

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4222630号
(P4222630)

(45) 発行日 平成21年2月12日(2009.2.12)

(24) 登録日 平成20年11月28日(2008.11.28)

(51) Int.Cl.

F I

C 3 O B 29/36 (2006.01)

C 3 O B 29/36

A

請求項の数 25 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願平9-514193	(73) 特許権者	ノルステル アクチエボラグ
(86) (22) 出願日	平成8年10月2日(1996.10.2)		スウェーデン国 601 16 ノルチェ
(65) 公表番号	特表平11-513353		ピング、ボックス 734
(43) 公表日	平成11年11月16日(1999.11.16)	(74) 代理人	弁理士 浅村 皓
(86) 国際出願番号	PCT/SE1996/001232	(74) 代理人	弁理士 浅村 肇
(87) 国際公開番号	W01997/013013	(74) 代理人	弁理士 安藤 克則
(87) 国際公開日	平成9年4月10日(1997.4.10)	(74) 代理人	弁理士 池田 幸弘
審査請求日	平成15年9月30日(2003.9.30)	(72) 発明者	コルディナ、オルレ
(31) 優先権主張番号	9503428-6		スウェーデン国 エス-590 52 ス
(32) 優先日	平成7年10月4日(1995.10.4)		ツレフオルス、ホベトルプスコラ
(33) 優先権主張国	スウェーデン(SE)		最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 物体をエピタキシャル成長させるための方法及びそのような成長を行うための装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

a) SiC、b) 第III族窒化物、及びc) それらの合金、のいずれかからなる物体(19)を、周囲壁(8)を有するサセプタ(7)に入れた基体(13)上にエピタキシャル成長させる方法であって、これらの壁を加熱し、それにより前記基体及び成長用ソース材料を、その成長材料の昇華が増大し始める温度水準より高く加熱し、そしてキャリアガス流をサセプタ中の前記基体の方へ供給し、前記ソース材料を前記基体の方へ運んでそれを成長させるエピタキシャル成長法において、前記成長用ソース材料の少なくとも一部分を、前記サセプタ(7)より上流のキャリアガス流へ添加し、前記キャリアガス流により前記サセプタへ、a) 固体、b) 液体、のいずれかで運び、前記サセプタを有する容器中で前記加熱により蒸気状態にし、蒸気状態で前記基体の方へ運び、成長させることを特徴とするエピタキシャル成長方法であって、

しかも、SiCが成長材料であり、

a) Si、b) C、c) SiC、d) Si及びC、e) Si及びSiC、f) C及びSiC、g) SiC、C及びSi、のいずれかを粉末としてキャリアガス流へ添加する、前記の方法。

【請求項 2】

キャリアガス流に添加されたソース材料が、成長すべき材料の少なくとも一つの成分を含有する、請求項1に記載の方法。

【請求項 3】

成長用ソース材料の少なくとも一部分を、サセプタ(7)より上流のキャリアーガス流に添加し、そのキャリアーガス流により、蒸気状態で前記サセプタへ運ぶ、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】

成長用ソース材料の蒸気状態の少なくとも一部分を、サセプタ(7)より上流のキャリアーガス流に添加し、前記サセプタ内で加熱することによりクラッキングして成長材料の成分を形成する、請求項1～3のいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

蒸気状態の一部が、a)シラン、b)プロパン、c)シラン及びプロパン、のいずれかである、請求項4に記載の方法。

10

【請求項6】

ソース材料の少なくとも一部分(24)を、成長材料として容器中に固体として存在させ、加熱により蒸気状態にし、キャリアーガス流により蒸気状態で基体(13)の方へ運び、成長させる、請求項1～5のいずれか1項に記載の方法。

【請求項7】

サセプタ(7)が容器を構成し、固体ソース材料部分がサセプタ中に存在する、請求項6に記載の方法。

【請求項8】

固体ソース材料部分を、a)容器を成長材料で作る、b)容器の内部を成長材料で被覆する、c)容器中に成長材料を入れる、のいずれかにより前記容器内に与える、請求項6又は7に記載の方法。

20

【請求項9】

ソース材料の固体部分(24)が、a)粉末、b)塊り、c)粉末及び塊り、のいずれかとして容器内に存在する、請求項8に記載の方法。

【請求項10】

サセプタ壁(8)を1900より高い温度へ加熱する、請求項1に記載の方法。

【請求項11】

サセプタ内の圧力を、実質的に大気圧に維持する、請求項1～10のいずれか1項に記載の方法。

【請求項12】

a)SiC、b)第III族窒化物、及びc)それらの合金、のいずれかからなる物体を、基体(13)の上でエピタキシャル成長させるための装置で、前記基体を入れるための室(18)を取り巻く周囲の壁(8)を有するサセプタ(7)、前記周囲の壁を加熱し、それにより前記基体及び成長用ソース材料を、その成長材料の昇華が増大し始める温度水準より高く加熱するための手段(11)、及びキャリアーガス流を前記サセプタ(7)中の前記基体の方へ供給し、前記ソース材料を前記基体(13)の方へ運んでそれを成長させるための手段(5)を具えたエピタキシャル成長のための装置において、前記サセプタ(7)を有する容器、及び前記成長用ソース材料の少なくとも一部分を前記サセプタ(7)より上流のキャリアーガス流へ添加するための部材(20、21)を具え、然も、前記供給手段(5)が、前記キャリアーガス流により前記添加ソース材料をa)固体、b)液体、のいずれかでサセプタへ運ぶように構成されており、前記加熱手段が、前記添加ソース材料を前記容器中で加熱により蒸気状態へ持って行き、前記添加ソース材料を前記キャリアーガス流により蒸気状態で前記基体の方へ運び、成長させるように構成されていることを特徴とするエピタキシャル成長用装置であって、

