

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2014 年 1 月 30 日(30.01.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/017648 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) C30B 19/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/070369
- (22) 国際出願日: 2013 年 7 月 26 日(26.07.2013)
- (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 2012-166634 2012 年 7 月 27 日(27.07.2012) JP
- (71) 出願人: 京セラ株式会社(KYOCERA CORPORATION) [JP/JP]; 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地 Kyoto (JP).
- (72) 発明者: 正木 克明(MASAKI, Katsuaki); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP). 久芳 豊(KUBA, Yutaka); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP). 堂本 千秋(DOMOTO, Chiaki); 〒6128501 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町 6 番地 京セラ株式会社内 Kyoto (JP).

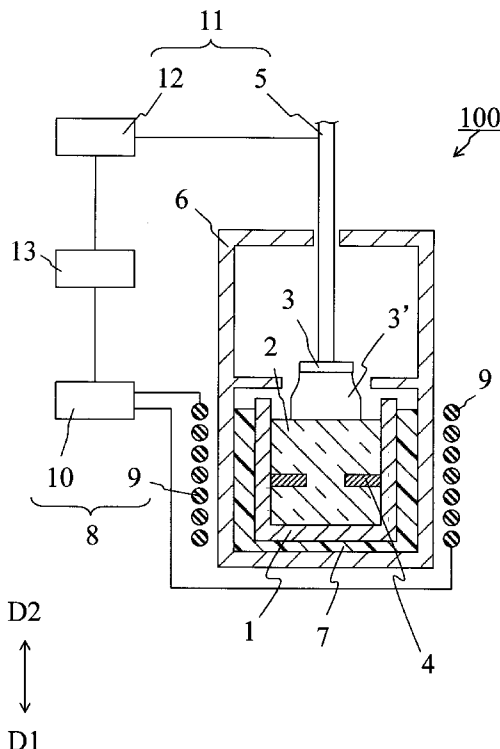
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (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, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: CRUCIBLE, DEVICE FOR CRYSTAL GROWTH, AND METHOD FOR CRYSTAL GROWTH

(54) 発明の名称: 坩堝、結晶成長装置および結晶成長方法



(57) Abstract: The crucible (1) according to an embodiment of the present invention is a crucible (1) for use in a solution growth method in which a carbon-containing silicon solution (2) is placed in the crucible (1), the lower surface (3B) of a seed crystal (3) is brought from above into contact with the solution (2), and the seed crystal (3) is thereafter pulled up to thereby grow a silicon carbide crystal from the solution (2) on the lower surface (3B) of the seed crystal (3). The crucible (1) is equipped with a solution control member (4) which has been fixed to the inner wall (1A) so that the member (4) is located between the bottom surface (1B) and the surface of the solution (2) when the crucible (1) is used and which has a through-hole (4a) that lies within the area underlying the seed crystal (3) to be disposed above. The crucible (1) is constituted of carbon.

(57) 要約: 本発明の一実施形態にかかる坩堝 1 は、炭素を含む珪素の溶液 2 を内部に收容し、上方から種結晶 3 の下面 3 B を溶液 2 に接触させた後、種結晶 3 を引き上げるることによって、種結晶 3 の下面 3 B に溶液 2 から炭化珪素の結晶を成長させる溶液成長法に使用する坩堝 1 であって、使用時に底面 1 B と溶液 2 の液面との間に位置するように内壁面 1 A に固定された、上方に配置される種結晶 3 の内側に重なる貫通孔 4 a を有する溶液調整部材 4 を備えていて、炭素からなる。

明 細 書

発明の名称： 坩堝、結晶成長装置および結晶成長方法

技術分野

[0001] 本発明は、溶液調整部材を備えた坩堝、その坩堝を用いた結晶成長装置、およびその坩堝を用いて結晶を成長させる結晶成長方法に関するものである。

背景技術

[0002] 現在注目されている結晶として、炭素と、珪素の化合物である炭化珪素（Silicon carbide：SiC）がある。炭化珪素は、バンドギャップがシリコンと比べて広く、絶縁破壊に至る電界強度が大きい（耐電圧特性がよい）こと、熱伝導性が高いこと、耐熱性が高いこと、耐薬品性に優れること、および耐放射線性に優れることなどの種々の利点から注目を集めており、原子力を含む重電、自動車および航空を含む運輸、ならびに家電などといった幅広い分野で注目されている。炭化珪素の結晶は、例えば溶液成長法または昇華法によって、種結晶の表面に成長させることができる。炭化珪素の結晶を溶液成長法で成長させる方法は、例えば特開2000-264790号公報に示されている。

発明の概要

[0003] 炭化珪素からなる結晶を溶液成長法で成長させる研究・開発において、種結晶の下面に成長させる結晶を大型化または長尺化しようとしたときに、結晶の成長速度を上げることが課題の1つとなっていた。本発明は、このような事情に鑑みて案出されたものであり、結晶の成長速度を上げることが可能な坩堝、その坩堝を用いた結晶成長装置および結晶成長方法を提供することを目的とする。

[0004] 本発明の一実施形態にかかる坩堝は、炭素を含む珪素の溶液を内部に収容し、上方から種結晶の下面を前記溶液に接触させた後、前記種結晶を引き上げることによって、前記種結晶の下面に前記溶液から炭化珪素の結晶を成長

させる溶液成長法に使用する坩堝であって、使用時に底面と前記溶液の液面との間に位置するように内壁面に固定された、上方に配置される前記種結晶の内側に重なる貫通孔を有する溶液調整部材を備えた、炭素からなる坩堝である。

[0005] 本発明の一実施形態にかかる結晶成長装置は、上述の坩堝と、種結晶を保持して前記坩堝の開口部から前記種結晶を入れたり引き上げたりが可能な保持部材とを有する。

[0006] 本発明の一実施形態にかかる結晶成長方法は、上述の坩堝、種結晶を保持して前記坩堝の開口部から前記種結晶を入れたり引き上げたりが可能な保持部材、および該保持部材によって上面が保持されている炭化珪素からなる前記種結晶を準備する工程と、前記坩堝の内部に、前記溶液調整部材よりも上方に液面が位置するように、炭素を含む珪素の溶液を収容する工程と、前記保持部材によって前記坩堝の開口部から前記種結晶を入れて、該種結晶の下面を前記溶液に接触させる工程と、前記種結晶を下面が前記溶液調整部材の前記貫通孔に重なるように配置した状態で前記保持部材によって前記種結晶を引き上げて、該種結晶の下面に炭化珪素の結晶を成長させる工程とを備える。

[0007] 本発明によれば、溶液成長法で炭化珪素の結晶を成長させる際に、坩堝の内部の溶液について種結晶の下面に炭素が多く含まれる対流を当たりやすくして、種結晶の下面に成長する結晶の成長速度を上げることができるという効果を奏する。

図面の簡単な説明

[0008] [図1]本発明の実施形態に係る坩堝を搭載した、本発明の実施形態に係る結晶成長装置の一例を示す図であり、上下方向に切断した断面図に相当する。

[図2]図1に示す坩堝および保持部材を拡大した拡大断面図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図3]図1および図2に示す坩堝を平面透視したときの平面図である。

[図4]図1に示す坩堝において溶液成長法で種結晶の下面に結晶を成長させる

ときに発生する対流を模式的に示す断面図である。

[図5]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図6]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図7]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図8]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、坩堝を平面透視したときの平面図である。

[図9]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図10]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図11]本発明の実施形態に係る坩堝の変形例を示す図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図12]本発明の実施形態に係る結晶成長方法の一工程を説明する断面図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図13]本発明の実施形態に係る結晶成長方法の一工程を説明する断面図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図14]本発明の実施形態に係る結晶成長方法の一工程を説明する断面図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

[図15]本発明の実施形態に係る結晶成長方法の一工程を説明する断面図であり、図3のA-A'線で切断したときの断面に相当する。

発明を実施するための形態

[0009] 本発明に係る坩堝、結晶成長装置および結晶成長方法の一実施形態について、図1～図4を参照しつつ説明する。なお、図1は、本実施形態に係る結晶成長装置を模式的に示した断面図であり、結晶成長装置の概略を示している。図2は、本実施形態に係る坩堝および保持部材を上下方向に切断した縦

断面の一部を拡大して示しており、坩堝および保持部材の構造を示している。図3は、溶液を除いた、本実施形態に係る坩堝の上面を示しており、坩堝および溶液調整部材の形状などを示している。図4は、本実施形態に係る坩堝1内の対流の様子の一例を示している。

[0010] <坩堝>

本発明の一実施形態に係る坩堝1は、炭素を含む珪素の溶液2を内部に収容し、上方から種結晶3の下面3Bを溶液2に接触させた後、種結晶3を引き上げることによって、種結晶3の下面3Bに溶液2から炭化珪素の結晶3'を成長させる溶液成長法に用いられるものである。坩堝1は、坩堝1に溶液2が収容された際に、坩堝1の底面1Bと溶液2の液面2Aとの間に位置するように内壁面1Aに固定された、上方に配置される種結晶3の内側に重なる貫通孔4aを有する溶液調整部材4を備えたものである。本実施形態の坩堝1は、図1に示すような結晶成長装置100に搭載されて用いられるものである。なお、本発明の一実施形態に係る結晶成長装置100は、坩堝1および保持部材5を有している。

[0011] 保持部材5は、図1および図2に示すように、下端面5Aに、接着材等を介して種結晶3を固定して保持している。すなわち、保持部材5は、接着材を間に挟んだ状態で種結晶3の上に位置している。接着材としては、例えばカーボン接着材を用いることができる。なお、以下の説明で適宜参照するように、図1において、下方向をD1方向、上方向をD2方向としている。

[0012] 保持部材5は、種結晶3を保持するための下端面5Aを有している。下端面5Aは、四角形状などの多角形状、または円形状などの平面視形状である。そのため、保持部材5は、例えば多角柱状または円柱状などの棒状、直方体状などの立体形状である。

[0013] 保持部材5は、適宜、材料を選択することができ、例えば、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウムなどの溶液2よりも融点が高い酸化物、または炭素からなる材料を用いることができる。

[0014] 保持部材5が炭素からなる場合には、保持部材5としては、例えば炭素の

多結晶体または炭素を焼成した焼成体などを用いることができる。なお、炭素からなるとは、炭素のみからなるものに限るものではない。炭素からなるとは、例えば炭素を98質量%以上含んでいればよく、炭素の他にアルミニウム、銅、マグネシウムなど微量の不純物などを含んでいてもよい。

[0015] 種結晶3としては、例えば炭化珪素の単結晶または多結晶などを用いることができる。種結晶3は、厚みが例えば0.1mm以上10mm以下となるように設定することができる。

[0016] 種結晶3は、平面視したときの外形が、例えば多角形状または円形状であるものが用いられる。種結晶3の最大の横幅寸法は、例えば5mm以上20cm以下となるように設定することができる。

[0017] 種結晶3は、図2に示すように、保持部材5の下端面5Aよりも大きい上面3Aを有している。すなわち、種結晶3は、上面3Aの面積が、保持部材5の下端面5Aの面積よりも大きいものが用いられる。種結晶3は、上面3Aの一部が接着材を介して、保持部材5の下端面5Aに固定されている。種結晶3の上面3Aの面積は、例えば、下端面5Aに対して110%以上400%以下となるように設定することができる。

