



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201142092 A1

(43)公開日：中華民國 100 (2011) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：100113266

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 04 月 15 日

(51)Int. Cl. : **C30B29/36 (2006.01)**

C30B28/14 (2006.01)

(30)優先權：2010/04/26 日本

2010-100891

(71)申請人：住友電氣工業股份有限公司 (日本) SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

(JP)

日本

(72)發明人：佐佐木信 SASAKI, MAKOTO (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：6 共 26 頁

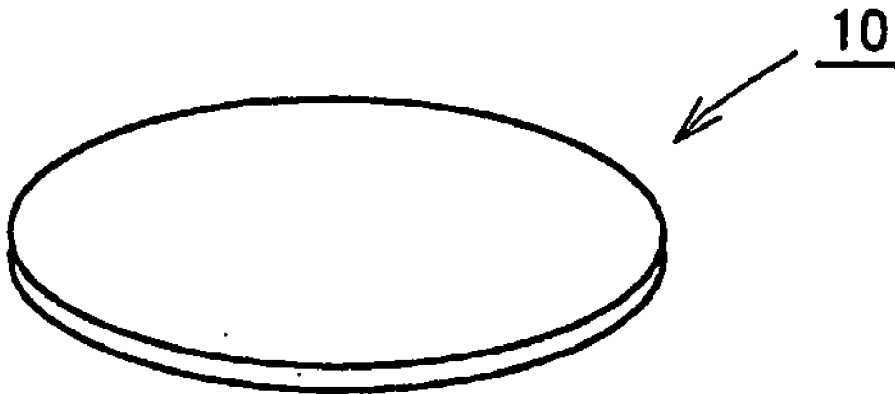
(54)名稱

碳化矽結晶及碳化矽結晶之製造方法

(57)摘要

本發明之 SiC 結晶(10)之特徵在於，Fe 之濃度為 0.1 ppm 以下，且 Al 之濃度為 100 ppm 以下。本發明之 SiC 結晶之製造方法包含以下步驟。準備研磨用 SiC 粉末作為第 1 原料(17)。將第 1 原料(17)加熱而昇華，而析出 SiC 之結晶，從而使第 1SiC 結晶(11)成長。粉碎第 1SiC 結晶(11)，而形成第 2 原料(12)。將第 2 原料(12)加熱而昇華，而析出 SiC 之結晶，從而使第 2SiC 結晶(14)成長。藉此，可獲得能抑制品質下降之 SiC 結晶及 SiC 結晶之製造方法。

10：SiC 結晶





(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公開本

(11)公開編號：TW 201142092 A1

(43)公開日：中華民國 100 (2011) 年 12 月 01 日

(21)申請案號：100113266

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 04 月 15 日

(51)Int. Cl. : **C30B29/36 (2006.01)**

C30B28/14 (2006.01)

(30)優先權：2010/04/26 日本

2010-100891

(71)申請人：住友電氣工業股份有限公司 (日本) SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.

(JP)

日本

(72)發明人：佐佐木信 SASAKI, MAKOTO (JP)

(74)代理人：陳長文

申請實體審查：無 申請專利範圍項數：8 項 圖式數：6 共 26 頁

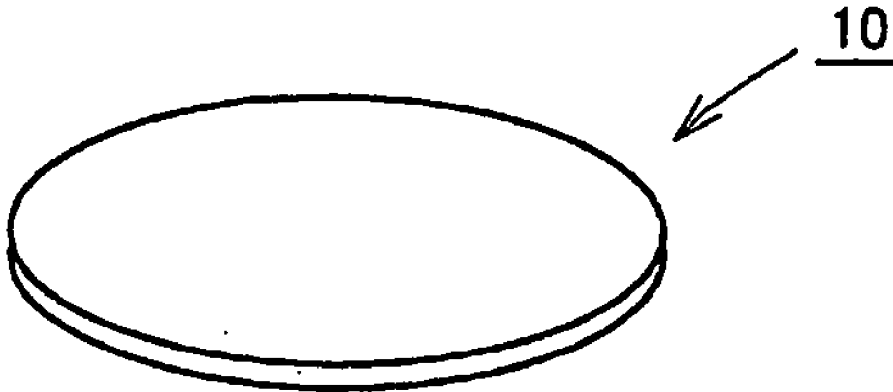
(54)名稱

碳化矽結晶及碳化矽結晶之製造方法

(57)摘要

本發明之 SiC 結晶(10)之特徵在於，Fe 之濃度為 0.1 ppm 以下，且 Al 之濃度為 100 ppm 以下。本發明之 SiC 結晶之製造方法包含以下步驟。準備研磨用 SiC 粉末作為第 1 原料(17)。將第 1 原料(17)加熱而昇華，而析出 SiC 之結晶，從而使第 1SiC 結晶(11)成長。粉碎第 1SiC 結晶(11)，而形成第 2 原料(12)。將第 2 原料(12)加熱而昇華，而析出 SiC 之結晶，從而使第 2SiC 結晶(14)成長。藉此，可獲得能抑制品質下降之 SiC 結晶及 SiC 結晶之製造方法。

