

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6270729号
(P6270729)

(45) 発行日 平成30年1月31日(2018.1.31)

(24) 登録日 平成30年1月12日(2018.1.12)

(51) Int. Cl.	F I
C 3 O B 25/14 (2006.01)	C 3 O B 25/14
H O 1 L 21/205 (2006.01)	H O 1 L 21/205
C 3 O B 29/38 (2006.01)	C 3 O B 29/38 D
C 2 3 C 16/448 (2006.01)	C 2 3 C 16/448

請求項の数 11 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2014-541304 (P2014-541304)	(73) 特許権者	510207298
(86) (22) 出願日	平成24年11月9日 (2012.11.9)		サン-ゴバン、クリストー、エ、デテクト ール
(65) 公表番号	特表2014-533234 (P2014-533234A)		SAINT-GOBAIN CRISTA UX & DETECTEURS
(43) 公表日	平成26年12月11日 (2014.12.11)		フランス国クルブヴォワ、アヴニユ、ダル ガス、18、レ、ミロワール
(86) 国際出願番号	PCT/US2012/064340	(74) 代理人	100091487
(87) 国際公開番号	W02013/071033		弁理士 中村 行孝
(87) 国際公開日	平成25年5月16日 (2013.5.16)	(74) 代理人	100117787
審査請求日	平成27年6月11日 (2015.6.11)		弁理士 勝沼 宏仁
(31) 優先権主張番号	61/558, 117	(74) 代理人	100107342
(32) 優先日	平成23年11月10日 (2011.11.10)		弁理士 横田 修孝
(33) 優先権主張国	米国 (US)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体結晶材料の形成に用いるシステム

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

液体金属を含むように構成された第1のチャンバと、
 前記第1のチャンバの表面積より大きな表面積を有し、タンク管路を介して前記第1のチャンバに流体連通した第2のチャンバと、
 気相反応性材料を前記第1のチャンバに搬送し前記液体金属と反応させ金属ハロゲン化合物気相生成物を形成するように構成された、前記第1のチャンバに連結した蒸気搬送管路と、
 前記第1のチャンバに連結された出口管路と、を含んでなり、
 前記第2のチャンバは、成長チャンバの外側に配置され、
 前記出口管路が、前記金属ハロゲン化合物気相生成物を前記第1のチャンバから除去し、かつ前記金属ハロゲン化合物気相生成物を前記成長チャンバへ搬送するように構成され、
 前記第1のチャンバと前記第2のチャンバが、前記タンク管路を介して連結され、
 前記タンク管路が、前記第1のチャンバおよび前記第2のチャンバの高さに対して下半分内において前記第1のチャンバおよび前記第2のチャンバと連結され、
 前記蒸気搬送管路が、前記第1のチャンバ内の前記液体金属内に部分的に沈み込むように構成された沈み部を含んでなるバブラーであり、前記沈み部は、前記沈み部の長さ方向に沿って延びる複数の開口を含み、
 前記沈み部は、前記第1のチャンバの体積中において、前記第1のチャンバの第1の壁の外側から、前記第1のチャンバの第1の壁と対向する第2の壁に向かって延びる長さを

有することを特徴とする、半導体結晶材料の形成に用いるシステム。

【請求項 2】

前記第 2 のチャンバが前記第 1 のチャンバの体積より大きな体積を有する、請求項 1 に記載のシステム。

【請求項 3】

前記第 1 のチャンバが前記成長チャンバ内に含まれ、前記第 2 のチャンバが前記成長チャンバの外側にある、請求項 1 または 2 に記載のシステム。

【請求項 4】

前記蒸気搬送管路の一部が前記成長チャンバの外側にある、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載のシステム。

10

【請求項 5】

前記第 2 のチャンバが、前記第 1 のチャンバ内の前記液体金属材料が前記気相反応性材料と反応すると前記第 1 のチャンバ内に前記液体金属材料を再び満たすように構成される、請求項 1 ~ 4 のいずれか一項に記載のシステム。

【請求項 6】

前記液体金属が、遷移金属を含む、請求項 1 ~ 5 のいずれか一項に記載のシステム。

【請求項 7】

前記液体金属がガリウムを含んでなる、請求項 1 ~ 6 のいずれか一項に記載のシステム。

【請求項 8】

前記金属ハロゲン化物気相生成物が、塩素を含んでなる、請求項 1 ~ 7 のいずれか一項に記載のシステム。

20

【請求項 9】

前記第 1 のチャンバ、前記第 2 のチャンバ、前記蒸気搬送管路の 1 つまたは 2 つ以上がシリカを含んでなる、請求項 1 ~ 8 のいずれか一項に記載のシステム。

【請求項 10】

前記金属ハロゲン化物気相生成物が、エピタキシャル成長工程において使用するために、III-V 族窒化物半導体材料を形成するように構成される、請求項 1 ~ 9 のいずれか一項に記載のシステム。

【請求項 11】

前記金属ハロゲン化物気相生成物が、4 mm を超える厚さを有する III-V 族窒化物半導体材料のプールを形成するためのエピタキシャル成長工程に用いるように構成される、請求項 1 ~ 10 のいずれか一項に記載のシステム。

30

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

以下は、半導体結晶材料の形成に用いるシステム、特に、半導体材料のエピタキシャル形成のための化学組成物の形成および搬送を対象とする。

【背景技術】

【0002】

半導体産業は超高純度試薬の原料にかなり依存している。他の産業もまた高純度要求を有するが、半導体産業における純度要求と肩を並べるものはほとんどない。液体蒸気搬送システムは多くの製造工程で用いられる。例えば、液体蒸気搬送システムは光導波路の製造で用いられる。