[0018] 種結晶3は、保持部材5の下端面5Aに対して上面3Aのどの位置で固定されていてもよい。種結晶3の中心を含む領域が下端面5Aと重なるように種結晶3を固定した場合には、種結晶3をバランスよく保持することができる。そのため、例えば、溶液2の液面2Aに対して種結晶3の下面3Bを安定して水平に維持して結晶成長を行なうことができる。

[0019] 次に、坩堝1について説明する。坩堝1は、炭素からなる。坩堝1は、成長させる炭化珪素の単結晶の原料を内部で融解させる器としての機能を担っている。本実施形態では、坩堝1の中で、融解した珪素を溶媒としてその中に炭素を溶解させた溶液2を貯留する。本実施形態では、溶液成長法を採用しており、この坩堝1の内部で熱的平衡に近い状態を作り出すことによって結晶の成長を行なう。

[0020] 坩堝1の内部には、溶液2が配置されている。溶液2は、種結晶3の下面

3 Bに成長させる炭化珪素の結晶を形成する元素である炭素を、同じく炭化珪素の結晶を形成する元素である珪素の溶液中に溶解したものである。溶質となる元素の溶解度は、溶媒となる元素の温度が高くなるほど大きくなる。このため、種結晶3の下面3 Bの温度を溶液2の温度よりも少し低くすることによって、高温下の溶媒に多くの溶質を溶解させた溶液2の温度が種結晶3の付近で低くなり、熱的な平衡を境に溶質が析出するようになる。この熱的平衡による析出を利用して、種結晶3の下面3 Bに、炭化珪素の結晶を成長させることができる。

[0021] 本実施形態の坩堝1は、内壁面1 Aに固定された溶液調整部材4を備えている。本実施形態の溶液調整部材4は、板状に形成されている。溶液調整部材4は、溶液2の温度よりも高い融点を持つ材料を用いて、溶液2中にできるだけ溶け出さないものであればよい。また、溶液調整部材4は、例えば、炭素からなる材料、または酸化ジルコニウムなどの溶液2よりも融点が高い酸化物などを用いることができる。坩堝1および溶液調整部材4が炭素からなる場合には、両者を例えばカーボン接着材で固定したり、一体的に形成したものを使用したりすることができる。

[0022] 溶液調整部材4の厚みは、溶解して消失しない程度に設定すればよい。溶液調整部材4の厚みは、例えば、1 mm以上5 cm以下となるように設定することができる。また、溶液調整部材4の厚みは、例えば、底面1 Bと液面2 Aとの距離の2 %以上1 5 %以下となるように設定することができる。溶液調整部材4は、厚みが坩堝1の厚みよりも薄く、且つ種結晶3の厚みよりも厚くてもよい。

[0023] 溶液調整部材4は、坩堝1の使用時に、底面1 Bと溶液2の液面2 Aとの間に位置するように配置されている。溶液調整部材4は、例えば、底面1 Bからの高さが、底面1 Bから液面2 Aまでの高さの3 0 %以上9 5 %以下となるように配置される。なお、液面2 Aの高さは、例えば種結晶3を溶液2に接触させるときの高さを用いることができる。

[0024] 溶液調整部材4は、図3に示すように、上方に配置される種結晶3の内側

に重なる貫通孔 4 a を有している。すなわち、種結晶 3 および溶液調整部材 4 を上方または下方から透視（平面透視）したときに、貫通孔 4 a は、種結晶 3 の内側に位置している。種結晶 3 の内側とは、種結晶 3 を平面視したときの外周よりも内側のことを指す。貫通孔 4 a の平面視形状としては、例えば四角形状などの多角形状、または円形状などを用いることができる。貫通孔 4 a を平面視したときの貫通孔 4 a の面積は、種結晶 3 の下面 3 B の面積に対して、例えば 60% 以上 90% 以下となるように設定することができる。また、貫通孔 4 a の面積は、開口部 1 a の面積に対して、例えば 20% 以上 40% 以下となるように設定することができる。

[0025] 本実施形態の坩堝 1 は、溶液調整部材 4 に、種結晶 3 の内側に重なる貫通孔 4 a を有している。溶液調整部材 4 によって遮られた対流が貫通孔 4 a に集中し、図 4 に示すように、溶液調整部材 4 の下側に位置する溶液 2 から貫通孔 4 a を通って上方に流れる対流 C C が発生しやすくなる。

[0026] ここで、溶液 2 内において過飽和となり析出した炭素が下方にたまりやすいことから、溶液 2 内の炭素の濃度分布は、下方において上方に比べて濃度が高くなっている。そのため、対流 C C によって、炭素を多く含む下方の溶液 2 を種結晶 3 の下面 3 B に当たりやすくすることができる。その結果、種結晶 3 の下面 3 B に炭化珪素の結晶を成長しやすくすることができ、結晶の成長速度を高めることができる。

[0027] また、図 4 に示すように、種結晶 3 の下面 3 B に炭素を多く含む対流 C C が当たりやすくなるため、溶液 2 全体に炭素が均一に混ざっている場合と比較して、例えば内壁面 1 A と液面 2 A との界面付近に雑晶が成長することを抑制することができる。すなわち、溶液調整部材 4 によって、溶液調整部材 4 の上方に位置する溶液 2 に雑晶が発生することを抑制することができる。その結果、雑晶によって結晶の成長が阻害されにくくすることができるため、種結晶 3 の下面 3 B に結晶をより長い時間成長させることができる。

[0028] 貫通孔 4 a は、図 3 に示すように、種結晶 3 および溶液調整部材 4 を平面透視したときに、上方に配置される種結晶 3 の下面 3 B の中心に重なると

もに、下面 3 B の半分以上に重なるように位置していてもよい。ここで「下面 3 B の中心」とは下面 3 B を平面視したときの図形の中心を指し、「下面 3 B の半分以上」とは下面 3 B の面積の半分以上を指すものである。

[0029] このように貫通孔 4 a を設定することによって、当該貫通孔 4 a を通る、炭素を多く含む対流 C C の流れを、下面 3 B の中心に向けやすくすることができる。その結果、下面 3 B の中心に向かって流れる対流 C C が下面 3 B の中心部から周囲に広がり、下面 3 B に対して均一に当てることができることから、下面 3 B に平坦度の高い結晶を成長させることができる。その結果、下面 3 B に成長する結晶にバンチング等が発生することを抑制することができる。なお、貫通孔 4 a の平面視形状は、種結晶 3 の下面 3 B の平面視形状と相似形に設定してもよい。

[0030] (坩堝の変形例 1)

本実施形態に係る坩堝の一変形例について、図 5 を参照しつつ説明する。図 5 は、本実施形態に係る坩堝 1 の変形例を示す断面図であり、坩堝 1 の断面の構造を示している。

[0031] 溶液調整部材 4 は、図 5 に示すように、坩堝 1 の使用時に、底面 1 B と溶液 2 の液面 2 A との中間位置 T h 1 よりも上方に位置するとともに、液面 2 A から種結晶 3 の厚み T h 2 よりも下方に位置していてもよい。溶液調整部材 4 がこのような高さに位置することによって、貫通孔 4 a と種結晶 3 との距離を近くすることができ、貫通孔 4 a を通る対流 C C の下面 3 B に対する当て方を制御しやすくすることができる。

[0032] (坩堝の変形例 2)

本実施形態に係る坩堝の他の変形例について、図 6 を参照しつつ説明する。図 6 は、本実施形態に係る坩堝 1 の変形例を示す断面図であり、坩堝 1 の断面の構造を示している。

[0033] 貫通孔 4 a は、図 6 に示すように、横断面積が、上方向に向かうにつれて小さくなっていてもよい。このように、貫通孔 4 a が、上方向に向かうにつれて横断面積が小さくなっていることによって、下面 3 B に当たるまでに溶

液 2 の水平方向に対流 C C の流れが拡散されることを抑制した状態に対流 C C を下面 3 B に当てることができる。その結果、下面 3 B において、より速く結晶を成長させることができる。なお、貫通孔 4 a の「横断面積」とは、貫通孔 4 a を鉛直方向に配置したときに「水平方向で切った断面積」を指す。

[0034] (坩堝の変形例 3)

本実施形態に係る坩堝のさらに他の変形例について、図 7 を参照しつつ説明する。図 7 は、本実施形態に係る坩堝 1 の変形例を示す断面図であり、坩堝 1 の断面の構造を示している。

[0035] 溶液調整部材 4 は、図 7 に示すように、複数の部材で構成されたものであってもよい。複数の溶液調整部材 4 は、上下方向に互いに間隔をあけて配置されており、平面視したときにそれぞれの貫通孔 4 a 同士が重なるように配置されている。溶液調整部材 4 同士の間隔は、溶液調整部材 4 同士の間で対流が起きにくい間隔であればよく、例えば 2 mm 以上 10 mm 以下となるように設定すればよい。このように複数の溶液調整部材 4 を配置することによって、貫通孔 4 a を通る対流 C C を制御しやすくすることができる。

[0036] さらに、複数の溶液調整部材 4 は、図 7 に示すように、複数の溶液調整部材 4 のうち上下に隣接する 2 つの溶液調整部材 4 において、上下に重なる貫通孔 4 a は、上側に位置する溶液調整部材 4 の貫通孔 4 a の開口が、下側に位置する溶液調整部材 4 の貫通孔 4 a の開口よりも上側の開口（貫通孔の横幅）が小さくなっていることが好ましい。このようにして、上方に位置する貫通孔 4 a ほど貫通孔 4 a が小さくなるように配置していくことによって、対流 C C の指向性を高めることができる。

[0037] (坩堝の変形例 4)

本実施形態に係る坩堝のさらに他の変形例について、図 8 および図 9 を参照しつつ説明する。図 8 は、本実施形態に係る坩堝 1 の変形例を示す平面図であり、溶液 2 を除いた坩堝 1 を上方から見たときの構造を示している。図 9 は、本実施形態に係る坩堝 1 の変形例を示す断面図であり、坩堝 1 の断面

の構造を示している。

[0038] 溶液調整部材 4 は、溶液調整部材 4 の一部分のみで内壁面 1 A に固定されてもよい。すなわち、平面透視したときに、溶液調整部材 4 と坩堝 1 の内壁面 1 A との間にはすき間 4 b があってもよい。このようにすき間 4 b があることによって、対流によってすき間 4 b から溶液 2 を D 1 方向（下方向）へ流すことができ、貫通孔 4 a から溶液 2 を D 2 方向（上方向）へと流すことができる。その結果、貫通孔 4 a から種結晶 3 の下面 3 B へ流れる溶液 2 の量を大きくすることができ、下面 3 B により速く結晶を成長させることができる。

[0039] すき間 4 b は、複数のすき間 4 b が、隣り合うすき間 4 b 同士間のそれぞれの距離が均等になるように配されていてもよい。すなわち、複数のすき間 4 b が、周方向に等間隔で配置されていてもよい。このように複数のすき間 4 b を配置することによって、貫通孔 4 a からすき間 4 b に流れる溶液 2 に対して、平面方向に溶液 2 の流れの極端なむらが発生することを低減することができる。その結果、貫通孔 4 a から流出する対流を種結晶 3 の下面 3 B に均一に当てやすくすることができる。

