

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5488552号
(P5488552)

(45) 発行日 平成26年5月14日 (2014. 5. 14)

(24) 登録日 平成26年3月7日 (2014. 3. 7)

(51) Int. Cl. F I
C 3 O B 29/36 (2006. 01) C 3 O B 29/36 A
C 3 O B 25/16 (2006. 01) C 3 O B 25/16

請求項の数 17 (全 22 頁)

(21) 出願番号	特願2011-184890 (P2011-184890)	(73) 特許権者	000004260
(22) 出願日	平成23年8月26日 (2011. 8. 26)		株式会社デンソー
(62) 分割の表示	特願2005-195558 (P2005-195558) の分割		愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地
原出願日	平成17年7月4日 (2005. 7. 4)	(74) 代理人	100068755
(65) 公開番号	特開2011-241146 (P2011-241146A)		弁理士 恩田 博宣
(43) 公開日	平成23年12月1日 (2011. 12. 1)	(74) 代理人	100105957
審査請求日	平成23年8月26日 (2011. 8. 26)		弁理士 恩田 誠
(31) 優先権主張番号	特願2004-248656 (P2004-248656)	(72) 発明者	ニツ山 幸樹
(32) 優先日	平成16年8月27日 (2004. 8. 27)		愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		社デンソー内
		(72) 発明者	木藤 泰男
			愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会
			社デンソー内
		審査官	若土 雅之
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 S i C単結晶の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

S i C種結晶 (1 3) から S i C単結晶 (1 4) を成長させる S i C単結晶の製造方法において、

結晶成長中に結晶口径を測定する第 1 工程と、

前記第 1 工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む第 2 工程と、
を少なくとも有し、

前記 S i C単結晶の成長は結晶 (1 4) の側面にガイド部材 (6 a) を配置して行い、
前記結晶口径の測定は、成長した結晶 (1 4) の重量 (W) と成長量 (L) を測定することにより間接的に結晶口径を求めるものであり、

前記結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶 (1 4) をガイド部材 (6 a) に深く挿入することにより結晶口径を増加させ、浅く挿入することにより結晶口径を減少させるものであることを特徴とする S i C単結晶の製造方法。

【請求項 2】

S i C種結晶 (1 3) から S i C単結晶 (1 4) を成長させる S i C単結晶の製造方法において、

結晶成長中に結晶口径を測定する第 1 工程と、

前記第 1 工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む第 2 工程と、
を少なくとも有し、

前記 S i C単結晶の成長は結晶 (1 4) の側面にガイド部材 (6 a) を配置して行い、

10

20

前記結晶口径の測定は、成長した結晶（１４）の重量（W）と成長量（L）を測定することにより間接的に結晶口径を求めるものであり、

前記結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶（１４）の側面における任意の設定値よりも拡張した部分に対しレーザビームを照射することにより行うものであることを特徴とするS i C単結晶の製造方法。

【請求項３】

S i C種結晶（１３）からS i C単結晶（１４）を成長させるS i C単結晶の製造方法において、

結晶成長中に結晶口径を測定する第１工程と、

前記第１工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む第２工程と、
を少なくとも有し、

10

前記S i C単結晶の成長は結晶（１４）の側面にガイド部材（６a）を配置して行い、

前記結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶（１４）をガイド部材（６a）に深く挿入することにより結晶口径を増加させ、浅く挿入することにより結晶口径を減少させるものであることを特徴とするS i C単結晶の製造方法。

【請求項４】

前記結晶口径の測定はX線を用いて行うものであることを特徴とする請求項３に記載のS i C単結晶の製造方法。

【請求項５】

前記X線による口径の測定位置を、成長時の結晶（１４）における成長面側の端部としたことを特徴とする請求項４に記載のS i C単結晶の製造方法。

20

【請求項６】

前記X線を用いて結晶口径を測定する際に、結晶（１４）の周囲に配した複数のX線の発受信機（２５a, ２５b, ２６a, ２６b）にて、または、一对のX線の発受信機（２５a, ２５b）を結晶（１４）の周りに移動することにより、複数方向から口径の測定を行うようにしたことを特徴とする請求項４または５に記載のS i C単結晶の製造方法。

【請求項７】

前記結晶口径の測定は、原料ガスをガイド部材（６a）のガイド孔（３２）に通過させつつ当該ガイド孔（３２）内において結晶成長させる際に、ガイド孔（３２）を通過する光の量を測定することにより、間接的に結晶口径を求めるものであることを特徴とする請求項３に記載のS i C単結晶の製造方法。

30

【請求項８】

前記結晶口径の測定は、原料ガスをガイド部材（６a）のガイド孔（１１）に通過させつつ当該ガイド孔（１１）内において結晶成長させる際に、ガイド孔（１１）に向けて導入した音波または光波における、ガイド孔（１１）を通過する量を測定することにより、間接的に結晶口径を求めるものであることを特徴とする請求項３に記載のS i C単結晶の製造方法。

【請求項９】

前記結晶口径の測定は、成長した結晶（１４）の重量（W）と成長量（L）を測定することにより間接的に結晶口径を求めるものであることを特徴とする請求項３に記載のS i C単結晶の製造方法。

40

【請求項１０】

前記結晶口径の測定は、X線を用いて結晶成長の速度を求め、その成長速度の変化から間接的に結晶口径を求めるものであることを特徴とする請求項３に記載のS i C単結晶の製造方法。

【請求項１１】

前記第２工程において前記結晶口径の合わせ込みとS i C単結晶（１４）の成長を同時に行うようにしたことを特徴とする請求項１～１０のいずれか１項に記載のS i C単結晶の製造方法。

【請求項１２】

50

前記 S i C 単結晶 (1 4) の成長は原料ガスを連続供給して行うものであることを特徴とする請求項 1 ～ 1 1 のいずれか 1 項に記載の S i C 単結晶の製造方法。

【請求項 1 3】

前記 S i C 単結晶の成長は結晶 (1 4) を引き上げながら行うものであることを特徴とする請求項 1 ～ 1 2 のいずれか 1 項に記載の S i C 単結晶の製造方法。

【請求項 1 4】

結晶口径を縮小させる際に、結晶 (1 4) の表面をエッチングガスによりエッチングするようにしたことを特徴とする請求項 1 ～ 1 3 のいずれか 1 項に記載の S i C 単結晶の製造方法。

【請求項 1 5】

前記結晶表面のエッチング後において、エッチング時よりも大きなガス流により結晶表面に残留するパーティクルを除去した後に、再度成長を開始するようにしたことを特徴とする請求項 1 4 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

【請求項 1 6】

前記口径の合わせ込みを、設定値からのずれ (Δt) が、結晶 (1 4) の側面に配置したガイド部材 (6 a) と、結晶 (1 4) との間の距離 (Δd) の 5 割以内の範囲で行うようにしたことを特徴とする請求項 1 ～ 1 5 のいずれか 1 項に記載の S i C 単結晶の製造方法。

【請求項 1 7】

前記口径の合わせ込みを、設定値からのずれ (Δt) が、結晶口径 ($\phi 1$) の 2 % 以内の範囲で行うようにしたことを特徴とする請求項 1 ～ 1 5 のいずれか 1 項に記載の S i C 単結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、S i C 単結晶の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

S i C 単結晶は、高耐圧、高電子移動度という特徴を有するため、パワーデバイス用半導体基板として期待されている。従来、S i C 単結晶は、一般に昇華法 (改良レーリー法) と呼ばれる単結晶成長方法により製造されている。

【0003】

改良レーリー法は、黒鉛製坩堝内に S i C 原料を装入するとともにこの原料部と対向するように種結晶を黒鉛製坩堝の内壁に装着し、原料部を 2 2 0 0 ～ 2 4 0 0 ℃ に加熱して昇華ガスを発生させ、原料部より数十～数百℃ 低温にした種結晶上に再結晶化させることで S i C 単結晶を成長させるものである。

【0004】

この改良レーリー法では、S i C 単結晶の成長に伴って S i C 粉末原料が劣化するため、成長量に限界がある。たとえ、成長途中に原料粉末を追加する手段を採ったとしても、S i C が昇華する際に S i と C が 1 : 1 ではなく昇華するため、成長中に原料を追加すると、坩堝内の昇華ガスの濃度が揺らぎ、結晶を連続的に高品質に作製することの障害となってしまう。

【0005】

一方、C V D によって S i C をエピタキシャル成長させる技術が特許文献 1 に開示されている。この手法は気体原料を用いており、原料の組成を安定制御して連続供給が可能である。

【0006】

しかしながら上記方法においても、S i C 単結晶の成長に従い、成長結晶表面の周囲環境が変化し、結晶成長条件が変化する。そのため、結晶を長く成長 (長尺成長) する際に、品質を保持することが困難となっていた。

10

20

30

40

50

【0007】

この課題に対して、従来技術として結晶を引き上げながら成長する引き上げ成長の適用が考えられる。最も一般的にはSiのCZ法がある。この方法は、融液から結晶を引き上げるものであり、成長の制御は固液界面で容易に行われる。