30

しかも、SiCを成長させるために用い、

部材(20、21)を、a)Si、b)C、c)SiC、d)Si及びC、e)Si及びSiC、f)C及びSiC、g)SiC、C及びSi、のいずれかを粉末としてキャリアーガス流へ添加するように構成する、前記の装置。

40

【請求項13】

容器(7)より上流のキャリアーガス流に成長用ソース材料の少なくとも一部分を添加す

50

るための部材(20、21)を有し、供給手段(5)が、キャリアーガス流により前記添加ソース材料をサセプタへ蒸気状態で運ぶように構成されている、請求項12に記載の装置。

【請求項14】

部材(20、21)が、成長すべき材料の少なくとも一つの成分の形でソース材料部分をキャリアーガス流へ添加するように構成されている、請求項12又は13に記載の装置。

【請求項15】

成長用ソース材料の蒸気状態の少なくとも一部分を、サセプタより上流のキャリアーガス流に添加し、前記サセプタ内で加熱によりクラッキングして成長材料の成分を形成するための部材(22、23)を有する、請求項12～14のいずれか1項に記載の装置。

10

【請求項16】

ソース材料を与える手段が、容器内に固体としてソース材料の一部分(24)を成長材料として与えるように構成されており、加熱手段(11)が、前記固体ソース材料を加熱して蒸気状態にし、キャリアーガス流により基体(13)へ運んで成長させるように構成されている、請求項12～15のいずれか1項に記載の装置。

【請求項17】

サセプタ(7)が容器を構成し、ソース材料を与える手段が、サセプタ中で固体ソース材料部分を与えるのに用いられる、請求項16に記載の装置。

【請求項18】

ソース材料を与える手段が、a)容器を成長材料で作る、b)容器の内部を成長材料で被覆する、c)容器中に成長材料を与える、のいずれかにより前記容器中にソース材料の固体部分を与えるのに用いられる、請求項16又は17に記載の装置。

20

【請求項19】

ソース材料を与える手段が、a)粉末、b)塊り、c)粉末及び塊り、のいずれかとして容器内にソース材料の固体部分(24)を与えるように構成されている、請求項18に記載の装置。

【請求項20】

加熱手段(11)が、1900より高い温度へサセプタ壁を加熱するように構成されている、請求項12に記載の装置。

【請求項21】

30

加熱手段(11)が、2000～2500の温度へサセプタ壁を加熱するように構成されている、請求項20に記載の装置。

【請求項22】

サセプタ内に実質的に大気圧を維持するための手段を有する、請求項12～21のいずれか1項に記載の装置。

【請求項23】

供給手段(5)が、a)希ガス、b) H_2 、c)希ガス及び H_2 、のいずれかをキャリアーガスとしてサセプタへ供給するように構成されている、請求項12～22のいずれか1項に記載の装置。

【請求項24】

40

供給手段(5)が、ヘリウムをキャリアーガスとしてサセプタへ供給するように構成されている、請求項23に記載の装置。

【請求項25】

キャリアーガス流の流量を制御するための手段(26)を具備している、請求項12～24のいずれか1項に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

〔技術分野及び背景技術〕

本発明は、a)SiC、b)第III族金属窒化物、及びc)それらの合金の一つからなる物体を、取り巻く壁(周囲壁)を有するサセプタ(susceptor)中に入れた基体上にエピタキシャル成長させる方法で、それらの壁を加熱し、それにより基体及び成長用ソース(

50

source) 材料 (原料物質) を、その成長材料の昇華がかなり増大し始める温度水準より高く加熱し、そしてキャリアーガス流をサセプタ中の基体の方へ供給し、前記ソース材料を基体の方へ運んでそれを成長させるエピタキシャル成長に関し、更に、請求の範囲の装置に関する独立項の前文によるそのような物体をエピタキシャル成長するための装置にも関する。

従って、本発明は、SiC、第III族金属窒化物、及びそれらの全ての種類の合金の成長に適用することができるものであり、商業的観点から合理的な成長速度で結晶品質の高いそのような物体を成長させる一般的問題を、次に例としてSiCについて更に説明するが、それに限定されるものではない。

SiC単結晶は、特にSiと比較してSiCの優れた性質、即ち、極端な条件下でも充分機能を果たすSiCの能力から利点が見られるような用途に用いることを目的とした、例えば、種々の型のダイオード、トランジスタ、及びサイリスタのような種々の型の半導体装置で用いるために特に成長させている。SiCの禁制帯と伝導帯との間の大きなバンドギャップにより、そのような材料から高温、即ち1000Kまでの温度で作動することができる装置を作ることができる。

