

(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
2019年4月25日(25.04.2019)



(10) 国際公開番号

WO 2019/078036 A1

(51) 国際特許分類:

H01L 21/205 (2006.01) C23C 16/46 (2006.01)
C01B 32/21 (2017.01) H01L 21/683 (2006.01)
C23C 16/42 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2018/037342

(22) 国際出願日: 2018年10月5日(05.10.2018)

(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 2017-201582 2017年10月18日(18.10.2017) JP

(71) 出願人: 新日本テクノカーボン株式会社 (NIPPON TECHNO-CARBON CO., LTD.)
[JP/JP]; 〒9813514 宮城県黒川郡大郷町川内字中淬山62-6 Miyagi (JP).

(72) 発明者: 大窪 修一(OKUBO Shuichi); 〒9813514 宮城県黒川郡大郷町川内字中淬山62-6 新日本テクノカーボン株式会社内 Miyagi (JP). ▲

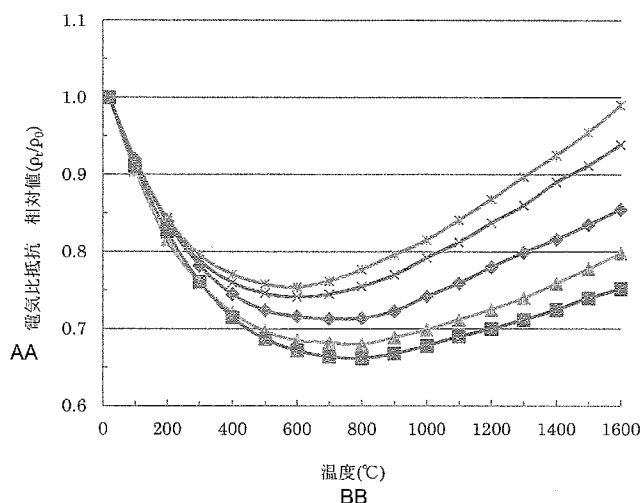
高▼橋 輝(TAKAHASHI Hikari); 〒9813514 宮城県黒川郡大郷町川内字中淬山62-6 新日本テクノカーボン株式会社内 Miyagi (JP).
鈴木 俊哉(SUZUKI Toshiya); 〒9813514 宮城県黒川郡大郷町川内字中淬山62-6 新日本テクノカーボン株式会社内 Miyagi (JP).
薄葉 秀彦(USUBA Hidehiko); 〒9813514 宮城県黒川郡大郷町川内字中淬山62-6 新日本テクノカーボン株式会社内 Miyagi (JP).

(74) 代理人: 佐々木 一也, 外(SASAKI Kazuya et al.); 〒1030001 東京都中央区日本橋小伝馬町6番10号 丸森ビル7階 Tokyo (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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH,

(54) Title: SUSCEPTOR

(54) 発明の名称: サセプター



AA Electrical resistivity relative value
BB Temperature
CC Example

(57) Abstract: Provided is a susceptor having improved temperature control response, and the purpose of the present invention is to obtain high-quality wafer products without detracting from productivity. The susceptor generates heat by induction heating, and comprises a graphite base material and a ceramic coating layer. The susceptor is characterized in that the graphite base material has an in-plane electrical resistivity distribution variation ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) of 1.00 to 1.05 at room temperature, wherein a high-temperature change ratio (ρ_{1600}/ρ_{800}) of electrical resistivity at 800 °C and 1600 °C is 1.14 to 1.30.

KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, SA, 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, ST, 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：

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

(57) 要約：温度コントロールの応答性が向上したサセプターを提供するものであり、生産性を損なうことなく高品質のウエハ製品を得ることを目的とする。誘導加熱によって発熱するサセプターであって、黒鉛基材とセラミックコーティング層を有し、黒鉛基材の室温における面の電気比抵抗分布のバラツキ ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) が1.00～1.05であり、800℃と1600℃の電気比抵抗の高温変化率 (ρ_{1600}/ρ_{800}) が1.14～1.30であることを特徴とするサセプター。

明 細 書

発明の名称：サセプター

技術分野

[0001] 本発明は、LED（発光ダイオード）、パワーデバイス等の製造分野において、ウエハ上に半導体被膜をエピタキシャル成長させるためのCVD装置内で用いられ、ウエハを搭載して誘導加熱によって発熱するサセプターに関するものである。

背景技術

[0002] エピタキシャル成長による半導体被膜はSiの他にGaNやSiC等の化合物半導体が知られており、コストダウンを目的に複数のウエハを大型サセプターに搭載して1600℃まで加熱処理することができるエピタキシャル成長装置が提案されている（特許文献1）。

エピタキシャル成長装置にはウエハを搭載するためのサセプターが設置されており、誘導加熱によって発熱したサセプターからの伝熱でウエハが加熱され、MOCVD法（有機金属気相成長法）を利用してウエハ上に半導体被膜を形成してウエハ製品が製造される。この半導体被膜を形成したウエハ製品は、用途に応じて一定のサイズのチップに切断されてLEDやパワーデバイスの半導体部品に供される。

[0003] 白色LEDに供されるウエハ製品は、一般にサファイア基板をサセプターに搭載して加熱を行い、サファイア基板上にキャリアガスの水素、原料ガスのアンモニアとTMG（トリメチルガリウム）を流すことでGaN被膜を形成したものであるが、LEDとしての機能を発現させるために、例えばAlをドーピングしたバッファ層、Siをドーピングしたn型層、Inをドーピングした活性層、Mgをドーピングしたp型層の順番で積層されている（特許文献2）。

これら含有成分が異なるGaN被膜は、最適な温度にウエハを加熱して成膜されることで品質を保つことができ、各被膜の積層毎にサセプター温度を迅速に調整することで生産性が維持される。

[0004] サセプターは、温度の調節が迅速にできるように耐熱性と導電性を備えた黒鉛基材が採用されており、誘導加熱で発熱する。また、エピタキシャル成長装置は、誘導加熱コイルを複数化して発熱ゾーンを分割することや、誘導加熱コイルに対してサセプターを回転駆動させることによって、サセプターの温度分布を均一にするための装置設計がされている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特表2004-507619号公報

特許文献2：特開2004-281863号公報

発明の概要

[0006] しかしながら、エピタキシャル成長装置で均一加熱の設計がなされたとしても、誘導加熱の場合、サセプターの発熱特性がウエハの温度に直接影響するので、サセプターを構成する黒鉛基材の電気比抵抗の特性を最適化しなければ精密な温度コントロールができない。サセプターは、限られたプロセス時間内で半導体被膜をウエハに積層させるために、迅速にウエハ温度を調節する必要があり、ウエハ製品の品質と生産性の観点から温度コントロールに対して良好な応答性が求められる。

一方で、黒鉛基材の電気比抵抗は温度依存性があり、誘導加熱に伴う温度変化に対して黒鉛基材の電気比抵抗が適合しなければ、応答性の良い温度コントロールが困難となり、最適温度からのズレによるウエハ製品の品質低下やプロセス時間の延長による生産性の低下が発生する。また、黒鉛基材の電気比抵抗分布のバラツキが大きいと、発熱にムラが生じてサセプター面内の温度差が大きくなり、熱応力によりサセプターが破損するなど耐久性の問題も発生する。