【0008】

この技術をSiCのような気相成長に適用した場合、例えば、特許文献2では坩堝と種結晶を上下独立に駆動することにより、原料及び種結晶の温度を制御して、安定して成長することを提案している。しかしながら、実際には気相成長であるため、原料ガスが自由に拡散し、さまざまな箇所への結晶の析出が生じ、結晶性の劣化や装置の損傷を引き起こすことが予想される。

10

【0009】

そのため、特許文献3においては、結晶の側面にガイド部材を配置して結晶を成長させる方法が提案されている。これにより、結晶側面への原料ガスの回り込みを低減し、安定して成長することが可能となる。

【0010】

しかし、この方法においても、わずかではあるが、隙間に回り込んだ原料ガスが結晶側面に付着し、結晶口径を拡大する現象が見られた。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】特表平11-508531号公報

【特許文献2】特開平6-298594号公報

【特許文献3】特開2001-226197号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

本発明はこのような背景の下になされたものであり、その目的は、所望の口径の結晶を得ることができるSiC単結晶の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0013】

請求項1に記載のSiC単結晶の製造方法は、結晶成長中に結晶口径を測定する第1工程と、第1工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む第2工程と、を少なくとも有し、SiC単結晶の成長は結晶の側面にガイド部材を配置して行い、結晶口径の測定は、成長した結晶の重量と成長量を測定することにより間接的に結晶口径を求めるものであり、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶をガイド部材に深く挿入することにより結晶口径を増加させ、浅く挿入することにより結晶口径を減少させるものであることを特徴としている。

20

30

【0014】

このようなSiC単結晶の製造方法によれば、結晶成長中に結晶口径を測定して結晶口径を任意の設定値に合わせ込むことにより、所望の口径の結晶を得ることができる。また、温度変化や圧力変化などの品質にかかわるパラメータを変えずに、容易に口径を合わせ込むことが可能となる。

40

【0021】

また、請求項2に記載のSiC単結晶の製造方法は、結晶成長中に結晶口径を測定する第1工程と、第1工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む第2工程と、を少なくとも有し、SiC単結晶の成長は結晶の側面にガイド部材を配置して行い、結晶口径の測定は、成長した結晶の重量と成長量を測定することにより間接的に結晶口径を求めるものであり、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶の側面における任意の設定値よりも拡張した部分に対しレーザービームを照射することにより行うものであることを特徴としている。このSiC単結晶の製造方法によっても、結晶成長中に結晶口径を測定し

50

て結晶口径を任意の設定値に合わせ込むことにより、所望の口径の結晶を得ることができる。また、成長条件によらず口径を合わせ込むことが可能となる。

【0022】

また、請求項3に記載のSiC単結晶の製造方法は、結晶成長中に結晶口径を測定する第1工程と、第1工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む第2工程と、を少なくとも有し、SiC単結晶の成長は結晶の側面にガイド部材を配置して行い、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶をガイド部材に深く挿入することにより結晶口径を増加させ、浅く挿入することにより結晶口径を減少させるものであることを特徴としている。このSiC単結晶の製造方法によっても、結晶成長中に結晶口径を測定して結晶口径を任意の設定値に合わせ込むことにより、所望の口径の結晶を得ることができる。また、温度変化や圧力変化などの品質にかかわるパラメータを変えることなく、容易に口径を合わせ込むことが可能となる。

10

【0024】

請求項4に記載のように、請求項3に記載のSiC単結晶の製造方法において結晶口径の測定はX線を用いて行うものであると、結晶を直接観察することができ、正確な口径制御が可能となる。

【0025】

請求項5に記載のように、請求項4に記載のSiC単結晶の製造方法において、X線による口径の測定位置を、成長時の結晶における成長面側の端部とすることにより、観察領域を狭い領域としても効率的に口径の変化を測定できる。

20

【0026】

請求項6に記載のように、請求項4または5に記載のSiC単結晶の製造方法において、X線を用いて結晶口径を測定する際に、結晶の周囲に配した複数のX線の発受信機にて、または、一対のX線の発受信機を結晶の周りに移動することにより、複数方向から口径の測定を行うようにすると、位置による口径変化量を観察でき、より厳密に口径を測定できる。

【0028】

請求項7に記載のように、請求項3に記載のSiC単結晶の製造方法において、結晶口径の測定は、原料ガスをガイド部材のガイド孔に通過させつつ当該ガイド孔内において結晶成長させる際に、ガイド孔を通過する光の量を測定することにより、間接的に結晶口径を求めるものであると、成長領域から距離をおいて測定が可能のため、成長に影響を及ぼさず口径の測定が可能となる。

30

【0029】

請求項8に記載のように、請求項3に記載のSiC単結晶の製造方法において、結晶口径の測定は、原料ガスをガイド部材のガイド孔に通過させつつ当該ガイド孔内において結晶成長させる際に、ガイド孔に向けて導入した音波または光波における、ガイド孔を通過する量を測定することにより、間接的に結晶口径を求めるものであると、成長条件によらず安定して口径測定を行うことができる。

【0030】

請求項9に記載のように、請求項3に記載のSiC単結晶の製造方法において、結晶口径の測定は、成長した結晶の重量と成長量を測定することにより間接的に結晶口径を求めるものであると、容易に口径を測定することが可能となる。

40

【0031】

請求項10に記載のように、請求項3に記載のSiC単結晶の製造方法において、結晶口径の測定は、X線を用いて結晶成長の速度を求め、その成長速度の変化から間接的に結晶口径を求めるものであると、容易に口径を測定することが可能となる。

【0032】

請求項11に記載のように、請求項1～10のいずれか1項に記載のSiC単結晶の製造方法において、第2工程において結晶口径の合わせ込みとSiC単結晶の成長を同時に行うようにすると、効率的に長尺成長が実現できる。

50

【0033】

請求項12に記載のように、請求項1～11のいずれか1項に記載のSiC単結晶の製造方法において、SiC単結晶の成長は原料ガスを連続供給して行うものであると、効率的な長尺成長が実現できる。

【0034】

請求項13に記載のように、請求項1～12のいずれか1項に記載のSiC単結晶の製造方法において、SiC単結晶の成長は結晶を引き上げながら行うものであると、成長条件を変化させず、安定した長尺成長が行える。

【0035】

請求項14に記載のように、請求項1～13のいずれか1項に記載のSiC単結晶の製造方法において、結晶口径を縮小させる際に、結晶の表面をエッチングガスによりエッチングするようにすると、速く口径を縮小でき、口径の拡大量が大きいときには効果が大きい。

10

【0036】

請求項15に記載のように、請求項14に記載のSiC単結晶の製造方法において、結晶表面のエッチング後において、エッチング時よりも大きなガス流により結晶表面に残留するパーティクルを除去した後に、再度成長を開始すると、エッチング時に発生したパーティクルを除去して、高品質に成長を行うことができる。

【0037】

請求項16に記載のように、請求項1～15のいずれか1項に記載のSiC単結晶の製造方法において、口径の合わせ込みを、設定値からのずれが、結晶の側面に配置したガイド部材と、結晶との間の距離の5割以内の範囲内で行うようにすると、安定した合わせ込みが可能となる。

20

【0038】

請求項17に記載のように、請求項1～15のいずれか1項に記載のSiC単結晶の製造方法において、口径の合わせ込みを、設定値からのずれが、結晶口径の2%以内の範囲内で行うようにすると、成長条件の安定化を図ることが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【0039】

【図1】第1の実施形態におけるSiC単結晶の製造装置の概略断面図。

30

【図2】図1におけるX部の拡大図。

【図3】X線像を示す図。

【図4】(a)～(c)は製造工程を説明するためのイメージ図。

【図5】(a)～(c)は製造工程を説明するためのイメージ図。

【図6】第2の実施形態におけるSiC単結晶の製造装置の概略断面図。

【図7】(a)～(c)は製造工程を説明するためのイメージ図。

【図8】(a)～(c)は製造工程を説明するためのイメージ図。

【図9】別例におけるSiC単結晶の製造装置の概略横断面図。

【図10】別例におけるSiC単結晶の製造装置の概略縦断面図。

【図11】別例におけるSiC単結晶の製造装置の概略断面図。

40

【図12】別例を説明するための概略断面図。

【図13】別例を説明するためのL値とW値の関係を示す図。

【図14】別例におけるSiC単結晶の製造装置の概略断面図。

【図15】第3の実施形態におけるSiC単結晶の製造装置の要部での概略断面図。

【図16】別例におけるSiC単結晶の製造装置の要部での概略断面図。

【発明を実施するための形態】

【0040】

(第1の実施の形態)

以下、この発明を具体化した第1の実施の形態を図面に従って説明する。

図1には、本実施形態におけるSiC単結晶の製造装置の概略断面を示す。図1におけ

50

るX部、つまり、SiC種結晶13からSiC単結晶14が成長する部分における拡大図を図2に示す。

【0041】

図1において、筒形状の真空容器1が立設した状態で配置されている。真空容器1は、メイン容器2と、メイン容器2の上に配置した上部容器3と、メイン容器2の下に配置した下部容器4とからなる。メイン容器2の内部と上部容器3の内部と下部容器4の内部とは連通している。そして、メイン容器2の内部に配置した反応容器（下側反応容器5と上側反応容器6）に対して、下部容器4の内部を通して原料ガスが供給されるとともに、成長後の結晶14が上部容器3の内部から取り出されることになる。