40

【0003】

ある産業では、半導体膜および装置の形成において、上に半導体部品のパターンが適切に作られたシリコンウェハと化学液体蒸気源材料からの蒸気またはドーパントとの反応により半導体装置が提供されることが知られている。一般的な化学蒸気源材料として、三臭化ホウ素、オキシ塩化リン、三臭化リン、四塩化ケイ素、ジクロロシラン、四臭化ケイ素、三塩化ヒ素、三臭化ヒ素、五塩化アンチモンおよびこれらの様々な組み合わせが挙げら

50

れる。化合物半導体産業において、エピタキシャルⅢⅤ半導体膜は、トリメチルガリウム、トリエチルガリウム、トリメチルアルミニウム、エチルジメチルインジウム、tert-ブチルアルシン、tert-ブチルホスフィン、および他の液体源などの液体蒸気源材料を用いた有機金属化学蒸着(MOCVD)により一般に成長する。いくつかのⅢⅤ化合物半導体膜もまた、液体源を用いて製造される。しかしながら、これらの材料の多くに毒性の懸念があるため、当該産業においては、製造環境内におけるこれらの材料の存在量を減らす努力をしており、特に危険性を減らすために毒性材料を収容する容器のサイズを小さくしている。

【0004】

一態様によると、半導体結晶材料の形成に用いるシステムは、液体金属を含むように構成された第1のチャンバと、第1のタンクチャンバの表面積より大きな表面積を有する、第1のチャンバに流体連通した第2のチャンバと、気相反応性材料を第1のチャンバに搬送し液体金属と反応させ金属ハロゲン化物気相生成物を形成するように構成された、第1のチャンバに連結した蒸気搬送管路と、を含む。

10

【0005】

他の態様によると、半導体結晶材料の形成に用いるシステムは、液体金属を含むように構成された第1のチャンバと、第1のチャンバの表面積より大きな表面積を有する、第1のチャンバに流体連通した第2のチャンバと、気相反応性材料を液体金属に搬送し金属ハロゲン化物気相生成物を形成するように構成された、少なくとも部分的に第1のチャンバ内に含まれ液体金属内に沈んだバブラーを含む蒸気搬送管路と、を含む。

20

【0006】

さらに他の態様によると、半導体結晶材料の形成に用いるシステムは、液体ガリウムを維持するのに十分な温度を有している第1のチャンバと、第1のチャンバに流体連通し、第1のチャンバ内の液体金属より大きい体積の液体金属を含み、操作中に第1のチャンバ内に液体金属を再び満たすように構成され、成長チャンバの外側である第2のチャンバと、気相反応性材料を液体金属に搬送し金属ハロゲン化物気相生成物を形成するように構成された、少なくとも部分的に第1のチャンバ内に含まれ液体金属内に沈んだバブラーを含む蒸気搬送管路と、を含む。

【図面の簡単な説明】

【0007】

添付図面を参照することにより、本開示はよりよく理解され、その多くの特徴および利点は当業者に明らかとなりうる。

30

【0008】

【図1】実施形態による半導体結晶材料の形成に用いるシステムの概略図である。

【図2】実施形態による半導体結晶材料の形成に用いるシステムの概略図である。

【図3】実施形態に記載のシステムを用いて形成された半導体結晶材料の断面図である。

【図4】実施形態による半導体結晶材料の形成に用いるシステムの概略図である。

【0009】

異なる図面における同じ参照記号の使用は、同様のまたは同一の要素を示す。

【発明を実施するための形態】

40

【0010】

以下は、概して、半導体結晶材料の形成に用いるシステムを対象とする。より詳細には、以下は、半導体結晶材料の形成に用いる反応性材料の組み合わせを制御するためのシステムを対象とする。加えて、本明細書の実施形態に記載のシステムはさらに、化学反応物の化学反応により形成された化学生成物の制御された搬送を促進し、化学生成物は、半導体結晶材料の形成を促進するため、制御された成長環境に搬送されうる。さらに、以下の実施形態のシステムは、例えば数時間、または、さらに数日持続する成長操作を含む半導体結晶材料の長継続時間成長を促進するために用いることができ、並外れて厚い半導体結晶層および、さらに半導体結晶材料のプールの形成を促進する。

【0011】

50

本明細書中の半導体結晶材料は、III族窒化物組成物の結晶材料を含む、III-V族組成物を含む。そのような材料は短波長発光の大きな可能性を有すると認識されており、そのため、発光ダイオード(LED)、レーザダイオード(LD)、紫外線検出器、および高温電子機器の製造での使用に適している。当然のことながら、III族材料とは元素周期表のIII族の元素のことであり、それはB、Al、Ga、In、Tlを含み、さらにAl、Ga、In、およびTlの後遷移元素を含むとして定義されてもよい。半導体結晶材料は、直接バンドギャップ半導体である、窒化インジウムガリウム(InGaN)および窒化ガリウムアルミニウム(GaAlN)などの三元化合物、さらに四元化合物(AlGaInN)を含む半導体化合物を含みうる。

