



(19)中華民國智慧財產局

(12)發明說明書公告本

(11)證書號數：TW I671443 B

(45)公告日：中華民國 108 (2019) 年 09 月 11 日

(21)申請案號：108100546

(22)申請日：中華民國 103 (2014) 年 09 月 09 日

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

C30B23/06 (2006.01)

H01L21/203 (2006.01)

F27B14/10 (2006.01)

F27B14/06 (2006.01)

(30)優先權：2013/09/06 美國

61/874,633

(71)申請人：美商 G T A T 公司 (美國) GTAT CORPORATION (US)

美國

(72)發明人：達拉奇夫 羅曼 V DRACHEV, ROMAN V. (US) ; 聖斯拉夫恩 拉斯拉斯

SANTHANARAGHAVAN, PARTHASARATHY (US) ; 安德拉柯 安卓瑞 M

ANDRUKHIV, ANDRIY M. (US) ; 萊特爾 大衛 S LYTTLE, DAVID S. (US)

(74)代理人：洪武雄；陳昭誠

(56)參考文獻：

US 2002/0083892A1

US 2012/0103249A1

審查人員：吳國宇

申請專利範圍項數：23 項 圖式數：4 共 34 頁

(54)名稱

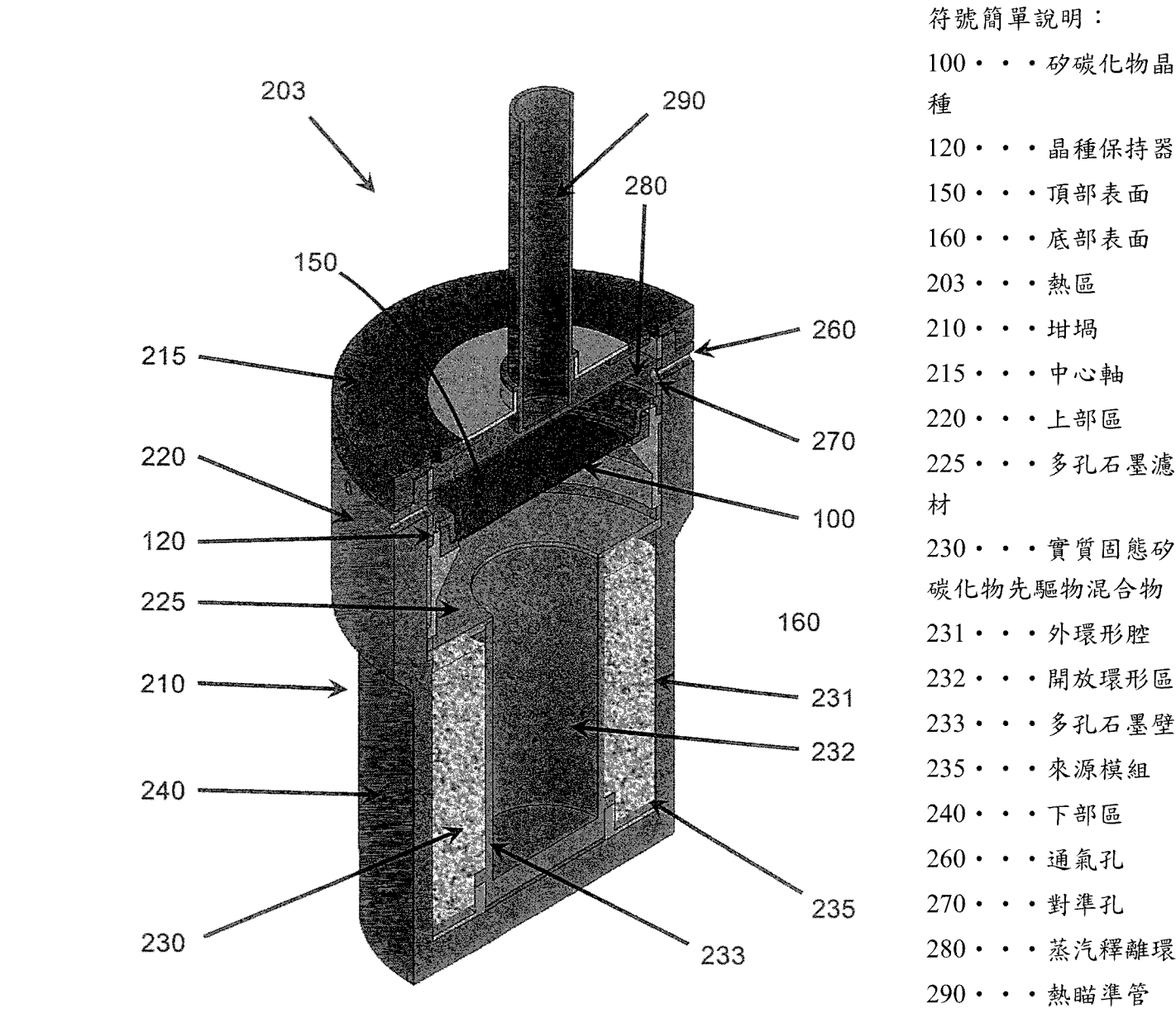
用來生產大塊矽碳化物的器具

(57)摘要

揭露一種生產矽碳化物之方法。本方法包含提供昇華爐之步驟，該昇華爐包含爐殼、至少一個置於該爐殼外之加熱元件、以及置於該爐殼內藉由絕緣物圍繞之熱區。該熱區包含坩堝，該坩堝具有置於其下部區中之矽碳化物先驅物及置於其上部區中之矽碳化物晶種。將該熱區加熱以令該矽碳化物先驅物昇華，在該矽碳化物晶種之底部表面上形成矽碳化物。亦揭露用以生成矽碳化物的昇華爐以及所產生的矽碳化物材料。

