(19)国家知识产权局

(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 110578172 B
(45)授权公告日 2022.10.28

(21)申请号 201910876001.5

(22)申请日 2014.09.05

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 110578172 A

(43)申请公布日 2019.12.17

(30)优先权数据
61/874,620 2013.09.06 US

(62)分案原申请数据
201480049104.X 2014.09.05

(73)专利权人 GTAT公司
地址 美国新罕布什尔州

(72)发明人 R·V·德切夫 P·萨坦纳日哈瓦 A·M·安德凯威 D·S·李特尔

(74)专利代理机构 北京戈程知识产权代理有限公司 11314
专利代理师 程伟 李兵霞

(51)Int.Cl.
C30B 29/36(2006.01)
C30B 23/00(2006.01)

(56)对比文件
US 2007283880 A1,2007.12.13
CN 102414349 A,2012.04.11
US 2002083892 A1,2002.07.04

审查员 陈春淳

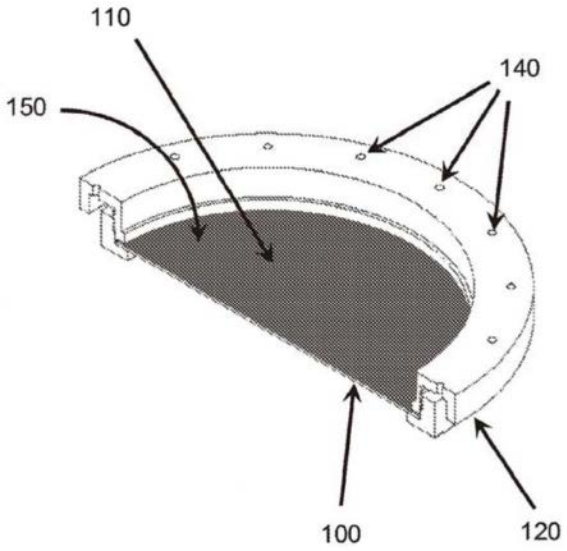
权利要求书2页 说明书10页 附图4页

(54)发明名称

使用硅碳化物晶种来生产大块硅碳化物的方法和器具

(57)摘要

本发明涉及使用硅碳化物晶种来生产大块硅碳化物的方法和器具。具体地，本文公开一种生产硅碳化物的方法。本方法包括以下步骤：提供升华炉，其包括炉壳、至少一个位于炉壳外侧的加热元件、和位于炉壳内且由绝热体包围的热区。该热区包括具有位于下区域的硅碳化物晶种前驱物、和位于上区域的硅碳化物晶种。该热区被加热以升华该硅碳化物前驱物而形成硅碳化物于该硅碳化物晶种的底面上。此外，也公开用以生产该硅碳化物的该升华炉以及产生的硅碳化物材料。



CN 110578172 B

1.一种形成硅碳化物的方法,包括下列步骤:

i)提供升华炉,其包括炉壳、位于该炉壳外的至少一个加热元件、和位于该炉壳内并由绝热物包围的热区,该热区包括

a)坩埚,具有上区域和下区域;

b)坩埚罩,密封该坩埚;以及

c)晶种模块,悬于该坩埚的该上区域中,该晶种模块包括硅碳化物晶种,该硅碳化物晶种具有暴露于该坩埚的该上区域的顶面和底面,其中,该晶种模块包括具有多个蒸气释放开口形成孔的晶种持件,该孔绕着具有与该硅碳化物的该底面垂直的中心轴,以及其中,该孔形成于该硅碳化物晶种的该底面的下方的该晶种持件,

ii)在该坩埚外部制备包括外部环型腔室和内部圆柱型腔室的源模块;

iii)当该源模块在该坩埚外部时,将碳化硅前驱物设置于该源模块的该外部环型腔室中;

iv)将碳化硅前驱物设置于该源模块的该外部环型腔室中之后,当该源模块在该坩埚外部时,将包含该碳化硅前驱物于其中的该源模块设置在该坩埚内部,使得该碳化硅前驱物位于该坩埚的下部区域中,面向该硅碳化物晶种的该底面;

v)用该至少一个加热元件加热该热区,以使该硅碳化物前驱物升华;以及

vi)形成该硅碳化物于该硅碳化物晶种的该底面上。

2.如权利要求1所述的方法,其中,该晶种持件包括顶部和周缘底部,该硅碳化物晶种设置在该顶部和该周缘底部之间。

3.如权利要求2所述的方法,还包括:

将其中形成有一个或多个孔的蒸气释放环设置在该晶种持件的该顶部上方,该蒸气释放环的该一个或多个孔被配置为与形成在该坩埚中的一个或多个排气孔对齐,其中该晶种持件包括围绕该晶种持件的中心轴的多个蒸气释放开口。

4.如权利要求3所述的方法,其中,该多个蒸气释放开口对称地绕着该中心轴而设置,且其中,该多个蒸气释放开口形成在该硅碳化物晶种的该底面下方的该晶种持件的该顶部中。

5.如权利要求1所述的方法,其中,该硅碳化物晶种的该顶面包括晶种保护层。

6.如权利要求5所述的方法,其中,该晶种保护层具有小于250微米的厚度。

7.如权利要求5所述的方法,其中,该晶种保护层具有小于100微米的厚度。

8.如权利要求7所述的方法,其中,该晶种保护层的该厚度为10微米至90微米。

9.如权利要求7所述的方法,其中,该晶种保护层的该厚度为30微米至80微米。

10.如权利要求7所述的方法,其中,该晶种保护层的该厚度为50微米至70微米。

11.如权利要求5所述的方法,其中,该晶种保护层包括至少两层涂层。

12.如权利要求11所述的方法,其中,至少一涂层为固化光阻层。

13.如权利要求12所述的方法,其中,该固化光阻层具有2微米至5微米的厚度。

14.如权利要求11所述的方法,其中,至少一涂层为石墨涂层。

15.如权利要求14所述的方法,其中,该石墨涂层具有20微米至30微米的厚度。

16.如权利要求5所述的方法,其中,该硅碳化物晶种具有硅面和碳面,且其中,该顶面为该硅面。

17.如权利要求5所述的方法,其中,该硅碳化物晶种具有硅面和碳面,且其中,该顶面为该碳面。

使用硅碳化物晶种来生产大块硅碳化物的方法和器具

[0001] 本发明是申请号为201480049104.X,申请日为2014年9月5日,发明名称为“使用硅碳化物晶种来生产大块硅碳化物的方法和器具”的中国专利申请的分案申请。

[0002] [相关案的交互参照]

[0003] 本发明基本上涉及美国临时专利申请案第61/874,620号,申请日为2013年9月6日,该申请的完整内容在此参引合并。

技术领域

[0004] 本发明基本上涉及升华炉与形成具有低瑕疵密度的大块硅碳化物的方法。

背景技术

[0005] 因优异的化学、物理、和电子上的特性,硅碳化物(silicon carbide,SiC)近年来引起高度的兴趣。特别是大块单晶SiC业已证明在其半导体上的应用是有用的,其包括如作为在电力电子产品中的材料和元件的基板和LED。其它关于此材料的应用也逐步浮现。