本発明は、誘導加熱に対して黒鉛基材の高温における電気比抵抗を適合させることで、温度コントロールの応答性が向上したサセプターを提供するものであり、生産性を損なうことなく高品質のウエハ製品を得ることを目的とする。

[0007] 本発明は、黒鉛基材とセラミックコーティング層からなり、かつ誘導加熱によって発熱するサセプターであって、黒鉛基材の室温における面内の電気比抵抗分布のバラツキ ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) が1.00~1.05であり、800℃と1600℃の電気比抵抗の高温変化率 (ρ_{1600}/ρ_{800}) が1.14~1.30であることを特徴とするサセプターである。

上記セラミックコーティング層としては、SiC、TaC、PBN（熱分解窒化ホウ素）の少なくとも1種の材料が適する。

[0008] 本発明によれば、誘導加熱によるサセプターの温度の応答性が高いので、精度よく迅速に温度コントロールすることができ、ウエハ製品の品質向上とプロセス時間の短縮による生産性の向上を両立することができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]サセプターの装置内での模式図

[図2]ウエハ製品の模式断面図

[図3]ウエハ製品を製造するときの温度プログラム

[図4]ウエハ製品の品質評価の模式図

[図5]黒鉛基材の面内の電気比抵抗の測定場所

[図6]高温の電気比抵抗測定装置の模式図

[図7]本発明の実施例による黒鉛基材の電気比抵抗の温度依存性

[図8]本発明の比較例による黒鉛基材の電気比抵抗の温度依存性

発明を実施するための形態

[0010] 本発明のサセプターは、誘導加熱によって発熱するサセプターであって、黒鉛基材とセラミックコーティング層を有する。そして、黒鉛基材の室温における面内の電気比抵抗分布のバラツキ ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) が1.00~1.05であり、800℃と1600℃の電気比抵抗の高温変化率 (ρ_{1600}/ρ_{800}) が1.14~1.30である。

[0011] 本発明によれば、黒鉛基材の室温における面内の電気比抵抗分布のバラツキ ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) を1.00~1.05にすることにより、誘導加熱に対してサセプター一面内の発熱が均一になり、サセプター一面内の温度が均一化する。

これにより、搭載された複数のウエハを同一温度で加熱することができて

ウエハ製品の品質のバラツキを解消することができる。また、サセプター面内の温度の均一化により、熱応力によるサセプターの破損を回避するなど耐久性の問題も解決することができる。

[0012] $\rho_{\max}/\rho_{\min}$ が1.00のときはバラツキがないので面内で最も均一に発熱するが、 $\rho_{\max}/\rho_{\min}$ が1.05を超えると面内で温度分布の差が大きくなって、搭載した複数のウエハ間で同一の温度にすることができず、ウエハ製品の品質がばらつく。しかも、サセプター面内の温度分布のバラツキが過大なため、サセプターに熱応力が発生してセラミック被膜（セラミックコーティング層）が損傷する場合や、渦電流の集中による局所的な異常過熱によってセラミック被膜が熱分解する場合がある。

[0013] 本発明のサセプターは、黒鉛基材の電気比抵抗の高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})を1.14~1.30にすることで、誘導加熱に対する温度の応答性が向上して、サセプターの温度コントロールを精度よく迅速に行うことができる。

黒鉛基材の高温の電気比抵抗(ρ_t)は、高温(800℃と1600℃)で実測した抵抗値 R_t と室温の抵抗値 R_0 の比 R_t/R_0 に、室温で実測した電気比抵抗 ρ_0 を乗じることで求めることができる。

$$\text{高温の電気比抵抗 } \rho_t = \rho_0(R_t/R_0)$$

また、800℃と1600℃の電気比抵抗の高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})は、800℃と1600℃の抵抗値(R_{1600} 、 R_{800})を用いて計算することができる。

黒鉛材料の電気比抵抗の温度依存性は、一般的に室温から600~800℃付近までは電気比抵抗は減少し、600~800℃付近で極小を経た後、温度の上昇に伴って直線的に増加することが知られており、黒鉛材料の結晶子のサイズが大きい(黒鉛材料の結晶性が高い)ほど、この直線の傾きは大きくなる(炭素, No. 268, 166-170, 2015.)。

ウエハ製品を製造する温度域(800℃以上)では、黒鉛基材の電気比抵抗は温度の上昇に伴い直線的に増加するのであり、本発明はこのときの高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})がサセプターの温度コントロールの応答性に影響することを見出すことによってなされたものである。この理由については明らかではない

が、以下の理由が考えられる。

[0014] エピタキシャル成長装置に設置したサセプターは、その下部の誘導加熱コイルに電力供給することで、黒鉛基材に渦電流が発生してジュール熱によって発熱する（ジュールの法則）。

$$\text{ジュール熱 (P)} = \text{渦電流 (I)} \times \text{渦電流 (I)} \times \text{電気抵抗 (R)}$$

サセプターの電気抵抗(R)は、エピタキシャル成長装置の熱処理能力にもとづいて設計されており、電気抵抗(R)に見合った黒鉛基材の電気比抵抗が選択される。電気抵抗(R)は、黒鉛基材の電気比抵抗(ρ)と相関関係があるので、電気抵抗の項は電気比抵抗と同等に扱うことができる。

サセプターは、誘導加熱コイルに供給する電力を調節することで、渦電流(I)が変化して温度をコントロールすることができる。サセプターの温度が上昇を開始すると、800℃以上では黒鉛基材の電気比抵抗も同時に増加し始めるので、渦電流(I)と電気抵抗(R)の両方がサセプターの温度上昇に寄与する。このため、電気比抵抗の高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})が大きいほど温度上昇に伴うサセプターの電気抵抗(R)が大きくなりジュール熱(P)が増えて温度上昇を促進する。従って、誘導加熱コイルの電力を再調整するよりも早くサセプターの温度上昇が発現するので、サセプターの温度の応答性が向上すると考えられる。

本発明のサセプターは、誘導加熱による温度の応答性が向上するので、目標の温度に対して迅速な温度調節ができて、温度の安定化のための待機時間が最小化されることで、生産性を損なうことなく高品質なウエハ製品を得ることができる。

[0015] 高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})は大きいほど温度上昇を促進して温度の応答性は向上するが、1.30より大きいと目標温度に近づいたときの温度がハンチングしやすく一定温度になるのに時間を要する。従って、本発明の ρ_{1600}/ρ_{800} の上限は1.30とした。

一方、高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})が1.14より小さいとサセプターの温度の応答性が低下する。この場合、温度上昇に伴う電気比抵抗の増加は小さく、誘導

加熱コイルの電力調整による渦電流が主に発熱に寄与するので、サセプターの温度の応答性が鈍くなり目標とする温度に安定するまで時間を要する。ウエハ製品は異なる温度に繰り返し調整して製造されるので、高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})が1.14より小さいと、1サイクルに要する時間が長くなりウエハ製品の生産性が低下する。