[0040] すき間 4 b は、坩堝 1 および溶液調整部材 4 を上方から平面視したときに、貫通孔 4 a に沿った形状であってもよい。このようにすき間 4 b を貫通孔 4 a に沿った形状にすることによって、平面方向に溶液 2 の流れの極端なむらが発生することを低減することができ、対流を下面 3 B に均一に当てやすくすることができる。

[0041] すき間 4 b は、貫通孔 4 a の縁からすき間 4 b の縁までの距離が均等になるように形成されてもよい。このようにすき間 4 b が形成されることによって、平面方向に溶液 2 の流れの極端なむらが発生するのを低減することができる。

[0042] 溶液調整部材 4 を上方から平面視したときに、すき間 4 b の坩堝 1 の内壁面 1 A に沿った長さは、溶液調整部材 4 の坩堝 1 への固定部の内壁面 1 A に沿った長さよりも大きくてもよい。このように、すき間 4 b の内壁面 1 A に

沿った長さを固定部の長さよりも大きくすることによって、平面方向に溶液 2 の流れの極端なむらが発生することを低減することができる。

[0043] 坩堝 1 を上方から平面視したときに、すき間 4 b の面積は、坩堝 1 の開口部 1 a の面積に対して、合計で例えば 20%以上 50%以下となるように設定することができる。また、すき間 4 b の面積は、貫通孔 4 a の面積よりも大きくなるように設定してもよい。

[0044] 溶液調整部材 4 は、柱状に形成されていてもよい。溶液調整部材 4 の厚みは、例えば坩堝 1 の底面 1 B と使用時の溶液 2 の液面 2 A との距離の 50% 以上に設定されてもよい。このように、溶液調整部材 4 の厚みを底面 1 B と液面 2 A との距離の半分以上に設定することによって、貫通孔 4 a と種結晶 3 との距離を近くすることができ、貫通孔 4 a から流出する溶液 2 の流れを下面 3 B に当てやすくすることができる。

[0045] 溶液調整部材 4 の厚みは、特に底面 1 B と液面 2 A との距離の 60% 以上に設定されていてもよい。このように、溶液調整部材 4 の厚みが設定されることによって、貫通孔 4 a からすき間 4 b へ、そしてすき間 4 b から貫通孔 4 a へと溶液 2 が対流するとき、全体的に溶液 2 の流路を小さくすることができる。その結果、溶液 2 中の局所的な渦の発生を低減することができ、例えば局所的に溶液 2 中の炭素が滞留することを低減し、溶液 2 中の炭素を下面 3 B に供給しやすくすることができる。なお、結晶の成長を妨げないように、溶液調整部材 4 の最大厚みは、例えば底面 1 B と液面 2 A との距離の 85% 以下に設定されている。また、このような場合には、溶液調整部材 4 は、下面 3 d の一部が坩堝 1 の底面 1 B でも固定されていてもよい。

[0046] 溶液調整部材 4 は、溶液調整部材 4 の上面 4 c と溶液 2 の液面 2 A との距離が溶液調整部材 4 の下面 4 d と坩堝 1 の底面 1 B との距離よりも小さくなるように位置してもよい。すなわち、溶液調整部材 4 は、液面 2 A 側に寄った状態で内壁面 1 A に固定されてもよい。このように、溶液調整部材 4 が坩堝 1 内の液面 2 A 側に配置されていることによって、溶液 2 の種結晶 3 の下面 3 B 側での流路を小さくすることができる。その結果、種結晶 3 の下面 3

Bの直下において不規則な対流が生じるスペースを小さくすることができ、不規則な対流の発生を低減し、下面3B直下の溶液2が滞留することを低減することができる。

[0047] (坩堝の変形例5)

本実施形態に係る坩堝のさらに他の変形例について、図10を参照しつつ説明する。図10は、本実施形態に係る坩堝1の変形例を示す断面図であり、坩堝1の断面の構造を示している。

[0048] 貫通孔4aは、横断面積が上方向に向かうにつれて大きくなるように形成されていてもよい。このように貫通孔4aが上方向に向かうにつれて横断面積が徐々に大きくなっていることによって、貫通孔4aの横断面積が変化しない場合と比較して、貫通孔4aの上面4cの開口で急に溶液2の流路が拡がることを低減することができる。その結果、上面4cの開口の縁で溶液2中に局所的な渦が発生することを低減することができる。

[0049] (坩堝の変形例6)

本実施形態に係る坩堝のさらに他の変形例について、図11を参照しつつ説明する。図11は、本実施形態に係る坩堝1の変形例を示す断面図であり、坩堝1の断面の構造を示している。

[0050] 貫通孔4aは、種結晶3および溶液調整部材4aを平面透視したときに、貫通孔4aの中心が上方に配置される種結晶3の下面3Bの中心と重ならないように位置していてもよい。このように、貫通孔4aを、平面視したときに下面3Bの中心からずらして配置することによって、下面3Bの縁部に炭素を多く含む対流を当てやすくすることができ、種結晶3の下面3Bの縁部から内側に向かって結晶をステップフロー成長させることができる。なお、この場合、貫通孔4aは、種結晶3と溶液調整部材4を平面透視したときに、貫通孔4aの中心が種結晶3の下面3Bの中心から下面3Bの縁までの距離の midpoint よりも下面3bの縁側に位置するように配置されていてもよい。

[0051] なお、本発明は上述の形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々の変更、改良等が可能である。

[0052] <結晶成長装置>

次に、本実施形態に係る結晶成長装置 100 の各構成について図 1 を参照しつつ説明する。結晶成長装置 100 は、主に坩堝 1 および保持部材 5 を有するものである。坩堝 1 は、坩堝容器 6 の内部に配置されている。坩堝容器 6 は、坩堝 1 を保持する機能を担っている。この坩堝容器 6 と坩堝 1 との間には、保温材 7 が配置されている。この保温材 7 は、坩堝 1 の周囲を囲んでいる。保温材 7 は、坩堝 1 からの放熱を抑制し、坩堝 1 の温度を安定して保つことに寄与している。なお、坩堝 1 は回転可能に設けられていてもよい。

[0053] 坩堝 1 には、加熱機構 8 によって、熱が加えられる。本実施形態の加熱機構 8 は、電磁誘導によって坩堝 1 を加熱する誘導加熱方式を採用しており、コイル 9 および交流電源 10 を含んでいる。

[0054] コイル 9 は、導体によって形成され、坩堝 1 の周囲を囲むように巻かれている。交流電源 10 は、コイル 9 に交流電流を流すためのものであり、より大きな交流電流を流すことによって、坩堝 1 内の設定温度までの加熱時間を短縮することができる。なお、本実施形態では、坩堝 1 を誘導加熱方式で加熱している場合であるが、坩堝 1 の厚さを薄くすることで、この電磁場によって溶液 2 自体に誘導電流を流して発熱させてもよい。

[0055] 坩堝 1 の溶液 2 には、搬送機構 11 によって種結晶 3 が坩堝 1 の開口部から入れられて、溶液 2 の液面に種結晶 3 の下面が接触するように搬入される。この搬送機構 11 は、種結晶 3 の下面に成長した結晶を引き上げて坩堝 1 から搬出する機能も担っている。搬送機構 11 は、保持部材 5、および動力源 12 を含んでいる。この保持部材 5 を介して、種結晶 3 の搬入および種結晶 3 の下面に成長した結晶の搬出が行なわれる。種結晶 3 は、保持部材 5 の下端面に取り付けられており、この保持部材 5 は、動力源 12 によって上下方向（D1、D2 方向）の移動が制御される。すなわち、保持部材 5 は、下端面にて種結晶 3 を保持して、坩堝 1 の開口部から種結晶 3 を入れたり引き上げたりすることを可能にしている。なお、保持部材 5 は回転可能に設けられていてもよい。

[0056] 結晶成長装置 100 では、加熱機構 8 の交流電源 10 と、搬送機構 11 の動力源 12 とが制御部 13 に接続されて制御されている。つまり、結晶成長装置 100 は、制御部 13 によって、溶液 2 の加熱および温度制御と、種結晶 3 の搬入出とが連動して制御されている。制御部 13 は、中央演算処理装置およびメモリなどの記憶装置を含んでおり、例えば公知のコンピュータからなる。

[0057] 本実施形態の結晶成長装置 100 の搬送機構 11 には、上述した保持部材 5 が取り付けられている。そして、保持部材 5 の下端面に固定された種結晶 3 の下面を溶液 2 に接触させて、種結晶 3 の下面に結晶を成長させることができる。

[0058] このように上述の坩堝 1 を有する結晶成長装置 100 は、炭素を含む珪素の溶液 2 について、種結晶 3 の下面に炭素が多く含まれる溶液 2 の対流を当たりやすくして、種結晶 3 の下面に炭化珪素の結晶を速く成長させることができる。

[0059] <結晶成長方法>

次に、本発明の一実施形態にかかる結晶成長方法を説明する。本発明の一実施形態にかかる結晶成長方法は、準備工程、溶液収容工程、接触工程および結晶成長工程を有している。なお、図 12 は、結晶成長方法の準備工程の一例を示す図であり、坩堝 1、種結晶 3 および保持部材 5 を示している。図 13 は、結晶成長方法の溶液収容工程の一例を示す図であり、坩堝 1 の内部に溶液 2 を収容した様子を示している。図 14 は、結晶成長方法の接触工程の一例を示す図であり、溶液 2 の液面 2A に種結晶 3 の下面 3B を接触させた様子を示している。図 15 は、結晶成長方法の結晶成長工程の一例を示す図であり、種結晶 3 の下面 3B に結晶 3' が成長している様子を示している。

[0060] (準備工程)

準備工程では、図 12 に示すように、上述した坩堝 1 と、坩堝 1 の開口部 1a から内部に種結晶 3 を入れたり引き上げたりが可能な保持部材 5 と、保

持部材 5 によって保持されている上面 3 A を有する、炭化珪素からなる種結晶 3 を準備する。

[0061] (溶液収容工程)

次に、図 1 3 に示すように、溶液調整部材 4 よりも上方に液面 2 A が位置するように、坩堝 1 の内部に溶液 2 を収容する。溶液 2 を坩堝 1 に収容する方法としては、坩堝 1 内に珪素を主成分とする粒子を入れて、坩堝 1 または当該粒子を加熱機構 8 で加熱して粒子を溶解させる。この際、炭素の粒子を混ぜたり、坩堝 1 の一部から炭素が溶け出したりすることによって、炭素を含む珪素の溶液 2 が坩堝 1 の内部に収容されることとなる。

[0062] (接触工程)

その後、図 1 4 に示すように、保持部材 5 によって坩堝 1 の開口部 1 a から内部に種結晶 3 を入れて、種結晶 3 の下面 3 B を溶液 2 の液面 2 A に接触させる。このとき、種結晶 3 を一度、溶液 2 内にすべて浸漬してメルトバックを行なってもよい。

[0063] (結晶成長工程)