炭化珪素のエピタキシャル成長については種々の技術が知られており、その中で種子を用いた昇華成長技術が、後の基板 (基体) 製造のための炭化珪素結晶を成長させるために現在一般に用いられている。この技術は結晶の品質及び純度の両方のために制約を受けている。この方法により製造された基体は、マイクロパイプと呼ばれている穴が開いており、更にわずかに異なった結晶配向を持つ粒子に関連したモザイク構造を有する。結晶の成長は容器中でSiCのソース粉末を昇華することにより行う。SiC蒸気は、人為的に適用した温度勾配により種子結晶へ移動する。成長速度は、種子結晶の回りの雰囲気中の前記蒸気の過飽和度により決定され、その過飽和度は今度は温度、適用した温度勾配、及び装置内の圧力によって決定される。従って、蒸気の移動は拡散過程及び対流を特徴とする。例えば、種子結晶へ行く間にSiC蒸気が余りにも多く衝突し過ぎないようにしながら、昇華したSiC粉末を効果的に移動させるために容器中の圧力を低くする必要がある。そのような装置で得られる成長速度は、数mm/時程度である。典型的な温度、温度勾配、及び圧力は、夫々、ソース材料については2400、10~30 / cm、及び5~50ミリバールの程度である。雰囲気は通常Arである。この方法による利点は、その簡単さにある。この方法の欠点は、装置の限定された制御、不満足な結晶品質、低い純度であり、それは主にソース材料の純度によって左右され、実際一層純粋なソース材料を選択することにより改良することができる。完全には密閉されていない容器からは必然的にSiが逃げるため、気化したソース材料のC/Si比を、全成長中一定に保つことができない。このことは成長に悪影響を与え、結晶欠陥を生ずる。後の基板製造のためにはかなりの大きさの結晶を成長させるためには、容器に新しいソース材料を補充するため成長を時々中断しなければならない。これらの中断も成長しつつある結晶を乱す。成長中、成長界面で温度勾配が存在すると、マイクロパイプ、格子欠陥、点欠陥凝集体のような結晶欠陥の形成を起こす。

炭化珪素層のエピタキシャル成長に用いられる他の方法は化学蒸着法であり、この場合純度及び結晶品質に関しては種子を使用した昇華成長の場合よりも遥かに優れている。成長に必要なガスは、通常水素であるキャリアーガスにより基体へ運ばれる。SiCの場合、用いられる前駆物質ガスは、通常シラン及びプロパンである。前駆物質ガスは分解するかクラッキングを受け、珪素及び炭素成分が成長結晶表面上へ移動し、適当な格子点に入る。装置の温度は通常1600より低く保たれる。結晶の成長面には本質的に温度勾配は存在しない。CVD法の利点は純度及び結晶品質であり、それは主に基体の品質により限定される。CVD法の欠点は、成長速度が低いことであり、そのことがこの技術により基板を製造するための結晶を成長させる可能性を失わせるか、或は商業的に興味のある規模で厚い高品質層を成長させる可能性さえも失わせる。CVD成長したSiCエピタキシャル層の典型的な成長速度は1600で数μm/時の程度である。

最近別の方法、即ち高温化学蒸着 (HTCVD) 法が与えられてきた (1995年京都、

10

20

30

40

50

S i C 及び関連材料についての国際会議 - I C S C R M - 9 5 - の技術要覧で発表された高温化学蒸着についての論文及び米国特許第 N o . 0 8 / 5 1 1 3 2 4 }。この方法は技術的に非常に高い温度で行われる C V D 法であり、この場合、種子結晶（基体）及び成長する結晶又は層の昇華及びエッチングが重要になる。成長する表面のエッチングは結晶の品質を改良することが示されており、また前駆物質ガスの純度により成長した結晶の純度も非常に高い。成長速度は原子の表面易動度が増大するため数 mm / 時の程度まで増大することができる。H T C V D 法では、温度は 1 9 0 0 ~ 2 5 0 0 の程度の温度が用いられている。H T C V D 法の利点は、純度が高いこと、結晶品質が高く、成長速度も大きいことである。この技術の欠点は、常に、即ち成長温度への温度上昇中及び成長中、正しい量で珪素及び炭素前駆物質ガスを添加することにより人工的やり方で成長に適した条件を確立することが困難なことである。もし添加した前駆物質ガスの量が少な過ぎると、起きるエッチング又は昇華の程度が余りにも高くなり過ぎ、そのため結晶表面の黒鉛化を起こすことがあり、それが結晶欠陥を起こしたり、又は全く成長を妨げることさえある。もし添加量が余りにも多過ぎると過飽和度が表面易動度にとって余りにも高くなり、成長が多結晶質になることがある。従って、それら条件は人為的に熱力学的に平衡に近く維持しなければならない、それは達成するのが非常に面倒である。この問題に対する解決法が、本願と全く同じ日に本出願人により出願された係属中の特許出願に与えられている。この技術は請求の範囲の前文で述べる技術状態を形成するものと考えられるが、下で規定する発明技術は、実際には C V D 型の技術ではない。

10

20

別の問題は、成長用ソース材料をサセプタへ移動させることであり、S i C を成長させるために行われる H T C V D 法では、それはシランの移動である。シランは速い段階で分解し、サセプタへ通ずるガス管の完全な又は部分的閉塞を起こすことがあり、或はガスを完全に枯渇し、それは成長を不能にする。更に、シランを高濃度で用いた場合、爆発の危険がある。