[0006] 在本领域中,硅碳化物可使用多种已知的方法进行制备。举例而言,大型单晶硅碳化物可使用物理气相传输法(physical vapor transport,PVT)进行制备。在此方法中,来源(如硅碳化物粉末),是提供至长晶炉的高温区中并且加热。此外,晶种(如硅碳化物单晶晶圆),被提供至低温区。该硅碳化物被加热至升华,并且所产生的蒸气将抵达该较低温且材料将沉积于其上硅碳化物晶种。另外,该来源可为硅颗粒和碳颗粒的混合物,其在加热时,将反应以形成SiC并随之升华且再结晶于该晶种上。

[0007] 当大型的硅碳化物胚晶以长晶炉制成时,该工艺通常是难以控制的。举例而言,工艺的条件,如在该来源和晶种之间的温度梯度是至关重要的,其在长晶程序中需维持恒定,且其通常需在超过2000℃的条件下而历时数天,以为了产生具有完整而一致特性的胚晶。工艺上微小的变化也可导致生长的硅碳化物胚晶的品质产生巨大的改变。此外,在生长持续时,若工艺条件没有妥善的控制,也可能发生晶种和/或生长结晶的升华。另外,产物的品质可被使用于晶体生长腔室的组件的类型所影响,因此,取决于生长条件,有些可能会分解进而在生长时造成化学干扰。如此一来,在升华炉中的硅碳化物生长通常会使结晶中含有瑕疵,如低角度晶界、错位、硅和碳的第二相夹杂、不同的多型夹杂(different polytype inclusions)、和微型管(micropipes),其将影响材料的表现性能。此外,即使用以长晶的特定条件可被维持以生成高品质的产物,但批次之间的变异仍会产生。因此,举例而言,任何设备的来源、晶种、和组件的变异性产生不一致的产品。

[0008] 由于迄今仍然没有可靠且可重复的硅碳化物升华炉或可有效地且具成本效益地生成高品质的大型硅碳化物结晶的方法。因此,改良硅碳化物生长设备和方法在产业界仍有迫切的需要。

发明内容

[0009] 本发明涉及一种生产硅碳化物的方法。该方法包括提供提供一个升华炉,其包括

炉壳、至少一个位于炉壳外侧的加热元件、和位于炉壳内且由绝热体包围的热区等步骤。该热区包括具有上区域和下区域的坩埚、密封该坩埚的坩埚罩、位于坩埚的下区域的硅碳化物前驱物、和位于坩埚的上区域的晶种模块，该晶种模块包括具有顶面和暴露于该坩埚之上区域的底面的硅碳化物晶种，该底面面向该硅碳化物前驱物。本方法还包括以该加热元件加热该热区，以升华该硅碳化物前驱物且形成硅碳化物于该硅碳化物晶种之底面。优选地，该晶种模块包括具有至少一个蒸气释放开口的晶种持件，且该晶种模块位于该晶种持件内。另外，优选地，该硅碳化物晶种包括至少一晶种保护层于该晶种之顶面。本方法的各种实施例将会进行陈述。

[0010] 本发明还涉及用于形成硅碳化物的升华炉，其包括炉壳、至少一个位于炉壳外侧的加热元件、和位于炉壳内且由绝热体包围的热区。该热区包括具有上区域和下区域的坩埚、密封该坩埚的坩埚罩、位于坩埚的下区域的硅碳化物前驱物、和晶种模块，该晶种模块包括位于坩埚的上区域的硅碳化物晶种，该硅碳化物晶种具有顶面和底面，该底面面向该硅碳化物前驱物。

[0011] 本发明还涉及制备用于形成硅碳化物于升华炉中的晶种模块的方法。此方法包括提供具有顶面和底面的硅碳化物晶种，并将该硅碳化物晶种置于具有至少一蒸气释放环的晶种持件中以生产该晶种模块等步骤。本发明还涉及该晶种模块本身以及该硅碳化物晶种。

[0012] 应该理解的是，上方广义的叙述和下方细节的叙述两者皆仅为示例性和解释性的，而仅意在提供本发明的进一步解释，如所请求的。

附图说明

[0013] 图1a和图1b为用于本发明各个实施例的硅碳化物晶种持件的斜视图。

[0014] 图2为用于本发明各个实施例的升华炉的示意图。

[0015] 图3a和图3b为用于本发明各个实施例的升华炉的热区的各种视图。

[0016] 图4为本发明各个实施例所生成的硅碳化物胚晶的剖视图。

具体实施方式

[0017] 本发明涉及用于生产硅碳化物的方法和设备。

[0018] 在本发明的形成硅碳化物的方法中，提供一升华炉，其包括炉壳、热区、和包围位于该炉壳内的该热区的绝热体。该炉壳可为本领域任何已知用于高温结晶炉者，包括含有外壁和定义出用于冷却流体循环(如水)的冷却通道的内壁之石英外壳。此外，该炉壳也可为以空气冷却(如从壳底部至顶部)的单壁石英壳。该炉壳由至少一个加热元件所环绕，该加热元件提供热以促使并控制晶体生长。

[0019] 该热区包括具有坩埚罩或坩埚盖的坩埚，且硅碳化物前驱物(在本文有时简称为硅碳化物来源)和硅碳化物晶种两者皆位于该坩埚内。其将各自于后方进行详细的叙述。当绝热体被置于该炉壳内时，该绝热体围绕该热区，且可为任何于本领域已知的具有低热导度且可承受该炉中的温度和条件的材料，其包括，如石墨。优选地，该绝热体包括多个纤维绝热体，如石墨毡，且该多个层可依据如层的厚度、该炉壳的尺寸、该坩埚的尺寸和形状、该结晶生长条件、以及成本进行变化。优选地，该绝热体的形状和尺寸符合所使用的坩埚的形

状和尺寸且提供足够低的热导度以维持用于长晶所欲的热梯度。举例而言，对于圆柱形坩埚而言，该绝热体优选地包括具有甜甜圈形状(donut shape)的纤维绝热材料层其被堆迭以环绕该坩埚。优选地，由绝热体围绕的该热区被封闭于持有容器中，如石英容器，以易于进行处理且维持一致的低热导度。任何存在于该持有容器的外侧和该炉壳的内侧表面之间的间隙可以填入惰性气体或混合气体(如氩气和氮气的组合)。

[0020] 对于本方法，该炉壳、热区、和绝热体可以各种方式组合。举例而言，在一个实施例中，该绝热体被设置在一顶部开放的持有容器中且置于该炉壳内(如在可动或固定的底座上)，其具有围绕该外壳外侧的加热元件，以及包括以该坩埚罩密封且包含该硅碳化物前驱物和该硅碳化物晶种的该坩埚的该热区，其位于该绝热体内以使该绝热体围绕该热区。或者，在另一个实施例中，该绝热体位于该炉壳内，优选地位于持有容器内，而该坩埚位于该绝缘层内。该硅碳化物来源和该硅碳化物晶种接着置于该坩埚内，其接着可以该坩埚密封。此外，在另一个实施例中，该绝热体位在该热区周围，无论是否含有该来源和该晶种，而该热区和该绝热体一起被置于该炉壳内，其中优选地是使用该持有容器。无论顺序为何，该热区优选地沿着该外壳的垂直中心轴而水平地(举例而言，为轴向地)置于该炉壳的中心。沿着此中心轴进行的垂直定位取决于，例如，该加热元件的类型和位置，其将如下所述，以及该所欲生成的热梯度。优选地，该热区为设置在该炉壳之中心或之上且环绕该炉壳的该等加热元件之中心。特定的垂直定位可进行调整以最佳化长晶表现。在该坩埚被提供该硅碳化物来源和该晶种后，该坩埚可接着以该坩埚罩密封。其它实施例也为可能的且可由习知本领域者所理解。视情况而定，多孔过滤器(如多孔石墨过滤器)可置于该硅碳化物前驱物和该硅碳化物晶种之间。