[0016] サセプターは、高温で水素およびアンモニア等のエッチング性ガスに曝されるので、黒鉛基材の急激な消耗を防ぐために表面を耐食性に優れたセラミック被膜でコーティングする。セラミックコーティング層は、SiC（炭化ケイ素）、TaC（炭化タンタル）、又はPBN（熱分解窒化ホウ素）の少なくとも1種の材料から選ぶことができ、一般的なCVD法で黒鉛基材の表面にコーティングすることができる。

[0017] ウエハ製品の製造方法の一例を、図1により説明する。図1は、エピタキシャル成長装置にサセプターを設置してウエハ製品を製造するときの模式図である。

本発明のサセプター1は装置内に装備された誘導加熱コイル2の上方に設置することができ、誘導加熱コイルに電力供給するとサセプター1が誘導加熱によって発熱する。サセプター1の上面にはウエハホルダー3と保護部材4が設置されており、発熱したサセプター1からの伝熱によって加熱される。ウエハホルダー3はウエハ5を保持するためのポケットが形成されており、ポケットに搭載されたウエハ5を伝熱によって加熱する。ウエハホルダー3と保護部材4はサセプター1と同じ材料であることが一般的である。

ウエハ5とサセプター1は、それぞれの放射温度計6, 7によって温度を測定することができるが、ウエハ製品の品質管理のために放射温度計6でウエハの温度を管理して製造するのが望ましい。ウエハ5の温度はサセプター1からの伝熱によって調節されるので、自ずとサセプター1の温度はウエハ5の温度より高くする必要がある。

誘導加熱の温度調節器8は、放射温度計6で測定されたウエハ温度を感知して、事前に設定された温度プログラムに基づいて誘導加熱電源に信号を送

り、誘導加熱コイルの電力を調節する。放射温度計6は、電力調節後のウエハ温度の変化を温度調節器8にフィードバックすることで、誘導加熱コイルの電力が再調節されて温度コントロールされる。

以上の通り、エピタキシャル成長装置の温度コントロールの応答性は、一次的には温度調節器8、誘導加熱電源9、誘導加熱コイル2の機器性能によって決まる。

ウエハの上部空間には、キャリアガスと原料ガスを流すことができ、加熱されたウエハ5上にはMOCVD法によって半導体被膜が積層されてウエハ製品が製造される。

[0018] 図2は、本発明のサセプターを用いて製造されたウエハ製品11の一例を示す模式断面図である。サファイア基板12上の一層目はGaNにAlをドーピングしたAlGaN緩衝層13があり、Siをドーピングしたn型GaN層14、InをドーピングしたInGaN井戸層15aとアンドープのGaN障壁層15bを交互に積層した多重量子井戸構造の活性層15、Mgをドーピングしたp型GaN層16の順番で積層されている。

[0019] 図3は、本発明のサセプターを用いてウエハ製品を製造したときの一例を示す温度プログラムのパターンである。例えば、ウエハの加熱温度が600～1100℃位の範囲で制御された場合、サセプターの温度はそれより100～200℃程度高い温度で発熱する。

サセプターはサファイア基板を搭載して誘導加熱が開始される。初めにサファイア基板の表面を清浄化するために、高温で原料ガスを流すことなくサーマルクリーニングと呼ばれる熱処理を行う。続いて、ウエハ製品を構成する各GaN層を積層するための温度コントロールを逐次行いながら被膜を積層して、1サイクルの決められたプロセス時間内でウエハ製品を製造する。

[0020] サファイア基板（ウエハ）に積層したGaN被膜の品質は、フォトルミネッセンス法(PL法)を利用した光学的分析手法で評価することができる。

例えば、ウエハ製品にレーザー光を照射すると半導体の固有のバンドギャップよりも電子-正孔対が生成し、これらが再結合するときに発光する。この

発光スペクトルを測定することで、バンドギャップ、結晶性、ドーピング量などを評価できる。（第11回窒化物半導体応用研究会「in-situ モニターを用いた窒化物結晶成長の観測」2011.7.7）

[0021] 図4は、エピタキシャル成長装置に搭載されたPL分析装置21から、ウエハ製品11にレーザー光を照射したときの発光スペクトルの波長(PL波長)を測定する方法の模式図である。

ウエハ製品の分析は、ウエハ全面を微小間隔でレーザー光が走査することで、半導体被膜の全面について場所に対応したPL波長を測定して行われる。ウエハ製品の品質評価は、ウエハ全面で測定されたPL波長を統計処理して得られる平均値と標準偏差(STD)を用いて行われる。

ウエハ毎に得られるPL波長の平均値は、例えば製品毎に異なるLEDの波長規格に適合したことを判断するための指標となり、本発明では目標のPL波長の $\pm 3\text{nm}$ 以内を合格とした。

ウエハ毎に得られるバラツキの指標となるSTDは、1枚のウエハ製品から良品として得られるLEDチップの数量に影響する。STD値が小さいほどPL波長のバラツキが少ないので、ウエハ製品の品質は良いと判断される。本発明ではSTDが 2nm 未満を合格とした。

[0022] 図5は、本発明の一例として用いられたサセプター模式図の黒鉛基材について、面内の電気比抵抗を測定した場所を示した。面内の電気比抵抗は、四探針法によって黒鉛基材の表面の16箇所（●印）を非破壊で測定することができる。

電気比抵抗分布のバラツキ ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) は、黒鉛基材の複数箇所で測定された最小値 ($\rho_{\min}$) に対する最大値 ($\rho_{\max}$) の比で指標化することができる。測定された16箇所の電気比抵抗を平均することで平均値 (ρ_{av}) を得た。

[0023] 図6は、高温の電気抵抗を測定する装置の模式図を示した。

高温の電気抵抗の測定は、黒鉛基材から切り出した黒鉛試料1A ($\phi 10 \times 100\text{mm}$) を電気炉31にセットして、室温から 1600°C まで加熱しながら、黒鉛試料1Aの両端に取り付けた端子に直流電源32を接続し、電流計33、電

位差計 34 によって電流値と電圧降下値を測定して行った。温度は、黒鉛試料 1A の中央に熱電対 35 を直接取り付け、温度記録計 36 によって測定した。ここで測定された電流値と電圧降下値を用いて、各温度の抵抗値 R_t を算出した。

[0024] 本発明のサセプターに使用される黒鉛基材の製造方法について説明するが、以下の方法に限定されるものではない。

好ましくは、冷間静水圧成形 (Cold Isostatic Pressing/CIP) による黒鉛材料をサセプターの形状に機械加工して得ることができる。

本発明に用いられる黒鉛材料は、黒鉛の結晶子のサイズが大きく黒鉛の結晶性が高いことが望ましいので、原料となる骨材は針状コークス粉、或いは針状コークス粉を用いて製造された人造黒鉛の粉砕粉、天然黒鉛粉等が利用される。更に、骨材としてアモルファスコークス粉を配合することで黒鉛材料の物性を調整することができる。本発明で使用する骨材原料はこれらを2種以上混合して使用するものが好ましい。例えば、アモルファスコークス粉 30～80 重量部と針状コークス粉 20～70 重量部との混合原料が好適である。また、アモルファスコークス粉 50～80 重量部と黒鉛粉 20～50 重量部との混合原料も好適である。