しかる後、図 1 5 に示すように、種結晶 3 および溶液調整部材 4 を平面透視したとき、種結晶 3 の下面 3 B を溶液調整部材 4 の貫通孔 4 a に重なるように配置した状態で、下面 3 B に炭化珪素の結晶を成長させる。そして、少しずつ保持部材 5 を上方に引き上げることによって、下面 3 B に結晶 3' を D 1 方向（下方向）に連続して成長させることができる。なお、種結晶 3 は、上述した接触工程にて、下面 3 b を溶液 2 に接触させると同時に溶液調整部材 4 の貫通孔 4 a に重なるように配置させてもよいし、下面 3 b を溶液 2 に接触させた後に貫通孔 4 a に重なるように配置させてもよい。また、下面 3 B に結晶 3' が成長している場合には、成長につれて結晶 3' の下端面が下面 3 B に相当するものとなる。

[0064] 本実施形態の結晶成長方法では、上述の坩堝 1 を用いて、種結晶 3 の下面 3 B に結晶 3' を成長させることから、種結晶 3 の下面 3 B に炭素が多く含まれる溶液 2 の対流を当たりやすくして、下面 3 B に対する結晶 3' の成長

速度を上げることができる。その結果、下面 3 B に成長させる結晶 3' の生産性を向上させることができる。なお、坩堝 1 または保持部材 5 を回転させながら結晶 3' を成長させてもよい。

[0065] (結晶成長方法の変形例)

結晶成長工程において、図 15 に示すように、溶液調整部材 4 よりも下方に位置する溶液 2 の温度 T_1 を、溶液調整部材 4 よりも上方に位置する溶液 2 の温度 T_2 に比べて高くしてもよい。ここで、溶液調整部材 4 が上下方向に複数存在する場合には、温度 T_1 として最下端に位置する溶液調整部材 4 よりも下方に位置する溶液 2 の温度を用いることができ、温度 T_2 として最上端に位置する溶液調整部材 4 よりも上方に位置する溶液 2 の温度を用いることができる。

[0066] 温度 T_1 を温度 T_2 に比べて高くすることによって、溶液 2 内において温度差を持たせることができる。溶液 2 内にこのような温度差が存在すると、高い温度 T_2 の方から低い温度 T_1 の方へ対流が発生しやすくなることができる。その結果、種結晶 3 の下面 3 B に向かう対流を強くすることができ、下面 3 B に成長する結晶 3' の成長速度を上げることができる。

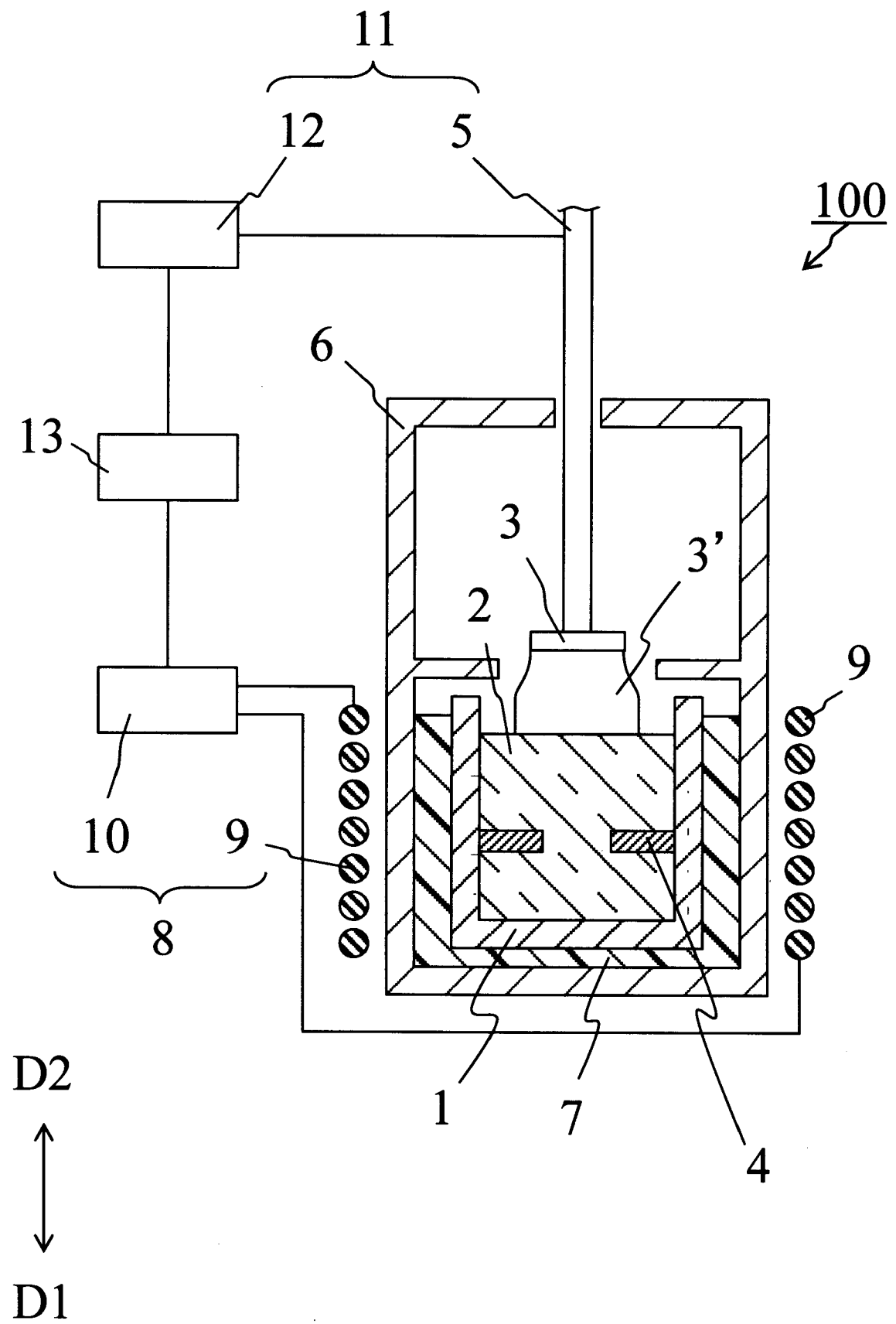
請求の範囲

- [請求項1] 炭素を含む珪素の溶液を内部に収容し、上方から種結晶の下面を前記溶液に接触させた後、前記種結晶を引き上げることによって、前記種結晶の下面に前記溶液から炭化珪素の結晶を成長させる溶液成長法に使用する坩堝であって、
使用時に底面と前記溶液の液面との間に位置するように内壁面に固定された、上方に配置される前記種結晶の内側に重なる貫通孔を有する溶液調整部材を備えた、炭素からなる坩堝。
- [請求項2] 前記貫通孔は、上方に配置される前記種結晶の下面の中心に重なりとともに、前記種結晶の下面の半分以上に重なる請求項1に記載の坩堝。
- [請求項3] 前記貫通孔は、横断面積が上方向に向かうにつれて小さくなっている、請求項1または2に記載の坩堝。
- [請求項4] 前記溶液調整部材を複数備えており、
複数の前記溶液調整部材は、上下方向に互いに間隔をあけて、それぞれの前記貫通孔が重なるように配置されている、請求項1～3のいずれかに記載の坩堝。
- [請求項5] 複数の前記溶液調整部材のうち上下に隣接する2つの前記溶液調整部材において上下に重なる前記貫通孔は、上側に位置する前記貫通孔の上側の開口が、下側に位置する前記貫通孔の上側の開口よりも小さい、請求項4に記載の坩堝。
- [請求項6] 請求項1～5のいずれかに記載の坩堝と、
種結晶を保持して前記坩堝の開口部から前記種結晶を入れたり引き上げたりが可能な保持部材と
を有する結晶成長装置。
- [請求項7] 請求項1～5のいずれかに記載の坩堝、種結晶を保持して前記坩堝の開口部から前記種結晶を入れたり引き上げたりが可能な保持部材、および該保持部材によって上面が保持されている炭化珪素からなる前

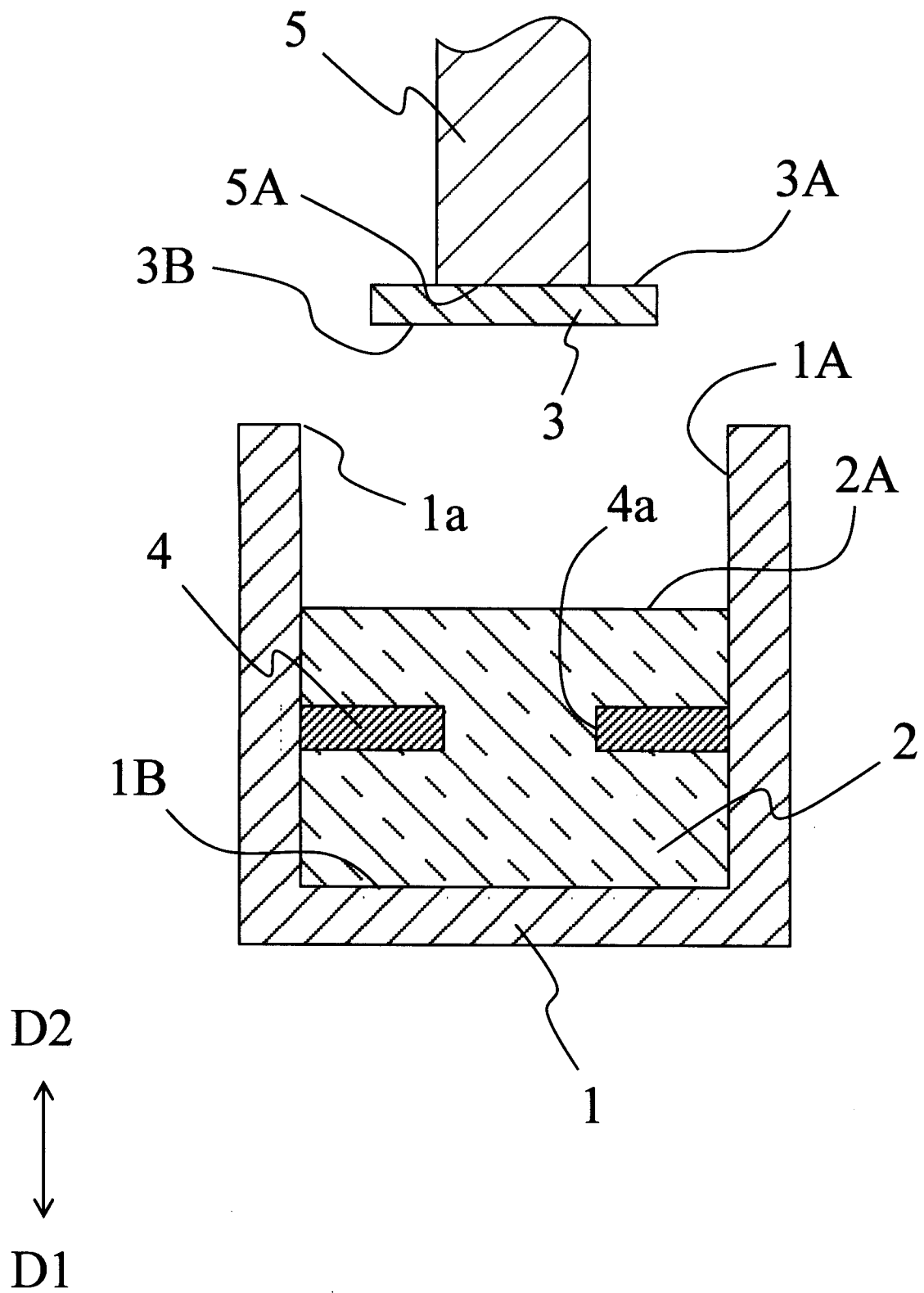
記種結晶を準備する工程と、
前記坩堝の内部に、前記溶液調整部材よりも上方に液面が位置するように、炭素を含む珪素の溶液を収容する工程と、
前記保持部材によって前記坩堝の開口部から前記種結晶を入れて、該種結晶の下面を前記溶液に接触させる工程と、
前記種結晶を下面が前記溶液調整部材の前記貫通孔に重なるように配置した状態で前記保持部材によって前記種結晶を引き上げて、該種結晶の下面に炭化珪素の結晶を成長させる工程と
を備える結晶成長方法。