10：SiC 結晶



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係關於一種碳化矽結晶(SiC)及SiC結晶之製造方法。

【先前技術】

一方面，SiC結晶之帶隙(band gap)較大，又，最大絕緣擊穿電場及熱導率與矽(Si)相比而較大，另一方面，載子之移動率較大為與Si相同程度，電子之飽和漂移速度及耐壓亦較大。因此，期待應用於要求高效率化、高耐壓化、及大容量化之半導體裝置。

此種半導體裝置等中所用之SiC結晶係如例如日本專利特開2005-008473號公報(專利文獻1)、日本專利特開2005-314217號公報(專利文獻2)等所揭示般，藉由氣相成長法之昇華法而製造。

於專利文獻1中揭示，藉由將雜質氮濃度為50 ppm以下之石墨坩堝用於SiC結晶之成長，而降低成長之SiC結晶之氮濃度。於專利文獻2中揭示，使用具有0.11 ppm以下之硼濃度之碳原料與具有0.001 ppm以下之硼濃度之矽原料，而使SiC結晶成長之方法。

先前技術文獻

專利文獻

專利文獻1：日本專利特開2005-008473號公報

專利文獻2：日本專利特開2005-314217號公報

【發明內容】

發明所欲解決之問題

本發明者著眼於使用研磨用SiC粉末(以下亦稱為GC (Green Silicon Carbide, 綠碳化矽))作為用以使SiC結晶成長之原料。該GC之鋁(Al)或鐵(Fe)等雜質較多,且較難將Al或Fe等雜質自GC去除。因此,於上述專利文獻1之製造方法中,若使用GC作為原料,則成長之SiC結晶之雜質濃度變高。又,於上述專利文獻2之製造方法中,若使用GC原料作為原料,則即便硼之雜質濃度較低,成長之SiC結晶之Al或Fe等雜質濃度亦變高。

於成長之SiC結晶中之Al或Fe等雜質濃度較高之情形時,會產生由該雜質引起之品質下降之問題。

本發明係鑒於上述之問題點而完成者,其目的在於提供一種可抑制品質之下降之SiC結晶及SiC結晶之製造方法。

解決問題之技術手段

本發明之SiC結晶之特徵在於:於SiC結晶中,Fe之濃度為0.1 ppm以下,且Al之濃度為100 ppm以下。

本發明者針對如下課題進行銳意研究:將SiC結晶中之Fe及Al之雜質濃度降低至何種範圍,而可降低由雜質引起之對品質之影響。結果發現,藉由將Fe及Al降低至上述範圍,而可降低對SiC結晶之品質之影響。因此,根據本發明之SiC結晶,可實現抑制品質下降之SiC結晶。

於上述SiC結晶中,較佳為微管密度(Micropipe Density)為10個/cm²以下。於上述SiC結晶中,較佳為蝕刻斑密度(Etch Pit Density)為10000個/cm²以下。

本發明者為了提高SiC結晶之品質，進行銳意研究，其結果可實現微管密度及蝕刻斑密度之至少一者為上述範圍內之SiC結晶。繼而，本發明者亦發現，若微管密度及蝕刻斑密度之至少一者為上述範圍內，則可將SiC結晶較佳地用於半導體裝置。因此，若將微管密度及蝕刻斑密度之至少一者為上述範圍內之SiC結晶用於半導體裝置，則可提高半導體裝置之品質。

本發明之SiC結晶之製造方法包含以下步驟。準備研磨用SiC粉末(GC)作為第1原料。將第1原料加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第1SiC結晶成長。粉碎第1SiC結晶，而形成第2原料。將第2原料加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第2SiC結晶成長。

本發明者著眼於GC作為用以製造SiC結晶之起始原料，為了提高使用GC製造之SiC結晶之品質而進行銳意研究。其結果本發明者獲得以下知識見解：若粉碎使用第1原料而成長之第1SiC結晶來製作第2原料，並使用第2原料而使第2SiC結晶，則第2SiC結晶與第1SiC結晶相比，可更加降低Fe或Al等雜質。基於該知識見解，本發明係將粉碎使用GC作為第1原料而成長之第1SiC結晶所得者用作第2原料，因此即便使用GC作為起始原料，亦可降低第2SiC結晶之雜質濃度。因此，對於所製造之SiC結晶，可抑制由雜質引起之品質下降。

於上述SiC結晶之製造方法中，較佳為，於形成第2原料之步驟中，以於1 μm 以上3 mm以下之範圍中存在複數個

粒度分佈之峰值，且於自各粒度分佈之峰值之中心起 $\pm 50\%$ 之範圍中存在95%以上之粒子之方式，形成第2原料，。

本發明者為了進一步提高成長之結晶之品質，進行銳意研究，其結果係著眼於第2原料之粒度，從而完成上述之發明。藉由以上述方式獲得第2原料之粒度分佈，而可提高第2原料於坩堝中之填充率。因此，可降低成本而製造第2SiC結晶。又，由於可降低對第2原料之昇華氣體濃度之影響，故而可有效地降低使用第2原料而成長之第2SiC結晶之微管密度或蝕刻斑密度等。因此，可進一步降低成長之SiC結晶品質之下降。