【0042】

上部容器3は、例えばSUS（ステンレス）からなり、その側面には、結晶成長させたSiC単結晶14を取り出すための取出口3aが設けられている。上部容器3の天板3bには排気管7が接続されており、排気管7には真空ポンプ（図示せず）が接続されている。この真空ポンプ（真空排気系）により真空容器1内の圧力調整やパージなどを行うことができるようになっている。

【0043】

メイン容器2と下部容器4は、例えば石英管からなる。メイン容器2に比べ下部容器4の方が径が小さくなっており、メイン容器2と下部容器4はプレート2aを介して連通している。また、下部容器4の底板4aには上下方向に延びるガス導入管8が接続されている。このガス導入管8には水平方向に延びるガス導入管9が接続されている。

【0044】

前記メイン容器2の内部において壁面部には断熱材10が配置されている。また、メイン容器2内での断熱材10の内方には、有底円筒状の下側反応容器5が立設した状態で配置されている。下側反応容器5は黒鉛製である。下側反応容器5の上面開口部には、有蓋円筒状の上側反応容器6が配置されている。ここで、下側反応容器5と上側反応容器6の位置関係として、下側反応容器5に対して、有蓋円筒状をなす上側反応容器6が、上側反応容器6の下端開口部側から被せるように配置されている。このとき、下側反応容器5の外周面と上側反応容器6の内周面とは所定の距離だけ離間している。また、下側反応容器5の上端と上側反応容器6の蓋部6aとは離間している。

【0045】

上側反応容器6の蓋部6aにおいてその中央部にはガイド用透孔（以下、ガイド孔という）11が形成されている。このガイド孔11内をガスが通過することになる。本実施形態においては上側反応容器6の蓋部6aにてガイド部材が構成されている。以下、上側反応容器6の蓋部をガイド部材6aという。

【0046】

上側反応容器6の上方には台座12が配置されている。台座12は円柱部12aと拡張部（円板部）12bからなり、水平方向に延びるプレート状の拡張部12bの下面中央部から円柱部12aが下方に突出している構成となっている。つまり、円柱部12aの一端面（上面）には円板状の拡張部12bが形成され、拡張部12bは円柱部12aよりも径が大きい。円柱部12aの他端面（下面）には種結晶となる炭化珪素半導体基板13が取り付けられている（固定されている）。そして、この炭化珪素半導体基板13が種結晶となってガイド孔11内の中央部においてSiC単結晶14が成長することになる。このように、結晶14の側面にはガイド部材6aが配置されている。

【0047】

真空容器1の内部において、下側反応容器5の下には断熱材15が配置されている。断熱材15には原料ガス供給通路15aが形成されている。前記ガス導入管8、9からのガスが断熱材15の原料ガス供給通路15aに導入され、原料ガス供給通路15aを通過して上方の反応容器5、6の内部に供給される。具体的には、SiH₄、C₃H₈といったSiC単結晶成長のために必要な原料ガスと、H₂、CF₄、O₂といったエッチングガスと、Ar、Heといった不活性ガスと、N₂などのドーパントガスとを導入できるように

10

20

30

40

50

なっている。つまり、原料ガスとしては、例えば、モノシラン（Siを含有するガス）とプロパン（Cを含有するガス）を混合したものが使用される。

【0048】

このように、ガス導入管8, 9により、原料ガスを連続供給する機構が構成されている。

また、前述の台座12は上下方向に延びるシャフト16の下端に固定されている。このシャフト16は上下動機構（結晶引き上げ機構）17に連結され、この機構17によりシャフト16を上下動できるようになっている。つまり、図1の状態からシャフト16の上動により成長したSiCを試料取り出し室（上部容器3）まで移動させることができるとともに、上動させた状態から種結晶13を下動させてメイン容器2内に移動させることができる。さらに、成長時において任意の速度で成長結晶14を上部へ引き上げるようになっている。より詳しくは、図2に示すように、ガイド部材6aの厚さt1（ガイド孔11の長さ）の半分の高さH0が本実施形態における標準成長面高さとなっており、結晶14の下面（成長面）が標準成長面高さH0となるように台座12（結晶14）の高さが調整される。本実施形態においては後記するX線発生装置21とイメージ管22により成長速度をモニターして成長速度に応じて結晶14の下面が標準成長面高さH0となるように調整している。

10

【0049】

また、図1の上側反応容器6の上面には円筒部材18が配置され、円筒部材18の内部には台座12が配置されている。円筒部材18は黒鉛よりなる。この円筒部材18における、台座12の拡張部（円板部）12bの下の部位には透孔18aが径方向において多数形成されている。透孔18aを通して、ガイド孔11を通過したガスが抜けるようになっている。円筒部材18の内周面と台座12の拡張部（円板部）12bの外周面が接する状態で摺動する。このようにして台座12が上下動するようになっている。

20

【0050】

図1においてガイド孔11の配置高さにおける真空容器1の外周部には、加熱機構としての高周波誘導コイル（RFコイル）19が巻回されている。そして、同コイル19を通電することにより成長時において種結晶13や成長した結晶14や上側反応容器6における上半分での外周に誘導電流を流して上側反応容器6およびその内部等を加熱することができるようになっている。また、真空容器1の外周部における高周波誘導コイル19の下方には高周波誘導コイル（RFコイル）20が巻回されている。そして、同コイル20を通電することにより反応容器5, 6およびその内部を加熱することができるようになっている。上下の高周波誘導コイル19, 20は独立に制御（加熱）することができるようになっている。成長時の上下方向における温度プロファイルとしては、図1に示すように、反応容器5の内部に比べてその上側（ガイド孔11側）の方が低い。

30

【0051】

また、口径測定機構として、真空容器1の外部、詳しくは高周波誘導コイル19よりも外周側において、X線を発生する装置21と、X線を受けるイメージ管22が、ガイド孔11（結晶成長室）を挟んで対向するように設置されている。X線発生装置21はガイド孔11、即ち、成長時の結晶14における成長面側の端部に向かってX線を発生する。イメージ管22は真空容器1を通過したX線を受け、その強さに応じた信号を出力する。つまり、X線を反応容器6および結晶14を透過させ、透過強度分布をイメージ管22により、図3に示すように成長時の結晶14における成長面側の端部をイメージ像として捉えることにより観察することができるようになっている。詳しくは、結晶（SiC）は反応容器6の材料であるC（炭素：カーボン）よりもX線の吸収率が高い。そのためSiC単結晶14と黒鉛製（炭素製）の反応容器6を区別して観察することができる。このように、X線発生装置21とイメージ管22によりX線の発受信機が構成され、X線の発受信機（X線発生装置21とイメージ管22）により、結晶成長中に結晶口径を直接的に測定するための結晶口径測定手段が構成されている。

40

【0052】

50

また、図1のシャフト16内にはパイロメータ23が設置されるとともにガス導入管8の下にはパイロメータ24が設置されており、パイロメータ23、24により台座12および反応容器5、6内の温度を測定することができるようになっている。

【0053】

次に、SiC単結晶の製造方法について説明する。

結晶を成長する際には、種結晶13を配置した後、真空容器1内を真空排気するとともに、ガス導入管8、9を介してアルゴンガス(Ar)を導入する。その後、高周波誘導コイル19、20に電源を投入し、反応容器5、6等を誘導加熱する。そして、反応容器5、6内の温度を所定温度(好ましくはSiCが昇華可能な2400℃前後)で安定させる。同時に、ガイド孔11内の圧力を所定圧力とする。そして、原料ガス供給通路15aを介して、原料ガスを反応容器5、6内に導入する。このガスは種結晶13に供給され、成長が開始される。

10

【0054】

成長時には、図2に示すように、成長した結晶14の下面(成長面)がガイド部材6aのガイド孔11における厚さt1の半分の高さ(標準成長面高さ)H0となるように成長中に台座12が上方に引き上げられる。一方、ガスの一部はガイド孔11を抜けて図1の円筒部材18の透孔18aを通過して排気管7に向かう。また、ガスの一部は反応容器5内から反応容器5の外周面と反応容器6の内周面との間を通過して排気管7に向かう。

【0055】

20

原料ガスの種結晶13への供給に伴い結晶が成長し、結晶長さが所定値になったならば原料ガスの供給を止める。そして、図1の取出口3aから結晶14が取り出される。

ここで、SiC単結晶の製造時における結晶口径の調整方法について、図4、5を用いて説明する。

【0056】

図4(a)、(b)、(c)は、成長した結晶14の口径が成長途中で拡大した場合における一連の工程を示す。図5(a)、(b)、(c)は、成長した結晶14の口径が成長途中で縮小した場合における一連の工程を示す。