骨材は所定の粒径に粉砕して利用されるが、本発明では粒径が $1\sim 200\mu\text{m}$ の範囲で分布して平均粒径 (メジアン粒径 D_{50}) が $20\mu\text{m}$ を越えないことが好ましい。特に針状コークス粉は、黒鉛基材の結晶子のサイズを大きく (黒鉛材料の結晶性を高く) するのに効果があるので、粉砕後の分級操作で微粉を除去して粗粒に粒度調整することや、平均粒径を $20\mu\text{m}$ より大きくすることは、黒鉛基材の高温変化率 (ρ_{1600}/ρ_{800}) を過大にする恐れがある。好ましくは平均粒径 $5\sim 15\mu\text{m}$ である。

[0025] 上記の骨材は所定の配合割合で結合材 (タール、ピッチ等) と共に熱混練した後、室温付近まで冷却してから粉砕機で粉砕する。粉砕粉はゴム製のラバーケースに充填して密封したのち CIP 成形機で加圧して成形体を得る。

得られた成形体は、非酸化性雰囲気中で 1000°C まで熱処理して焼成炭化され

る。焼成体は必要に応じて熱溶融した含浸用ピッチを含浸して再度焼成することができる。ピッチ含浸することで、得られる黒鉛材料のかさ密度や強度が高くなり電気比抵抗が低下する。

得られた焼成体は、黒鉛化炉で2800～3000℃の範囲で熱処理して黒鉛化することで黒鉛材料を得ることができる。黒鉛化温度は高いほど黒鉛の結晶子のサイズが大きくなり、結晶性が高くなるので、熱処理温度は3000℃が望ましい。

黒鉛基材の電気比抵抗分布のバラツキを抑制するには、黒鉛化時の熱処理温度が均一になるように行えばよい。一般に黒鉛化炉はアチソン炉あるいは高周波誘導炉が使用されるが、黒鉛基材のサイズが大きくなるほど電気比抵抗分布のバラツキは大きくなりやすいので、アチソン炉より高周波誘導炉を利用することが望ましい。

[0026] 黒鉛基材の物性値は、テストピース/TP (10×10×50mm) を黒鉛基材の任意の場所から切り出して、かさ密度、熱膨張係数、曲げ強度、電気比抵抗を測定した。

かさ密度は、テストピースの重量と体積を実測して算出される。熱膨張係数は、差動トランスを装備した市販の熱分析装置を用いて、テストピースを室温から500℃まで加熱した時の線膨張率を測定して算出した。曲げ強度は、JIS R 7222 : 1997(黒鉛素材の物理特性測定方法)を参考にして支点間の距離40mm、荷重速度0.5mm/minで破壊したときの最大荷重を測定して算出した。電気比抵抗は、JIS R 7222 : 1997(黒鉛素材の物理特性測定方法)による電圧降下法で測定した。

サセプターとして使用できる黒鉛基材の物性としては、例えば、かさ密度が1.70～1.80g/cm³、熱膨張係数が3.5～4.5×10⁻⁶/K、曲げ強度が35～60MPa、電気比抵抗(ρ_0)が8.0～13.0μΩmが挙げられる。

[0027] (セラミックコーティング層)

本発明のサセプターは、黒鉛材料をサセプターの形状に機械加工した黒鉛

基材を好ましくはCVD法によってセラミック被膜でコーティングされたものである。

セラミックコーティング層は、SiC、TaC、又はPBNの少なくとも1種の材料であることが望ましい。特に、同種又は異種材料を2層以上積層してなるものが好ましい。セラミックコーティング層の厚みは、好ましくは50～200 μm である。

サセプターは高温で NH_3 、 H_2 等の反応性ガスに曝されるので、これらのガスに対して耐食性が優れた上記セラミック被膜をサセプターにコーティングすることによって繰返しの使用が可能となる。

黒鉛基材の表面をセラミック被膜でコーティングする方法はCVD法を用いた公知の方法による。

実施例

[0028] 以下、本発明を実施例に基づいて具体的に説明するが、本発明のサセプターはこれらの実施例の内容によって制限されるものではない。

[0029] 実施例1

骨材原料として、アモルファスコークスと針状スコークスをアトマイザー粉砕機により最大粒径200 μm まで個別に粉砕して其々平均粒径15 μm の骨材を得た。各骨材の粒径はレーザー回折式粒度分布測定装置を用いて測定して得た値であり、平均粒径はメジアン径として示した。

アモルファスコークス粉40重量部と針状スコークス粉60重量部を配合して骨材とした。

この骨材100重量部をバインダーピッチ70重量部と共にニーディング装置に投入し、220℃で加熱しながら10時間混練した。この混練物を冷却後、最大粒径250 μm まで再粉砕して成形用の二次粉末を得た。これをラバーケースに充填して冷間静水圧プレス(CIP)により1t/cm²の圧力で成形した。得られた成形体を焼成炉に詰めて、非酸化性雰囲気中で1000℃まで焼成炭化处理して焼成体を得た。得られた焼成体は含浸用ピッチを含浸して再度1000℃で焼成した。これを高周波誘導炉(HF)に移して、非酸化性雰囲気中で3000℃まで加熱して

黒鉛化することで黒鉛材料を得た。

[0030] 得られた黒鉛材料から、ドーナツ型のサセプター形状に黒鉛基材を複数加工した。そのうちの1枚から黒鉛材料のテストピース（ $10 \times 10 \times 50\text{mm}$ ）を切り出して、室温における物性値を測定した（表2）。

電気比抵抗の分布は、黒鉛基材の面内について図5に示した16箇所の電気比抵抗を測定して得た。電気比抵抗の測定は、ダイアインスツルメンツ社製抵抗率計（ロレスタ-EP）を用いて行った。得られた電気比抵抗について、平均値 ρ_{av} 、最大値 ρ_{max} 、最小値 ρ_{min} を表2に示した。この結果を用いて計算された電気比抵抗のバラツキ（ ρ_{max}/ρ_{min} ）を表3に示した。

高温の電気比抵抗の特性は、黒鉛基材から切出した黒鉛試料（ $\phi 10 \times 100\text{mm}$ ）を図6の装置にセットして測定された抵抗値を用いて、室温に対する各温度の相対値（ ρ_t/ρ_0 ）として示した（図7）。 800°C と 1600°C における相対値を用いて電気比抵抗の高温変化率（ ρ_{1600}/ρ_{800} ）を算出して表3に示した。

[0031] サセプター形状に加工した黒鉛基材は、純化炉に入れて高温下 Cl_2 ガスで精製してから、CVD炉に入れて高温下 SiCl_4 と C_3H_8 の混合ガスを H_2 キャリアガスと共に導入し、黒鉛基材の表面に厚さ $100\mu\text{m}$ （ $50\mu\text{m}$ を2回コート）の SiC 被膜を形成してサセプターを得た。