於上述SiC結晶之製造方法中，較佳為，於形成第2原料之步驟中，形成Fe之濃度為0.1 ppm以下，且Al之濃度為100 ppm以下之第2原料。

藉此，可製造Fe之濃度為0.1 ppm以下，且Al之濃度為100 ppm以下之SiC結晶。

於上述SiC結晶之製造方法中，較佳為，形成第2原料之步驟包含利用酸性溶液清洗經粉碎之第1SiC結晶之步驟。

藉此，可有效地除去第1SiC結晶中之Fe等重金屬。因此，可進一步降低所製造之SiC結晶之雜質濃度。

於上述SiC結晶之製造方法中較佳為進而包括：粉碎第2SiC結晶，而形成第3原料之步驟；及將第3原料加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第3SiC結晶成長之步驟。

本發明者獲得以下知識見解：藉由將粉碎所成長之結晶

而得者用作原料而使SiC結晶成長，而可降低所成長之SiC結晶之雜質濃度。因此，藉由重複將粉碎所成長之SiC結晶而得者用作原料而使SiC結晶成長的步驟，可緩慢地降低所成長之SiC結晶之雜質濃度。因此，藉由重複3次以上將粉碎所成長之結晶而得者用作原料而使SiC結晶成長的步驟，可進一步抑制所製造之SiC結晶品質之下降。

發明之效果

根據本發明之SiC結晶及SiC結晶之製造方法，可抑制由雜質引起之品質之下降。

【實施方式】

以下，基於圖式對本發明之實施形態進行說明。再者，於以下之圖式中，對相同或相當之部分附上相同之參照符號，而不再重複其之說明。

圖1係概略性地表示本發明之實施形態中之SiC結晶10的立體圖。首先參照圖1，對本發明之一實施形態之SiC結晶10進行說明。

如圖1所示般，SiC結晶10例如係平面形狀為圓形之基板。SiC結晶10具有0.1 ppm以下濃度之Fe，且具有100 ppm以下濃度之Al。雖然Fe及Al之濃度越低越佳，但自可容易地實現之觀點而言，Fe之濃度例如為0.002 ppm以上，Al之濃度例如為0.02 ppm。若如此般降低Fe及Al之濃度，則可有效地抑制微管密度或蝕刻斑密度之增加，進而亦可有效地抑制電阻率之不均。Fe及Al之濃度係藉由例如ICP-AES(Inductively Coupled Plasma Atomic Emission

Spectrometry，感應耦合電漿原子發射光譜法)而測定之值。

SiC結晶10之微管密度較佳為10個/cm²以下，更佳為2個/cm²以下。微管密度係例如於500°C之氫氧化鉀(KOH)溶液中浸泡1~10分鐘，根據對經蝕刻之表面使用諾馬斯基(Nomarski)微分干涉顯微鏡而數出之中空貫通缺陷數所求得之值。

SiC結晶10之蝕刻斑密度較佳為10000個/cm²以下，更佳為9300個/cm²以下。蝕刻斑密度係例如於500°C之KOH溶液中浸泡1~10分鐘，根據對經蝕刻之表面使用諾馬斯基微分干涉顯微鏡而數出之蝕刻斑數所求得之值。

SiC結晶10較佳為單晶。又，SiC結晶10之多型並無特別限定，例如較佳為4H-SiC。

繼而，參照圖1~圖6，對本實施形態中之SiC結晶10之製造方法進行說明。於本實施形態中係藉由昇華法製造SiC結晶10。再者，圖2、3、5、6係概略性地表示製造本實施形態中之SiC結晶之步驟的剖面圖。圖4係用以說明本實施形態中之第2原料之粒度分佈的圖。

首先，參照圖2等，對SiC結晶之製造裝置之主要構成進行說明。製造裝置包含坩堝101，及用以加熱坩堝101之加熱部(未圖示)。加熱部係例如配置於坩堝101之外周。

於本實施形態中，坩堝101具有：保持原料之下部，及發揮出作為保持原料之下部之蓋之功能的上部。坩堝101例如由石墨形成。

再者，製造裝置亦可包含上述以外之各種要素，但為了方便說明，而省略該等要素之圖示及說明。

如圖2所示般，準備研磨用SiC粉末(GC)作為第1原料17。GC例如使用可獲取之市售品。將所準備之第1原料17設置於坩堝101之下部。

繼而，如圖3所示般，將第1原料17加熱而昇華，而自第1原料17之氣體析出，從而使第1SiC結晶11成長。於使用GC作為原料而使第1SiC結晶11成長之情形時，較佳為不配置種基板。

具體而言，於第1原料17昇華之溫度下，利用加熱部加熱第1原料17。藉由該加熱，第1原料17昇華而生成昇華氣體。使該昇華氣體於溫度設置為較第1原料17低之坩堝101之內部於與第1原料相對向之位置、即坩堝101之上部再次固化。

舉出成長溫度之一例，例如將第1原料17之溫度保持於 2000°C ~ 3000°C ，將與第1原料17相對向之位置之溫度以於 1900°C ~ 2200°C ，且較第1原料17之溫度更低的方式保持。又，坩堝101內部之環境壓力較佳為保持於400 Torr以下。藉此，第1SiC結晶11於與第1原料17對向之位置上成長。如此成長之第1SiC結晶11例如為多晶。