【0057】

まず、図4(a)に示すように、結晶口径の拡大/縮小を観察する。観察は前述のX線発生装置21及びイメージ管22で行う。結晶口径が拡大した場合、図4(b)に示すように、口径を縮小するよう制御を行う。具体的には、ガイド孔11への結晶14の挿入を浅くする。これにより、結晶側面へ到達した原料ガスは、そのままガイド部材6aの裏面(上面)へ拡散し、また結晶の口径拡大部も昇華し(エッチングされ)、口径が縮小する。一方、結晶下面へ到達した原料ガスは、通常通り、結晶下面で付着し成長する。そして、図4(c)に示すように、口径の制御を緩め、成長を行う。

30

【0058】

一方、図5(a)に示すように、口径が縮小した場合、図5(b)に示すように、口径を拡大するよう制御を行う。これは、縮小する場合とは逆に、結晶14をガイド孔11へ深く挿入する。これにより、ガイド孔11の内面と結晶14の間を通過してガイド孔11の裏面(上面)へ到達するためのガスの流れ抵抗が増加し、結晶側面でのガスの滞留時間が増加する。その結果、縮径部において径方向への成長が促進されて結晶口径が拡大する。また、結晶下面へ到達した原料ガスは結晶下面で付着して成長する。次に、図5(c)に示すように、引き続き成長を行う。

40

【0059】

これらのことを成長中に人の手によって繰り返し、もしくは自動制御にて連続的に行うことにより、高品質で長いSiC単結晶インゴットを作製することができる。

本実施形態においては、図1のガイド部材6aと上下動機構17により、結晶口径測定手段(21、22)による結晶口径の測定結果に基づいて結晶口径を任意の設定値にすべく結晶口径を調整する結晶口径調整手段が構成されている。

50

〔実施例〕

図4, 5に示す工程で説明する。

【0060】

まず、台座12に種結晶13を取り付け、所定の位置に、口径（直径） $\phi 1$ が100mmの種結晶13を配置した。この際、種結晶13は、4H-SiCの(0001)のC面がガイド孔11側を向くように配置した。また、ガイド孔11の内径（直径）は102mmとして、ガイド孔11の内面と種結晶13（結晶14）の間の距離 Δd を1mmとした。ガイド部材6aの厚さ（ガイド孔11の長さ）は20mmとし、種結晶下面（成長面）をガイド孔11に10mm挿入した。

【0061】

この状態で、真空容器1内を真空排気するとともに、ガス導入管8, 9からアルゴンガス（Ar）を10SLMの流量で導入した。その後、高周波誘導コイル19, 20に電力を投入し、反応容器5, 6を2400℃に加熱、昇温した。その後、反応容器5, 6の温度が2400℃で安定した時点で真空容器1内の圧力を 2.66×10^4 Paとし、原料ガス等をマスフローコントローラにより流量を調節して反応容器5, 6内に導入した。原料ガスの導入の際には、SiH₄を1.2SLM、C₃H₈を0.32SLM、アルゴンガス（Ar）を3SLM流し成長を開始した。また、成長開始と同時にX線発生装置21を駆動し、結晶口径及び成長速度の測定を行なった。成長速度に応じて台座12（結晶14）を引き上げ、結晶端部が常にガイド孔11に10mm挿入されている状態を保った。

【0062】

成長開始からやや口径が拡大し、5時間の成長により、7mm成長したところで、口径が100.4mmとなり、片側において0.2mm拡張して、結晶14とガイド孔11の内面の間の距離 Δd （=1mm）の2割に達した。そこで、結晶14をガイド孔11から5mm引き上げ、成長面を5mmの挿入位置に保った。この状態で30分維持することにより、結晶口径（直径）は再び100mmまで減少することができた。その後、結晶14の成長面をガイド孔11から7mmの深さまで挿入し、成長を続けた。その状態で更に7時間成長することにより、結晶口径が99.6mmまで減少した。そこで、再び結晶14の成長面をガイド孔11から10mmの深さまで挿入し、成長を続けた。

【0063】

これらの過程を繰り返すことにより、50時間の連続引き上げ成長が実現でき、成長量65mmのSiC単結晶インゴットを得ることができた。

以上のごとく、結晶14を引き上げながら成長を行う。一般的に、SiCの成長においては、原料が気体であるため、原料ガスの回り込みや結晶からの昇華により、口径の拡大／縮小が生じ成長が不安定になる。これを解決するため、本実施形態では、口径を観察して口径を任意の設定値に合わせ込み、続けて成長を行う。具体的には、口径の観察にはX線を用い、反応容器5, 6を透過観察する。口径の制御については、結晶14のガイド孔11への挿入量を変化することにより、結晶側面のガスの流れを制御し、口径を合わせ込む。このような一連の工程を、必要に応じて複数回行なうことにより、長い成長量にわたってSiC単結晶を高品質に成長することができる。つまり、成長中の口径を制御し、長い成長量にわたってSiC単結晶を高品質に連続成長することができる。

【0064】

以上のように本実施形態は下記の特徴を有する。

SiC単結晶の製造方法として、結晶成長中に結晶口径を直接的に測定する（第1工程）。そして、第1工程で測定した結晶口径を任意の設定値に合わせ込む（第2工程）。よって、結晶成長中に結晶口径を測定して結晶口径を任意の設定値に合わせ込むことにより、所望の口径の結晶を得ることができる（目標値から外れずに、連続長尺成長が実現できる）。詳しくは、成長中に結晶口径の拡大／縮小を積極的に制御して、結晶の成長方向において所望の口径でガイド部材6aと接触することなく（干渉することなく）、高品質なSiC単結晶を成長することができる。つまり、結晶口径を測定することにより口径の制御の方向が判断でき、口径を目標値に合わせ込みつつ成長を継続して行うことにより、結

10

20

30

40

50

晶がガイド部材 6 a に付着せずに、また目標値から外れずに、連続的に長尺成長を行わせることができる。

【0065】

また、図 4 (b) や図 5 (b) に示すように、結晶口径の合わせ込みと SiC 単結晶 14 の成長を同時に行うようにしたので、効率的に長尺成長が実現できる。

また、SiC 単結晶 14 の成長は原料ガスを連続供給して行うものであるので、原料を連続供給することにより、さらに効率的な長尺成長が実現できる。

【0066】

また、SiC 単結晶の成長は結晶 14 を引き上げながら行うものであるので、成長条件を変化させず、安定した長尺成長を行うことができる。

10

また、SiC 単結晶の成長は結晶 14 の側面にガイド部材 6 a を配置して行うものであるので、口径の制御を容易に行うことができる。

【0067】

一方、結晶口径の測定は X 線を用いて行うものであり、結晶 14 の側面から黒鉛製の反応容器 6 の内部の結晶 14 を直接観察することができ、正確な口径制御が可能となる。ここで、結晶口径の測定は X 線を用いて結晶 14 の底面から黒鉛製の反応容器 5, 6 の内部の結晶 14 を直接観察してもよく、この場合においても正確な口径制御が可能となる。

【0068】

また、X 線による口径の測定位置を、成長時の結晶 14 における成長面側の端部とした。よって、観察領域を狭い領域としても効率的に口径の変化を測定できる。つまり、狭い領域のみに X 線を照射するだけでよく小型の X 線発生装置 21 およびイメージ管 22 においても効率的に口径の変化を測定することができる。

20

【0069】

さらに、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、結晶 14 のガイド部材 6 a への挿入量を変化させることにより行うものである。つまり、結晶のガイド孔 11 への挿入量により、ガイド部材 6 a の裏面（上面）へのガスの流れ量を制御し、口径の合わせ込みを行う。この方法では、結晶表面の成長条件を変化させずに、結晶側面の結晶の付着・昇華を制御する。そのため、成長を行いながらの口径の制御が可能となる。

【0070】

特に、結晶口径の設定値への合わせ込みは、結晶 14 をガイド部材 6 a に深く挿入することにより結晶口径を増加させ、浅く挿入することにより結晶口径を減少させるものである。よって、結晶のガイド孔 11 への挿入を深くすることにより、台座 12 の裏面（上面）へのガスの流れ抵抗を増大し、結晶側面でのガスの付着を促進して口径を拡大する。また、浅く挿入することにより流れ抵抗を減少し、口径を縮小する。このように、温度変化や圧力変化などの品質にかかわるパラメータを変えることなく、容易に口径を合わせ込むことが可能となる。

30

【0071】

ここで、口径の合わせ込みを、図 4 (b) に示すごとく、設定値からのずれ Δt が、結晶 14 とガイド部材 6 a の間の距離 Δd の 2 割以内の範囲内で行うようにした。広義には、設定値からのずれ Δt が結晶 14 とガイド部材 6 a の間の距離 Δd の 5 割以内の範囲内で行うようにする。つまり、口径のずれ Δt を結晶 14 とガイド部材 6 a との間の距離 Δd の 5 割以内に収めるようにする。これは以下の理由による。口径が大きくなると、ガイド部材 6 a の裏面（上面）へのガスの流れ抵抗が増大するため加速度的に口径が増大する。また、口径が減少するとガスが流れやすくなるために口径が加速度的に減少する。そのため、5 割を超えると、合わせ込みの速度よりも、口径の変化速度が大きくなり、安定した口径制御を行いにくい、5 割以内では安定した合わせ込みが可能となる。