このサセプターをエピタキシャル成長装置(A)に設置して、4インチのサファイア基板11枚を載せて、MOCVD法により GaN 被膜をプロセス時間8時間で積層してLED向けウエハ製品（目標波長 443nm ）を作製した。

得られたウエハ製品の活性層をフォトルミネッセンス(PL)分析装置で面内 $1 \times 1\text{mm}$ 間隔で測定して、ウエハ毎に統計処理して11枚を平均した結果、PL波長は平均値 443.8nm 、標準偏差(STD) 1.3 であった。サセプターを繰り返し使用した結果、200サイクルを越えて使用することができた。

[0032] 実施例2

アモルファスコークス粉50重量部と針状コークス粉50重量部を配合して骨材とした以外は、実施例1と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例1と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波

長を測定した。その結果、PL波長は平均値443.5nm、標準偏差1.4であった。サセプターを繰り返し使用した結果、200サイクルを越えて使用することができた。

[0033] 実施例3

骨材原料として、針状コークスで製造された人造黒鉛材料の切削粉をアトマイザー粉砕機で粉砕して平均粒径 $70\mu\text{m}$ の骨材を得た。

アモルファスコークス粉67重量部と上記の人造黒鉛粉33重量部を配合して骨材としたこと、得られた焼成体にピッチを含浸することなく黒鉛化处理したこと以外は、実施例1と同一方法により黒鉛材料を得た。

この黒鉛材料からサセプター形状に加工した黒鉛基材を得た後、実施例1と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターをエピタキシャル成長装置(B)に設置して、4インチのサファイア基板14枚を載せて、MOCVD法によりGa₂N被膜をプロセス時間8時間で積層してLED向けウエハ製品(目標波長443nm)を作製した。

得られたウエハ製品の活性層をフォトルミネッセンス(PL)分析装置で面内1×1mm間隔で測定して、ウエハ毎に統計処理して14枚を平均した結果、PL波長は平均値443.2nm、標準偏差1.6であった。サセプターを繰り返し使用した結果、200サイクルを越えて使用することができた。

[0034] 実施例4

アモルファスコークス粉60重量部と針状コークス粉40重量部を配合して骨材としたこと以外は、実施例3と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例3と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波長を測定した。その結果、PL波長は平均値443.6nm、標準偏差1.7であった。サセプターを繰り返し使用した結果、200サイクルを越えて使用することができた。

[0035] 実施例5

アモルファスコークス粉70重量部、針状コークス粉30重量部を配合して骨材とした以外は、実施例3と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例3と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波長を測定した。その結果、PL波長は平均値444.1nm、標準偏差(STD)1.8であった。サセプターを繰り返し使用した結果、200サイクルを越えて使用することができた。

[0036] 比較例1

アモルファスコークスをアトマイザー粉砕機により最大粒径30 μ mまで粉砕して得た平均粒径5 μ mの粉末60重量部と、針状コークスをアトマイザー粉砕機により最大粒径200 μ mまで粉砕した後、分級機により投入量の30%の微粉を除去して得た平均粒径50 μ mの粉末40重量部を配合して骨材としたこと、得られた焼成体にピッチを含浸することなく黒鉛化処理したこと以外は、実施例1と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例1と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波長を測定した。その結果、PL波長は平均値447.8nm、標準偏差(STD)1.6であり、PL波長が上記目標値より外れてウエハ製品は不良になった。このためサセプターの使用を中止した。

[0037] 比較例2

アモルファスコークス粉80重量部と針状コークス粉20重量部を配合して骨材とした以外は、実施例1と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例1と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波長を測定した。PL波長が上記目標値より外れてウエハ製品は不良になった。このためサセプターの使用を中止した。

[0038] 比較例3

アモルファスコークス粉50重量部と針状コークス粉50重量部を配合して骨材としたこと、焼成体にピッチ含浸して再度1000℃で焼成した後、黒鉛化処理をアチソン炉(AC)で2500℃としたこと以外は、実施例3と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例3と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波長を測定した。PL波長、STD共に上記目標値又は規格値より外れてウエハ製品

は不良になった。サセプターは1回の使用でSiC被膜が破損したので使用を中止した。

[0039] 比較例4

焼成体にピッチ含浸して再度1000℃で焼成した後、黒鉛化処理を2500℃としたこと以外は、実施例4と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例4と同じ手順でウエハ製品を作製してPL波長を測定した。PL波長が上記目標値より外れてウエハ製品は不良になった。

このためサセプターの使用を中止した。

[0040] 比較例5

焼成体にピッチ含浸して再度1000℃で焼成した後、黒鉛化処理を2500℃としたこと以外は、実施例5と同一方法によりサセプターを得た。

このサセプターを用いて、実施例5と同じ手順でウエハ製品を作製したが、ウエハ製品の品質は合格したものの、温度応答性が劣り、プロセス時間を10時間とせざるを得なかった。

[0041] 用いられた骨材と黒鉛化条件について表1に示した。得られた黒鉛基材の物性値について表2に示した。得られたサセプターの評価結果を表3にまとめた。

[0042]

[表1]

	骨材の配合割合 (wt%)			骨材の平均粒径 (μm)			黒鉛化条件	
	アモルファス コークス粉 (A)	針状 コークス粉 (B)	人造 黒鉛粉 (C)	(A)	(B)	(C)	温度 (°C)	炉
実施例 1	40	60	-	15	15	-	3000	HF
実施例 2	50	50	-	15	15	-	3000	HF
実施例 3	67	-	33	15	-	70	3000	HF
実施例 4	60	40	-	15	15	-	3000	HF
実施例 5	70	30	-	15	15	-	3000	HF
比較例 1	60	40	-	5	50	-	3000	HF
比較例 2	80	20	-	15	15	-	3000	HF
比較例 3	50	50	-	15	15	-	2500	AC
比較例 4	60	40	-	15	15	-	2500	HF
比較例 5	70	30	-	15	15	-	2500	HF

[0043]

[表2]

	かさ密度 (g/cm ³)	熱膨張係数 (×10 ⁻⁶ /K)	曲げ強度 (MPa)	電気比抵抗 (μΩm)	電気比抵抗(μΩm)		
					ρ _{av}	ρ _{max}	ρ _{min}
実施例 1	1.73	3.9	35	8.6	8.8	9.0	8.9
実施例 2	1.79	4.0	46	10.0	10.1	10.3	9.9
実施例 3	1.73	4.3	43	11.8	11.7	11.9	11.7
実施例 4	1.77	4.1	54	12.3	12.3	12.4	12.0
実施例 5	1.79	4.2	60	12.8	12.7	12.9	12.3
比較例 1	1.85	4.0	58	9.8	9.7	9.9	9.6
比較例 2	1.85	4.5	56	10.1	10.2	10.4	10.0
比較例 3	1.79	4.2	50	12.2	12.3	13.6	11.8
比較例 4	1.82	4.3	52	12.9	12.9	13.2	12.8
比較例 5	1.84	4.4	60	13.5	13.6	13.8	13.5

[0044]

[表3]