再者，若使第1原料17之溫度為 2000°C 以上，則可提高第1SiC結晶11之成長速度。若使第1原料17之溫度為 3000°C 以下，則可抑制坩堝101之損傷。成長溫度有時於成長中保持於固定溫度，亦有時於成長中以某種比例變

化。

又，若使坩堝101之內部之環境壓力為400 Torr以下，則可提高成長速度。

繼而，粉碎第1SiC結晶11，而形成第2原料12(參照圖5)。於該步驟中，例如以如下方式進行。具體而言，將坩堝101之內部冷卻至室溫為止。繼而，自坩堝101取出已成長之第1SiC結晶11。將該第1SiC結晶11使用例如粉碎機等而粉碎。再者，粉碎之方法並無特別限定。

於該步驟中，較佳為如圖4所示般以如下方式形成第2原料12，即於1 μm 以上3 mm以下之範圍中存在複數個粒度分佈之峰值(於圖4中為峰值A、B、C3個)，且於自各粒度分佈之峰值A、B、C之中心A1、B1、C1起 $\pm 50\%$ 之範圍中存在95%以上之粒子。藉由粒度分佈之峰值A、B、C之中心A1、B1、C1為1 μm 以上3 μm 以下，且於自各粒度分佈之峰值A、B、C之中心A1、B1、C1起 $\pm 50\%$ 之範圍中存在95%以上之粒子，而可提高於坩堝101中填充第2原料12時之填充率。藉此，使用該第2原料12使第2SiC結晶14成長時之成長時間變短，並且可抑制於成長時對昇華之第2原料12之氣體濃度產生影響。因此，可提高使用該第2原料12而成長之第2SiC結晶14之品質。

自上述觀點而言，較佳為以如下方式形成第2原料12，即最小粒度之峰值A之中心A1為1 μm 以上100 μm 以下，且最大粒度之峰值C之中心C1存在於200 μm 以上3 mm以下。同樣地，更佳為以如下方式形成第2原料12，峰值A包含10

重量%以上50重量%以下之粒子，峰值C包含30重量%以上80重量%以下之粒子，且其餘部分為其他峰值(於圖4中為峰值B)。

此處，上述「於自各粒度分佈之峰值A、B、C之中心A1、B1、C1起 $\pm 50\%$ 之範圍中存在95%以上之粒子」，係指分別於相對於中心A1、B1、C1之粒徑為150%粒徑之A2、B2、C2，與相對於中心A1、B1、C1之粒徑為50%粒徑之A3、B3、C3之間，存在全部第2原料12之粒子之95%以上。再者，粒徑分佈之峰值之數可為2個，亦可為4以上。

又，上述「粒度分佈」係指例如依據JIS R6001 1998而測定之值。

形成具有如上所述之粒度分佈之第2原料12之方法並無特別限定，例如可於粉碎第1SiC結晶11之後，以粒度分佈成為上述範圍之方式進行選擇，而形成第2原料12。再者，亦可以具有如上所述之粒度分佈之方式粉碎第1SiC結晶11，而形成第2原料12。

又，較佳為粉碎第1SiC結晶11後，利用酸性溶液清洗經粉碎之第1SiC結晶11。酸性溶液並無特別限定，較佳為使用王水。藉由使用酸性溶液，尤其是王水，而可除去粉碎時附著於第1SiC結晶11之Fe等重金屬。除此以外，更佳為利用鹽酸進行清洗。

以上述方式形成之第2原料12較佳為含有0.1 ppm以下濃度之Fe及100 ppm以下濃度之Al。又，將以上述方式形成

之第2原料12設置於坩堝101之下部。

繼而，如圖5所示般，於坩堝101內，以與第2原料12相對向之方式，將種基板13配置於坩堝101之上部。該種基板13之主表面之形狀可為圓形，亦可為四邊形。又，種基板13之材料並無特別限定，自提高成長之第2SiC結晶14之品質之觀點而言，較佳為SiC基板，更佳為與成長之多型(多晶型)相同。例如係指於旨在成長之SiC結晶為4H-SiC之情形時，種基板13亦為4H-SiC。再者，亦可省略該步驟。

繼而，如圖6所示般，將第2原料12加熱而昇華，而自第2原料12之氣體析出，從而使第2SiC結晶14成長。於本實施形態中，第2SiC結晶14係於種基板13上成長。第2SiC結晶14較佳為單晶。由於第2SiC結晶14之成長方法係與第1SiC結晶11之成長方法大致相同，故而不再重複其說明。

繼而，將坩堝101之內部冷卻至室溫。繼而，自坩堝101中取出包含種基板13及第2SiC結晶14之結晶塊。亦可將該結晶塊作為圖1所示之SiC結晶10。即，使用第1原料17而使第1SiC結晶11成長，粉碎第1SiC結晶11而形成第2原料12，使用第2原料12而使第2SiC結晶14成長，藉此可製造圖1之SiC結晶10。