〔発明の開示〕

本発明の目的は、S i C、第 III 族窒化物、又はそれらの合金の層及びブール (boule) の両方の物体を、依然として成長物体の結晶品質を高くしながら、大きな成長速度でエピタキシャル成長させることを可能にする方法及び装置を与え、それら問題を解決することにより、上で述べた後者の問題に対する解決法を提言することにある。

30

本発明によれば、この目的は、サセプタより上流のキャリアーガス流に成長用ソース材料の少なくとも一部分を添加し、それを前記キャリアーガス流によりサセプタへ、a) 固体、b) 液体、のいずれかとして運び、前記サセプタを有する容器中で加熱することにより蒸気状態へ持って行き、前記基体の方へ蒸気状態で運んで成長させる諸工程を有する、本文最初のところで規定した方法を与えることにより達成される。S i C の場合、このやり方により、成長室へ通ずる管中でのシランの早過ぎる分解及び（又は）シランの完全な枯渇を、このようにしてキャリアーガス流へ液体又は固体ソース材料を添加することにより回避することが可能になる。このソース材料は、例えば、S i、C、S i C、又はそれらの組合せであり、好ましくは粉末にした固体である。最も好ましい提案は、これらの添加を S i 及び C（黒鉛粉末）又は S i C 粉末として行うことである。S i の熔融温度は 1 4 1 4 なので、S i は管中での早過ぎる反応を起こすことなく、成長室内へ遥かに効果的に導入される。そのような早過ぎる反応は、シランを前駆物質として用いた場合には導管を完全に閉塞することがある。

40

これらの添加により、ソース材料の移動は、シランをソース材料として用いた時よりも遥かに一層効率的に行われる。なぜなら、サセプタへ供給したガス混合物中のシランのガス圧力を大きな成長速度を得るために余りにも高く増大し過ぎると、クラッキングや成長を全く起こすことなくシランがサセプタを通過して運ばれることになるからである。種子使用昇華法に関し、このやり方でソース材料をキャリアーガスに添加し、限りない長さの結晶を、中断することなく成長させることができる。

本発明の別の好ましい態様により、ソース材料の少なくとも一部分は成長材料として容器

50

中に固体で存在し、前記加熱により蒸気状態にされ、キャリアーガス流により蒸気状態で基体へ運ばれて成長が行われる。「成長材料として」という定義は、例えば、SiCを成長させる場合、ソース材料の前記部分が固体状態のSiCであるとして解釈すべきものである。従って、本発明の方法は高温化学蒸着法の改良であり、その技術と種子使用昇華技術とを混成したもので、それら技術の夫々の利点を利用したものである。この種のソース材料が容器中に固体状態で存在することにより、広いパラメーター範囲で非常に良好な制御を行なうことができ、その結果、高品質の結晶を大きな成長速度で成長させることができる。

SiCのエッチング又は昇華により生じたSi及びC含有蒸気を、キャリアーガス又は温度勾配と組合せたキャリアーガスにより基体上にもってくる。これにより、常に成長室にかなりの量のSiCが存在する限り、常に且つ全成長工程に互って熱力学的平衡に近い状態を得ることができる。従って、成長温度へ温度を上昇させる間、熱力学的平衡を生じさせる人為的手段は不必要である。この改良により、温度勾配を用いなくてもSiCブールを成長させることが簡単にできる。大きな成長速度が得られる種子使用昇華法の利点から、その蒸気状ソース材料を移動させるために温度勾配を用いることに伴われるその技術の欠点を受けざるを得なくなることなく、移動のためにキャリアーガスの流れを用いることにより有利に成長を行なうことができるようになる。なぜなら、ソース材料蒸気を運ぶためキャリアーガスを導入することは重要な論点であり、本発明の場合、キャリアーガスにどのような前駆物質ガスでもそれを添加する必要はないからである。容器上流のキャリアーガス流にソース材料を添加しない場合、SiCソース材料の露出表面が過飽和を維持するのにも余りにも小さくなれば、成長は停止する。提案した修正と一緒にしたキャリアーガスによる移動は、数多くの利点を有する。

ソース材料の移動は遥かに効率的になり、それは成長速度が種子使用昇華法に比較して実質的に増大できることを意味する。大きな成長速度を維持するため、かなり小さな温度勾配か、又は全く温度勾配がない状態を適用する必要がある、これによって結晶品質をかなり改良することができる。キャリアーガスの流れを増大したり減少したりすることにより蒸気の移動を非常に容易に制御することができる。過飽和度は常に制御可能な水準に維持することができる。もし温度勾配を負にすれば、即ち基体をソース材料よりも高い温度にすれば、制御されたエッチングも可能である。負の温度勾配は成長が望まれる場合には問題を起ささない。なぜなら、キャリアーガスによるソース材料の移動は温度勾配よりも遥かに効果的だからである。CVDの場合と同様なやり方で、キャリアーガスにドーパントを容易に添加することができる。ガスは容器を通過するので、多くの材料が失われ、容器の他の部分に付着又は運ばれるであろう。しかし、これらの損失は珪素含有蒸気と炭素含有蒸気との両方に対し本質的に同じになると推定でき、それは一定のC/Si比の維持を簡単にする。この態様では、成長速度はサセプタ壁を加熱する温度及びキャリアーガス流の流量を制御することにより簡単に制御することができる。定義「容器」とは、サセプタ室に関連した室を定める物体として解釈されるべきであり、その中では成長材料の昇華がかなり増大し始める温度水準よりも高い温度が行き渡っている。例えば、容器はサセプタと同じでもよく、或はサセプタの外にそのサセプタ室の直ぐ上流にある室を含んでいてもよい。SiC以外の材料からなる物体を成長させる場合についても、相当する推論が適用できることを強調しておきたい。