【0012】

図1は、実施形態による半導体結晶材料の形成に用いるシステムの概略図を含む。とりわけ、システム100は、特定の半導体結晶材料構造を形成する拡大成長操作において用いる化学物質および生成物の調製および搬送に用いられうる。システム100は、液体金属材料104を含みうる第1のチャンバ101を含みうる。さらに例示するように、システム100は、第1のチャンバ101に流体連通しうる第2のチャンバ103を含みうる。さらに例示するように、第2のチャンバ103は、液体金属材料104の含有量を含むように構成されうる。一実施形態において、第1のチャンバ101は、タンク管路105を介して第2のチャンバ103に連結しうる。したがって、液体金属104は第1のチャンバ101および第2のチャンバ103間を流れうる。

【0013】

液体金属104は、1つまたはそれ以上の遷移金属元素を含みうる。例えば、ある適切な遷移材料はガリウムを含みうる。実際に、本質的に99.999%純正液体ガリウムとなるように、液体金属104は液体ガリウムから本質的になりうる。

【0014】

さらに例示するように、実施形態では、システム100は、第1のチャンバ101および第2のチャンバ103間のタンク管路105内部にバルブ107を含みうる。バルブ107は、第1のチャンバ101および第2のチャンバ103間の液体金属104の流れを制御するために用いられうる。

【0015】

上で述べたように、液体金属104は第2のチャンバ103および第1のチャンバ101間を流れうる。より詳細には、実施形態では、第2のチャンバ103は、液体金属104の含有量を含んでもよく、拡大成長操作中に第1のチャンバ101内の液体金属104の体積を再び満たすために利用されてもよい。

【0016】

他の実施形態によると、第2のチャンバ103は第1のチャンバ101の体積より大きな体積を有することができ、それにより拡大成長操作中に第1のチャンバ101内に液体金属の体積を再び満たすのを促進する。例えば、式(V_2/V_1)、式中、 V_2 は第2のチャンバ103の体積、 V_1 は第1のチャンバ101の体積である、により測定されるように、第2のチャンバ103は、第1のチャンバ101の体積より少なくとも10倍大きな体積を有しうる。他の実施形態において、第2のチャンバは、第1のチャンバ101の体積より少なくとも約20倍、少なくとも約50倍、または少なくとも約100倍大きな体積を有しうる。さらに、第2のチャンバは、第1のチャンバ101の体積の約800倍以下、または約500倍以下などの約1000倍以下の体積を有しうる。当然のことながら、第1のチャンバ101および第2のチャンバ103は、上記の最小および最大比のいずれかの間の範囲内の体積差を有しうる。

【0017】

第1のチャンバ101は、少なくとも約250cc、少なくとも約500cc、少なくとも約1000cc、少なくとも約2000cc、少なくとも約3000ccなどの少なくとも約200立方センチメートル(cc)の体積を有しうる。さらに、ある実施形態において、第1のチャンバ101は、約4000cc以下、または約3500cc以下など

10

20

30

40

50

の約5000cc以下の体積を有しうる。当然のことながら、第1のチャンバ101の体積は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

【0018】

第2のチャンバ103は、少なくとも約3000cc、少なくとも約5000cc、少なくとも約10000cc、または、さらに少なくとも約20000cc、少なくとも約30000ccなどの少なくとも約2000ccの体積を含みうる。さらに、1つの特定の実施形態において、第2のチャンバ103は、約50000cc以下、または約45000cc以下などの約55000cc以下の体積を有しうる。当然のことながら、第2のチャンバ103は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内の体積を有しうる。

【0019】

他の実施形態では、第1のチャンバ101および第2のチャンバ103の表面積は、拡大成長操作および拡大成長操作中の反応性材料間の適切な相互作用を促進するための互いに関連した特定の比率を有しうる。例えば、式 $(SA2/SA1)$ 、式中、 $SA2$ は第2のチャンバ103の表面積、 $SA1$ は第1のチャンバ101の表面積である、により測定されるように、第2のチャンバ103は、第1のチャンバ101の表面積より少なくとも2倍大きな表面積を有しうる。当然のことながら、第1のチャンバ101または第2のチャンバ103の表面積という表現は、チャンバ内部の表面積の寸法である。他の実施形態において、第2のチャンバは、第1のチャンバ101の表面積より少なくとも約4倍、少なくとも約6倍、少なくとも約8倍、または、さらに少なくとも約10倍大きな表面積を有しうる。さらに、第2のチャンバは、第1のチャンバ101の表面積の約800倍以下、約500倍以下、約200倍以下、約100倍以下などの約1000倍以下の表面積を有しうる。当然のことながら、第1のチャンバ101および第2のチャンバ103は、上記の最小および最大比のいずれかの間の範囲内の表面積比を有しうる。

【0020】

特定の例において、第1のチャンバ101は、チャンバの全内部表面積の寸法であり、拡大成長操作中の反応性材料間の適切な連続的反応を促進しうる特定の表面積を有しうる。例えば、ある実施形態において、第1のチャンバ101は、少なくとも約100cm²、少なくとも約120cm²、少なくとも約180cm²、少なくとも約200cm²、または、さらに少なくとも約250cm²などの少なくとも約80cm²の表面積を有しうる。さらに、ある実施形態において、第1のチャンバ101は、約1500cm²以下、または約800cm²などの約2000cm²以下の表面積を有しうる。当然のことながら、第1のチャンバ101の表面積は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