為了進一步降低SiC結晶10之雜質，較佳為重複上述步驟。即，較佳為進一步實施以下步驟：粉碎第2SiC結晶14，而形成第3原料之步驟；及將第3原料加熱而昇華，而自第3原料之氣體析出，從而使第3SiC結晶成長之步驟。

藉由該1個循環之步驟，可降低例如約10%左右之雜質。

雖然越重複上述之步驟，會越降低成長之SiC結晶10之雜質濃度，但自製造用於半導體裝置時較佳之SiC結晶之觀點而言，較佳為重複上述步驟直至成長之SiC結晶之Fe之濃度成為0.1 ppm以下，且Al之濃度成為100 ppm以下。又，為了確實地製作此種SiC結晶，更佳為重複上述步驟直至可製作Fe之濃度為0.1 ppm以下，且Al之濃度為100 ppm以下之原料，並使用該原料使SiC結晶成長，從而製造SiC結晶。

藉由實施以上之步驟，而可製造包含種基板及形成於種基板上之SiC結晶的結晶塊。亦可將該結晶塊作為圖1所示之SiC結晶10。或亦可藉由將種基板13自結晶塊去除而製造圖1所示之SiC結晶10。於去除之情形時，可僅去除種基板13，亦可去除種基板13及已成長之SiC結晶之一部分。

去除之方法並無特別限定，例如可使用切割、磨削、劈裂等機械性去除方法。所謂切割係指例如利用線鋸等機械性地自結晶塊至少去除種基板13。所謂磨削係指一邊旋轉磨石一邊使其與表面接觸，從而在厚度方向削去。所謂劈裂係指沿著晶格面分割結晶。再者，亦可使用蝕刻等化學性去除方法。

又，於所製造之SiC結晶10之厚度較大之情形時，亦可藉由自己成長之SiC結晶切出複數片SiC結晶，從而製造圖1所示之SiC結晶10。於該情形時，可降低每1片SiC結晶10之製造成本。

其後，根據需要，亦可藉由磨削、研磨等將SiC結晶之一面或兩面平坦化。

如以上所說明般，本發明之實施形態中之SiC結晶10之製造方法包括：準備研磨用SiC粉末作為第1原料17之步驟；將第1原料17加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第1SiC結晶11成長之步驟；粉碎第1SiC結晶11，而形成第2原料12之步驟；及將第2原料12加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第2SiC結晶14成長之步驟。

本發明者獲得以下知識見解：若粉碎使用第1原料17而成長之第1SiC結晶11而製作第2原料12，並使用第2原料12而使第2SiC結晶14成長，則第2SiC結晶14可較第1SiC結晶11更為降低Fe或Al等雜質。根據本實施形態中之SiC結晶10之製造方法，使用GC原料作為第1原料17而使第1SiC結晶11成長，粉碎該第1SiC結晶11而形成第2原料12，使用第2原料12而使第2SiC結晶14成長。因此，即便使用Fe或Al之濃度較高之GC作為起始原料，第2SiC結晶14亦可較第1SiC結晶11更為降低雜質濃度。因此，對於所製造之SiC結晶10而言，可降低由雜質引起之品質下降。

又，由於可容易地獲得GC，故而其有益於SiC結晶10之製造的工業化。因此，可降低成本而製造SiC結晶10。

根據上述本實施形態中之SiC結晶10之製造方法，可製造Fe之濃度為0.1 ppm以下，且Al之濃度為100 ppm以下之SiC結晶10。本發明者對如下方面進行銳意研究：將SiC結晶10中之Fe及Al之雜質濃度降低至何種範圍，才會降低由

該雜質所引起之對品質之影響。其結果發現：藉由將Fe及Al降低至上述範圍，可降低對SiC結晶10之品質(例如微管或蝕刻斑等結晶缺陷)之影響。因此，根據本實施形態之SiC結晶10，可抑制品質之下降。

實施例

於本實施例中，針對使用GC作為第1原料17而使第1SiC結晶11成長，粉碎第1SiC結晶11而形成第2原料12，使用第2原料12而使第2SiC結晶14成長之效果進行了調查。

(本發明例1)

於本發明例1中，基本上係依照上述之實施形態中之SiC結晶之製造方法而製造SiC結晶。

具體而言，首先，準備一般市售之研磨材料用GC作為第1原料17。將該第1原料如圖2所示般配置於坩堝101之下部，並且於與第1原料17之最表面相對向之坩堝101之蓋上無任何配置。

其次，將第1原料17加熱而昇華，而自第1原料17之氣體析出，從而使第1SiC結晶11成長。此時，坩堝101之下部即第1原料17之溫度為2300°C，將坩堝101之上部設為2000°C，將坩堝101之內部之壓力設為1 Torr。又，已成長之第1SiC結晶11為多晶。

繼而，粉碎第1SiC結晶11。粉碎係使用粉碎機而進行。其後，將粉碎之第1SiC結晶11利用王水清洗，再利用鹽酸清洗。繼而，使用經粉碎之第1SiC結晶11，以如下方式形成第2原料12，即如圖4所示般，存在3個粒度分佈之峰值

