカ粒子及びカーボン粒子の連続供給量の比率は特に限定されず、所望の組成比が適宜選択できる。上記シリカ粒子及びカーボン粒子のいずれも2種以上のものを混合して使用してもよい。また、上記シリカ粒子及びカーボン粒子は、必要に応じ、前処理を施したり、他の成分を微量添加してもよい。

[0020] 上記シリカ粒子及びカーボン粒子のSiC種単結晶ウエハ上への供給は、途切れることなく連続して供給される方法であれば特に限定されず、公知のいかなる方法も使用することができる。具体的には市販のパウダフィーダのように連続して粉体を輸送できるものが例示できる。

尚、当該単結晶SiC製造用原料の供給時には、酸素混入を防止するため、アルゴン置換や窒素置換されたハーメチック構造にしておくことが好ましい。

[0021] 上記シリカ粒子及びカーボン粒子のSiC種単結晶ウエハ上への供給条件については、これら単結晶SiC製造用原料がSiC種単結晶ウエハ上に混合された状態で供給されればよく、予め当該単結晶SiC製造用原料を混合しておいても、別個に供給してSiC種単結晶ウエハ上で混合しても良い。

また、単結晶SiC中にドーピングをおこなう場合は、上記単結晶SiC製造用原料に固体ソースとして混合しても良いし、単結晶SiC製造装置内の雰囲気中にガスソースとして、該ドーピング成分を混合しても良い。

[0022] 本発明で使用するSiC種単結晶ウエハの種類、サイズ、形状は特に限定されず、目的とする単結晶SiCの種類、サイズ、形状によって適宜選択できる。例えば改良レーリー法によって得られたSiC単結晶や、必要に応じてこれを前処理したSiC種単結

晶ウエハが好適に利用できる。

- [0023] 本発明において、単結晶SiCを得るために使用する単結晶SiC製造装置の構成は特に限定されない。すなわちサイズや加熱方法、材質、原料供給方法、雰囲気調整方法、温度制御方法などは、目的とする単結晶SiCのサイズや形状、種類、単結晶SiC製造用原料の種類や量等に応じて適宜選択できる。

装置の雰囲気は酸素混入を防止するため、アルゴン置換や窒素置換されていることが好ましく、密閉構造であることが好ましい。

また、単結晶SiC製造温度は特に限定されず、目的とする単結晶SiCのサイズや形状、種類、単結晶SiC製造用原料の種類や量等に応じて適宜設定できる。好ましい製造温度は、1, 600～2, 400℃の範囲であり、例えば密閉坩堝外側の温度を指す。本発明に使用する製造装置は、前記温度範囲において、温度制御可能な装置であることが好ましい。

本発明において、加熱方法に特に限定はなく、いかなる加熱方法も使用することができ、高周波誘導加熱や電気抵抗加熱が例示できる。

- [0024] SiC種単結晶ウエハを保持するサセプタの材質は使用温度範囲を考慮してグラファイト製であることが好ましく、また、サセプタの軸方向に熱流を発生させる冷却機構が付与されていることが好ましい。該冷却方法は特に限定されないが、目的とする単結晶SiCのサイズや形状、種類に応じ、それぞれ好ましい温度勾配が選択できるように設計されていることが好ましい。

- [0025] 本発明において、SiC単結晶の製造装置は、坩堝を設けたチャンバ及び坩堝を加熱する手段、坩堝内にSiC種単結晶ウエハを固定するサセプタ、及び、SiC種単結晶に単結晶SiC製造用原料を供給する手段を有し、前記サセプタが制御可能な熱交換機能を有していることを特徴とする単結晶SiCの製造装置であることが特に好ましい。

- [0026] 図1は本発明の単結晶SiCを製造するための装置の一例であり、ここでは高周波誘導加熱炉を用いている。

水冷された密閉チャンバ1内にカーボン製の密閉坩堝2(直径100mm、高さ150mm)が配置され、前記水冷された密閉チャンバの外側に高周波誘導加熱コイル3を

配置してある。

前記密閉坩堝内の下部には、SiC種単結晶ウエハ4を保持するためのサセプタ5が貫通挿入されている。このサセプタは密閉坩堝の下側まで伸びており、図示しない回転機構により該サセプタの中心軸を回転軸として回転可能である。