【0021】

実施形態では、タンク管路105は、特定の位置で第1のチャンバ101に連結しうる。例えば、第1のチャンバ101は、図1に例示するように高さ(h_1)により画定されうる。さらに、第1のチャンバ101は、第1のチャンバ101の上面142と高さ(h_1)の中間点の間で画定される上半分125および下面141と第1のチャンバ101の高さの半分の間の領域として画定される下半分123を有しうる。例示するように、タンク管路105は、第1のチャンバ101の下半分内で第1のチャンバ101に連結しうる。より詳細には、タンク管路105は、タンク管路105が下面141に交差する、または、さらに下面141の部分と同延でそれを画定するように、第1のチャンバ101の最下点で、詳細には、第1のチャンバ101の下面141で、第1のチャンバ101に連結しうる。

【0022】

ある例において、システム100は、タンク管路105が特定の位置で第2のチャンバ103に連結するように形成されうる。例示するように、第2のチャンバ103は、上面143と高さ(h_2)の中間点の間の上半分および下面145と高さ(h_2)の中間点の間の下半分133を画定する高さ(h_2)を有しうる。例示するように、実施形態では、タンク管路105は、第2のチャンバ103の下半分133において第2のチャンバ10

10

20

30

40

50

3に連結しうる。より詳細には、タンク管路105は、下面145と同延となるように、下面145に隣接した位置で第2のチャンバ103に連結しうる。1つの特定の実施形態において、同一かつ単一の面に沿って延びそれを画定するように、下面145、タンク管路105の下面181、および下面141は同延でありうる。本明細書の実施形態に記載のそのような設計は、拡大成長操作中の第2のチャンバ103および第1のチャンバ101から液体金属104を流れやすくし、完全に再び満たすのを促進しうる。

【0023】

実施形態では、第1のチャンバ101は無機材料からなりうる。特に、無機材料は、液体金属104の材料に汚染を引き起こすことなく液体金属104を含むのに特に適している可能性がある。1つの特定の実施形態において、無機材料は酸化物材料を含んでもよく、より詳細には、シリカ材料を含みうる。一実施形態において、第1のチャンバ101は石英から形成されてよく、より詳細には、石英から本質的になってもよい。

10

【0024】

他の実施形態では、第2のチャンバ103は無機材料からなりうる。特に、無機材料は、液体金属104の組成物に化学的に不活性となるように、液体金属104を含む、詳細には、材料を汚染することなく液体金属104を収容するのに適している可能性がある。1つの特定の実施形態において、第2のチャンバ103は酸化物材料、より詳細にはシリカ、さらにより詳細には石英を含みうる。1つの特定の実施形態において、第2のチャンバ103は石英から本質的になりうる。

【0025】

さらに、当然のことながら、システム100で利用される他の部品は無機材料、より詳細には、第1のチャンバ101または第2のチャンバ103と同じ無機材料からなりうる。例えば管路およびバルブ部品を含むシステムの全ての材料部品は、例えば酸化物材料を含むことができ、さらにシリカを含んでもよく、より詳細には本質的に石英でありうる。

20

【0026】

実施形態において、システム100は、第1のチャンバ101に連結した蒸気搬送管路109を含みうる。蒸気搬送管路109は、気相反応性材料120を第1のチャンバ101に搬送し液体金属104と反応させ化学生成物を形成するように構成されうる。化学生成物は、金属ハロゲン化物気相生成物121でありうる。蒸気搬送管路109は無機材料、より詳細には石英などのシリカからなっていてよく、より詳細には、石英から本質的になってもよい。

30

【0027】

さらに例示するように、バルブ111は、気相反応性材料120の第1のチャンバ101への制御された搬送を促進するため蒸気搬送管路109内に配置されてもよい。

【0028】

実施形態において、蒸気搬送管路109は、気相反応性材料120の流れ、より詳細には、液体金属104の上面127上の気相反応性材料120の流れを第1のチャンバ101に搬送するように構成された送風機でありうる。送風機は、効果的な操作を促進するため第1のチャンバ101の特定の領域に位置しうる。例えば、送風機は第1のチャンバ101の上半分125において第1のチャンバ101に連結しうる。より詳細には、送風機または蒸気搬送管路109は、上面142と直接的に接触するように、より詳細には、蒸気搬送管路109の上面182が第1のチャンバ101の上面142と隣接し同延となるように、上面142で第1のチャンバ101に連結しうる。例えば、例示するように、上面182および上面142は同一の面に沿って延びそれを画定しうる。

40

【0029】

さらに、他の実施形態によると、図4に例示するように、蒸気搬送管路109は、上面482が上面142から側面に沿って移動しうるように上面142と比べて下方に移動することができ、それにより、面482および142が互いに関連して非同延の形で配向してもよい。例示するように、蒸気搬送管路109の上面482は、第1のチャンバ101の中間点に接近して配向してもよく、それにより、高さと比べて中間点近くで第1のチャ

50

ンバ101に接続する。より詳細には、図4の蒸気搬送管路109の配向は、液体金属104の上面127に接近しうる。例えば、蒸気搬送管路109は、液体金属104の上面127が上面482から第1のチャンバ101の全高さ(h_1)の約半分より大きい距離の間隔をあげないよう配向しうる。そのような配向は、適切なガス流動力学および気相反応性材料120と液体金属104間の反応を促進しうる。