[0021] 一旦升华炉被组装，本发明的方法还包括下列步骤：以该加热元件加热该热区，以升华该硅碳化物前驱物，从而形成硅碳化物于该硅碳化物晶种之上。该加热元件可为任意在本领域已知可用于改变该炉壳内的温度者，或更具体地，为该坩埚内的温度，以使该来源升华。该加热元件可为单一元件，或包括多个元件，其优选地用于增加控制。优选地，对于本发明来说，该加热元件为感应加热器，其包覆该炉壳的外围且可与该炉壳内的组件(尤其是该坩埚)进行感应耦合。此外，为了量测、维护、和/或控制该坩埚内的温度，该热区可还包括至少一个位于该坩埚上的热成像管。该热成像管优选地为穿过该坩埚罩而至位于硅碳化物晶种之上。温度值可从此处量测，且若有需要，至该加热元件的功率可被改变，以确保所欲之晶体生长条件可被维持。

[0022] 如上所述，该热区包括坩埚、坩埚罩、硅碳化物前驱物、和硅碳化物晶种。该坩埚可为任何本领域已知可承受该升华炉内之条件者。优选地，该坩埚和该坩埚盖包含石墨。此外，该坩埚可具有任何的形状或尺寸，其取决于，举例而言，该炉壳的形状和尺寸、使用的硅碳化物晶种的量、以及将生成的硅碳化物产物所欲之形状和尺寸。举例而言，该坩埚可实质上为圆柱形。该坩埚具有上区域(于该坩埚之顶部的区域)和该下区域(于该坩埚之底部的区域)，且这些区域可具有相同或不同的形状和/或截面积。例如，该上区域和该下区域皆实质上为圆柱形，而该上区域的直径较下区域的直径大。在此示例中，该绝热体可紧贴该上区域和该下区域，从而与该坩埚的外表面完整地接触，或优选地，该绝热体可紧贴该上区域而不紧贴该下区域，从而在该坩埚之下部和该绝热体之间留下间隙。该硅碳化物前驱物置于该坩埚的下区域而该硅碳化物晶种置于该坩埚的上区域。如此，当该热区经由该围绕该炉

壳之该加热元件加热时，该硅碳化物前驱物进行反应且/或升华以形成含硅和碳的蒸汽，其接着经由该热区向上移动至该硅碳化物晶种，至其该蒸气则浓缩而再凝固，从而形成硅碳化物产物。

[0023] 该硅碳化物前驱物可直接被置于该坩埚的下区域，或替代的，可被提供于该下区域的分离而单独的容器。举例而言，该硅碳化物前驱物可被包含于位于该坩埚中的源模块中。该具有一个或多个前驱物腔室的源模块，可为任何可承受形成硅碳化物所需条件的容器，且还不会干扰或加入污染物至该产物中。优选地，该源模块包括石墨。该模块之形状可依据，如该前驱物所填充的量和该坩埚的形状，而进行变化。举例而言，该源模块可为圆柱形的插件，其被提供以于该坩埚的下区域形成环形腔室。如此，靠近该加热元件的该外部环型腔室可含有该硅碳化物前驱物而该内部圆柱型腔室提供空间使该升华的产物可到达该硅碳化物晶种。优选地，对于此实施例，该圆柱形源模块包括多孔石墨，其允许经由该硅碳化物前驱物升华所产生的蒸气的扩散。

[0024] 该硅碳化物前驱物包括硅碳化物且可为任何形式，包括粉末、颗粒、固体、或其组合。优选地，该硅碳前驱物实质上为固体，其具有非常低含量的颗粒材料，包括，举例而言，少于10％颗粒材料、少于5％颗粒材料、和少于1％颗粒材料。最优选地，该硅碳化物前驱物为实质上不具有颗粒材料的固体材料。此外，该前驱物也可为相较于硅碳化物的密度为多孔而低密度固体，或无孔洞而高密度固体。

[0025] 该硅碳化物前驱物可由多种不同方式所制备。举例而言，包括硅和碳(如石墨)的试剂混合物可制备而随之加热以形成包含硅碳化物之实质上为固体前驱物的硅碳化物前驱物混合物。另外，颗粒硅碳化物可提供并加热以转换为实质上为固体的硅碳化物前驱物。该转换的程度可经由如加热的程度、温度、和对于试剂混合物中，硅和碳的比例以及混合的形式，而进行变化。举例而言，硅颗粒和碳颗粒可被合并而形成颗粒混合物，其增加了用于形成该前驱物的硅碳化物的反应时的表面面积。优选地，碳的含量过量以驱使硅转换为硅碳化物。举例而言，用于制备该硅碳化物前驱物的该碳和硅的摩尔比优选地大于1.0，更优选地自约1.05至约1.5，或最优选地自约1.1至约1.3。

[0026] 任何已知的颗粒细碳化物或硅颗粒和碳颗粒可被用于制备该硅碳化物前驱物。举例而言，当使用颗粒混合物时，优选地，该硅颗粒具有自约0.1mm至约10mm的平均颗粒尺寸，更优选地具有自约0.5mm至约5mm的平均颗粒尺寸，和最优选地具有自约1mm至约4mm的平均颗粒尺寸。此外，优选地该碳颗粒具有自约50微米(micron)至约1000微米的平均颗粒尺寸，更优选地具有自约75微米至约750微米的平均颗粒尺寸，和最优选地具有自约85微米至约500微米的平均颗粒尺寸。在这些范围中的颗粒使用任何本领域中可使用的方法制备，如滤筛。

[0027] 该颗粒混合物可被形成为均质或近均质(near-homogeneous)的硅颗粒和碳颗粒混合物，如合并试剂颗粒并搅拌和混合，或为异质的混合物，其经由合并试剂颗粒但无刻意的混合。例如，该硅颗粒和碳颗粒可被合并于碳和硅交迭的层中，其中各层碳层具有实质上等量的碳，而各层硅层具有实质上等量的硅。该颗粒混合物可被提供至该坩埚的下区域，如前所述，并加热，或者视情况而定，可被提供于一源模块中，如前所述，其可被置于该坩埚中并加热，或可被分别加热而接着置于该坩埚的下区域中。