[請求項8] 前記炭化珪素の結晶を成長させる工程において、前記溶液調整部材よりも下方に位置する前記溶液の温度を、前記溶液調整部材よりも上方に位置する前記溶液の温度に比べて高くする請求項7に記載の結晶成長方法。

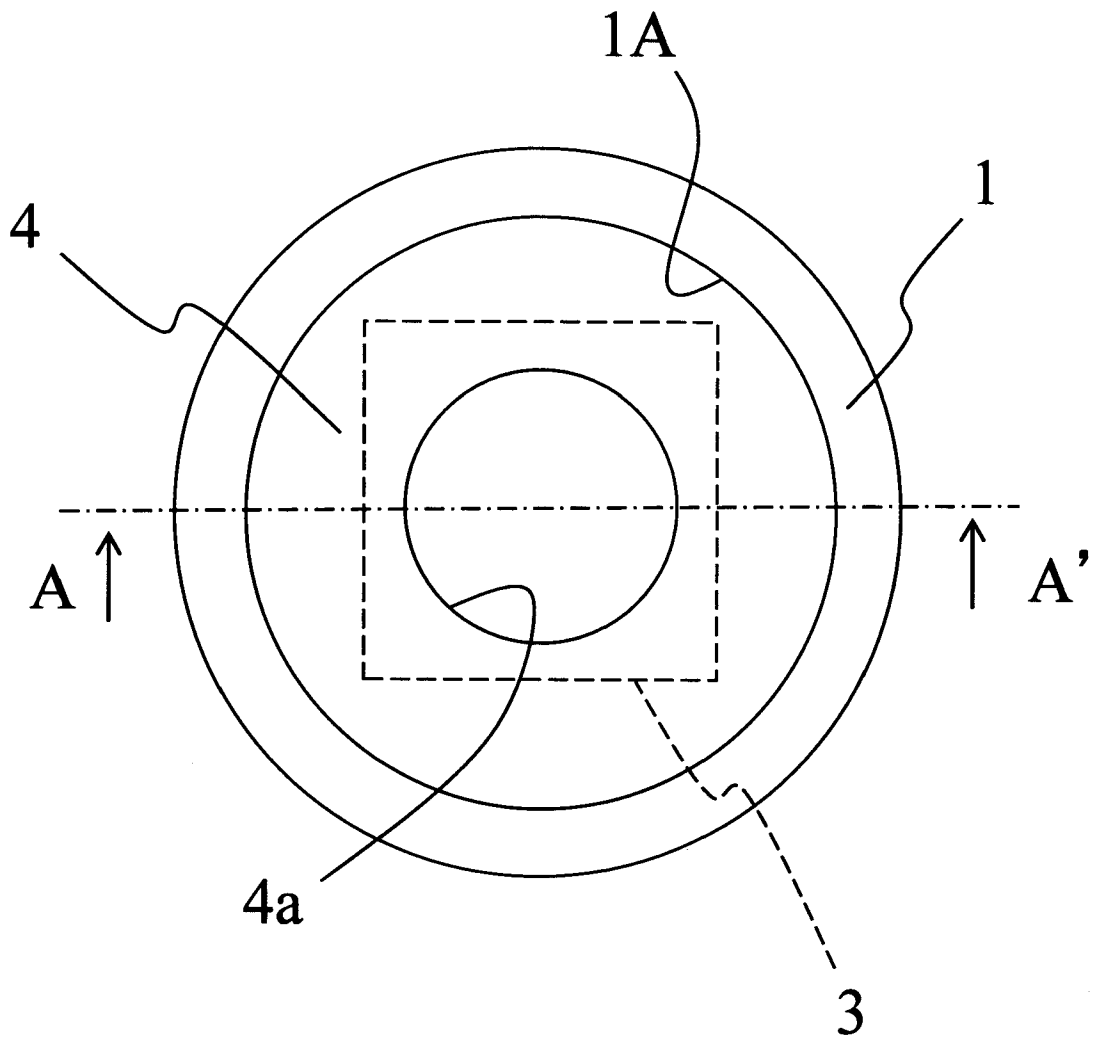
[図1]



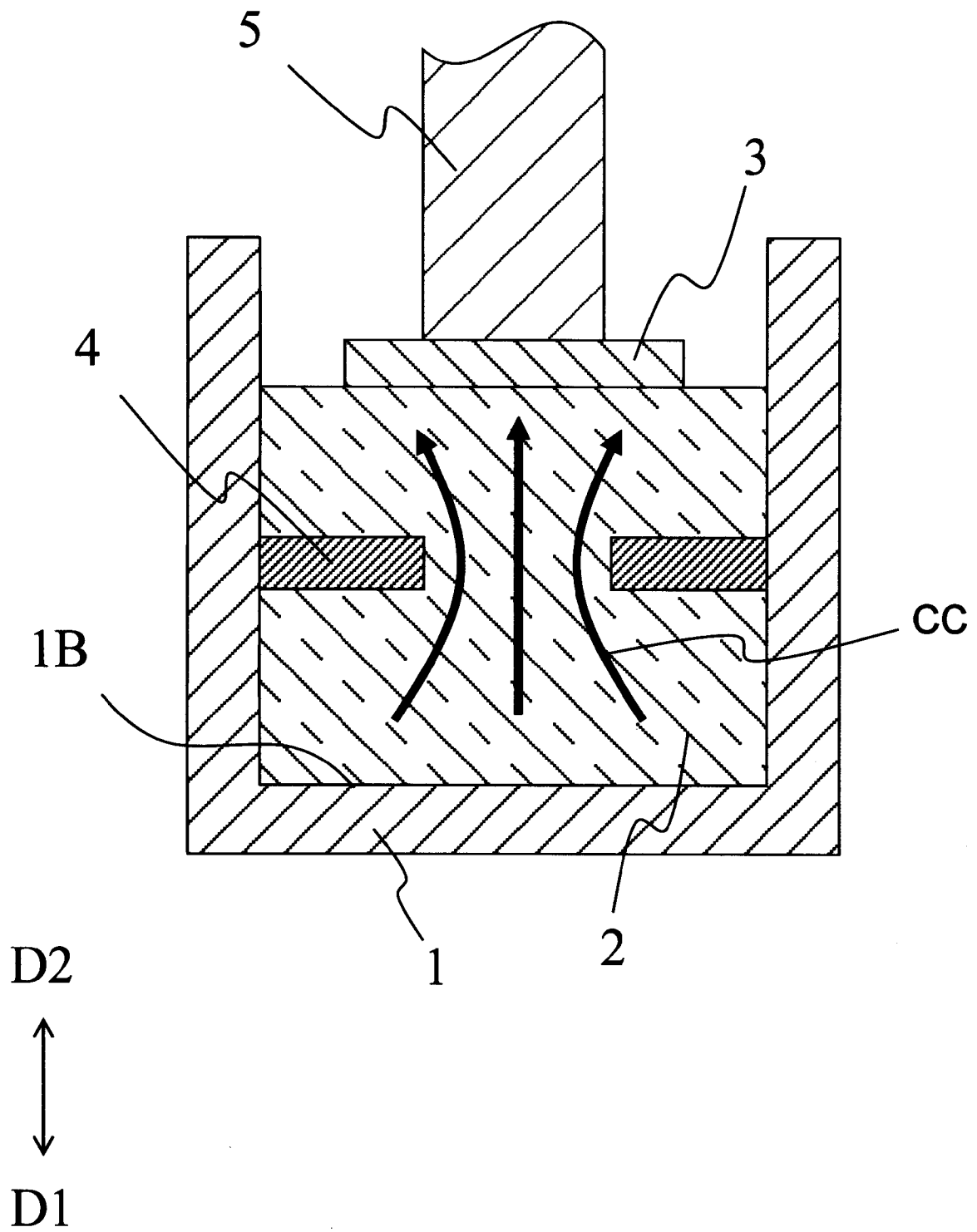
[図2]



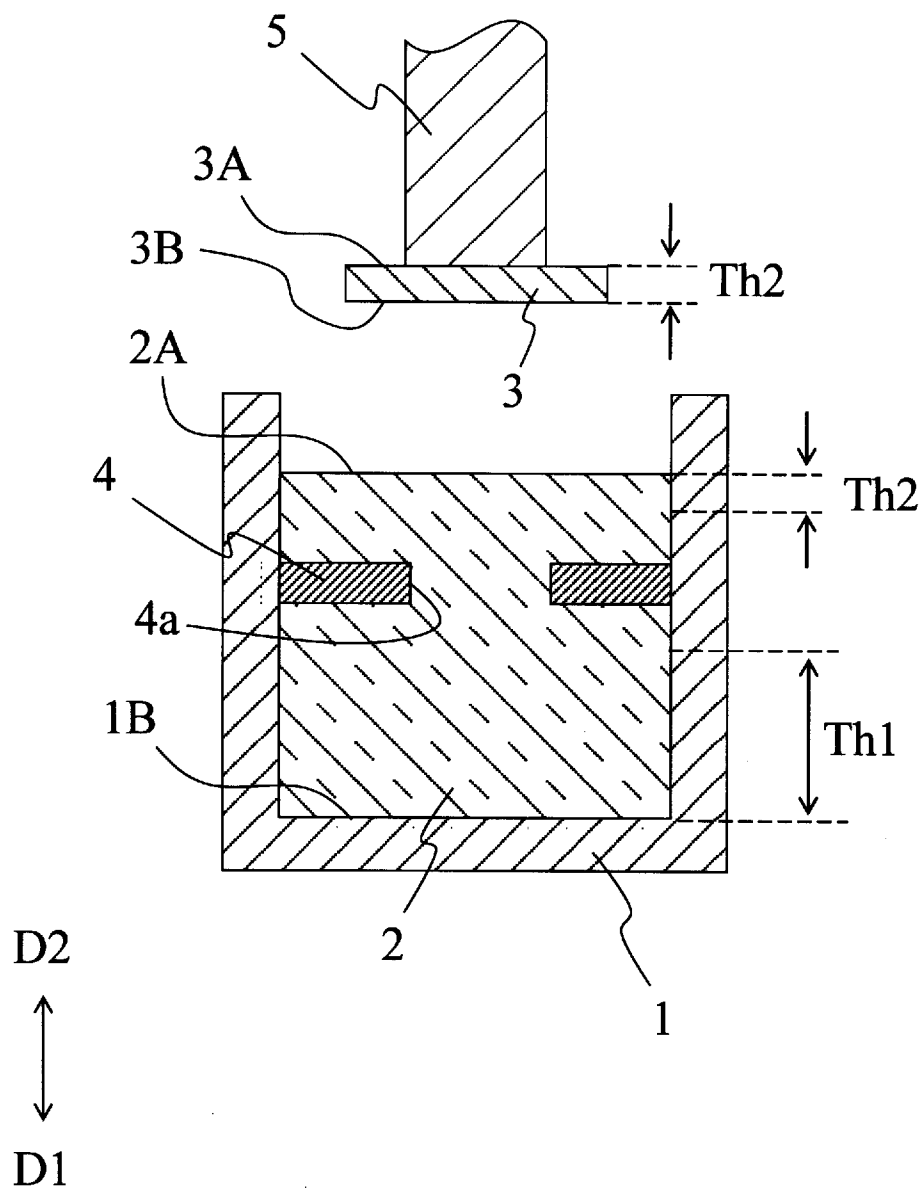
[図3]