このようにして、容器中の全ての固体ソース材料が消費されてしまうことは決してないようにすることができ、容器中に成長材料の固体ソース材料の緩衝物が常に存在し、その結果装置中に熱力学的平衡を維持することは決して難しいことではなくなる。もし好ましい熱力学的状態を人為的にいつでも達成することができるならば、容器中のSiCソース材料を省略することができ、ソース材料を固体又は液体として容器に添加する場合には、装置はHTCVDと本質的に同じになる。

対応する特徴及びその利点は、物体をエピタキシャル成長するための本発明による装置に見出され、請求の範囲に規定されている。

本発明による装置及び方法の一層好ましい特徴及び利点は、次の記載及び他の従属請求項

10

20

30

40

50

から明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

添付の図面に関し、本発明の好ましい態様の特別な説明を例として下に記述する。

図中、

図 1 は、本発明の第一の態様による装置の長手方向の断面図である。

図 2 は、層をエピタキシャル成長させるのに適用される第一の好ましい態様に従う図 1 の装置で用いられるサセプタの斜視図であり、サセプタ壁の一部が、サセプタの内部を例示できるように切り離されている。

図 3 は、図 1 及び図 2 に従う態様で成長のために用いられる同じ発明の方法により、プールを成長させるのに適用される第二の好ましい態様に従うサセプタの、図 2 と同様な斜視図である。

図 4 は、殆ど無制限の長さのプールの成長を可能にするのに用いられる第三の好ましい態様に従うサセプタの、図 2 及び図 3 と同様な斜視図である。

〔本発明の好ましい態様についての詳細な説明〕

図 1 は、種子使用昇華と高温化学蒸着との混成である本発明の好ましい態様による方法により SiC を SiC 基体上に簡便化したやり方でエピタキシャル成長させるための本発明の好ましい態様による装置を概略的に示しており、問題の装置は、ポンプのような他の手段も有するが、本発明と関係のない慣用的設備は本発明の特徴を簡明に示し、それに集中させるために除いてあることは容易に分かるであろう。装置は、実質的に垂直に伸びる石英の管 2 及び二つの相対する端のフランジ 3 及び 4 によって構成されたケース 1 を有する。末端フランジ 4 は取り外し可能で、管 2 の内部へ入ることができるようにしてあるのが好ましい。サセプタ内部の基体へ成長用ソース材料を送る目的で少なくとも一つのキャリアガスの流れを供給するための導管 5 を下端フランジ 3 を通って挿入する。少なくとも一つのキャリアガスを含むこのガス混合物の組成及び働きは、後で一層詳細に論ずる。導管 5 は別の導管 20 ~ 23 に接続されており、それらの導管は成長用ソース材料を別々に前記キャリアガスに添加するための源に通じており、これらの導管には、図示されていないが、希望に応じ前記ガス混合物中の各成分の含有量を調節するための流量調節手段が配備されている。キャリアガス流のためにもそのような流量調節手段が存在する。図 1 では導管 20 ~ 23 は、簡明にするためケース 1 に近い導管 5 中へ入るものとして例示されているが、実際にはそれらはそこから長い距離の所に恐らく存在するであろう。

更に、装置は、導管 5 からサセプタ 7 へガス流を集中させるための漏斗 6 を有する（図 2 も参照）。図 1 及び図 2 に示したサセプタ 7 は、SiC の層をエピタキシャル成長させるのに使用する。サセプタは実質的に円筒状であり、周囲の壁 8 は実質的に均一な厚さを有する。壁は黒鉛から作られているが、それらの内部は SiC の層 9 で被覆されているか、又は別法として、SiC から作られた円筒状板で覆われている。サセプタを取り巻く空間は閉じており、周囲の石英管 2 を保護する熱的絶縁のための黒鉛発泡体 10 によって満たされている。Rf コイルの形の Rf 電場による輻射手段 11 が、サセプタ 7 の長手方向の広がりに沿って管 2 を取り巻いている。この加熱手段 11 は、サセプタの壁 8 を均一に加熱し、それによってサセプタ中へ導入されるガス混合物を加熱する Rf 電場を発生するように構成されている。

サセプタ 7 は蓋 12 を有し、それはサセプタの残りの部分と同じ材料からなり、サセプタの下側には SiC 基体 13 が配置されており、それはサセプタの他の部分から外すことができ、基体の上に層が成長した後にその基体を取り外すことができる。蓋 12 には周囲のガス出口孔 14 が開けられており、好ましい層状ガス流が下方入口 15 を通ってサセプタ室 18 に入り、基体近くを流れ、上方出口 14 を通ってサセプタを出、次に図示されていないポンプに接続された導管 16 を通って装置を出る。