[0028] 该热区还包括置于该坩埚的上区域且硅碳化物形成其上的硅碳化物晶种。该晶种

为单晶，以确保能形成实质上为单晶的硅碳化物。任何本领域所知的晶种皆可以被使用。优选地，该硅碳化物晶种为硅碳化物晶圆，特别是圆形硅碳化物晶圆，如可经由切割硅碳化物胚晶取得的。该硅碳化物晶圆的直径可取决于各种要素进行变化，如该坩埚的尺寸和所生成的硅碳化物的所欲的尺寸。举例而言，硅碳化物晶种可为具有大于约75mm(如自约80mm至约85mm)的直径的圆形硅碳化物晶圆、大于约100mm(如自约105mm至约115mm)的直径、大于约150mm(如自约160mm至约170mm)的直径、和大于约200mm(如自约210mm至约230mm)的直径。该硅碳化物晶种的厚度也可依据如成本和可用性等因素进行变化。举例而言，该硅碳化物晶种可为具有为自约0.5mm至约3.5mm的厚度的圆形硅碳化物晶圆，如自约0.6mm至约1.3mm的厚度和自约0.7mm至约1.1mm的厚度。

[0029] 该硅碳化物晶种具有顶面和底面且位于该坩埚的上区域，且该底面是朝向位于该坩埚的下区域的该硅碳化物前驱物。因该晶种为单晶的硅碳化物，该晶种具有硅面和碳面，且该晶种可被定位以使任一面朝向该前驱物，其取决于将被形成的硅碳化物的多型(polytype)。举例而言，当硅碳化物晶种晶圆的该硅面为该底面时，6H硅碳化物可形成，而4H硅碳化物生长自该晶种晶圆的碳面。优选地，该硅碳化物晶种提供于一分别而独立地晶种模块，且该晶种模块置于该坩埚的上区域中。该晶种模块可为任何可承受该硅碳化物结晶生长条件的容器且可还包含该硅碳化物晶种，而保持该晶种于一定位而不会影响硅碳化物生长。优选地，该晶种模块包括包含该晶种同时使该晶种的底面暴露于该坩埚的上区域的晶种持件，其中，硅碳化物生长于该晶种的底面。优选地，高达75％的底表面被暴露，更优选地至80％，最优选地至90％。如此一来，该结晶生长表面的暴露被最大化。

[0030] 此外，优选地，被包含于该晶种持件内的该硅碳化物晶种的顶面也被暴露于该坩埚的上区域。更具体地，大于约75％的该晶种之顶面被暴露于该晶种持件中，包括大于约80％和大于约90％。其与本领域的典型的作法相反。本领域技术人员人员将会接合该晶种的顶面至一保护阻障，如可作为该坩埚盖的厚石墨块。使该晶种的顶面暴露将可预料到该晶种的分解和该成长的硅碳化物晶体中的瑕疵的产生。然而，将该晶种黏附于阻障块将具有显著的缺点，特别是因在该阻障块和晶种之间的热的不匹配所产生在该成长的结晶中的应力和瑕疵。此外，附着剂使长晶过程产生额外的成本且可能污染该结晶生长环境。

[0031] 令人惊讶地，业已证实该硅碳化物晶种的顶面暴露于该坩埚的上区域，而该暴露的表面其为独立于或悬于该热区之内的晶种之上的任何组件，包括该坩埚或该坩埚盖，且其使硅碳化物可被形成在该晶种之上而具有减少的整体瑕疵。为了确保该硅碳化物晶种的顶面不会在该硅碳化物生长时劣化，优选地为该晶种的顶面包括一晶种保护层，其可作为对该坩埚的上区域中的晶体生长环境的阻障。更优选地，该硅碳化物晶种的整体表面包括该晶种保护层。此层可为单层或可包括多层，但其整体厚度相对于该晶种的厚度仍非常地薄。优选地，该晶种保护层具有小于约250微米的厚度，且更优选地为小于约100微米，如约自10微米至约90微米、自30微米至约80微米、和自50微米至约70微米。该晶种保护层可包括任何可避免与该晶种的顶面的反应而不会带来非所欲之应力者，特别是由于热膨胀系数的不匹配。举例而言，该晶种保护层可包括一个或更多的碳质层(carbonaceous layers)，如包括石墨或在高温下固化的光阻层的涂层。当该晶种保护层包括至少两层涂膜层，该层的厚度可以进行变化只要该整体厚度优选地维持在约250微米之下。举例而言，当该层为固化光阻时，各层可为自约1微米至约100微米，包括厚度为自约2微米至约5微米，和当该层为石

墨涂膜层时，厚度为自约20微米至约30微米。

[0032] 该晶种保护层可使用本领域任何已知的可生成薄表面层的涂布技术应用于该硅碳化物晶种表面。因此，在本案的方法中的一个实施例中，晶种模块由包括下列步骤的方法提供：至少涂布一次至该硅碳化物晶种的表面上，并视情况固化该涂布所产生的涂膜，其取决于所使用的材料。该表面可为该晶种的硅面，或为该晶种的碳面。一经涂布后，包含该晶种保护层的该表面被作为该晶种的顶面使用，且该晶种(其优选地包含于晶种模块中)位于该坩埚中，且此被保护的表面其暴露于该坩埚的上区域。

[0033] 各种不同的晶种持件的都可被使用，且该持件可为任何可承受硅碳化物生长的高温条件的材料(例如石墨)所制。优选地，对于本案的方法，该晶种持件包括一个或更多个蒸气释放开口，其为设置于该持件中的空间以允许蒸气产生(如自该硅碳化物前驱物的升华)，以自坩埚排出。优选地，该蒸气释放开口被设置在该硅碳化物晶种的底面之下，当其被包含于该晶种持件中且相邻于该晶种周缘或位于该晶种周缘的外侧时，从而允许过量的蒸气向上朝着并围绕该晶种迁移，且接着排出该坩埚，其亦优选地包括一个或更多的排气孔以允许蒸气得以穿过。此外，蒸气释放环也被包含在该晶种持件内或在该晶种持件的外侧和该坩埚壁之间。该环包括一个或更多的对齐该坩埚中的排气孔的孔洞。位在该晶种持件的上部的上部蒸气释放开口也可被使用。经由改变该孔洞的排列而导致的该环的调整，可改变自该坩埚排出而至环绕之绝热体之蒸气的量。

[0034] 该晶种持件的蒸气释放开口的数目是可变的，而形状和尺寸亦然，且该开口也可设置于该晶种持件上的不同的位置。举例而言，该晶种持件可包括环绕与该硅碳化物晶种的底面呈垂直之该持件的轴心的多个蒸气释放开口。更具体地，对于其为圆形晶圆的硅碳化物晶种，该多个蒸气释放开口可为围绕该晶种的外侧并与该轴心呈等距而对称地设置。该开口的形状也可为，举例而言，圆形、椭圆形、矩形、或正方形，且该开口可置于该晶种持件的体内或沿着边缘设置。如一具体的示例，该晶种持件可包括多个蒸气释放开口，其对称而环绕地设置于面对该来源的该晶种持件的底边，而形成实质上为城堡塔楼(castle turret)的形状。