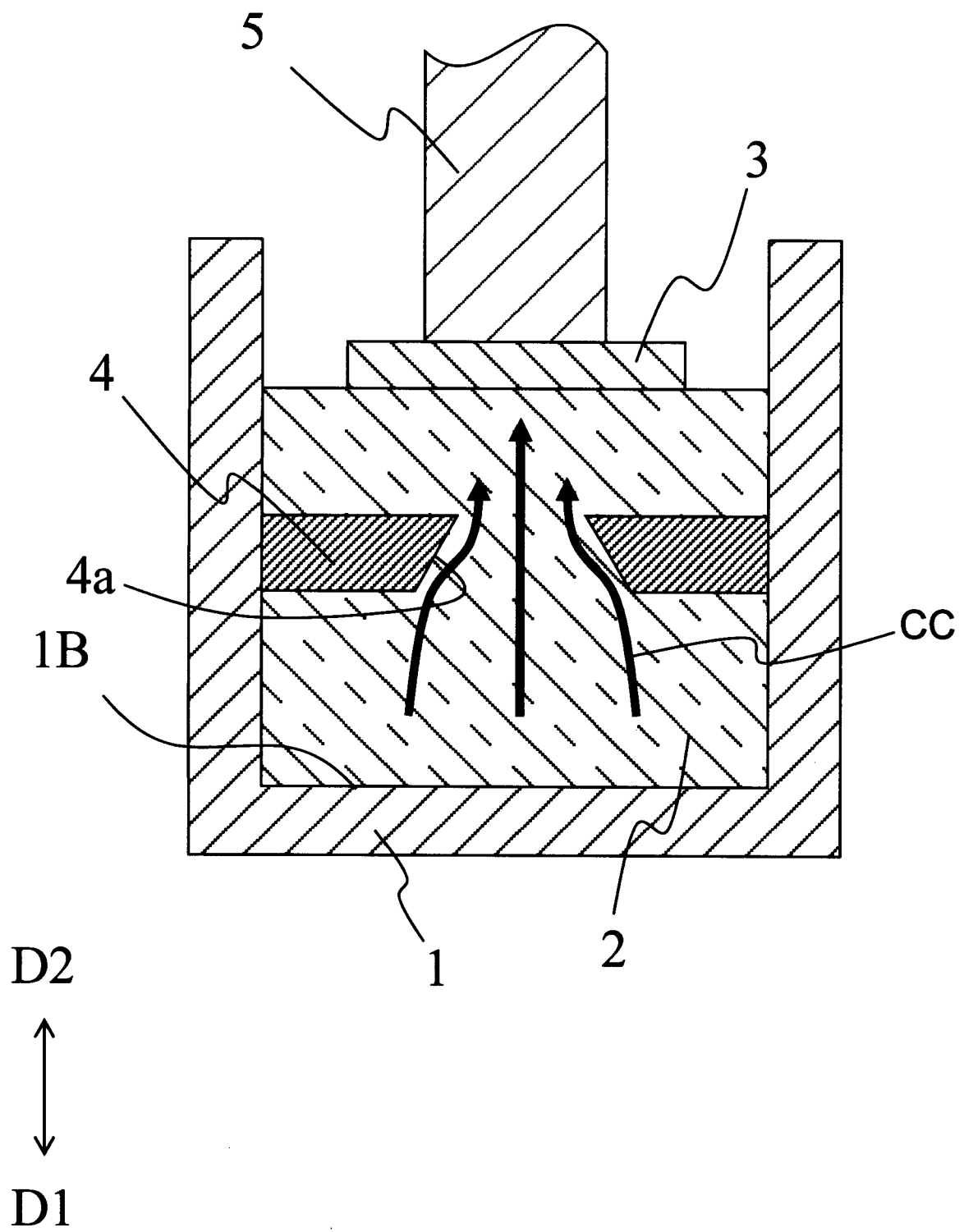
[図4]



[図5]

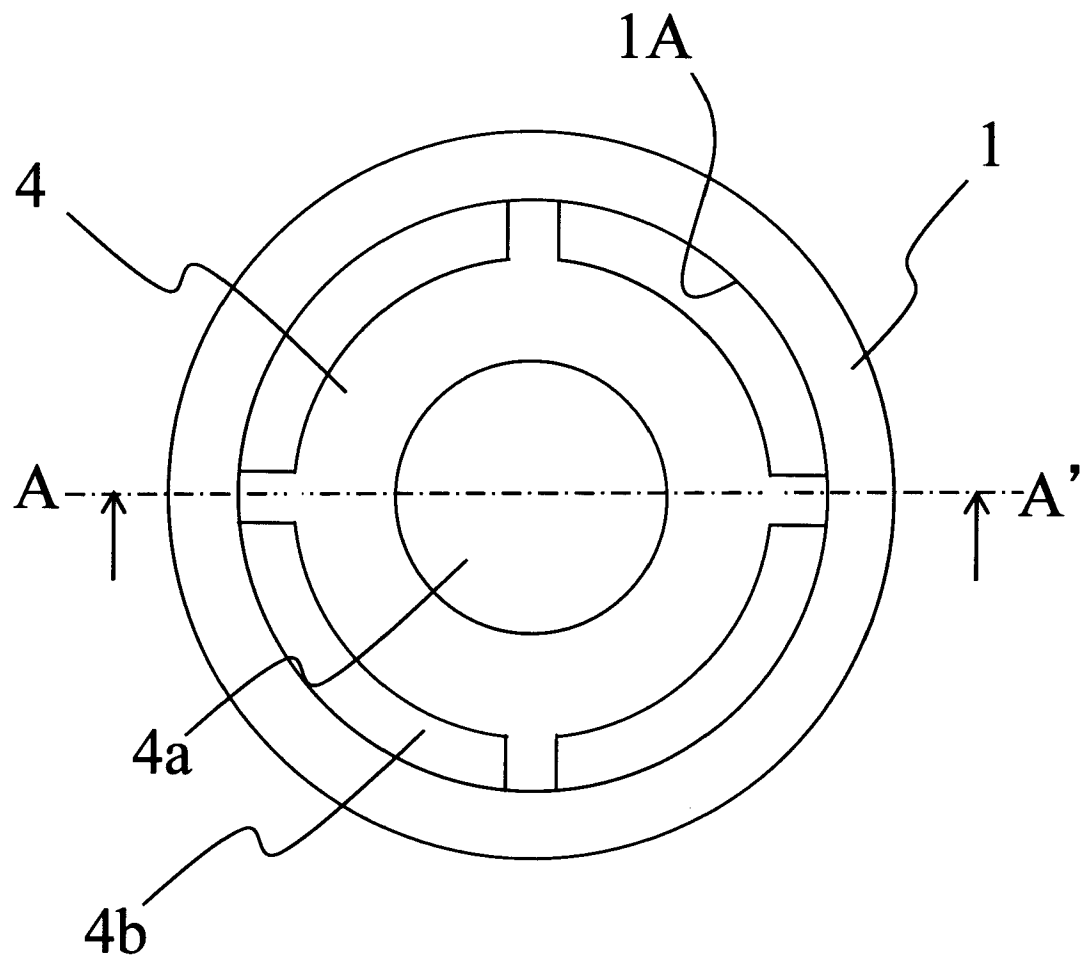


[図6]

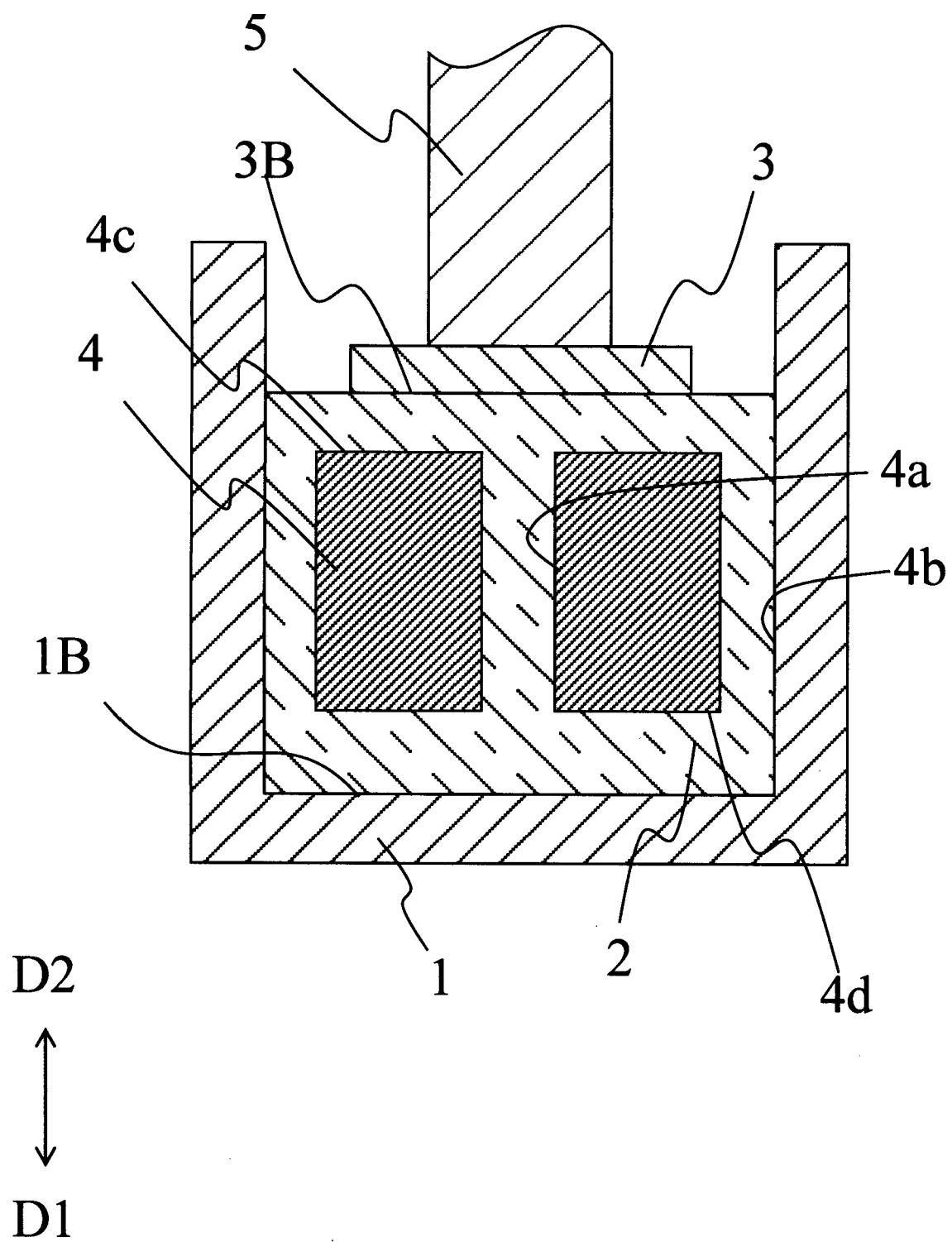


[illegible]