40

【0072】

あるいは、口径の合わせ込みを、図 4 (b) に示すように、設定値からのずれ Δt が、結晶口径 $\phi 1$ の 2 % 以内の範囲内で行うようにしてもよい。これにより、台座 12 への放熱量（結晶 14 の放熱量）や熱輻射量も大きく変化せず、成長条件を安定化することがで

50

きる。詳しくは、S i Cの成長は2000℃という高温であり、熱輻射が大きく影響するため、結晶口径の変化により反応容器5, 6内の温度分布が変化し、2%を超えると、安定した温度制御が困難となる。また、2%以内ならば後工程でのウエハ加工も容易である。

(第2の実施の形態)

次に、第2の実施の形態を、第1の実施形態との相違点を中心に説明する。

【0073】

図6には、本実施形態におけるS i C単結晶の製造装置の概略断面を示す。

装置の主な構成は、第1の実施形態とほぼ同じであるが、口径測定機器としてX線を用いた機器ではなく、光量測定器30を用いてガイド孔32を通過する光の量を測定することにより間接的に口径を測定する(ガイド孔32からの漏れ光量を測定することにより結晶とガイド部材6aの距離を間接的に測定する)。詳しくは、光量測定器30はシャフト16に固定されている。また、台座12の拡張部(円板部)12bには光観察用のスリット31が形成されている。観察される光としては、ガイド部材6aの裏(上面)からの輻射光及び、結晶14とガイド部材6aの間を通る反応容器5, 6内からの輻射光がある。反応容器5, 6内の輻射光はガイド部材6aの裏(上面)の輻射光よりも高温で発せられる光であり、区別して観察できる。そのため、反応容器5, 6内からの輻射光の変化により、結晶14とガイド部材6a(ガイド孔32の内面)の間の距離の変化が推定でき、口径の変化を推測することができる。また、ガイド孔32は引き上げ方向に広がるテーパ形状をなしており、口径もわずかに広がるように成長する。

【0074】

成長に関しては第1の実施形態と同じである。

結晶口径の調整方法について、図7, 8を用いて説明する。

図7(a), (b), (c)は、成長した結晶14の口径が成長途中で拡大した場合における一連の工程を示す。図8(a), (b), (c)は、成長した結晶14の口径が成長途中で縮小した場合における一連の工程を示す。

【0075】

まず、図7(a)に示すように、結晶口径の拡大/縮小を観察する。例えば図7(a)のように、結晶口径が目標値に対して拡大した場合、図7(b)に示すように、口径を縮小するよう制御を行う。この場合、ガイド部材6aが高温化するように、図6における上部の高周波誘導コイル19のパワーを増大させる。これにより、ガイド部材6aが高温化し、向かい合う結晶側面が集中的に高温化される。その結果、結晶14の下端部外周ではエッチングが生じ、口径が縮小する。一方、結晶14の下面中央部においては、結晶温度は、下側反応容器5からの輻射と台座12への放熱が主に効いているため、大きく変わらず、結晶下面へ到達した原料ガスは、通常通り、結晶下面で付着し成長する。そして、図7(c)に示すように、口径の制御を緩め、成長を行う。

【0076】

一方、図8(a)に示すように、口径が目標値に対して縮小した場合、図8(b)に示すように、口径を拡大するよう制御を行う。これは縮小する場合とは逆に、図6における上部の高周波誘導コイル19のパワーを減少し、ガイド部材6aを低温化する。その結果、向かい合う結晶側面も低温化し、縮径部において径方向への成長が促進されて結晶口径が拡大する。また、結晶下面へ到達した原料ガスは結晶下面で付着して成長する。次に、図8(c)に示すように引き続き成長を行う。

【0077】

これらのことを成長中に人の手によって繰り返し、もしくは自動制御にて連続的に行うことにより、高品質で長いS i C単結晶インゴットを作製することができる。

[実施例]

図7, 8に示す工程で説明する。

【0078】

まず、台座12に種結晶13を取り付け、所定の位置に直径が100mmの種結晶13

を配置した。この際、種結晶 13 は、4H-SiC の (0001) の C 面がガイド孔 32 側を向くように配置した。また、ガイド孔 32 の内径は下端側で直径が 102 mm、上端側で直径が 104 mm と引き上げ方向に対して広がる形状とした。ガイド部材 6a の厚さ (ガイド孔 32 の長さ) は 20 mm とし、種結晶下面 (成長面) をガイド孔 32 に 10 mm 挿入した。種結晶下面 (成長面) でのガイド部材 6a と結晶 14 の間の距離は 1.5 mm となる。

【0079】

この状態で、真空容器 1 内を真空排気するとともに、ガス導入管 8, 9 からアルゴンガス (Ar) を 10 SLM の流量で導入した。

その後、高周波誘導コイル 19, 20 に電力を投入し、反応容器 5, 6 を 2400℃ に加熱、昇温した。その後、反応容器 5, 6 の温度が 2400℃ で安定した時点で真空容器 1 内の圧力を 2.66×10^4 Pa とし、原料ガス等をマスフローコントローラにより流量を調節して反応容器 5, 6 内に導入した。原料ガスの導入の際には、SiH₄ を 1.2 SLM、C₃H₈ を 0.32 SLM、Ar を 3 SLM 流し成長を開始した。また、昇温開始からガイド孔 32 を通過する光の量を測定し、結晶 14 の口径を推測する。

【0080】

成長中は、成長速度に応じて台座 12 (結晶 14) を引き上げ、結晶 14 の下端部が常にガイド孔 32 に 10 mm 挿入されている状態を保った。

成長開始からやや口径が拡大し、7 時間の成長により、10 mm 成長したところで、口径が 101.2 mm となり、片側において 0.6 mm 拡張して結晶 14 とガイド部材 6a の間の距離 (= 1.5 mm) の 4 割に達した。そこで、上部の高周波誘導コイル 19 のパワーを上昇させ、2 時間維持することにより、結晶口径は再び $\phi 100$ mm まで減少することができた。しかし、温度上昇の影響で、成長速度も 1.4 mm/h から 1.1 mm/h まで低減した。その後、再び上部の高周波誘導コイル 19 の誘導パワーを減少し、成長を行った。

【0081】

テーパのガイド孔 32 を用いた場合、口径拡大しても、引き上げが可能なため、制御の範囲が広くとれ、また、制御中の成長も容易になる。

この過程を繰り返すことにより、50 時間の連続引き上げ成長が実現でき、成長量 60 mm の SiC 単結晶インゴットを得ることができた。

【0082】

以上のごとく、本実施形態においては、結晶口径の測定を X 線を用いて行うのではなく、原料ガスをガイド部材 6a のガイド孔 32 に通過させつつガイド孔 32 内において結晶成長させる際に、ガイド孔 32 を通過する光の量を測定することにより、間接的に結晶口径を求めるようにした (結晶 14 とガイド部材 6a との間の距離を測定する)。これは、成長領域から距離をおいて測定が可能なため、成長に影響を及ぼさず口径の測定が可能となる。

【0083】

また、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みとして、ガイド部材 6a の温度を変化させることにより行うようにした (結晶の温度を変化させることにより口径の合わせ込みを行うようにした)。よって、容易に口径を合わせ込むことが可能となる。

【0084】

上記各実施形態では、口径測定の手法として X 線や光量観察を用いたが、結晶口径の測定手法として次のようにしてもよい。

(1-1) 図 9 に示すように、結晶 14 の周りに複数の X 線の発受信機 (第 1 の発受信機 25a, 25b および第 2 の発受信機 26a, 26b) を配置する。そして、X 線を用いて結晶口径を測定する際に、結晶 14 の周囲に配した複数の X 線の発受信機 (25a, 25b, 26a, 26b) にて、複数方向から口径の測定を行うようにしてもよい。

【0085】

あるいは、一対の X 線の発受信機 (25a, 25b) を結晶 14 の周りに移動可能に配

10

20

30

40

50

置する。そして、一对のX線の発受信機（25a, 25b）を結晶14の周りに移動することにより複数方向から口径の測定を行うようにしてもよい。このようにして、複数の方向から観察することにより、位置による口径変化量を観察でき、より厳密に口径を測定できる。

【0086】

（1-2）結晶口径の測定手法として、図10に示すように、原料ガスをガイド部材6aのガイド孔11に通過させつつガイド孔11内において結晶成長させる際に、原料ガスの流れF1におけるガイド孔11の下流側の圧力P1とガイド孔11の上流側の圧力P2の差から、間接的に結晶口径を求める。あるいは、ガイド孔11から排気するガス流量Q1から、間接的に結晶口径を求める。あるいは、ガイド孔11から排気するガス流速vから間接的に結晶口径を求めるようにしてもよい。つまり、反応容器5, 6内部からガイド部材6a（台座12）の上方への流れF1を利用して口径を求める。このように、反応容器5, 6の内部からガイド部材6aの上面への流れF1の変化によって生じるパラメータを測定することにより、結晶14とガイド部材6aの間の距離の変化を測定する。この方法は複雑な機構を必要とせず、容易に口径測定を行うことができる。