【0030】

加えて、蒸気制御装置485は、液体金属104上の気相反応性材料120の滞留時間の制御を促進するため、第1のチャンバ101内に配置されうる。例えば、蒸気制御装置485は、壁、羽根、シケインなどの形をとりえ、気相反応性材料120の流れ方向の制御のためのバッフル486間のチャンネル487を画定するバッフル486を有しうる。バッフル486は、気相反応性材料120がその中を流れるうる蛇行経路を画定するために配置されてよく、蛇行経路は気相反応性材料120が液体金属104に接触しうる継続時間を増加させ、それにより気相反応性材料120と液体金属104間の改良された反応効率が促進される。蒸気制御装置485は、第1のチャンバ101内に蒸気搬送管路109に接近して配置されてよく、第1のチャンバ101の内部表面または壁のいずれかに取り付けられてもよい。

10

【0031】

実施形態において、気相反応性材料120は、ハロゲン化物材料、より詳細には、蒸気ハロゲン化物化合物を含みうる。ある適切なハロゲン化物材料は水素を含みうる。例えば、一実施形態において、気相反応性材料120は塩化水素(HCl)を含みうる。1つの特定の実施形態において、気相反応性材料120は、塩化水素から本質的になる。

20

【0032】

第1のチャンバ101は、液体金属104の液体状態の維持を促進するため特定の温度を有しうる。例えば、第1のチャンバ101の温度は、少なくとも約40、少なくとも約100、少なくとも約200、少なくとも約500、または、さらに少なくとも約800でありうる。さらに、第1のチャンバ101の温度は、約1800以下、または、さらに約1500以下などの約2000以下であってもよい。当然のことながら、第1のチャンバ101内の温度は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

【0033】

さらに、ある例において、第2のチャンバ103の温度は第1のチャンバ101内の温度に比べかなり低くありうる(すなわち、約50%より大きな差)。例えば、第2のチャンバ103の温度は、約1800以下、約1500以下、約1000以下、約800以下、約500以下、約200以下、または、さらに約150以下などの約2000以下であってもよい。他の例において、第2のチャンバ103は、少なくとも約40、少なくとも約60、少なくとも約70、少なくとも約80、または、さらに少なくとも約100の温度でありうる。当然のことながら、第2のチャンバ103内の温度は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

30

【0034】

他の実施形態によると、第1のチャンバ101は、適切な相における反応性材料の封じ込めを促進するため特定の圧力を有しうる。例えば、第1のチャンバ101内の圧力は、少なくとも約0.05気圧、または、さらに少なくとも約0.1気圧などの少なくとも約0.01気圧でありうる。他の実施形態において、第1のチャンバ内の圧力は、約1.5気圧以下、約1気圧以下、約0.8気圧以下、または、さらに約0.5気圧以下などの約2気圧以下でありうる。当然のことながら、第1のチャンバ101内の圧力は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

40

【0035】

さらに、一実施形態において、第2のチャンバ103内の圧力は、第1のチャンバ101内の圧力と実質的に同等または同一でありうる。しかしながら、ある実施形態において、第2のチャンバ103内の圧力は第1のチャンバ101内の圧力よりも大きくありえ、

50

それにより操作中の第2のチャンバ103から第1のチャンバ101への液体金属104の制御された搬送が促進される。ある例において、第2のチャンバ103内の圧力は、第1のチャンバ101内の圧力より少なくとも約1%、少なくとも約2%、または、さらに少なくとも約3%大きくありうる。

【0036】

さらに図1で例示するように、システム100は、第1のチャンバ101に連結した出口管路113を有することができ、金属ハロゲン化物気相生成物121を第1のチャンバ101から半導体結晶材料を成長させるように構成された半導体実装を含む成長チャンバへ搬送するように構成される。金属ハロゲン化物気相生成物121は、気相反応性材料120と液体金属104の間の化学反応の結果である。実施形態では、出口管路113は、例えば、第1のチャンバ101の上半分125を含む特定の位置で、液体金属104の上面127の上を維持するように第1のチャンバ101に連結しうる。実施形態では、出口管路113は、第1のチャンバ101の上面142に連結することができ、より詳細には、出口管路113の上面183は、第1のチャンバ101の上面142と隣接し同延である。例えば、例示するように、出口管路113の上面183および第1のチャンバ101の上面142は同一の面に沿って延びそれを画定しうる。

10

【0037】

さらに例示するように、システム100は、バルブ115が出口管路113内に挿入されるように形成されうる。バルブ115は、半導体結晶材料の形成のために構成された面に対し、第1のチャンバ101から成長チャンバへの金属ハロゲン化物気相生成物の流れを制御するために用いられうる。

20

【0038】

実施形態では、金属ハロゲン化物気相生成物はガリウムを含みうる。他の実施形態では、金属ハロゲン化物気相生成物は塩化ガリウムを含んでもよく、より詳細には塩化ガリウムから本質的になりうるように、金属ハロゲン化物気相生成物は塩素も含みうる。

【0039】

他の実施形態において、金属ハロゲン化物気相生成物は、塩化ガリウムを含む生成物に加え、第2の気相生成物を含みうる。第2の気相生成物は、例えば水素を含むことができ、水素分子(H_2)から本質的になってもよい。

【0040】

さらに図1で例示するように、システム100は、第1のチャンバ101の第2のチャンバ103からの分離を含みうる。例えば、1つの特定の実施形態において、第1のチャンバ101は成長チャンバ117内に含まれうる。そこで成長チャンバ壁118は、第1のチャンバ101および第2のチャンバ103の間を分離し延びる。したがって、ある実施形態において、第2のチャンバ103は成長チャンバ117の外側でありうる。また当然のことながら、第1のチャンバ101内の反応を制御するために、タンク管路105のバルブ107は成長チャンバ117の外側であり、成長チャンバ壁118の第2のチャンバ103と同じ側に位置しうる。さらに、蒸気搬送管路109の部分は成長チャンバ117の外側へ、そして成長チャンバ壁118を通して延びてもよい。図示しないが、当然のことながら、ある例において、バルブ111は成長チャンバ117の外側でもよく、したがって、成長チャンバ壁118の第2のチャンバ103と同じ側となる。そのような設計により、第1のチャンバ101への気相反応性材料の外部制御が促進される可能性がある。