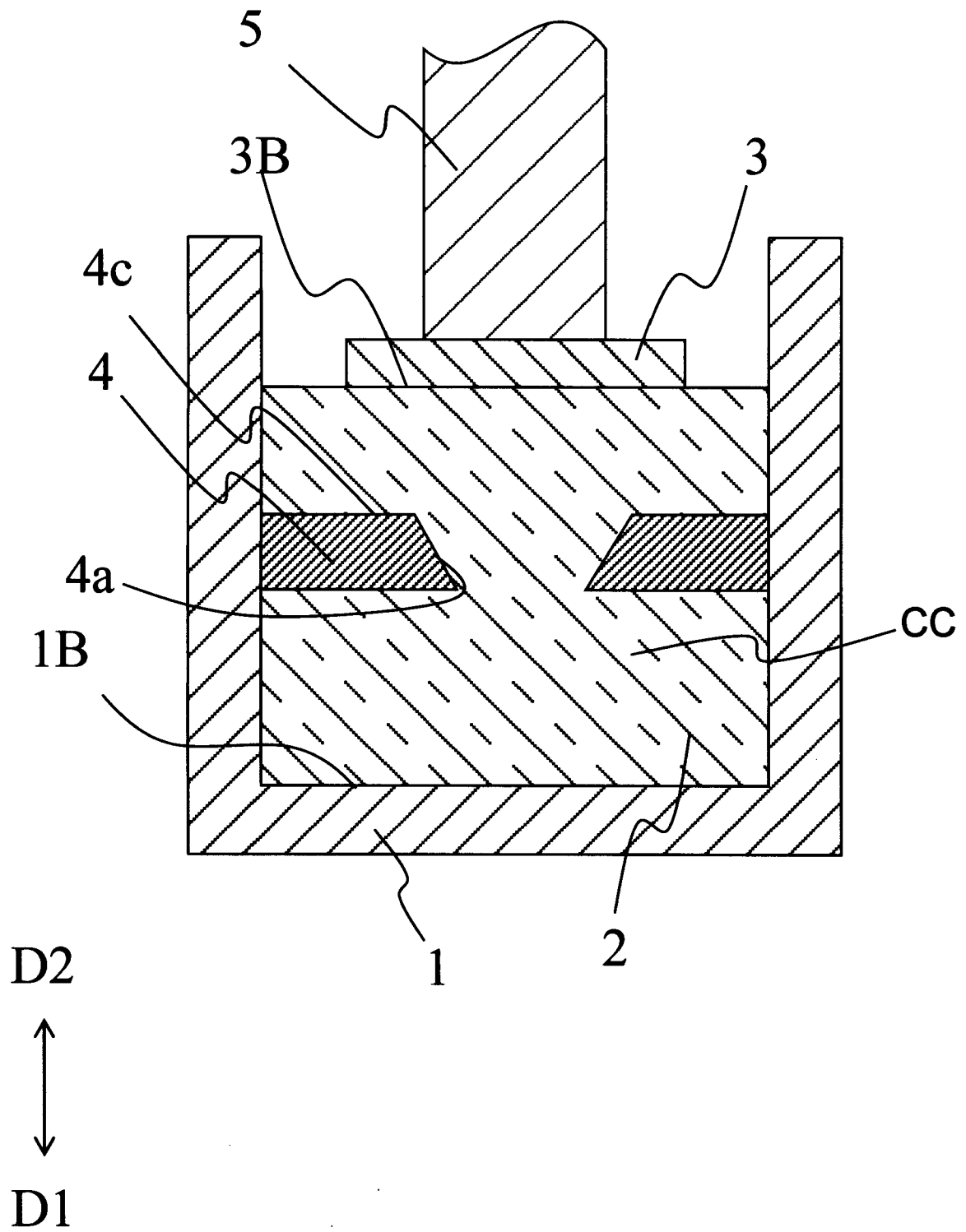
[図8]



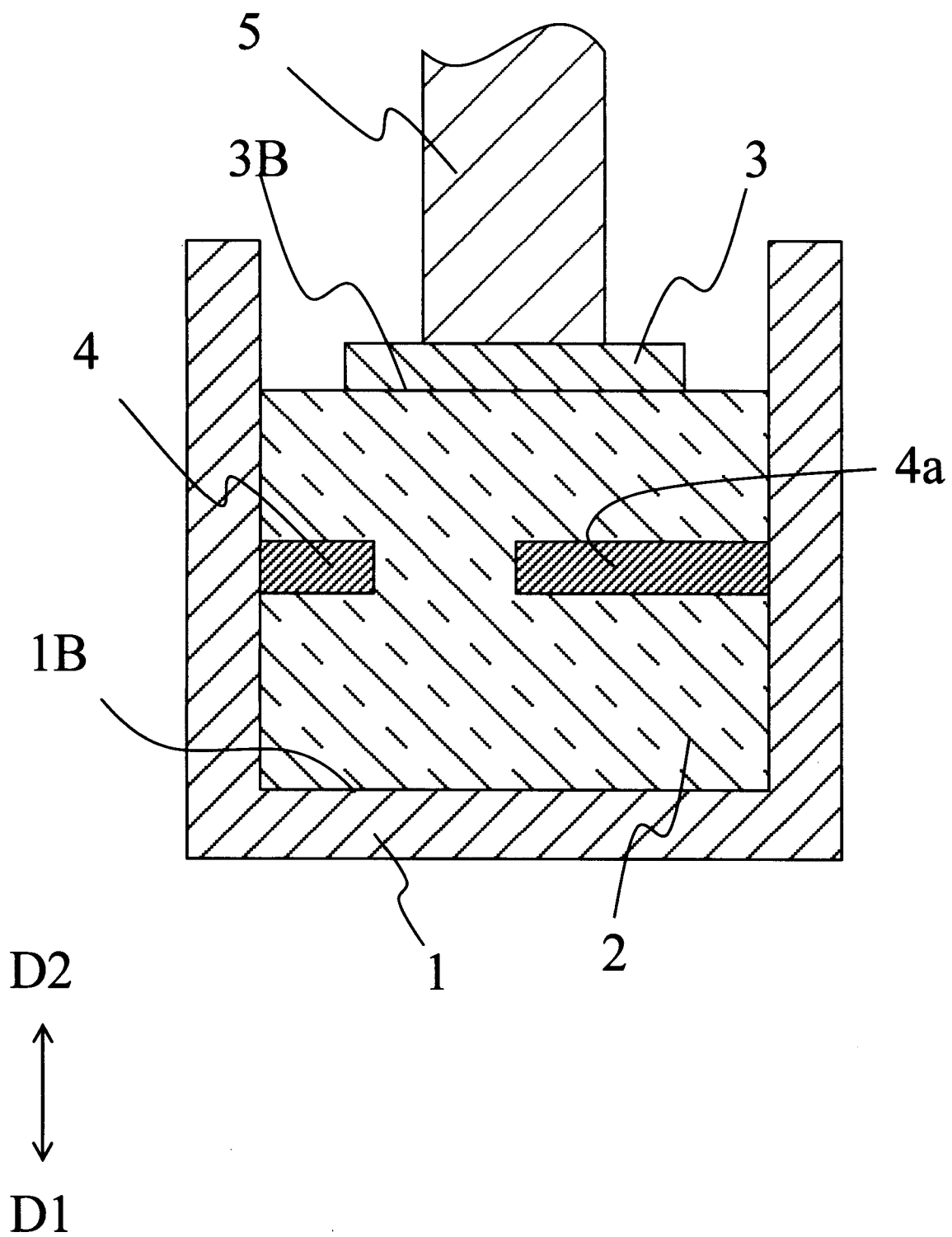
[図9]



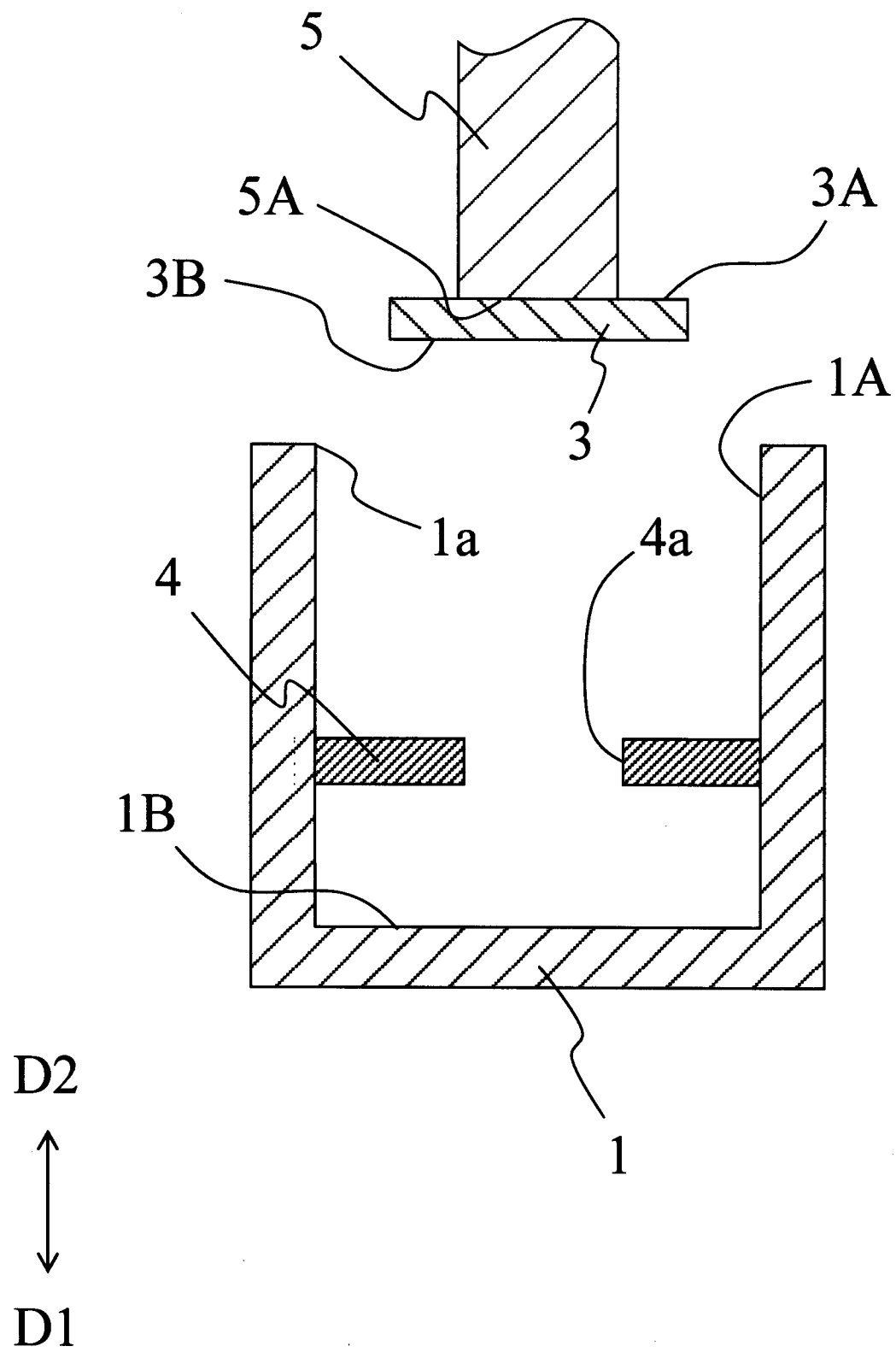
[図10]