サセプタ 7 の内部温度は、17 で示した窓を通してサセプタ中をパイロメーターにより見ることににより調べてもよい。

サセプタの底には、成長用ソース材料の少なくとも一部分が高純度 SiC 粉末の形で配置されている。漏斗 6 は、前記ガス混合物の流れをサセプタ室 18 中へ入れるため周辺の開

10

20

30

40

50

口 2 5 を有する。

装置の機能は次の通りである。

加熱手段 1 1 はサセプタ壁 8 を加熱し、それによってサセプタ室 1 8 及び基体 1 3 及びその中に入っている S i C 粉末 2 4 を、S i C の昇華がかなり増大し始める温度水準より高い温度、本発明の場合には約 2 3 0 0 の温度へ加熱する。これは、S i C 粉末が昇華し、基体の S i C も昇華することを意味する。H₂、A r、又は H e でもよいキャリアガスを含むガス流を、導管 5 及び漏斗 6 を通ってサセプタ室 1 8 へ供給する。キャリアガスの定義は、成長に活発に関与しないガス、即ち、基体の物体中へ成長して入る成分を持たないガスのことである。H e 及び A r は、それらがプロパンのようなクラッキングした前駆物質ガスの反応性物質と反応しない点で H₂ よりも利点を有し、H e は、A r と比較してその熱伝導度が比較的高いため成長に用いるのに特に良く適している。キャリアガス流が、サセプタ室 1 8 内で蒸気状態で存在する粉末昇華 S i C を基体 1 3 の方へ運ぶので、基体へ S i C 蒸気を運ぶために温度勾配は不必要である。この装置で逃げる S i 及び C は多いが、大気圧操作が可能なので、それは合理的な水準に維持することができる。この方法で基体へ運ばれる S i C 蒸気は、或る「S i C ガス圧力」を有する基体の周りの雰囲気を形成し、それは基体からの S i C の昇華及びそのエッチングを妨げる働きをする。このようにして、常に過飽和が維持され、基体のエッチングは起こらず、従って、高品質の S i C 結晶が大きな成長速度で基体上に成長するのを確実にする。このやり方で 2 3 0 0 で 0 . 5 mm / 時の物体を成長させるのに問題はなく、恐らく遥かに大きな成長速度を期待することができることが判明している。基体の周りにこの所謂 S i C 雰囲気が与えられないと、次のようなことが起きるであろう：全ての S i C が充分高い温度で昇華し始め、それは基体からの S i 成分が炭素よりも大きな速度で基体を出、その結果黒鉛のフィルムが基体上に形成されるであろうと言うことを意味する。化学蒸着の場合、S i 含有及び C 含有前駆物質ガスは、前記成長の開始時に非常に制御しにくい正確な比率で供給されなければならない。もしこれが起きると、成長の結果は非常に悪くなるか、最悪な場合には成長は不可能になる。成長速度を制御するのに必要なパラメーターは、本発明による方法では、広いパラメーター範囲内で容易に制御することができ、そのため関係するパラメーターの適切な制御を常に確実に行うことができる。成長速度を制御するための二つの主要なパラメーター、即ち、サセプタ内部の温度及びキャリアガス流量が存在する。サセプタ内部の温度は加熱手段 1 1 及び成長速度を制御することにより調節することができ、成長する結晶の品質は温度と共に高くなる。しかし、高い温度はサセプタの壁から不純物が出て来る危険も含む。キャリアガス流量は、基体の周りの雰囲気への気化 S i C の流れを制御する。成長速度はキャリアガス流を制御することにより非常に効果的に変動させることができ、このため装置はキャリアガス流の流量を調節するための概略的に示した手段 2 6 を有する。キャリアガスの流量が大きくなることは成長速度が大きくなることを意味するが、余りにも大きな成長速度は、成長材料の品質を低下する危険を含む。基体は S i C 粉末よりも高い温度を持つべきではない。なぜなら、それは低温領域、即ち S i C 粉末の方へ S i C を通常移動させる結果を与える温度勾配を意味するからである。しかし、この場合、キャリアガス流が完全に支配的であり、正しい方向へ「S i C 蒸気」を押しやり、その結果サセプタを垂直に配置すると起き易くなる負の温度勾配が室内で起きてても、それとは無関係に、積極的な成長が常に行われるようになる。

更に、S i 含有分子と C 含有分子との比は、導管 2 2 及び 2 3 を通ってキャリアガスへシラン及びプロパンを添加することにより、サセプタ室 1 8 中で一定に維持することができる。しかし、シランは、ケース 1 へ行く途中で部分的に分解するか、又はクラッキングされ、それは問題の導管の少なくとも部分的閉塞を起こし、全装置の機能を悪くし、信頼性を低下することになるであろう。そのようなクラッキングの危険はガス流量が低いと大きくなる。しかし、この問題は S i 又は S i C を粉末としてキャリアガス流へ導管 2 0 を通って添加することにより解決されている。このやり方では、炭素又は黒鉛を粉末として、もしそれが必要であることが判明したならば、添加することができる。S i は、約 1 4 0 0 のような高い温度で溶融するので、問題の導管の閉塞を起こす危険はない。この