30

40

【0041】

実施形態によると、システム100はさらに、第2のチャンバ103に連結した、詳細には、第2のチャンバ103に流体連通し液体金属を第2のチャンバ103に搬送するように構成された再注入タンク191を含みうる。システム100はさらに、再注入タンク191および第2のチャンバ103間の液体金属104の流れを制御するためのバルブ193を含みうる。例えば拡大成長操作中に、バルブ193をあげ、再注入タンク191に含まれる液体金属が第2のチャンバ103に流れるよう促進し、第2のチャンバ103内

50

の液体金属の体積を増やし、それにより第1のチャンバ101に搬送できる液体金属の体積を増やすことができる。

【0042】

特定の例において、再注入タンク191の少なくとも一部はフレキシブルでありうる。一実施形態において、再注入タンク191、詳細には延長部194はポリマー、より詳細にはポリテトラフルオロエチレン(PTFE)などの有機材料からなりうる。第2のチャンバ103と再注入タンク191の間の圧力差のため、フレキシブルな材料の使用が特に適している可能性がある。

【0043】

システム100はさらに、第2のチャンバ103に連結した、第2のチャンバ103内の圧力の制御を促進しうるプライマーバルブ192を含みうる。プライマーバルブ192は、第2のチャンバ103内の圧力の制御、より詳細には、拡大成長操作中に第2のチャンバ103から第1のチャンバ101へ液体金属104を再び満たすのを促進するために第2のチャンバ103と第1のチャンバ101間の圧力差の制御を促進する可能性がある。

10

【0044】

図2は、実施形態による半導体結晶材料の形成に用いるシステムの概略図を含む。例示するように、システム200は、図1のシステム100と同じ特徴のいくつかを組み込みうる。例えば、システム200は、液体金属104を含むように構成され、さらに蒸気搬送管路109および出口管路113を含む第1のチャンバを有しうる。さらに例示するように、システム200は、液体金属104を含むように構成された第2のチャンバ103を含むことができ、第2のチャンバ103は、第2のチャンバ103と第1のチャンバ101間で液体金属を搬送するように構成されたタンク管路105を介して第1のチャンバ101と流体連通しうる。

20

【0045】

さらに例示するように、システム200は蒸気搬送管路109をバブラー229の形で含みうる。バブラー229は、液体金属104の上面127の下に配置された沈み部203を含みうる。したがって、バブラー229の沈み部203は、気相反応性材料120を液体金属104の面127の下で液体金属104の体積中に搬送するように構成されてよく、それにより気相反応性材料120のバブル231が液体金属104の中に配置される。

30

【0046】

実施形態では、バブラー229の沈み部203は、第1のチャンバ101内で、液体金属104内で部分的に沈みうる。より詳細には、沈み部203は、第1のチャンバ101の第1の壁207から外側へ、そして第1のチャンバ101の体積中に、第1の壁207に対向する第1のチャンバ101の第2の壁208に向かって延びる長さ(L)を有する円筒形の外形を含んでもよい。さらに、実施形態では、バブラー229の沈み部203は、沈み部203の長さ(L)に沿って延びる複数の開口209を含みうる。当然のことながら、複数の開口209は、気相反応性材料120を液体金属104に搬送しバブル231の形成を促進するように構成されうる。

40

【0047】

ある設計として、沈み部203の長さ(L)は、適切な反応力学を促進するため少なくとも約1cm、少なくとも約2cm、または、さらに少なくとも約3cmでありうる。他の例において、沈み部203の長さ(L)は、約10cm以下、または、さらに約8cm以下などの約12cm以下でありうる。当然のことながら、沈み部203の長さ(L)は上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

【0048】

実施形態では、バブラー229の沈み部203は、第1のチャンバ101の下半分内で

50

第1のチャンバ101の第1の壁207から延びるように構成されうる。特に、液体金属104の上面127の下で気相反応性材料120の搬送を確保するため、沈み部203の位置は重要である可能性がある。さらに、第1のチャンバ101内の沈み部203の位置により拡大成長操作を促進することができ、沈み部203は、成長チャンバ内での半導体結晶材料の成長の拡大継続時間を促進するために液体金属104の面127の下で十分に低く位置する。

【0049】

特定の実施形態によると、バブラー229の沈み部203はバブルの形成および化学反応を促進する複数の開口209を有しうる。特定の例において、複数の開口209は実質的に同じ大きさを有しうる。特に、開口の大きさは、約 0.1 mm^2 と約 10 mm^2 の間の範囲内、より詳細には約 0.8 mm^2 と約 5 mm^2 の間の範囲内でありうる。

10

【0050】

代替の実施形態において、バブラー229の沈み部203は、複数の微小開口を含む焼結石英管から形成されうる。微小開口は、本明細書の他の実施形態に記載の開口209より著しく数が多くありえ、さらに、約 0.1 mm^2 より著しく小さい平均面積を有してもよい。例えば、開口は約80平方ミクロン未満、約50平方ミクロン未満、約30平方ミクロン未満、または、さらに約10平方ミクロン未満でありうる。