[0035] 因此，本案用于形成硅碳化物的方法包括下列步骤：提供包括炉壳、绝热体、和热区的升华炉，该热区包含一坩埚，其具有硅碳化物前驱物于其下区域和硅碳化物晶种于其上区域。在一个实施例中，该硅碳化物前驱物被包含于源模块中，且/或该硅碳化物晶种被包含于晶种模块中。这些模块可在该坩埚外以独立的步骤进行制备，再置于该坩埚中。如此，这些独立自该升华炉的该来源、该晶种、或两者皆可以预先包装组件(prepackaged component)的型式提供。该来源是在该硅碳化物制备时消耗，且该硅碳化物晶种成为该生成硅碳化物产物的一部份而与生成的材料一起被移除。因此，本案中的一种方法为一用于在升华炉的热区中制备硅碳化物的可消耗的工艺。该炉被提供，而该可消耗的源模块和/或该可消耗的晶种模块被分别置于该热区的下区域和上区域，接着硅碳化物被形成，而来源和晶种两者皆被移除以另一组来源和晶种取代以用于后续的硅碳化物制备。

[0036] 本案的该方法的一个具体实施例陈述如下。然而，本领域技术人员应当理解的是，文中所述仅作为示例，其意在说明本发明的特性，而非用于限制本发明的范围。各种落于本领域技术人员的思想范畴的不同的变化和其他的实施例，也应是为落在本发明的范围中。此外，本领域技术人员应理解其具体的条件和设置仅为示例，其确切的条件和设置乃取决

于具体的系统。本领域技术人员也应可以辨别和辨识所出示的具体元件的同等物，而不需再进行常规的实验。

[0037] 在本案中的该方法的第一示例中，实质上为固体的硅碳化物前驱物混合物是经由将660gr的颗粒硅(颗粒尺寸范围筛至1.0至3.35mm，平均颗粒尺寸为2.18mm)和340gr的颗粒碳(颗粒尺寸范围筛至90至500微米，平均颗粒尺寸为294微米)置于具有其位于圆柱形石墨坩埚底部的多孔石墨之中心环形墙的圆柱形石墨源模块之外侧环型腔室中。该硅和碳颗粒是置于交迭的层中，其各层是具有约等量的材料(6层碳颗粒与5层硅颗粒进行交迭)。多孔石墨过滤器被置于在该多层(multiple layers)之上，但未与该前驱物混合物接触，而保持约为20mm的间隙，且该坩埚以包含圆柱型热像管的坩埚盖密封。该部份填充的坩埚接着置于由具有约0.25英寸的厚度之软石墨毡的多层所围绕的圆柱形石英容器中，而填充该容器后，该被填充的容器置于炉壳中并以位于该炉壳外侧周围的感应加热器加热至约1400℃两小时，接着加热至约2240℃额外两小时。其所生成的实质上为固体的硅碳化物前驱物混合物用以制备硅碳化物。

[0038] 分别地，晶种模块是经由施加晶种保护层至经抛光的80mm的硅碳化物晶圆(厚度于0.8至1.0mm之间)的硅面，且将该被保护的晶种置于晶种持件中来制备。更具体地，第一光阻层(Megaposit SPR，为一具黏性的甲酚酚醛树脂溶液，取自Rohm and Haas Electronic Materials)是涂布至该经抛光的硅碳化物晶圆的硅面，并固化以形成具有2-4微米的厚度的第一层。接着第二光阻层施加在该第一层上并固化(厚度为2-4微米)。碳质层则是接着在约120℃将石墨(Aerodag G，为一非水性的石墨喷雾分散剂)藉由喷涂(spray coating)而施加于该第二光阻层上(厚度为20-30mircons)。此复合物则接着于真空下加热至1150℃两小时以确保完全的固化和覆盖。第三光阻层是施加在该多孔的碳质层上，当该光阻层填入该多孔层时，其增加最少的厚度，接着喷涂第二石墨层(厚度为20-30微米)以做为封填剂。该完整的复合物最终是于大气压下，于氮气中加热至300℃八小时，以生成具有多层晶种保护层于其硅面上的硅碳化物晶种晶圆。

[0039] 该被保护的硅碳化物晶种是置于包含多个蒸气释放开口的石墨晶种持件，从而形成该晶种模块。如图1a所示，其为晶种模块的顶面，与图1b，其为晶种模块的底面。因此，如上述所制备的，包括在该硅面上的晶种保护层110的硅碳化物晶种100，是置于包含对称设置于而环绕该持件的周缘底部而呈一城堡塔楼形状设置之多个矩型蒸汽释放开口130的晶种持件120中。此外，晶种持件120还包括额外的蒸气释放开口140于该持件的顶部，其与该坩埚上的排气孔对齐，其如图2所示并将于下方进行讨论。经由硅碳化物前驱物的升华而产生的蒸气可因此接触到硅碳化物晶种100并经由蒸汽释放开口130和额外的蒸汽释放开口140透过该坩埚上的排气孔而排离至该绝热体的周围，如箭头A所说明。硅碳化物晶种100是置于晶种持件120上且有晶种保护层110之面是朝上，使该晶种的底面的碳面生长4H硅碳化物。如图1a和图1b所示，硅碳化物晶种的顶面150和底面160是暴露于晶种持件120中。

[0040] 图2为升华炉200的示意图，其包含由感应加热元件202所围绕的炉壳201，且还包括于炉壳201中的热区203，其是沿着炉壳201的中心轴215设置并略位于感应加热元件202的中间之上，并由包含具有石墨毡的多层的绝热体204所围绕。热区203和绝热体204是封闭于石英容器中，而具有填入氩气和氮气的间隙。如图3a和图3b所示，热区203包括有由石墨所制且一般为圆柱形的坩埚210，该坩埚210的上区域220的直径大于下区域240的直径。包

含硅碳化物晶种100的晶种持件120是置于坩埚210的上区域220，且硅碳化物晶种100的顶面150和底面160是暴露于上区域220。底面160是面向置于坩埚210的下区域240的实质上为固体的硅碳化物前驱物混合物230，其是如上所述的方式制备于具有由多孔石墨壁233形成之开放环型区域232的源模块235之外侧环型腔室231。实质上为固体的硅碳化物前驱物混合物230是经由多孔碳过滤器225而与晶种持件120隔开，其如图所示，并未与该来源或晶种接触。晶种持件120包括矩形蒸汽释放开口130(其未示于图3a)，其提供路径使蒸气得以透过在释放环280上的排气孔260和对齐孔270排出坩埚210。坩埚210是以坩埚盖215密封，其中热像管290被插入并被置于硅碳化物晶种100之上以监控热区203内的温度。

[0041] 在本案中的此示例性的方法中，在准备升华炉100后，热区203以感应加热元件202加热至2080℃至2110℃，并同时减低反应压力至约0.5Torr，且这些条件维持约100小时(温度变化维持在50℃内的范围)。温度梯度是建立在该坩埚210内，其下区域240较上区域220热约20℃至40℃。如此，实质上为固体的硅碳化物前驱物混合物230被升华且大块硅碳化物是形成在硅碳化物晶种100的底面160上，而过量的蒸汽则由蒸汽释放开口130排出。