10

20

30

40

50

ことは、S i はシランの形ではなく、S i 粉末の形で高い濃度でサセプタ室 18 へ供給して良いことを意味する。更に、爆発の危険も除かれている。キャリアーガスへ成分を添加する全ての組合せも用いることができるが、導管 20 又は 21 を通してキャリアーガス流へ S i 粉末のような成分の粉末、最終的には液体を添加するのが最も好ましいであろう。導管 16 を通って装置を出るガスを分析し、この分析の結果により前記添加を調節するために用いられる手段を与えることも可能である。成長に関係のある比率、S i C の場合、C / S i 比を制御するこの方法は、化学蒸着法を用いて目的物を成長させる時、即ち、成長させるべき材料の形でソース材料がサセプタ室内に存在していない時に用いて成功を収めることができる。

成長の初期段階は、直ぐその後で成長する層の品質にとって特に重要であるが、上に記載した方法により初期段階は適切に制御することができ、その後で非常に大きな制御速度、充分 mm / 時単位で示される程度の速度を達成することができる。達成される効率的な移動により、これらの高温で大きな成長速度を得ることができる。キャリアーガスによりサセプタ室へ供給される S i 粉末又はシラン及び黒鉛又はプロパンの純度により、望ましくない補償アクセプタが成長層中へ入るのを劇的に減少することができるのに対し、通常の温度で CVD によりそのような層をエピタキシャル成長すると、成長結晶中の少数キャリアーの寿命が著しく長くなる結果を与える。このことは、高電力パイボラ装置の製造にとって極めて重要な改良になる。このようにして、種子使用昇華法を用いた場合よりも同じか又は一層大きな成長速度で結晶を成長させることができるようになり、然も、遥かに高い結晶品質及び純度で成長させることができる。

図 3 は、本発明の第二の好ましい態様によるサセプタ 7 を示しており、それは 13 で示した種子結晶の形の基体上に S i C のブル 19 を成長するために用いる。このサセプタは、図 2 によるサセプタと同じやり方で、図 1 による装置中に組み込めるように考えられている。図 3 によるサセプタは、そのサセプタの底にガス出口孔 14 が配置している点で、図 2 によるものとは異なっているだけである。従って、図で示したように、ガスの流れは成長 S i C ブールの領域に達し、そこでソース材料が付着し、残りの成分は元へ戻るように流れ、孔 14 を通ってサセプタを出る。

このようにして結晶品質の高い S i C ブールが、用いた高温により充分大きな成分速度でエピタキシャル成長することができる。既に述べたように、サセプタ室 18 中では熱力学的平衡が存在し、そこでの C / S i 比は、上で述べたように適当な添加により容易に一定に維持することができる。このことは、成長速度及びマイクロパイプ形成の両方に影響を与える過飽和度を、温度勾配を用いずに変化させることができることを意味する。

図 4 は、本発明の第三の好ましい態様によるサセプタを示している。このサセプタは、他の二つの態様とは異なった唯一の原理的特徴、即ち、蓋 12 を有し、それにより成長結晶 19 を一定して引き上げることができ、好ましくはチョコラルスキー成長の場合のようにそれを回転しながら引き上げることができる。これが出来ないと、長い物体を成長させるためには遥かに長いサセプタ室を加熱しなければならなくなるであろう。固体ソース材料と結晶との間の距離が大きいことは、結晶に到達する前にサセプタ壁に付着することに関連して有害になるであろう。このようにして、本発明による方法を、限りない長さまで成長全体に互って同じ品質を有する S i C ブールを連続的に成長させるために用いることができる。この態様では、成長用ソース材料をサセプタ 7 より上流のキャリアーガス流に添加し、そのキャリアーガス流により固体又は液体状態でサセプタへ運び、成長用ソース材料を確実に連続的に供給することができる。そのような材料は S i、C 及び（又は）S i C の粉末でもよい。

本発明による方法の欠点は、種子使用昇華成長と比較して発生する材料の損失が大きくなることであるが、キャリアーガスで運ぶことにより、圧力は大気圧に維持することができ、それによってそれらの損失を或る程度限定することができる。それら損失は本質的にはガス速度によって左右される。例えば、下流側の阻止フィルター又は管によりこれらの損失が装置の機能を劣化させない限り、これは小さな問題である。なぜなら、新しいソース材料の新しい供給をいつでも維持することができるからである。

勿論、本発明は、上で述べた装置及び方法の好ましい態様に何等限定されるものではなく、本発明の基本的考えから離れることなく、幾つかの修正に対する可能性が当業者には明らかになるであろう。

既に述べたように、本発明は、第III族窒化物、第III族窒化物の合金、又はSiCと一つ以上の第III族窒化物との合金の成長に対しても適用することができ、それらについても対応する良好な結果を期待することができる。

請求の範囲の「物体」という定義は、太いプールと同様、種々の厚さの層のような全ゆる型の結晶のエピタキシャル成長を含めて用いられている。

勿論材料に関する全ての定義は、意図的なドーピングと同様、不可避免的な不純物も含むものである。

10

成長用ソース材料の一部分をキャリアガス流中へ固体の代わりに液体又は気体で添加し、それをサセプタ室内で蒸気状態へ持って行く（液体状態の場合）ことも勿論可能であるが、殆どそれが希望されることはない。キャリアガスの選択は、上で述べた二つの場合に何等限定されるものではない。