10

【0087】

（1-3）図11に示すように、結晶口径の測定手法として、断熱材15の内部に発光器41を埋設するとともに発光器41からの光を透孔15b, 5aを通してガイド孔11における外周部に向かわせ、台座12に設けたスリット42を通して受光器40で受ける。なお、発光器41による光波に代わり音波を用いてもよい。

20

【0088】

このように、原料ガスをガイド部材6aのガイド孔11に通過させつつガイド孔11内において結晶成長させる際に、ガイド孔11に向けて導入した光波または音波における、ガイド孔11を通過する量を測定することにより、間接的に結晶口径を求める。このように積極的に光波、音波等を導入することで、成長条件によらず安定して口径測定を行うことができる。

【0089】

（1-4）図12に示すように、結晶口径の測定手法として、成長した結晶14の重量Wと成長量Lを測定することにより間接的に結晶口径を求める。つまり、L値とW値から、図13に示すように円柱状に結晶成長しているか否かの判定をすることができる。このように、重量Wと成長量Lにより口径を推定する。重量測定は安価にかつ容易に行えるため、容易に口径を測定することが可能となる。

30

【0090】

（1-5）X線を用いて結晶成長の速度をモニタするシステムにおいて、この成長速度の変化から口径拡大量を測定する。つまり、結晶口径の測定手法として、X線を用いて結晶成長の速度を求め、その成長速度の変化から間接的に結晶口径を求める。より詳しくは、結晶14とガイド部材6aとの間の距離が狭まると、原料ガスが滞留するため、成長速度が増す。これにより成長速度の測定と、結晶口径の測定を同時に行うことができ、簡易に結晶口径の測定・制御を行うことができる。

【0091】

40

（1-6）結晶口径の測定は、前記第1の実施形態でのX線を用いる手法と、前記第2の実施形態でのガイド孔32を通過する光の量を測定する手法と、（1-2）の手法と、（1-3）の手法と、（1-4）の手法と、（1-5）の手法のうちの複数の手法を用いてもよい。広義には、これまで述べてきた口径測定手法を複数組み合わせ実施してもよい。複数の口径測定手法を用いることにより、黒鉛製の反応容器5, 6内という直接観察できない空間において、口径をより厳密に測定することができる。

【0092】

これら口径測定手法は、目的に応じて使い分ける。

また、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みとして、上記各実施形態では、ガイド部材6aへの結晶の挿入量やガイド部材6aの温度を変化させる手法を用いたが、次のよう

50

にしてもよい。

【0093】

(2-1) 結晶口径の任意の設定値への合わせ込みを、複数の成長パラメータを変化させることにより行うようにする。複数の成長パラメータを変化することにより、応答性や安定性に優れた口径の合わせ込みが可能となる。

【0094】

ここで、複数の成長パラメータは、応答性の良いパラメータと応答性の悪いパラメータを少なくとも一つずつ含んでおり、応答性の良いパラメータと応答性の悪いパラメータを組み合わせることで変化させることにより結晶口径を任意の設定値に合わせ込むようにする。応答性の良いパラメータと応答性の悪いパラメータを組み合わせることにより、速やかに且つ安定した口径の合わせ込みが可能となる。

10

【0095】

詳しくは、応答性の良いパラメータとして、結晶14の側面に配置したガイド部材6aへの結晶14の挿入量と、結晶14への原料ガスの分圧と、同じく結晶14への原料ガスの流速のうちの少なくともいずれか一つを用いる。これにより、結晶14のガイド部材6aへの挿入量は流れを変化させ、原料ガスの分圧は直接過飽和度を変化させる。流速は境界層に影響を与える。これらは変化させたときに、応答性良く成長に影響を与える。また、大幅な変更をしない限り、結晶性を劣化させない。これにより応答性の良い口径の制御が可能となる。

【0096】

20

一方、応答性の悪いパラメータとして、結晶14の側面に配置したガイド部材6aの温度と、ガイド部材6a内に原料ガスを供給しつつ成長させる際の結晶14の引き上げ速度のうちのいずれか一つを用いる。ガイド部材6aの温度は結晶側面を輻射で暖める。これはガイド部材6a(反応容器6)を加熱してから長時間必要である。しかし、結晶側面とガイド部材6aの温度の差を大きくしても、分圧等の変化と異なり、結晶表面には大きな変化は与えない。そのため、安定した成長が可能となる。引き上げ速度は、すぐにガスの流れを変えるものではなく、口径制御としての反応は遅い。これはSiなどの融液成長とは異なる点である。しかし急激な動きや温度変化も引き起こさない。そのため、安定して成長できる。

【0097】

30

(2-2) 結晶口径を任意の設定値に合わせ込む手法として、結晶14の側面での原料ガスを不活性ガスもしくはエッチングガスにより希釈することにより行う。このように、結晶側面における原料ガスの分圧を局所的に下げる(薄める)ことで、連続成長中の口径の縮小や拡大の抑制が可能となる。

【0098】

(2-3) 結晶口径を任意の設定値に合わせ込む手法として、図14に示すように、結晶14の側面とガイド部材6aの間において放電を起こさせることにより行う。これにより、結晶側面の温度が上昇し、積極的な口径の制御が可能となる。

【0099】

(2-4) 結晶口径を任意の設定値に合わせ込む手法として、図14に示すように、結晶14の側面における任意の設定値よりも拡張した部分に対しレーザビームを照射することにより行う。詳しくは、図4においては、結晶14の側面とガイド部材6aの間にレーザビームを照射することにより行う。これにより、成長条件によらず口径を合わせ込むことが可能となる。

40

【0100】

(2-5) 第2の実施形態で説明したように結晶口径の任意の設定値への合わせ込みは、ガイド部材6aの温度を変化させることにより行う場合において、ガイド部材6aの温度調整にて結晶口径を縮小させる際に、結晶14の表面もエッチングガスによりエッチングする。これにより、速く口径を縮小でき、口径の拡大量が大きいときには効果が大きい。ここで、結晶表面のエッチング後において、エッチング時よりも大きなガス流により結

50

晶表面に残留するパーティクルを除去した後に、再度成長を開始する。これにより、エッチング時に発生したパーティクル等を除去して高品質に成長を行うことができる。なお、結晶口径の任意の設定値への合わせ込みをガイド部材 6 a の温度を変化させることにより行う場合以外（ガイド部材 6 a の温度調整以外）の場合において、結晶口径を縮小させる際に結晶 1 4 の表面をエッチングガスによりエッチングするようにしてもよい。

【0101】

これら口径制御手法は、目的に応じて使い分ける。

（第 3 の実施の形態）

次に、第 3 の実施の形態を、第 1 の実施の形態との相違点を中心に説明する。

【0102】

図 1 5 に、本実施形態における S i C 単結晶の製造装置の要部での縦断面図を示す。本実施形態で用いる製造装置は、台座 1 2、下側反応容器 5 等において特徴を有しており、その特徴的構成の一部は図 1 等に開示した内容であるが改めてその構成について詳しく説明する。

【0103】

図 1 5 において、台座 1 2 は、円柱部 1 2 a と拡張部（円板部）1 2 b を有し、円柱部 1 2 a の一端（上面）に円柱部 1 2 a よりも径が大きい拡張部 1 2 b が形成されるとともに、円柱部 1 2 a の他端面（下面）に S i C 種結晶 1 3 が固定されている。円柱部 1 2 a は S i C 種結晶 1 3 および S i C 単結晶 1 4 とほぼ同一径である。S i C 種結晶 1 3 は円柱部 1 2 a の他端面（下面）に接着剤によって貼り付けられている。

【0104】

台座 1 2 は、拡張部 1 2 b の外周面が円筒部材 1 8 の内周面と接する状態で摺動可能となっている（密着して擦り合った状態で上下動することができるようになっている）。そして、台座 1 2 は、結晶成長時に、円筒部材 1 8 内において拡張部 1 2 b の外周面が円筒部材 1 8 の内周面と接する状態で成長方向とは逆方向、即ち、上方に摺動する。

【0105】

ガイド部材 6 a は、円筒部材 1 8 の下側開口部に配置され、ガイド孔 1 1 を有している。ガイド孔 1 1 の径 $\phi 7$ は円筒部材 1 8 の内径 $\phi 5$ よりも小さく、S i C 種結晶 1 3 に向かう原料ガスが通過する。ガイド部材 6 a は、結晶 1 4 の側面に位置している。

【0106】

図 1 で示した結晶口径測定手段としての X 線発生装置 2 1 とイメージ管 2 2 により、結晶成長中に結晶口径を測定することができる。結晶口径調整手段としての上下動機構 1 7 により、結晶口径の測定結果に基づいて結晶口径を任意の設定値にすべく台座 1 2 を円筒部材 1 8 内において移動させて結晶口径を調整する（図 4（a）～（c）、図 5（a）～（c）参照）。これにより所望の口径の結晶を得ることができる。