	黒鉛基材		プロセス 時間(h)	PL 波長		耐久寿命 (サイクル)	総合評価
	$\rho_{\max}/\rho_{\min}$	ρ_{1600}/ρ_{800}		平均値 (nm)	標準偏差 STD		
実施例 1	1.01	1.27	8	443.8	1.3	>200	○
実施例 2	1.04	1.24	8	443.5	1.4	>200	○
実施例 3	1.02	1.20	8	443.2	1.6	>200	○
実施例 4	1.03	1.17	8	443.6	1.7	>200	○
実施例 5	1.05	1.14	8	444.1	1.8	>200	○
比較例 1	1.03	1.32	8	447.8	1.6	*	×
比較例 2	1.04	1.11	8	448.2	1.5	*	×
比較例 3	1.15	1.09	8	449.6	3.1	**	×
比較例 4	1.03	1.07	8	449.7	1.5	*	×
比較例 5	1.02	1.05	10	443.5	1.6	**	×

(備考)

* : PL波長が目標値 (443nm) より外れてウエハ製品が不良になり、サセプターの使用を中止

＊ ＊ ： ウエハ製品が不良になり、かつサセプターが破損し、サセプターの使用を中止

＊ ＊ ＊ ： プロセス時間の延長により生産性が劣り、サセプターの使用を中止

○ ： PL波長が所定範囲内に収まりウエハ製品が良好であり、生産性にも優れ、サセプターとして良好に使用できるもの

× ： サセプターとして使用不可なもの

[0045] 表3の結果より、実施例1～5の本発明の範囲にある黒鉛基材を用いたサセプターでは、MOCVD法で製造されたウエハ製品のPL波長(平均値)は、目標値の443±3nm以内、標準偏差(STD)は2未満であり品質規格を満足した。

これに対して、電気比抵抗の高温変化率(ρ_{1600}/ρ_{800})が1.3より大きい比較例1と1.14未満の比較例2, 3, 4は、サセプターの温度が安定しなかったのでPL波長は±3nm以上外れた。また、電気比抵抗のバラツキ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$)が1.05を越す比較例3は、サセプターの温度のバラツキが大きいので標準偏差(STD)は3を超えて大きく、更に熱応力によってコーティング被膜は割れた。

電気比抵抗の高温変化率 ρ_{1600}/ρ_{800} が1.14未満の比較例5は、サセプターの温度の応答性が低いものの、プロセス時間を10時間に延長することによってウエハ製品の品質を合格した。しかしながら、ウエハ製品の生産性が低下したので量産向けには使用できなかった。

産業上の利用可能性

[0046] 本発明は気相エピタキシャル成長を行う際に使用されるサセプターに好適に利用できる。

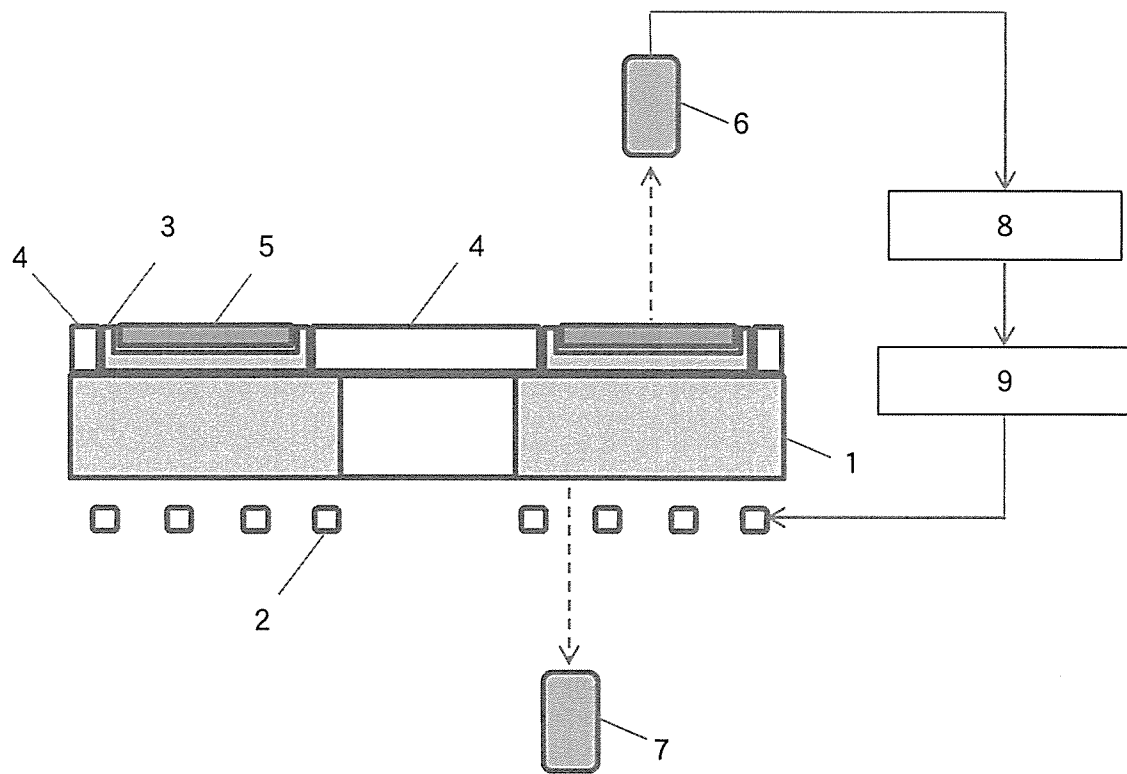
符号の説明

- [0047]
- | | |
|-----|--------------|
| 1 | サセプター |
| 1 A | 黒鉛試料（黒鉛基材） |
| 5 | ウエハ |
| 1 1 | ウエハ製品 |
| 1 2 | サファイア基板（ウエハ） |

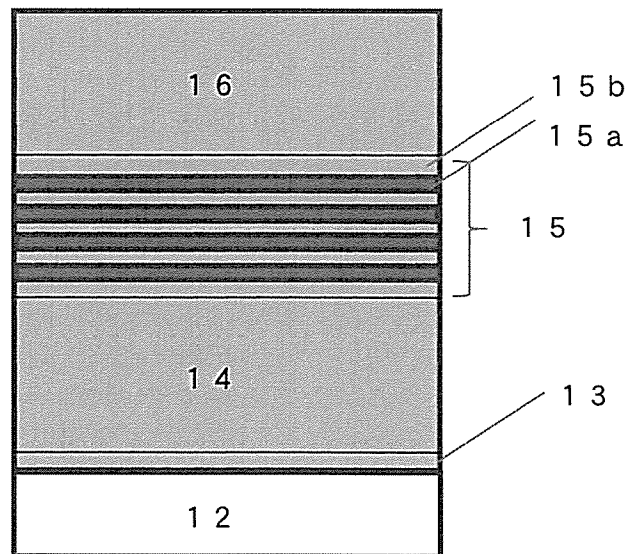
請求の範囲

- [請求項1] 誘導加熱によって発熱するサセプターであって、黒鉛基材とセラミックコーティング層を有し、黒鉛基材の室温における面内の電気比抵抗分布のバラツキ ($\rho_{\max}/\rho_{\min}$) が1.00～1.05であり、800℃と1600℃の電気比抵抗の高温変化率 (ρ_{1600}/ρ_{800}) が1.14～1.30であることを特徴とするサセプター。
- [請求項2] 上記セラミックコーティング層は、SiC、TaC、及びPBN（熱分解窒化ホウ素）から選ばれる少なくとも1種の材料であることを特徴とする請求項1に記載のサセプター。