[0027] また、このサセプタの図示されない下端には、制御可能な熱交換機能が付与されており、該サセプタ軸方向10に熱流を発生することができる。また、前記熱流量の調整が可能な構成となっている。

尚、サセプタ上端のSiC種単結晶ウエハを保持する表面の法線方向は、該サセプタの鉛直方向と略平行から最大45° 傾斜まで自由に設定することができる。

[0028] 前記密閉坩堝内の上部には、単結晶SiC製造用原料粒子を供給するための供給管6が貫通挿入されている。さらに前記供給管は、前記高周波誘導加熱炉の外側に配置されていて、独立に供給量が調節可能な複数の原料貯蔵槽7及び7'と、流量調節可能な不活性キャリアガス供給源(図示せず)にそれぞれ連結している。

予め混合された単結晶SiC製造用原料を使用する場合は一つの原料貯蔵槽を用い、供給管内部にて混合させる場合には、シリカとカーボン粉をそれぞれ独立に原料貯蔵槽に充填する。それぞれの貯蔵層からの供給量を調節弁8及び8'にて調節した上で、不活性キャリアガスAを流量調整しながら流すことで、前記密閉坩堝内部に単結晶SiC製造用原料を適量ずつ連続供給することができる。不活性キャリアガスとしては窒素ガス、ヘリウムガス、アルゴンガス等が例示できるが、窒素ガス及びアルゴンガスが好ましく、アルゴンガスがより好適に使用できる。

このようにして、SiC種単結晶ウエハ4上に成長と共に厚みを増した単結晶SiC層(成長層)9が形成される。

[0029] 高周波誘導加熱炉は、図示しない真空排気系及び圧力調節系により圧力制御が可能であり、また、図示しない不活性ガス置換機構を備えている。

尚、図1の実施例では供給管を上、サセプタを下に配したが、本発明の作用が変わらない範囲内で、上下逆に配置することも可能であるし、供給管をサセプタに対し斜めや横向きに配置することも可能である。

実施例

[0030] 以下本発明の実施例について説明する。

前記高周波誘導加熱炉を用いて以下の条件にて単結晶SiCの製造をおこなった。

前記サセプタ上端にSiC種単結晶ウエハを固定した。ここで使用したSiC種単結晶ウエハは、レーリー法で製造された略10mm角の不定形単結晶SiCと改良レーリー法で製造された直径2センチの単結晶SiCの両方である。また、ジャスト面、傾斜面、C面、Si面それぞれを種単結晶として準備して、使用した。

単結晶SiC製造用原料であるカーボン(三菱化学製カーボンブラックMA600)とシリカ(日本アエロジル製アエロジル380)とをそれぞれ独立に原料貯蔵槽に充填した。また、各々の供給量比はシリカ／カーボン＝1.5～5.0(重量比)に調整した。この時、必要に応じてSiC粉を別途供給することもできる。

[0031] 高周波誘導加熱炉内部を真空引きした後、不活性ガス(高純度アルゴン又は高純度窒素)で該高周波誘導加熱炉内部を置換した。次いで前記高周波誘導加熱コイルにより、前記カーボン製の密閉坩堝を加熱し、前記SiC種単結晶ウエハ表面温度が1,600～2,390℃の範囲となるように調整した。

次いでSiC種単結晶ウエハが固定された前記サセプタを0～20rpmの回転速度で回転させた。この状態で前記不活性キャリアガス(高純度アルゴン又は高純度窒素)を流速0.5～10l/minの範囲に調整して流し、前記単結晶SiC製造用原料を、前記供給管内部を通して、前記密閉坩堝内下部に配置された前記SiC種単結晶ウエハ表面上に連続して供給させ、約2時間単結晶SiCの製造をおこなった。これにより、厚みが約1mmの単結晶SiCが得られた。

この時、サセプタ下端の熱交換機構を調整し、サセプタ軸方向の平均温度勾配が0.2℃/mm、0.5℃/mm、3℃/mm、9℃/mm、10℃/mmとなる条件で、各々単結晶SiCの製造をおこなった。