【0051】

ある設計として、1つまたはそれ以上の管路（例えば、タンク管路105）の直径は、システムの適切な操作を促進するため少なくとも約1mm、少なくとも約2mm、または、さらに少なくとも約3mmでありうる。他の例において、1つまたはそれ以上の管路の直径は、約15mm以下、または、さらに約10mm以下などの約20mm以下でありうる。当然のことながら、1つまたはそれ以上の管路の直径は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

20

【0052】

本明細書に記載のシステムは、拡大成長継続時間を促進するため原材料（すなわち、気相反応性材料）の特定の含有量を搬送するよう操作されうる。例えば、原材料は、少なくとも約200cc/分、少なくとも約300cc/分、または、さらに少なくとも約400cc/分などの少なくとも約100cc/分の速度で搬送されうる。さらに、一実施形態によると、原材料は、約4000cc/分以下、または、さらに約3000cc/分以下などの約5000cc/分以下の速度で搬送されうる。当然のことながら、原材料の搬送速度は、上記の最小および最大値のいずれかの間の範囲内でありうる。

30

【0053】

当然のことながら、本明細書に記載のシステムは、成長チャンバ内の特定の場所に搬送され半導体結晶材料の形成を促進しうる金属ハロゲン化物気相生成物の形成を促進するように使用されうる。特に、本明細書のシステムは、例えばハイドライド気相成長（HVPE）を含む成長などの工程を通じて半導体結晶材料の成長を促進するように使用されうる。

【0054】

適切な半導体結晶材料はIII-V族窒化物半導体材料を含みうる。図3は、基板301および基板301を覆うパッファ層303を含む、例示の半導体物品300の断面図を含む。とりわけ、パッファ層303は基板301の上主面を覆いえ、より詳細には、パッファ層303は基板301の上主面に直接的に接触しうる。

40

【0055】

パッファ層303の形成は堆積工程を含みうる。例えば、パッファ層303は、反応チャンバ内で基板301の上主面上に堆積されうる。一工程によると、基板を反応チャンバに入れ、反応チャンバ内を適切な環境とした後、パッファ層が基板上に堆積されうる。一実施形態によると、適切な堆積技術は化学蒸着を含みうる。1つの特定の例において、堆積工程は有機金属化学蒸着（MOCVD）を含みうる。

【0056】

50

バッファ層 303 は複数の膜から形成されてもよい。例えば、図 3 に例示するように、バッファ層 303 は、膜 304 および膜 306 を含む。実施形態では、膜の少なくとも 1 つは結晶材料を含む。より特定の例において、基板 301 の表面に直接的に接触する膜 304 はシリコンを含むことができ、シリコンから本質的になってもよい。本明細書中に記載されるように、膜 304 は、基板 301 と、膜 304 を覆う半導体層間の分離を促進してもよい。

【0057】

図 3 に例示するように、膜 306 は膜 304 を覆い、より詳細には、膜 304 と直接的に接触する。膜 306 は、その上の層のエピタキシャル形成のための適切な結晶学的特徴を有する。特に、一実施形態において、膜 304 は半導体材料を含む。適切な半導体材料は、III-V 族材料を含む。1 つの特定の例において、膜 306 は窒化物材料を含む。他の例において、膜 306 はガリウム、アルミニウム、インジウム、およびそれらの組み合わせを含む。さらに、1 つの特定の実施形態において、膜 306 は窒化アルミニウムを含むことができ、より詳細には、窒化アルミニウムから本質的になってもよい。

【0058】

したがって、例示的構造において、バッファ層 303 は、膜 304 がシリコンを含み、基板 301 の主面と直接的に接触するように形成される。さらに、膜 306 は、膜 304 の面と直接的に接触し、III-V 族材料を含む。

【0059】

ステップ 103 でバッファ層の形成後、図 3 の実施形態に例示するように、工程は、バッファ層 303 を覆う厚いエピタキシャル層 305 の形成によりステップ 105 で続く。とりわけ、厚いエピタキシャル層 305 はバッファ層 303 の面を覆うように形成することができる。より詳細には、厚いエピタキシャル層 305 がバッファ層 303 の膜 306 と直接的に接触する。

【0060】

実施形態によると、バッファ層 303 を適切に形成するにあたり、基板 301 およびバッファ層 303 を反応チャンバ内に配置し、ワークピース（例えば、半導体基板）を除くことなく単一のチャンバ内で行われる拡大成長工程を実施してもよい。そこで、半導体材料の層が大きな厚さに形成される。実施形態によると、拡大成長工程は、エピタキシャル成長工程、より詳細にはハイドライド気相成長（HVPE）工程を用いる。

【0061】

厚いエピタキシャル層 305 を形成する特定の方法を行うことができる。例えば、拡大エピタキシャル成長工程は様々な成長モードで行うことができる。例えば、一実施形態において、厚いエピタキシャル層 305 は 3 次元（3D）成長モードで成長したエピタキシャル層として初めに形成される。3D 成長モードは、複数の結晶学的方向に沿った厚いエピタキシャル層 305 の材料の同時成長を含む。そのような例において、3D 成長工程での厚いエピタキシャル層 305 の形成は、バッファ層 303 上の島状の特徴の自発的成長を含む。自発的に形成された島状の特徴はバッファ層 303 上に不規則に配置されることができ、複数のファセットおよび谷を間に有する様々なメーサを定義している。