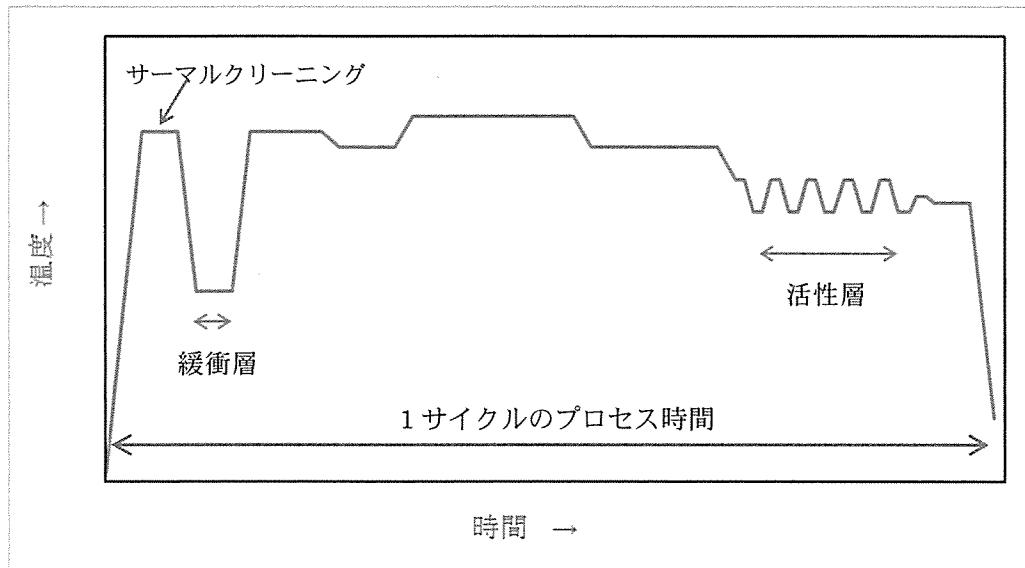
[図1]



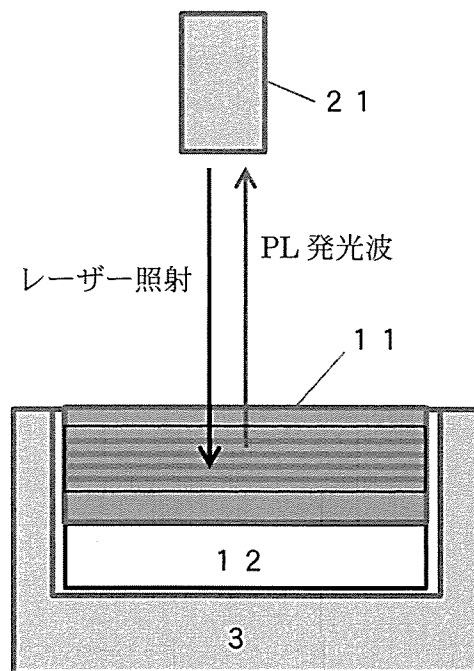
[図2]



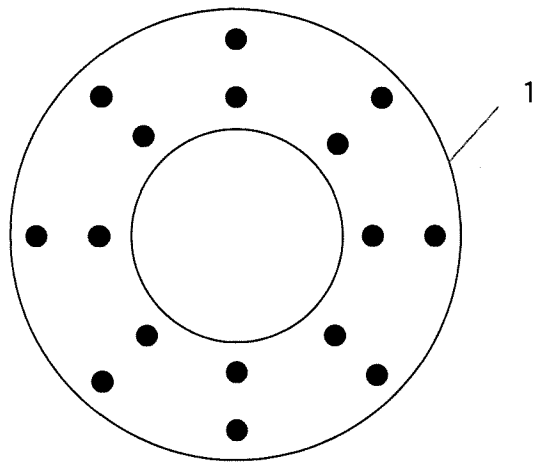
[図3]



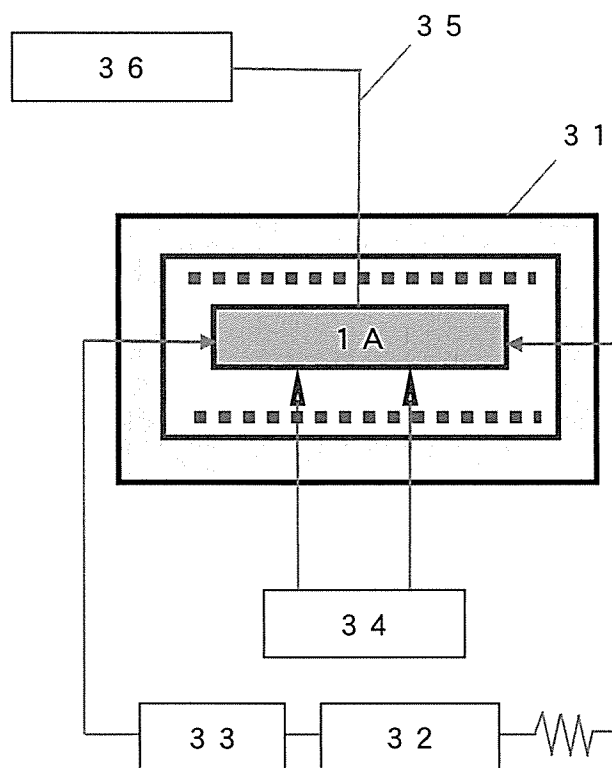
[図4]