[0032] 製造結果を表1に基づき説明する。サセプタ軸方向の平均温度勾配が0.5℃/mm以上の場合は平均成長速度は50～500 $\mu\text{m/h}$ と同等であった。但し、前記平均温度勾配が0.2℃/mmの条件では、成長速度が低下し、ひどい場合には逆にエッチングされてしまった。また、平均温度勾配が10℃/mmの条件では、得られたSiCはSiC種単結晶ウエハの略法線方向に柱状に成長した多結晶となっており、SiC種

単結晶ウエハ上にエピタキシャル成長されていなかった。また、平均温度勾配が $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ の条件ではエピタキシャル成長がされたが、マイクロパイプの発生量が多くなった。一方、平均温度勾配が $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 及び $3^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ の条件では、製造された単結晶SiC中に多結晶の混在がなく、マイクロパイプ等の欠陥の少ない、高品質な単結晶SiCを製造することができた。

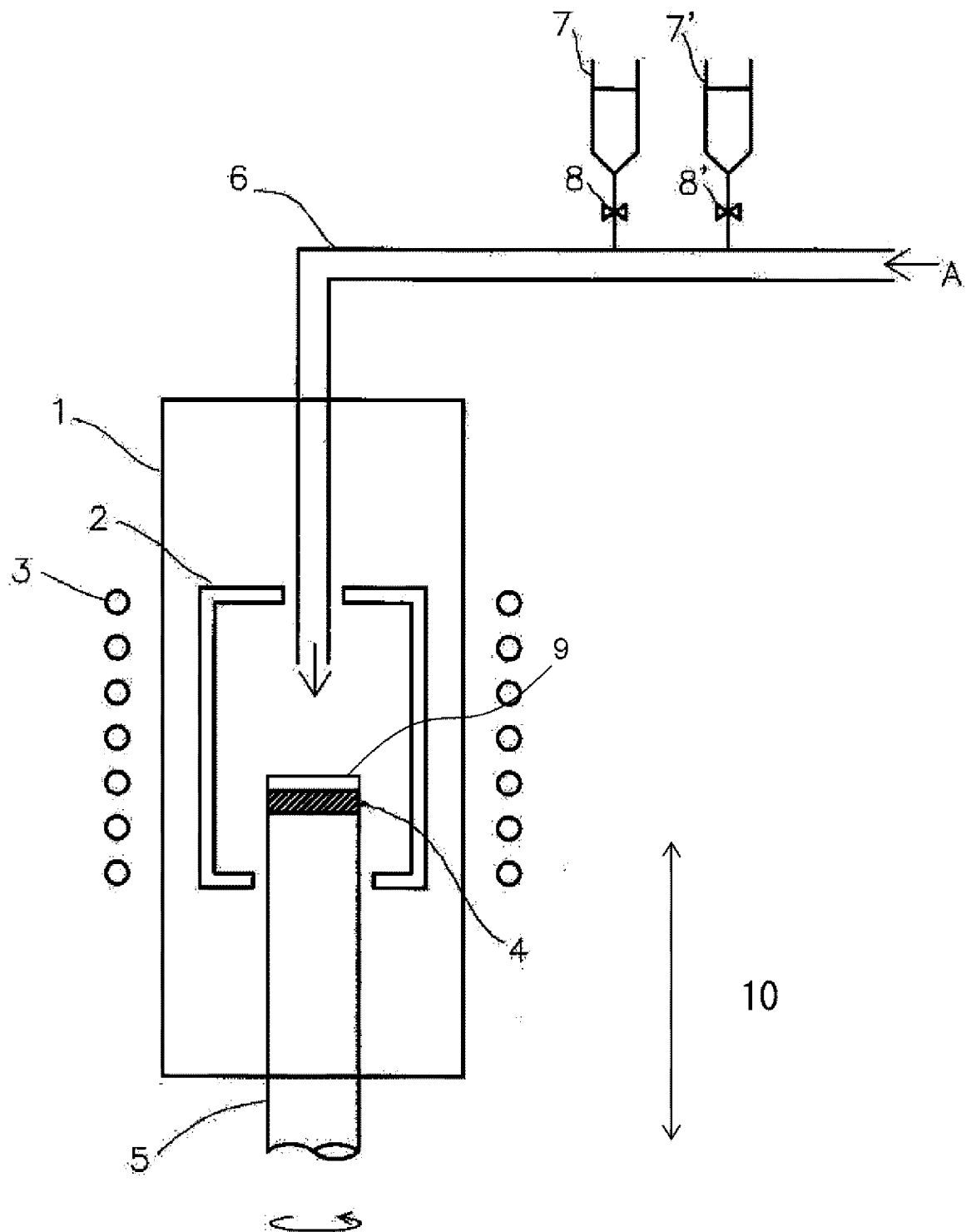
[0033] [表1]