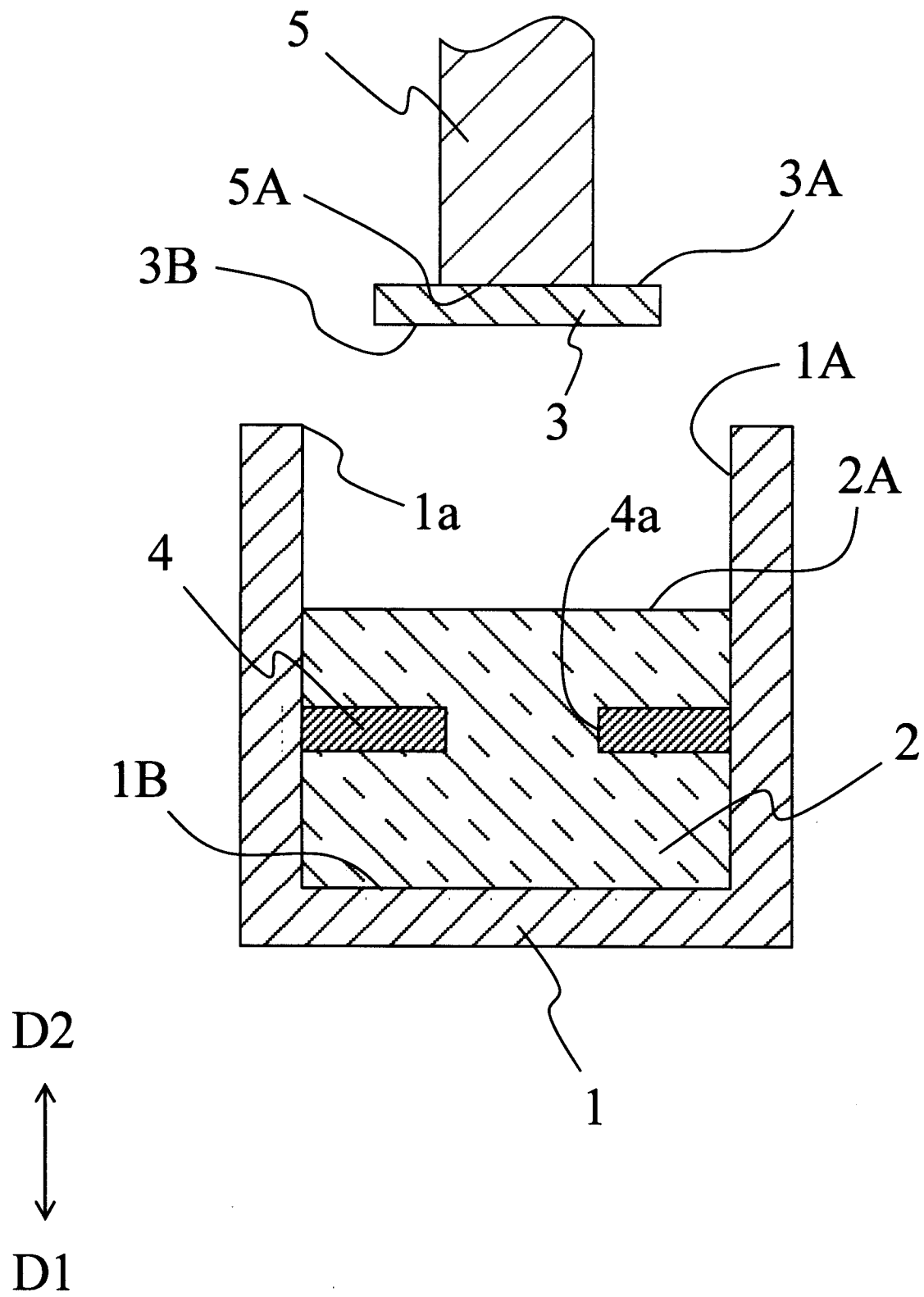
[図11]



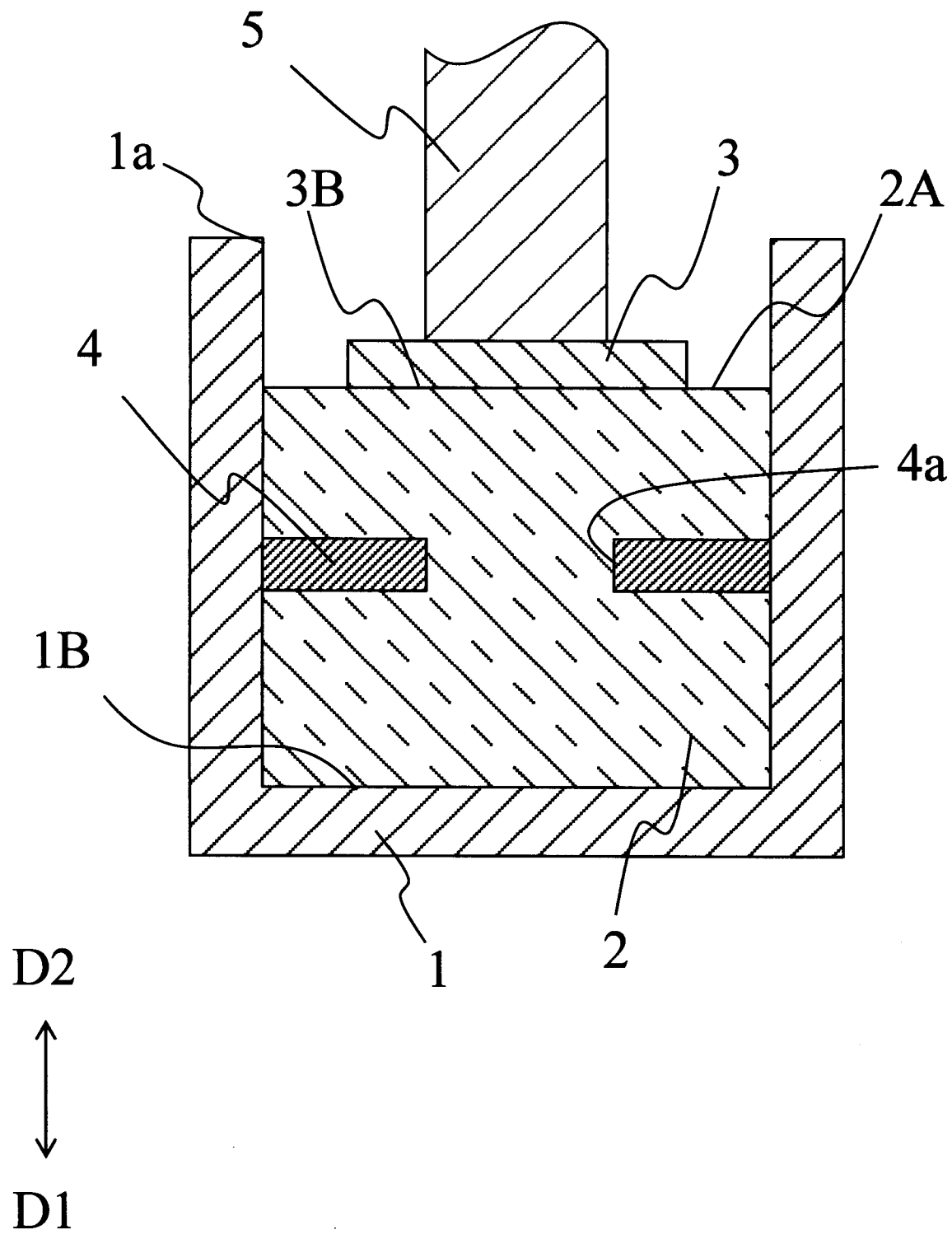
[図12]



[図13]



[図14]



[illegible]

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/070369

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01) i, C30B19/06(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, C30B19/06

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	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2012-136388 A (Sumitomo Metal Industries, Ltd.), 19 July 2012 (19.07.2012), paragraphs [0018] to [0099]; fig. 9 (Family: none)	1, 2, 4, 6-8 3, 5
A	JP 2011-098870 A (Toyota Motor Corp.), 19 May 2011 (19.05.2011), entire text (Family: none)	1-8
A	JP 2001-106600 A (Mitsubishi Cable Industries, Ltd.), 17 April 2001 (17.04.2001), entire text (Family: none)	1-8

☒ 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
09 October, 2013 (09.10.13)

Date of mailing of the international search report
22 October, 2013 (22.10.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/070369

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 05-345700 A (Sanyo Electric Co., Ltd.), 27 December 1993 (27.12.1993), entire text (Family: none)	1-8
A	JP 2009-274933 A (Mitsubishi Electric Corp.), 26 November 2009 (26.11.2009), entire text (Family: none)	1-8
E, A	JP 2013-173645 A (Hitachi Chemical Co., Ltd.), 05 September 2013 (05.09.2013), entire text (Family: none)	1-8

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C30B29/36(2006.01)i, C30B19/06(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（I P C））

Int.Cl. C30B29/36, C30B19/06

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 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）

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 請求項の番号
X A	JP 2012-136388 A（住友金属工業株式会社）2012.07.19, 段落0018-0099, 図9（ファミリーなし）	1, 2, 4, 6-8 3, 5
A	JP 2011-098870 A（トヨタ自動車株式会社）2011.05.19, 全文（ファミリーなし）	1-8
A	JP 2001-106600 A（三菱電線工業株式会社）2001.04.17, 全文（ファミリーなし）	1-8

☒ 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

0 9 . 1 0 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

2 2 . 1 0 . 2 0 1 3

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / 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）

村岡 一磨

4 G

3 4 4 8

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

C (続き) . 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 請求項の番号
A	JP 05-345700 A (三洋電機株式会社) 1993. 12. 27, 全文 (ファミリーなし)	1-8
A	JP 2009-274933 A (三菱電機株式会社) 2009. 11. 26, 全文 (ファミリーなし)	1-8
E, A	JP 2013-173645 A (日立化成株式会社) 2013. 09. 05, 全文 (ファミリーなし)	1-8