粉末とは異なった状態で、例えば、塊り或は粉末と塊りとの組合せとしてサセプタ中に成長材料としてソース材料を与えることは可能である。既に述べたように、これはサセプタ又は容器を成長材料で作るか、又はそれで内部を被覆することにより得ることもできる。最後に言及したソース材料をサセプタの底ではなく別の部分に与えることも可能であり、サセプタの垂直領域以外も可能であろう。

本発明の別の態様として、スクリー、例えば引張りによって起きる変位による以外の方法により、結晶をサセプタ室から外の方へ移動させてもよい。

20

請求の範囲中の「容器中で加熱することにより蒸気状態へ持って行く」という定義は、サセプタ室を加熱し、その上流の容器室を、固体ソース材料がサセプタより外の容器中で蒸気状態になるような温度へ間接的に加熱する場合も含むものである。

定義「成分」は、成長材料の一部分として理解されるべきであり、成長材料と同じでなくてもよい。

【図 1】

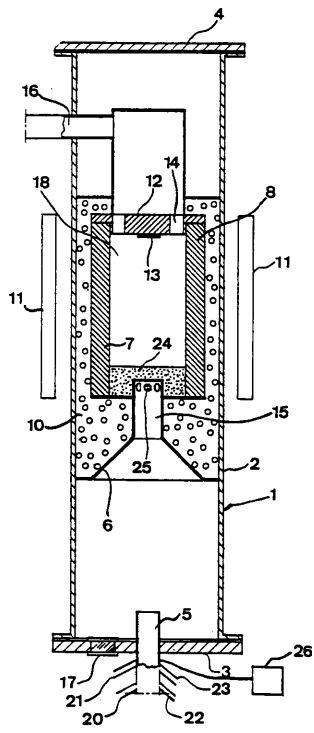


Fig 1

【図 2】

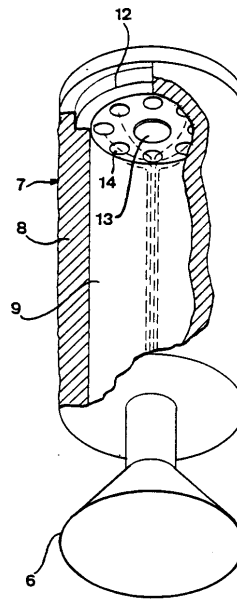


Fig 2

【図 3】

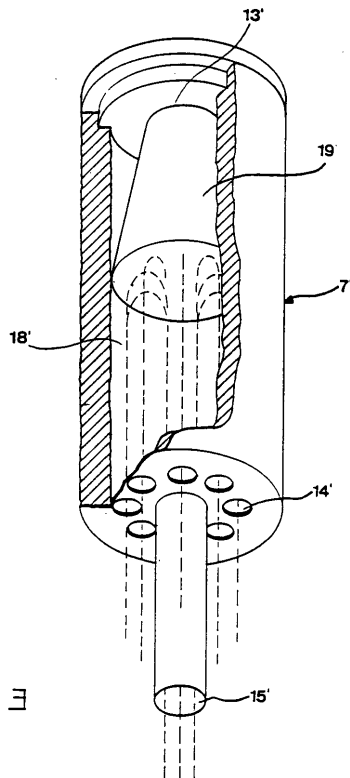


Fig 3

【図 4】

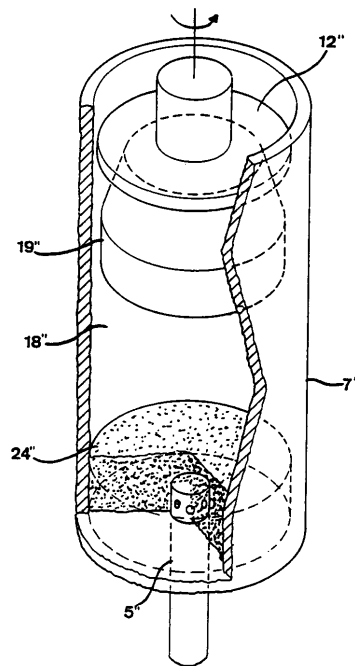


Fig 4

フロントページの続き

- (72)発明者 ハリン, クリステル
スウェーデン国 エス - 5 8 3 3 1 リンケピング, ビイグデガタン 3 4 5
- (72)発明者 ヤンツェン, エリク
スウェーデン国 エス - 5 9 0 3 0 ボレンスベルグ, イゲルコッツベージェン 6
- (72)発明者 ベハーネン, アスコ
フィンランド国 エフアイエヌ - 0 2 1 3 0 エスポー, ビサコイブンクヤ 1 4 エックス
- (72)発明者 ヤキモバ, ロジツア
スウェーデン国 エス - 5 8 3 3 0 リンケピング, トロスカレガタン 1 5
- (72)発明者 ツオミネン, マルコ
スウェーデン国 エス - 5 8 2 5 1 リンケピング, リドス アレ 1

審査官 若土 雅之

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

- (58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C30B 1/00 - 35/00
C23C 14/00 - 14/58