A、B、C，且最小粒度之峰值A之中心未滿1 μm ，最大粒度之峰值C之中心超過3 mm。又，以如下方式形成第2原料12，即於自各粒度分佈之峰值之中心起 $\pm 50\%$ 之範圍中存在95%以上之粒子。第2原料12之粒度分佈係依據JIS R6001 1998而進行測定。將該第2原料12配置於坩堝101內部之下部。

繼而，如圖5所示般，準備微管密度為10個/ cm^2 之4H-SiC作為種基板13。將該種基板13於坩堝101內部之上部以與第2原料12相對向之方式而配置。

繼而，將第2原料12加熱而昇華，而自第2原料12之氣體析出，從而使第2SiC結晶14成長。將該第2SiC結晶14之成長方法設為與第1SiC結晶11之成長方法相同。

藉由實施以上之步驟，製造本發明例1之SiC結晶。即，將第2SiC結晶14作為本發明例1之SiC結晶。

(本發明例2)

本發明例2之SiC結晶之製造方法係基本上與本發明例1相同地製造，但於形成第2原料12之步驟中，於形成最大粒度之峰值C之中心為200 μm 以上3 mm以下之第2原料12之方面不同。

(本發明例3)

本發明例3之SiC結晶之製造方法係基本上與本發明例1相同地製造，但於形成第2原料12之步驟中，於形成最小粒度之峰值A之中心為1 μm 以上100 μm 以下之第2原料12之方面不同。

(本發明例4)

本發明例4之SiC結晶之製造方法係基本上與本發明例1相同地製造，但於形成第2原料12之步驟中，於形成最小粒度之峰值A之中心為1 μm 以上100 μm 以下，且最大粒度之峰值C之中心為200 μm 以上3 mm以下之第2原料12之方面不同。

(比較例1)

比較例1之SiC結晶之製造方法係基本上與本發明例1相同地製造，但於未實施粉碎第1SiC結晶11而形成第2原料之步驟方面不同。即，將第1SiC結晶11作為比較例1之SiC結晶。

(評估方法)

按以下方式對本發明例1~4及比較例1之SiC結晶測定Al之濃度、Fe之濃度、微管密度及蝕刻斑密度。

Al及Fe之濃度係藉由ICP(Inductive Coupled Plasma)-AES(Atomic Emission Spectrometry)(感應耦合電漿原子發射光譜法)而測定。再者，Al之檢測極限係0.02 ppm，Fe之檢測極限係0.002 ppm。

微管密度(MPD, Micropipe Density)係將本發明例1~4及比較例1之SiC結晶以具有距離與種基板13相接之面10 mm之面之方式切片後，於500°C之KOH溶液中浸泡1~10分鐘，根據對經蝕刻之表面使用諾馬斯基微分干涉顯微鏡而數出之中空貫通缺陷數求得。又，亦算出種基板13上成長之SiC結晶之微管密度相對於種基板13之微管密度之比值

(表1中之結晶之MPD/種基板之MPD)。

蝕刻斑密度(EPD)係將本發明例1~4及比較例1之SiC結晶以具有距離與種基板13相接之面10 mm之面的方式切片後，於500°C之KOH溶液中浸泡1~10分鐘，根據對經蝕刻之表面使用諾馬斯基微分干涉顯微鏡而數出之蝕刻斑數求得。

將該等結果表示於下述之表1。

[表1]

	本發明例1	本發明例2	本發明例3	本發明例4	比較例1
粒度之中心	A<1 μm 3 mm<C	A<1 μm 200 μm≤C≤3 mm	1 μm≤A≤100 μm 3 mm<C	1 μm≤A≤100 μm 200 μm≤C≤3 mm	- 未粉碎
Al濃度	0.02~100 ppm	0.02~100 ppm	0.02~100 ppm	0.02~100 ppm	105 ppm
Fe濃度	0.002~0.1 ppm	0.002~0.1 ppm	0.002~0.1 ppm	0.002~0.1 ppm	0.15 ppm
結晶之MPD/ 種基板之 MPD	85~95%	55~80%	40~60%	未滿40%	100%以上
結晶之MPD (個/cm ²)	6~10個/cm ²	5~8個/cm ²	3~6個/cm ²	2個/cm ² 以下	12~20個/cm ²
結晶之EPD (個/cm ²)	8000~9300 個/cm ²	6500~7800 個/cm ²	4800~6000 個/cm ²	4100~5200 個/cm ²	12000~15000 個/cm ²

(評估結果)

如表1所示般，使用第1原料17而使第1SiC結晶11成長，粉碎第1SiC結晶11而形成第2原料12，使用第2原料12而使第2SiC結晶14成長的本發明例1~4，與比較例1相比可更加降低Al及Fe之濃度。又，可知藉由以上述方式進行製造，而可實現含有0.1 ppm以下濃度之Fe及100 ppm以下濃度之Al的SiC結晶。

又，可知本發明例1~4之SiC結晶與比較例1之SiC結晶相比，可降低微管密度及蝕刻斑密度。進而亦可知，本發明

例1~4之SiC結晶與比較例1之SiC結晶相比，可降低種基板13之微管之交替。

又，可知於形成第2原料之步驟中，以於1 μm 以上3 mm以下之範圍中存在複數個粒度分佈之峰值，且於自各粒度分佈之峰值之中心起 $\pm 50\%$ 之範圍中存在95%以上之粒子之方式形成第2原料的本發明例4，與本發明例1~3相比可更加降低微管密度及蝕刻斑密度。又，亦可知進一步降低種基板13之微管之交替。