【0062】

あるいは、または加えて、厚いエピタキシャル層 305 の形成は 2 次元（2D）成長モードでのエピタキシャル成長を含む。2D 成長モードは、1 つの結晶学的方向における材料の優先的成長および他の結晶学的方向に沿った結晶材料の限定成長を特徴とする。例えば、一実施形態において、ベース層材料の垂直成長が沿面成長より安定化されるように、GaN を含む厚いエピタキシャル層 305 の 2D 成長モードでの形成は、c-面（0001）における GaN の優先的成長を含む。

【0063】

さらに、厚いエピタキシャル層 305 の形成は 3D および 2D 成長モードの組み合わせを組み込みうる。例えば、厚いエピタキシャル層 305 を 3D 成長モードで初めに形成し

10

20

30

40

50

てもよく、島状の特徴を材料の非連続層として、バッファ層 303 上に自発的に形成する。3D 成長モードに続いて、成長パラメータを 2D 成長モードに変更するように変更ことができ、垂直成長が沿面成長より加速する。3D 成長モードから 2D 成長モードへの切り替えにあたり、自発的に形成された島は均一な厚みの連続層へと融合してもよい。3D と 2D 成長モードの組み合わせは、特定の転位密度などの望ましい特性を有するベース層の形成を促進しうる。

【0064】

実施形態において、III-V 族材料を含む厚いエピタキシャル層 305 は、従来のエピタキシャル工程において形成されたエピタキシャル層より著しく大きい平均厚さを有しうる。典型的なエピタキシャル工程は約 2 mm 未満の半導体層を形成し、有限体積を有する内部 Ga タンクの Ga レベルにおける変化により、数時間にわたる連続成長の後、GaN 成長速度は通常著しく減少する。それに反して、本明細書の実施形態のシステムは、これに限定されるものではないが、第 1 および第 2 のチャンバ間の表面積比および成長工程を中断することなく再び満たす能力を含む特徴の組み合わせにより、外部タンクが拡大継続時間（例えば、日）のために内部タンク内の一定の Ga レベルを維持しうるため、少なくとも約 5 mm、少なくとも約 6 mm、少なくとも約 8 mm、または、さらに少なくとも約 10 mm などの約 4 mm を超える平均厚さ（ t ）を有する厚いエピタキシャル層の形成を促進する。複数の個別の独立した結晶性半導体ウェハに分割されうるように（図 3 に点線として示す）、厚いエピタキシャル層 305 は十分な厚さ（例えば、5 mm 以上の平均厚さ）を有して形成されうる。したがって、厚いエピタキシャル層 305 はブルと考えられるかもしれない。

【0065】

本明細書の実施形態は最新式からの脱却を表すものである。ある半導体材料はパプラーシステムを用いて成長しているが、GaN の形成に用いられる典型的なシステムは制限され、拡大成長操作のために発展されず、連続成長工程中にそのような操作を可能にするシステムの発展と関係がある課題に取り組んできていない。本願は、これに限定されるものではないが、第 1 および第 2 のチャンバ、部品を形成するための特定の材料、互いに関連および成長チャンバに関連した管路の配置および取り付け、特定の特徴を有するパプラーなどを含む特徴の組み合わせによる、半導体結晶材料の形成に用いられ拡大エピタキシャル成長操作を可能にするシステムを開示する。さらに、重大な汚染なしに金属材料の相を維持するための適切な条件下で、液体金属の安全な封じ込めを可能にするため特徴の組み合わせが形成される。

【0066】

上記において、特定の実施形態およびある構成要素の接続についての表現が例示されている。当然のことながら、本明細書中で論じた方法を実行すると分かるように、結合する、または接続する構成要素の表現は、前記構成要素間の直接的接続、あるいは 1 つ以上の介在する構成要素を介した間接的接続を開示することを意図している。したがって、上述の要旨は例示と考えられ、制限的ではなく、添付された請求項は、本発明の真の範囲内に含まれる全てのそのような変更、強調、および他の実施形態を網羅することを意図している。したがって、法律が許す最大限の範囲で、本発明の範囲は、以下の請求項およびその均等物の許容できる最も広い解釈によって決定され、上述の発明を実施するための形態により制限または限定されるべきものではない。

【0067】

本開示の要約は、特許法に適合するように提供され、請求項の範囲または意図を解釈または限定するように使用されないであろうという理解の下で提示されている。さらに、上述の発明を実施するための形態においては、本開示を合理化するという目的のために、様々な特徴がグループ化されていても、単一の実施形態において記載されていてもよい。この開示は、クレームされた実施形態が、各請求項において明確に列挙されているよりも多くの特徴を要求するという意図を反映するものとして解釈されない。むしろ、以下の請求項が反映するように、発明の要旨は、開示された実施形態いずれかの全ての特徴に満たな

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(72)発明者 ジャン - ピエール、フォーリー
フランス国バルボンヌ、アンパス、デ、シェヌ、200

(72)発明者 ベルナル、ボーモン
フランス国ル、ティニエ、アブニュ、ド、ロテル、ド、ビル、ドメヌ、ド、リストル、46

審査官 宮崎 園子

(56)参考文献 特開2004 - 349492 (JP, A)
特開2011 - 046578 (JP, A)
特開2008 - 066490 (JP, A)
特開2006 - 073578 (JP, A)
特開2007 - 220927 (JP, A)
特開平06 - 314658 (JP, A)
特開平05 - 239653 (JP, A)
特開2006 - 120857 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B	25 / 14
C23C	16 / 448
C30B	29 / 38
H01L	21 / 205