[0042] 同样地，在第二个示例中，1050至1150gr的颗粒SiC(Poly alpha-SiC，可自Washington Mills取得)是置于圆柱形石墨源模块的外侧环型腔室且置于炉壳中的石墨坩埚中，如前例所述。该SiC接着加热至约1400℃两小时接着升温至约2240℃再额外加热两小时以产生密度约为1.1gr/L的实质上为固体的硅碳化物前驱物。个别地，晶种保护层是施加于硅面且被包含于晶种持件中，且包含100mm硅碳化物晶圆的晶种模块，是使用类似前述示例的方法进行制备。更具体地，第一光阻层(Megaposit SPR)是涂布于该硅碳化物晶圆的经抛光的硅面上并固化以形成厚度约为2至4微米的第一层。接着，碳质层是以喷涂方式涂布石墨(Aerodag G)于该第一光阻层上(总厚度为20至30微米)。该复合物于真空下加热至1150℃两小时以确保完全的固化和覆盖。此程序是重复以生成具有多层晶种保护于其硅面上。该被保护的晶种接着置于用于前方的示例的该晶种持件并置于该石墨坩埚的上区域，晶种之面皆暴露于该上区域，如图3a和图3b所示。该生成的热区是由包含多层厚度约为0.25inches且具有非常低的热导度(0.15W/(°K.m)于1000℃)的石墨毡的绝热区所围绕，且这样的组合置于石英容器中且轴向集中于图2所示的升华炉并在感应加热元件中央之上。大块硅碳化物是形成在该硅碳化物晶种的底面上，如前所述。

[0043] 该所产生的硅碳化物可依据，举例而言，该硅碳化物前驱物的尺寸、该硅碳化物晶种的底面的暴露区域的尺寸、和该坩埚的相对形状等条件，进行形状和尺寸的变化。举例而言，该生长硅碳化物可为在与该硅碳化物晶种的底面的方向平行时具有实质上为圆形截面积的胚晶的形式。该胚晶的直径可于垂直的方向自该晶种表面增加至最大直径，而直径还减少至一圆点(rounded point)，其形成一般为锥底的表面。该硅碳化物的胚晶的最大直径的变化可取决于，例如，硅碳化物生长的时间长度和生长条件。一般而言，该最大直径为自约70mm至约250mm。举例而言，该最大直径可大于约75mm(如自约80mm至约85mm)，包括大于约100mm(如自约105mm至约115mm)、大于约150mm(如自约160mm至约170mm)、和大于约200mm(如自约210mm至约230mm)。该胚晶重量则取决于生长条件，但一般为该来源材料的初始重量的60％至80％。

[0044] 举例而言，该于第二示例中所生成的大块硅碳化物具有如图4所示的圆形水平截面区域和形状。如图所示，该胚晶含有具有弧度的表面的顶部区域A，其直径从在顶部的初

始硅碳化物晶种晶圆增加至中间区域B的约中段，其为该胚晶最宽广的区域，其具有约112mm的最大直径。该中间区域B的圆弧的外表面可被辗压而成为一扁平的表面(如图所示)以用于晶圆生产。该胚晶是由拱顶区C所盖住，其在生长时具有闪亮的表面。在此示例中，该生长硅碳化物胚晶的重量约为748gr而高度约为33mm，其中区域A约为10mm，区域B和区域C则约为12mm。

[0045] 因此，本发明也涉及由本发明的方法所制的大块硅碳化物胚晶。因该胚晶是生长于硅碳化物晶种上，如上所述，该生长的胚晶也因此包含此晶种。所以，在本发明的具体的实施例中，生长于圆形硅碳化物晶圆的硅碳化物胚晶为基本上为球形(bulbous)并带有实质上为圆形的水平截面形状，且包含平坦的外表面，其包括该圆形硅碳化物晶圆且因此具有一个或更多，优选地为至少两个，如从2至5个的碳质层。该大块硅碳化物胚晶复具有含有在平行于该平坦表面的方向上实质上为圆形的截面形状的中间区域，其直径较该平坦表面的直径略大，且该锥形或拱顶形的外表面相对于该平坦的外侧表面。该锥形外表面优选地具有镜面抛光。

[0046] 由本发明的方法所制造的本发明的硅碳化物，已被证实具有优越的特性，特别是基本上交低的整体瑕疵的数量，其包括但不限于，线边错位(threading edge dislocation)、线螺旋错位(threading screw dislocation)、和基面瑕疵(basal plane defects)(错位和堆迭错误)。举例而言，该硅碳化物已被证实其具有少于8000/cm^2的总瑕疵数，且更具体地，为少于6000/cm^2。此外，该硅碳化物的线边错位密度已被证实少于4000/cm^2，且更具体地，为少于2500/cm^2。另外，该硅碳化物已被证实其具有少于3500/cm^2的线螺旋错位密度，且更具体地，为少于3000/cm^2。此外，本发明的该硅碳化物的基面瑕疵密度也相当低，如少于500/cm^2或少于200/cm^2。优选地，本发明的方法作生成的硅碳化物具有少于2500/cm^2的线边错位密度、少于3000/cm^2的线螺旋错位密度、和少于200/cm^2的基面瑕疵密度。

[0047] 多个硅碳化物晶圆可自具有低瑕疵水准的该成长的硅碳化物胚晶移除，且晶圆的数量乃取决于该中间区域的尺寸(其具有最大直径)、目标晶圆的厚度、和所使用以移除晶圆的技术。如图4所示的胚晶，其预计可自其中间区域B分割7至10个晶圆，其可根据需求进行抛光。而每一个自胚晶所得的晶圆，其具有平均较低的瑕疵数，将可预期具有优越的物理和性能上的特性，特别是在LED或动力元件的应用。举例而言，1.25mm的硅碳化物晶圆是自如图4所示的该胚晶的区域B所分割-一个在顶部(W1)，一个在底部(W2)。其是抛光至约1.00mm的厚度并分析其瑕疵水准。其结果将如下方的表1所示：

[0048] 表一

[0049]

晶圆	线螺旋(Threading Screw)	线边(Thread Edge)	基面(Basal Plane)	总体瑕疵(Total Defects)
W1	915	1001	143	2058
W2	44	1210	477	1732

[0050] 如数据所示，两晶圆皆证实具有相当低的瑕疵数。此外，瑕疵的数量在通过区域B时会减少，也就是瑕疵在生长时会减少。线螺旋错位、线边错位、和基面瑕疵也将都十分地

少。在各晶圆具有如此低的瑕疵水准下，所有自区域B的晶圆将预期在如LED和动力元件的应用上，会有更佳的性能。

[0051] 本发明还涉及使用于上述方法的升华炉。该升华炉包括炉壳、至少一个置于该炉壳外侧的加热元件、和位于该炉壳内并由绝热体所围绕的热区。该炉壳、加热元件、绝热体、和热区可为本文所述的任意者。更具体地，该热区包括坩埚、密封该坩埚的坩埚罩、位于该坩埚下区域的硅碳化物前驱物、和位于该坩埚上区域的硅碳化物晶种。任何本文所述的组件可被用于本发明的升华炉，包含如实质上为固体的硅碳化物前驱物混合物，其可如由加热包含硅和碳颗粒的颗粒混合物所制备，以及包括硅碳化物晶种的晶种模块，特别是具有暴露于该坩埚的上区域的顶面和底面且其中该硅碳化物晶种的顶面包含硅晶种保护层的晶种。