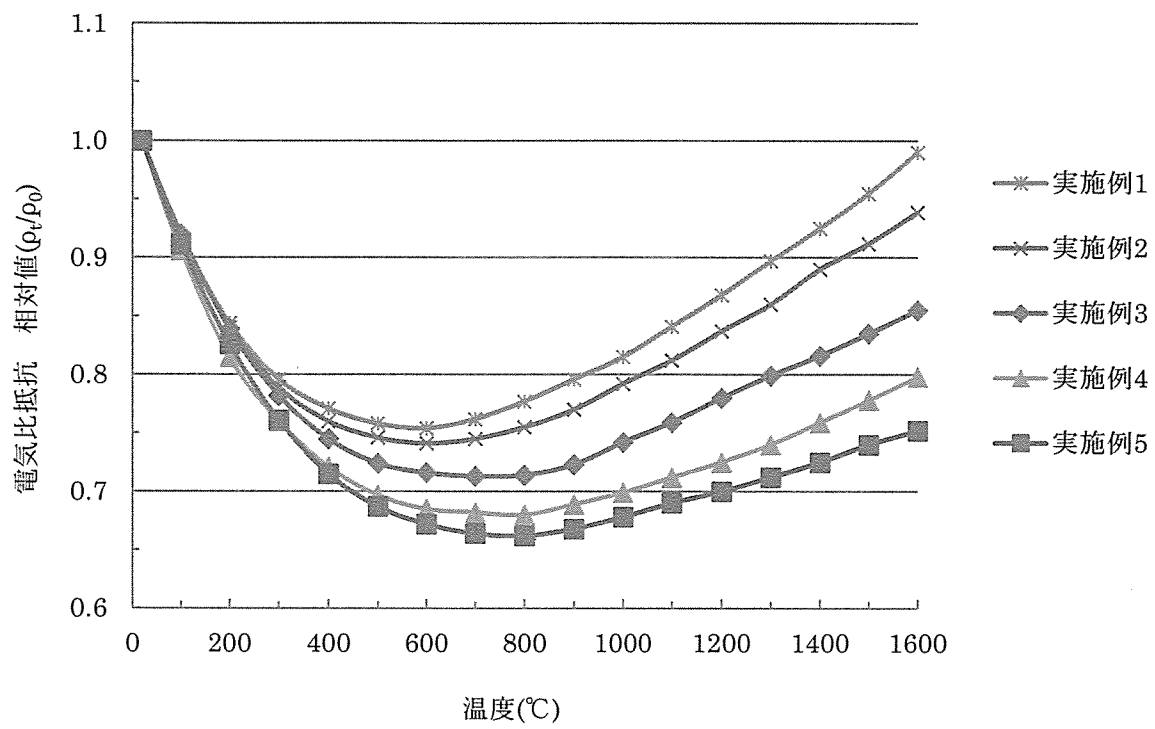
[図5]



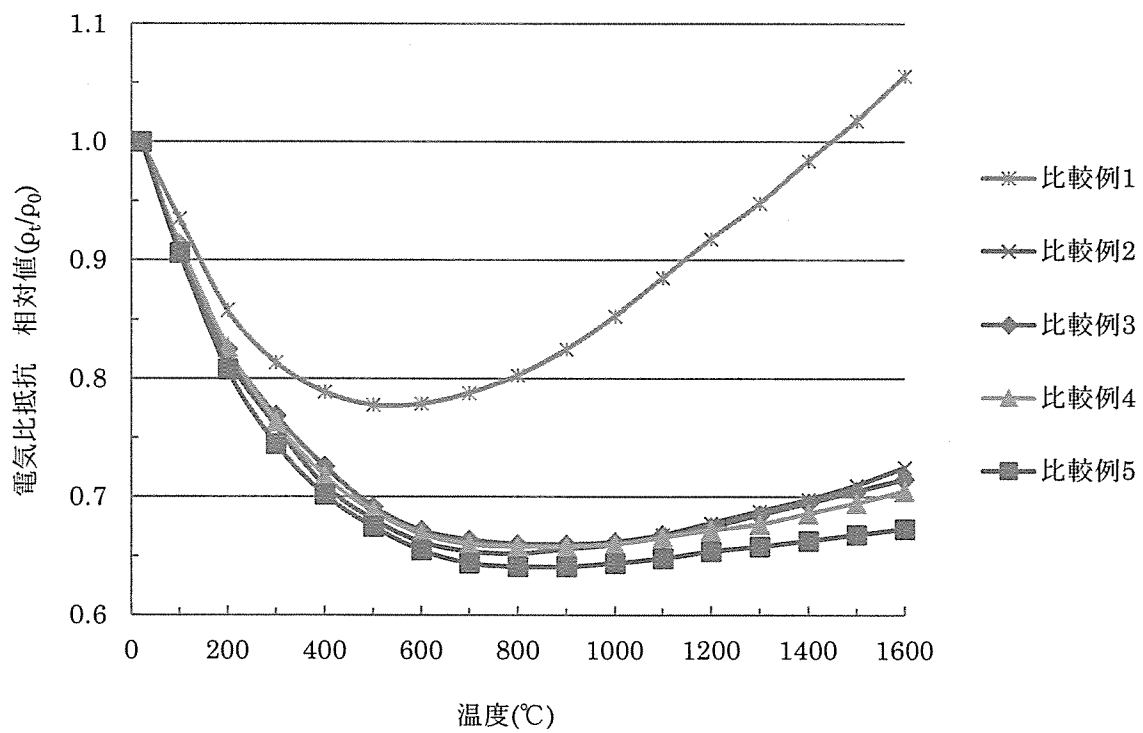
[図6]



[図7]



[図8]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/037342

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. H01L21/205(2006.01)i, C01B32/21(2017.01)i,
C23C16/42(2006.01)i, C23C16/46(2006.01)i,
H01L21/683(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)

Int.Cl. H01L21/205, C01B32/21, C23C16/42, C23C16/46, H01L21/683

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

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.
Y	JP 2001-031473 A (TOYO TANSO CO., LTD.) 06 February 2001, paragraphs [0005]-[0008], [0020], [0023]-[0024], table 1, fig. 1 (Family: none)	1, 2
Y	JP 2016-012679 A (TOYOTA GOSEI CO., LTD.) 21 January 2016, paragraphs [0009], [0021]-[0028], fig. 1-3 (Family: none)	1, 2
Y	JP 2017-103190 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 08 June 2017, paragraphs [0040]-[0044], [0059]- [0060], table 2 & TW 201722197 A	1, 2
Y	JP 07-165467 A (TOKAI CARBON CO., LTD.) 27 June 1995, paragraphs [0001], [0020]-[0023], tables 1, 2 (Family: none)	1, 2



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
20 December 2018 (20.12.2018)

Date of mailing of the international search report
08 January 2019 (08.01.2019)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/037342

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
P, A	JP 2018-145079 A (COORSTEK, INC.) 20 September 2018, entire text, all drawings (Family: none)	1, 2

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. H01L21/205(2006.01)i, C01B32/21(2017.01)i, C23C16/42(2006.01)i, C23C16/46(2006.01)i,
H01L21/683(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 (IPC))

Int.Cl. H01L21/205, C01B32/21, C23C16/42, C23C16/46, H01L21/683

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	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018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
Y	JP 2001-031473 A (東洋炭素株式会社) 2001.02.06, 段落[0005]-[0008], [0020], [0023]-[0024], 表 1, 図 1 (ファミリーなし)	1, 2
Y	JP 2016-012679 A (豊田合成株式会社) 2016.01.21, 段落[0009], [0021]-[0028], 図 1-3 (ファミリーなし)	1, 2

☑ 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

20.12.2018

国際調査報告の発送日

08.01.2019

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/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)

長谷川 直也

50

4549

電話番号 03-3581-1101 内線 3559

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
Y	JP 2017-103190 A (信越化学工業株式会社) 2017.06.08, 段落[0040]-[0044], [0059]-[0060], 表 2 & TW 201722197 A	1, 2
Y	JP 07-165467 A (東海カーボン株式会社) 1995.06.27, [0001], [0020]-[0023], 表 1, 2 (ファミリーなし)	1, 2
P, A	JP 2018-145079 A (クアーズテック株式会社) 2018.09.20, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1, 2