【0107】

なお、結晶口径測定は他の手段を用いて行ってもよく、また、結晶口径調整も他の手段を用いて行ってもよい。

図 1 5 の拡張部 1 2 b の外径（直径）D 1 は円柱部 1 2 a の外径 D 2 より大きく、詳しくは、拡張部 1 2 b の外径 D 1 と円柱部 1 2 a の外径 D 2 の差（ $= D 1 - D 2$ ）が 1 0 m m 以上、1 5 0 m m 以下である。

【0108】

原料ガスがガイド部材 6 a のガイド孔 1 1 を通過して S i C 種結晶 1 3 に向かうが、台座 1 2 は、S i C 種結晶 1 3 および S i C 単結晶 1 4 とほぼ同一径の円柱部 1 2 a と、円柱部 1 2 a の径より大きい径をもつ拡張部 1 2 b を有しているので、単に円柱状の台座を用いた場合に比べ、円筒部材 1 8 と拡張部 1 2 b の摺動部（擦り合わせ部）はガイド孔 1 1 から離れており、ガイド孔 1 1 を通過した原料ガスにより S i C 多結晶が摺動部に付着しにくくなる。また、台座 1 2 は円筒部材 1 8 の内周面と拡張部 1 2 b の外周面が接する状態で摺動するので、ガイド孔 1 1 を通過した原料ガスが台座 1 2 の拡張部 1 2 b と円筒部材 1 8 の隙間から逃げにくく S i C 多結晶が摺動部に付着しにくい。

【0109】

このように、円筒部材18と台座12の拡張部12bはSiC多結晶の付着による固着が生じにくくなることにより、台座12の拡張部12bはシャフト16と上下動機構17によってスムーズに上下動することができる。

【0110】

特に、台座12の拡張部12bの外径D1と円柱部12aの外径D2の差が10mm以上、150mm以下であるので、円筒部材18と拡張部12bの摺動部（擦り合わせ部）はガイド孔11から十分離れており、ガイド孔11を通過した原料ガスによりSiC多結晶が摺動部に付着しにくくなる。より詳しくは、拡張部12bの外径D1と円柱部12aの外径D2の差が150mmより大きいと、摺動部（擦り合わせ部）へのSiC多結晶の付着防止効果はより大きくなるが、装置全体が大きくなり高価となる。一方、拡張部12bの外径D1と円柱部12aの外径D2の差が10mmより小さいと、SiC多結晶が摺動部に付着しやすい。

10

【0111】

また、台座12の円柱部12aの長さ（高さ）H1は、5mm以上、100mm以下である。このように、円柱部12aの長さH1は5mm以上であるので、円筒部材18と拡張部12bの摺動部（擦り合わせ部）はガイド孔11から離れており、ガイド孔11を通過した原料ガスによりSiC多結晶が摺動部に付着しにくくなる。より詳しくは、円柱部12aの長さ（高さ）H1が5mmより小さいと、SiC多結晶が摺動部に付着しやすい。一方、円柱部12aの長さ（高さ）H1が100mmより大きいと、摺動部（擦り合わせ部）へのSiC多結晶の付着防止効果はより大きくなるが、装置全体が大きくなり高価となる。

20

【0112】

また、下側反応容器5の内径φ6がガイド部材6aのガイド孔11の径φ7と等しい又は小さい。詳しくは、下側反応容器5の内径φ6とガイド孔11の径φ7の差（=φ7-φ6）が30mm以下である。下側反応容器5は、加熱した原料ガスをガイド孔11に向かって送る加熱原料ガス供給用円筒部材であって、ガイド部材6aと離間した状態で配置されている。下側反応容器5内において原料ガスが加熱されて熱分解する。

【0113】

このように、下側反応容器5の内径φ6がガイド部材6aのガイド孔11の径φ7と等しい又は小さいので、原料ガスがガイド部材6aへ直接当たりにくくなる。それゆえ、ガイド部材6aへのSiC多結晶の付着を抑制することができる。これにより、ガイド部材6aに付着したSiC多結晶とSiC単結晶14との固着が防止でき、ガイド部材6aの設置によるSiC単結晶14の口径制御が円滑に行われ、長時間連続的に引上げ成長が可能となる（長時間の連続的な成長を行う上で好ましいものとなる）。より詳しくは、下側反応容器5の内径φ6がガイド部材6aのガイド孔11の径φ7より大きいと、原料ガスがガイド部材6aへ直接当たりやすく、ガイド部材6aへのSiC多結晶の付着という観点から好ましくなく（ガイド部材6aに付着したSiC多結晶とSiC単結晶14との固着という観点から好ましくなく）、ガイド部材6aの設置によるSiC単結晶14の口径制御を行う上で好ましくなくなり、長時間連続的に引上げ成長ができにくくなる。

30

40

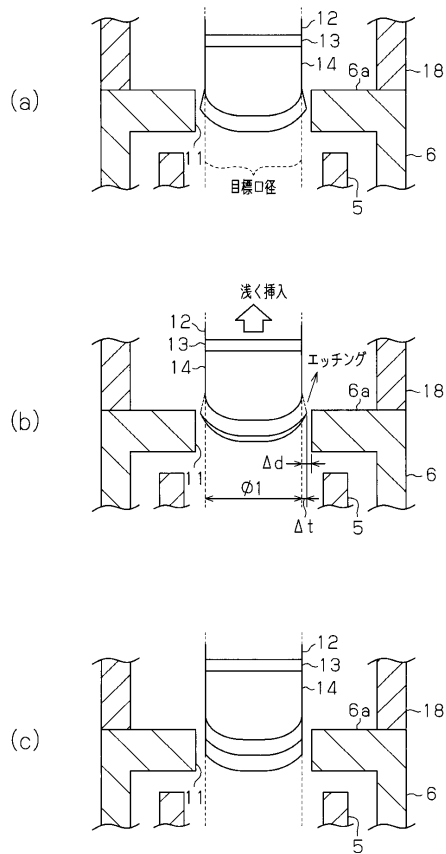
【0114】

特に、この製造装置では、下側反応容器5の内径φ6とガイド孔11の径φ7の差が30mm以下であるので、ガイド部材6aの設置によるSiC単結晶14の口径制御が円滑に行われ、長時間連続的に引上げ成長が可能となる（長時間の連続的な成長を行う上でより好ましいものとなる）。より詳しくは、下側反応容器5の内径φ6とガイド孔11の径φ7の差が30mmより大きいと、ガイド部材6aへのSiC多結晶の付着防止効果は大きくなるが、SiC単結晶14の外周部の成長速度が小さくなり、図15において一点鎖線で示すようにSiC単結晶14'の成長表面が極端に凸形状となり、品質、生産性が落ちやすい（品質、生産性という観点から好ましくない）。