[0052] 以上所述的本发明的优选实施例乃是用于说明和解释的目的。其并非意将本发明限制在特定的具体形式中。在透过以上的教示或本发明的实践，修正和变化为可能的。实施例被挑选出并说明乃是为了向本领域技术人员解释本发明的原理和实际的应用并可使其在思考后修正本发明为各种特定用途的实施例。本发明的范围将由文后所附的权利要求书或其同等物所定义。

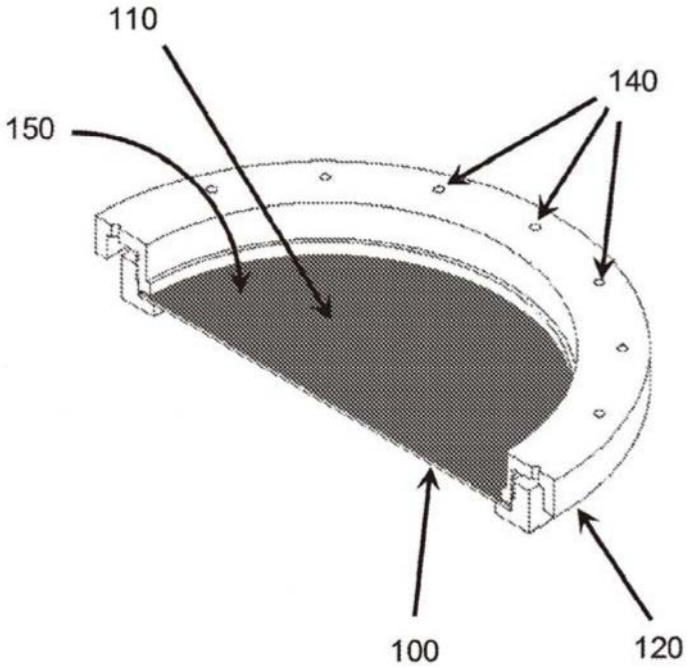


图1a

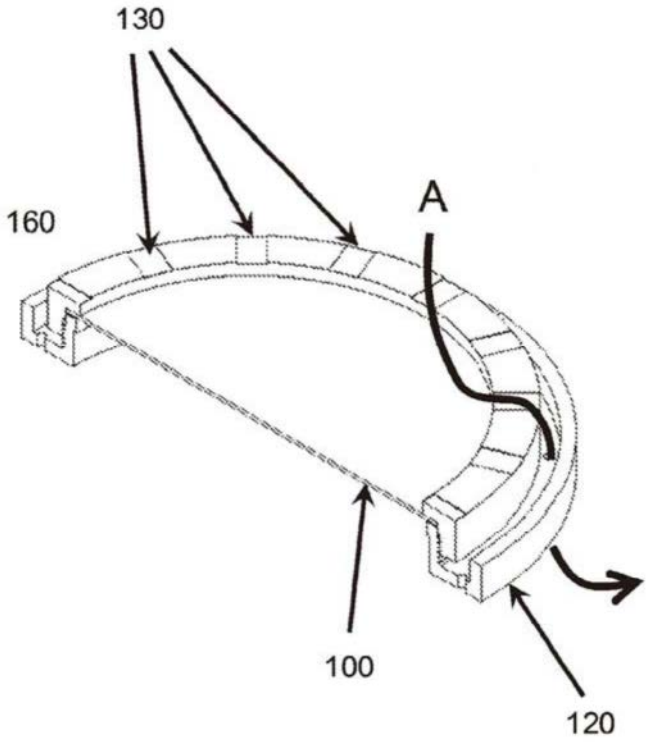


图1b

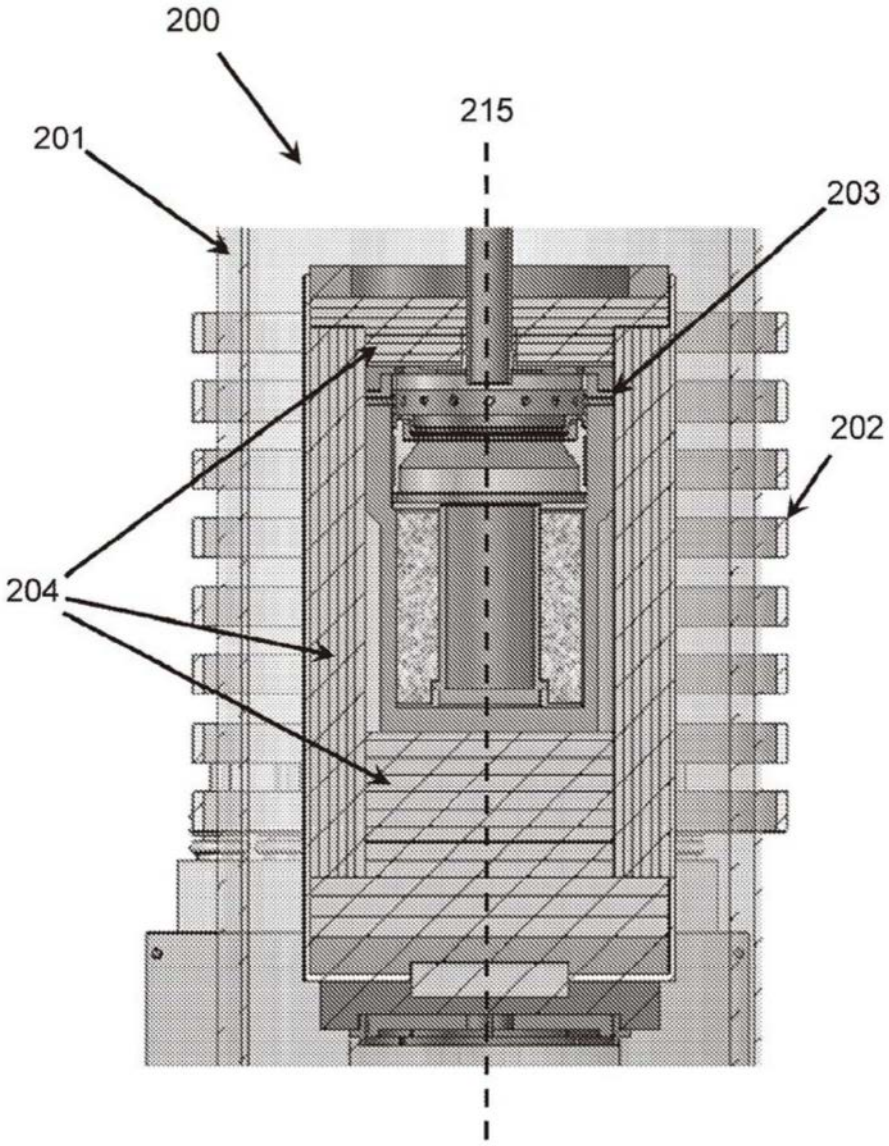