根據以上可確認，根據本實施例，使用第1原料17而使第1SiC結晶11成長，粉碎第1SiC結晶11而形成第2原料12，使用第2原料12而使第2SiC結晶14成長，藉此可降低雜質，從而可抑制品質之下降。

如上述般對本發明之實施形態進行了說明，但自最初起已預定將實施形態之特徵進行適當組合。又，應認為此次揭示之實施形態於所有方面均為例示，並非限制性者。本發明之範圍係由申請專利範圍所揭示而非上述之實施形態，並且旨在包括與申請專利範圍均等之含義及範圍內之所有變更。

【圖式簡單說明】

圖1係概略性地表示本發明之實施形態中之SiC結晶的立體圖。

圖2係概略性地表示製造本發明之實施形態中之SiC結晶之步驟的剖面圖。

圖3係概略性地表示製造本發明之實施形態中之SiC結晶

之步驟的剖面圖。

圖4係用以說明本發明之實施形態中之第2原料之粒度分佈的圖。

圖5係概略性地表示製造本發明之實施形態中之SiC結晶之步驟的剖面圖。

圖6係概略性地表示製造本發明之實施形態中之SiC結晶之步驟的剖面圖。

【主要元件符號說明】

10	SiC結晶
11	第1SiC結晶
12	第2原料
13	種基板
14	第2SiC結晶
17	第1原料
101	坩堝
A、B、C、A2、A3、B2、 B3、C2、C3	峰值
A1、B1、C1	中心

發明專利說明書

(本說明書格式、順序及粗體字，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100113266

※申請日：100.4.15

※IPC 分類：C30B

(2006.01)

>P/36
>8/4

(2006.01)

一、發明名稱：(中文/英文)

碳化矽結晶及碳化矽結晶之製造方法

二、中文發明摘要：

○ 本發明之SiC結晶(10)之特徵在於，Fe之濃度為0.1 ppm以下，且Al之濃度為100 ppm以下。本發明之SiC結晶之製造方法包含以下步驟。準備研磨用SiC粉末作為第1原料(17)。將第1原料(17)加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第1SiC結晶(11)成長。粉碎第1SiC結晶(11)，而形成第2原料(12)。將第2原料(12)加熱而昇華，而析出SiC之結晶，從而使第2SiC結晶(14)成長。藉此，可獲得能抑制品質下降之SiC結晶及SiC結晶之製造方法。

○ 三、英文發明摘要：

七、申請專利範圍：

1. 一種碳化矽結晶(10)，其特徵在於：於碳化矽結晶(10)中，鐵之濃度為0.1 ppm以下，且鋁之濃度為100 ppm以下。
2. 如請求項1之碳化矽結晶(10)，其中微管密度為10個/cm²以下。
3. 如請求項1之碳化矽結晶(10)，其中蝕刻斑密度為10000個/cm²以下。
4. 一種碳化矽結晶之製造方法，其包括：
準備研磨用碳化矽粉末作為第1原料(17)之步驟；
將上述第1原料(17)加熱而昇華，而析出碳化矽之結晶，從而使第1碳化矽結晶(11)成長之步驟；
粉碎上述第1碳化矽結晶(11)，形成第2原料(12)之步驟；及
將上述第2原料(12)加熱而昇華，而析出碳化矽之結晶，從而使第2碳化矽結晶(14)成長之步驟。
5. 如請求項4之碳化矽結晶之製造方法，其中於形成上述第2原料(12)之步驟中，以於1 μm以上3 mm以下之範圍中存在複數個粒度分佈之峰值，且於自各上述粒度分佈之峰值之中心起±50%之範圍中存在95%以上之粒子之方式，形成上述第2原料(12)。
6. 如請求項4之碳化矽結晶之製造方法，其中於形成上述第2原料(12)之步驟中，形成鐵之濃度為0.1 ppm以下，且鋁之濃度為100 ppm以下之上述第2原料(12)。

7. 如請求項4之碳化矽結晶之製造方法，其中形成上述第2原料(12)之步驟包含利用酸性溶液清洗經粉碎之上述第1碳化矽結晶(11)之步驟。
8. 如請求項4之碳化矽結晶之製造方法，其係進而包含：
粉碎上述第2碳化矽結晶(14)，而形成第3原料之步驟；及
將上述第3原料加熱而昇華，而析出碳化矽之結晶，
從而使第3碳化矽結晶成長之步驟。