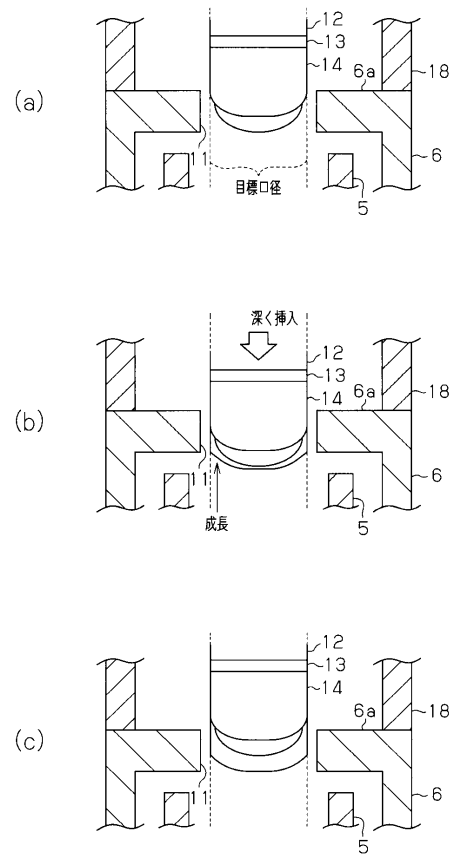
【0115】

50

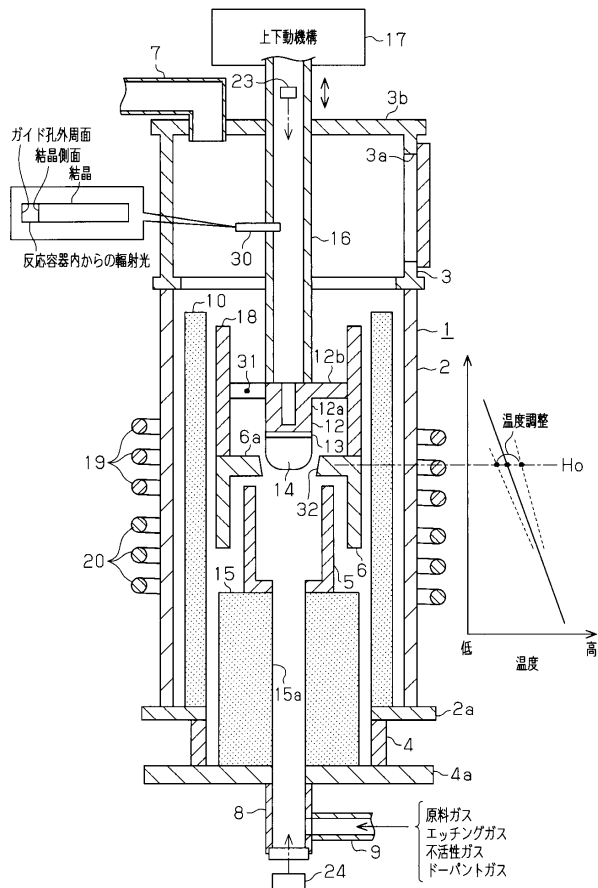
【図 4】



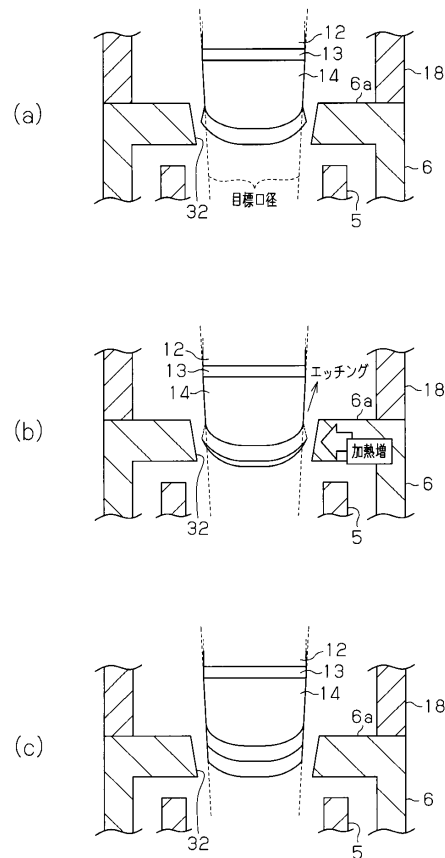
【図 5】



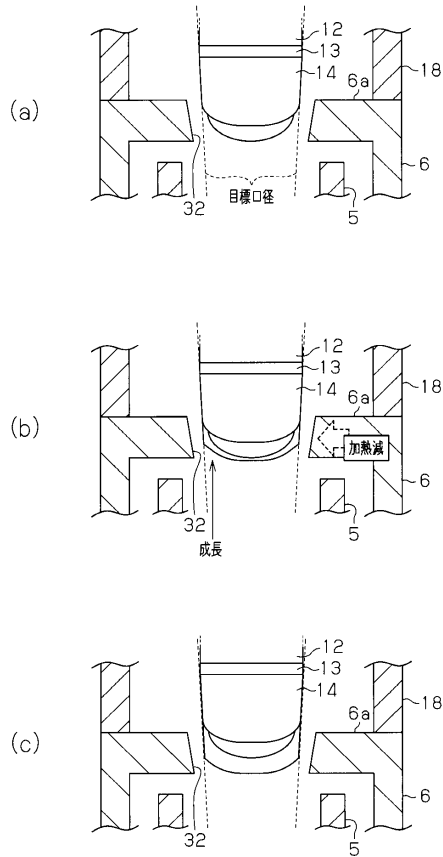
【図 6】



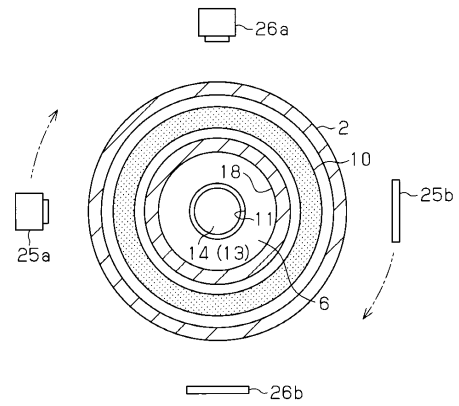
【図 7】



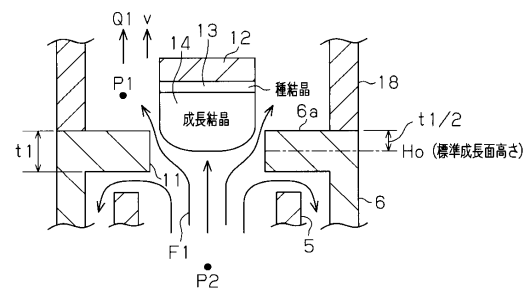
【図 8】



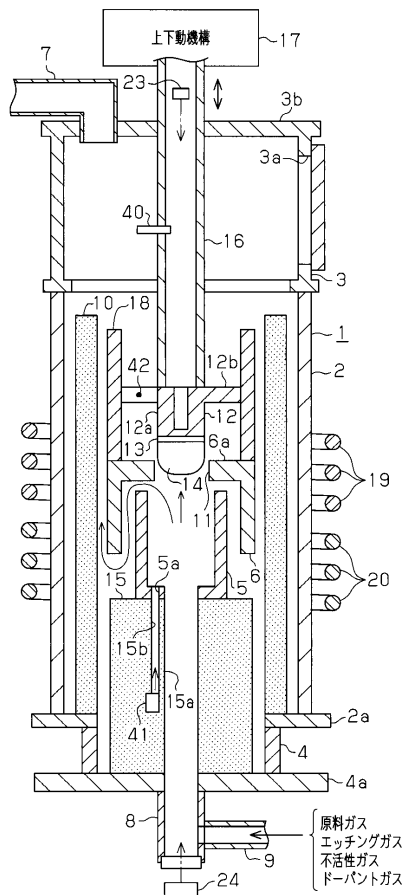
【図 9】



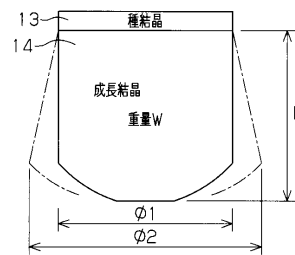
【図 10】



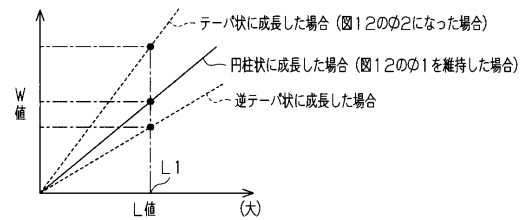
【図 11】



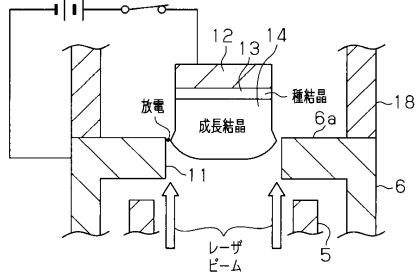
【図 12】



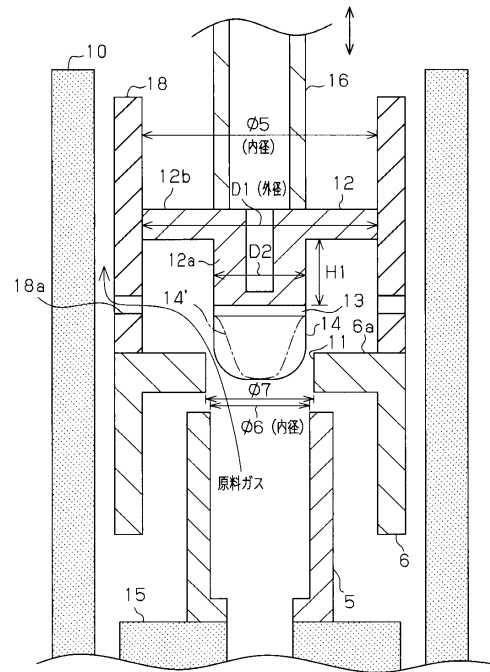
【図 13】



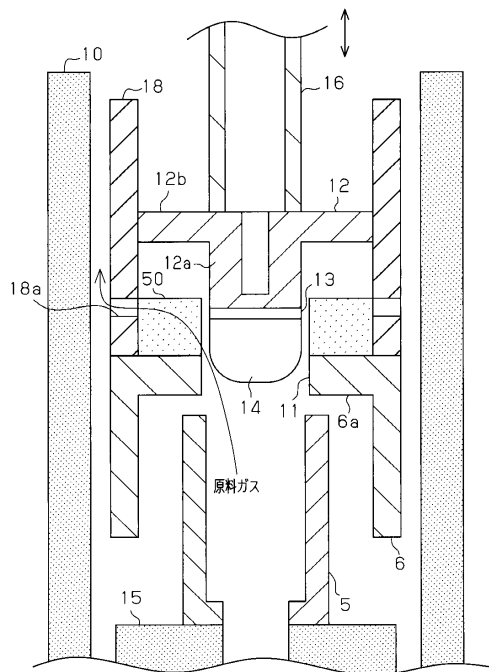
【図 1 4】



【図 1 5】



【図 1 6】



フロントページの続き

(56)参考文献 実開平06-051275 (JP, U)
特開2003-183098 (JP, A)
特許第4923452 (JP, B2)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 1/00-35/00