平均温度勾配 ($^{\circ}\text{C}/\text{mm}$)	0.2	0.5	3	9	10
成長速度 ($\mu\text{m}/\text{h}$)	-50~100	50~500	50~500	50~500	50~500
結晶性	エッチング が発生	透明 単結晶	透明 単結晶	透明 単結晶	柱状 多結晶
欠陥	——	マイクロパイプ少	マイクロパイプ少	マイクロパイプ多	——

請求の範囲

- [1] 単結晶SiCを製造する方法であって、
SiC種単結晶ウエハをサセプタに固定する工程、及び、
外部より単結晶SiC製造用原料をSiC種単結晶ウエハ上に連続供給して単結晶SiCを成長させる工程を含み、
前記サセプタ、SiC種単結晶並びに成長と共に厚みを増した単結晶SiCの、サセプタの軸方向の平均温度勾配を $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $9^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下とすることを特徴とする
単結晶SiCの製造方法。
- [2] 前記単結晶SiC製造用原料がシリカ及びカーボンである請求項1に記載の単結晶SiCの製造方法。
- [3] 前記平均温度勾配が $0.5^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上 $3^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下である請求項1又は2に記載の単結晶SiCの製造方法。
- [4] 請求項1～3いずれか1つ記載の方法により製造された単結晶SiC。
- [5] 坩堝を設けたチャンバ及び坩堝を加熱する手段、
坩堝内にSiC種単結晶ウエハを固定するサセプタ、及び、
SiC種単結晶に単結晶SiC製造用原料を供給する手段を有し、
前記サセプタが制御可能な熱交換機能を有していることを特徴とする
単結晶SiCの製造装置。

[図1]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2007/059911

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01) i, C30B1/10(2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B29/36, C30B1/10

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2007
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2007	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2007

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

Science Direct, JSTPlus (JDream2)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 3505597 B2 (Nippon Pillar Packing Co., Ltd.), 08 March, 2004 (08.03.04), Claims 1, 2; Par. Nos. [0016] to [0019]; Fig. 1 & EP 1132505 A2 & US 6458207 B1	4 1-3, 5
Y	JP 2000-264791 A (Nippon Pillar Packing Co., Ltd.), 26 September, 2000 (26.09.00), Par. Nos. [0008] to [0015]; Fig. 1 (Family: none)	1-3, 5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
30 May, 2007 (30.05.07)

Date of mailing of the international search report
12 June, 2007 (12.06.07)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C30B29/36(2006.01)i, C30B1/10(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C30B29/36, C30B1/10

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2007年
日本国実用新案登録公報	1996-2007年
日本国登録実用新案公報	1994-2007年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

Science Direct, JSTPlus(JDream2)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X Y	J P 3505597 B2 (日本ピラー工業株式会社) 2004.03.08, 請求項1, 2, 段落【0016】-【0019】, 第1図 & EP 1132505 A2 & US 6458207 B1	4 1-3, 5
Y	J P 2000-264791 A (日本ピラー工業株式会社) 2000.09.26, 段落【0008】-【0015】, 第1図 (ファミリーなし)	1-3, 5

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

30.05.2007

国際調査報告の発送日

12.06.2007

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
郵便番号100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田中 則充

4G

9730

電話番号 03-3581-1101 内線 3416