图2

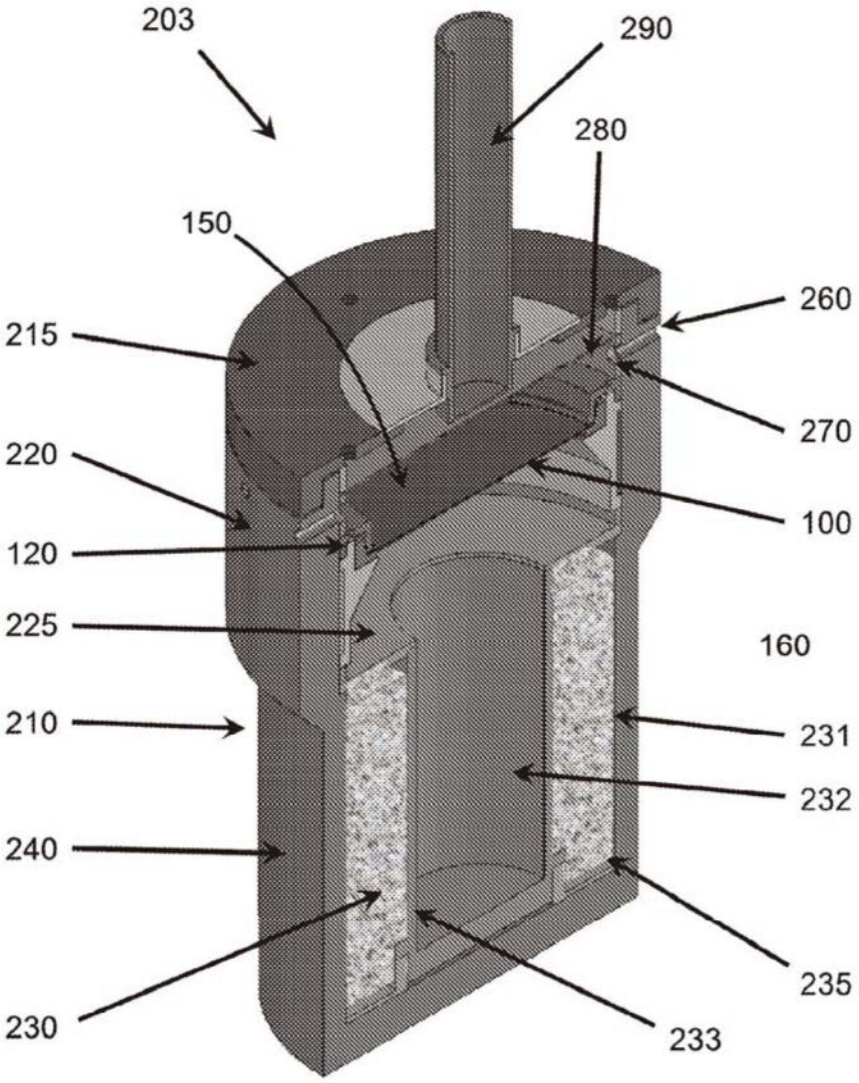

203
290
280
150
260
215
270
220
100
120
160
225
231
210
232
240
235
230
233

图3a

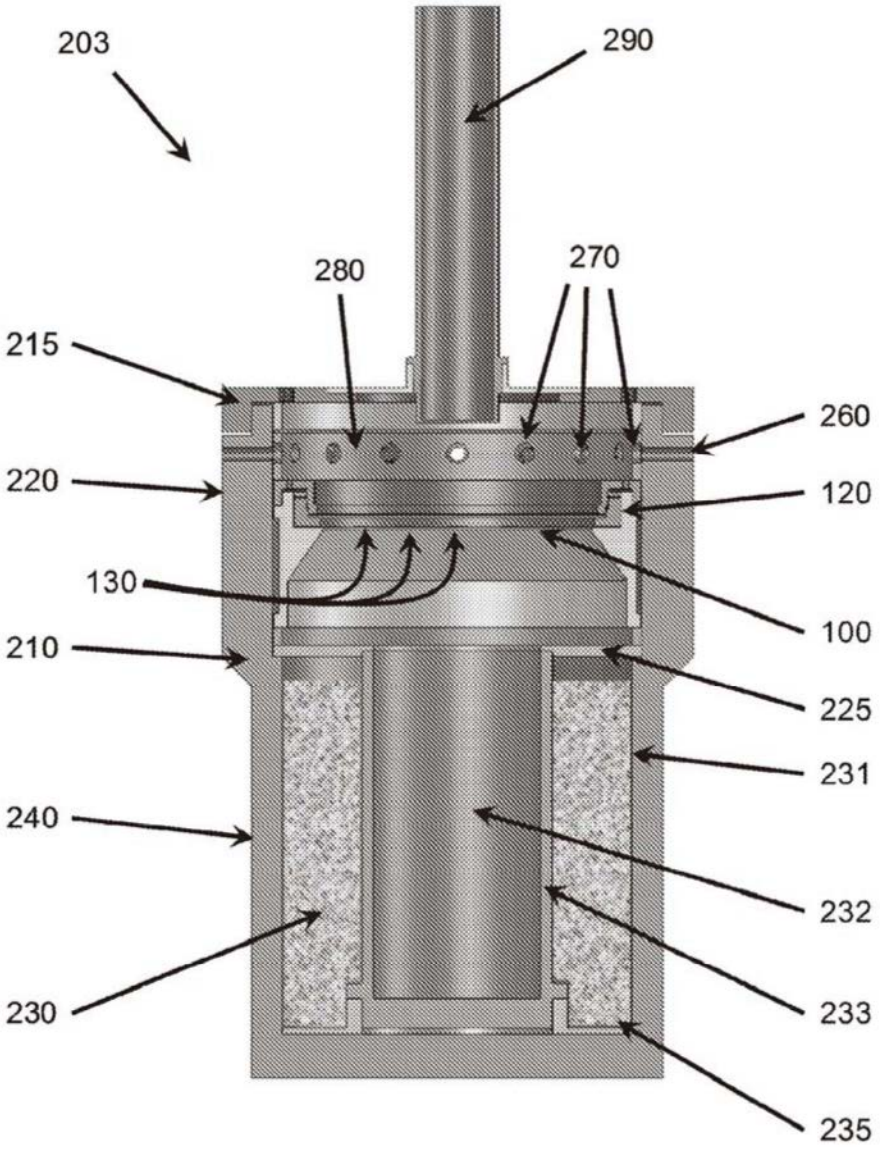

203
290
280
270
215
260
220
120
130
100
210
225
231
240
232
230
233
235

图3b

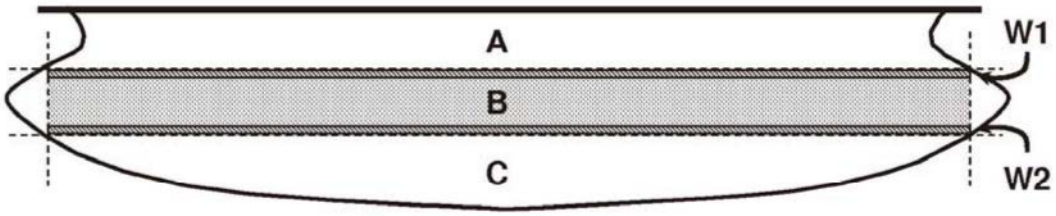

A
B
C
W1
W2

图4