八、圖式：

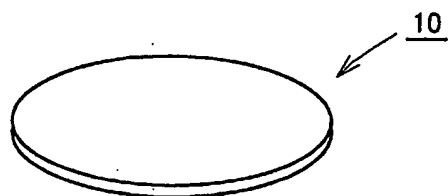


圖1

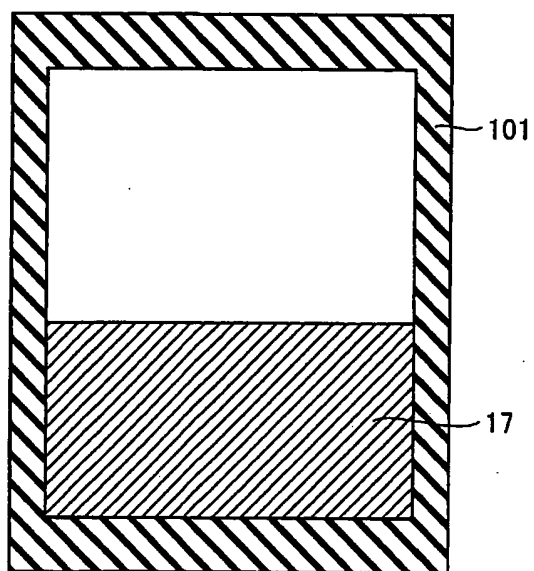


圖2

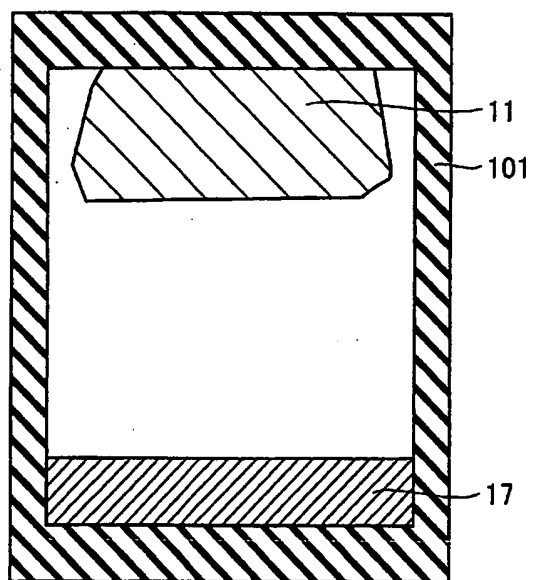


圖3

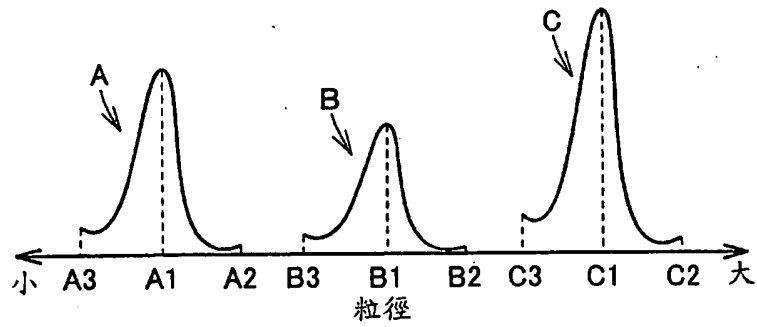


圖4

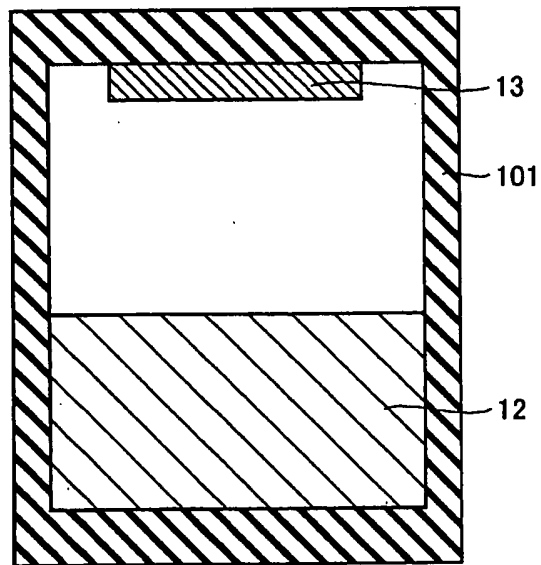


圖5

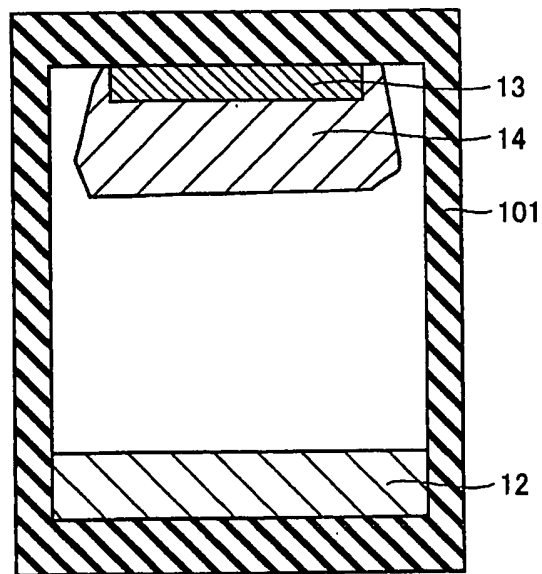


圖6

四、指定代表圖：

(一)本案指定代表圖為：第(1)圖。

(二)本代表圖之元件符號簡單說明：

10 SiC 結晶

五、本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式：

(無)