A method of producing silicon carbide is disclosed. The method comprises the steps of providing a sublimation furnace comprising a furnace shell, at least one heating element positioned outside the furnace shell, and a hot zone positioned inside the furnace shell surrounded by insulation. The hot zone comprises a crucible with a silicon carbide precursor positioned in the lower region and a silicon carbide seed positioned in the upper region. The hot zone is heated to sublimate the silicon carbide precursor, forming silicon carbide on the bottom surface of the silicon carbide seed. Also disclosed is the sublimation furnace to produce the silicon carbide as well as the resulting silicon carbide material.

指定代表圖：



【第3a圖】

# 發明專利說明書

(本說明書格式、順序，請勿任意更動)

## 【發明名稱】(中文/英文)

用來生產大塊矽碳化物的器具

APPARATUS FOR PRODUCING BULK SILICON  
CARBIDE

相關申請案交叉引用

【0001】 本申請案係關於 2013 年 9 月 6 日所提出的美國臨時專利申請第 61/874,633 號。該專利申請案的完整內容係引用合併於本文中。

## 【技術領域】

【0002】 本發明係關於昇華爐及用於製備低缺陷密度的大塊矽碳化物之方法。

## 【先前技術】

【0003】 矽碳化物(SiC)近年來，因其突出的化學、物理及電氣特性而受到明顯關注。尤其是，已發現大塊單晶 SiC 有用於半導體應用，包括如：功率電子設備中之組件所用材料之基材及 LED。此種材料的其它應用也開始出現。

【0004】 矽碳化物能藉由各種所屬領域已知的方法予以製備。例如，已使用物理氣相傳輸(PVT)法製備矽碳化物之大型單晶。這種方法在晶體生長爐的高溫區中提供如粉狀矽碳化物之來源，並且予以加熱。還在較低溫區中提供如矽碳化物單晶晶圓之晶種。矽碳化物係加熱至昇華，

並且產生的蒸汽抵達上有材料沉積之較冷矽碳化物晶種。或者，該來源可為矽與碳粒子之混合物，其在加熱時，起反應作用而形成 SiC，SiC 隨後昇華並且在該晶種上再結晶。

【0005】 雖能使用晶體生長爐生成矽碳化物之大型梨晶，但這個製程通常難以控制。例如，關鍵在於製程條件，如來源與晶種之間的溫度梯度在整個晶體生長製程期間保持固定，這一般是在大於 2000°C 的情況下進行數日，以便生成各處特性一致的梨晶。製程條件的小改變會使所生長矽碳化物梨晶的品質產生大變化。再者，隨著生長進行，若未妥善控制製程條件，還會出現晶種及／或生長中的晶體之昇華。另外，產品的品質還會受晶體成長室中所用組件的類型所影響，這是因為基於生長條件，有些可能會分解，從而化學干擾該生長。所以，昇華爐中生長的矽碳化物通常在晶體中含有缺陷，如：低角度晶界、錯位、Si 與 C 第二相內含物、不同多型體內含物、以及微管線，其影響材料的效能特性。再者，即使能維持單晶生長製程的特定條件以生成高品質產品，通常亦會出現批次變異性，這是因為例如：來源、晶種、或器具之組件會造成在產品中的不一致性。

【0006】 基於這個理由，到目前還沒有一種能有效且符合成本效益生成高品質大型矽碳化物單晶的可靠且可重複的矽碳化物昇華爐或方法。因此，業界對於改良型矽碳化物生長器具及方法是有需求的。

**【發明內容】**

**【0007】** 本發明係關於用於製備矽碳化物之昇華爐，其包含爐殼、至少一個置於爐殼外之加熱元件、以及置於該爐殼內藉由絕緣物圍繞之熱區。該熱區包含具有上部區與下部區之坩堝、將該坩堝密封之坩堝蓋、置於坩堝下部區中之實質固態矽碳化物先驅物、以及置於坩堝上部區中之晶種模組，該晶種模組包含矽碳化物晶種，該矽碳化物晶種具有曝露至該坩堝上部區之頂部表面與底部表面，該底部表面面向實質固態矽碳化物先驅物。較佳的是，該晶種模組包含具有至少一個蒸汽釋離開口之晶種保持器，並且該矽碳化物晶種係置於該晶種保持器內。亦較佳的是，該矽碳化物晶種在該晶種的頂部表面上包含至少一個晶種保護層。描述該昇華爐之各個具體實施例。

**【0008】** 要理解的是，前述發明內容及底下的實施方式兩者僅屬例示性及說明性，而目的是要對本發明(如申請專利範圍)提供進一步說明。

**【圖式簡單說明】**

**【0009】** 第 1a 圖及第 1b 圖為本發明各個具體實施例中所用矽碳化物晶種之透視圖。

**【0010】** 第 2 圖為本發明各個具體實施例中所用昇華爐之示意圖。

**【0011】** 第 3a 圖及第 3b 圖顯示本發明各個具體實施例中所用昇華爐熱區之各個圖示。

**【0012】** 第 4 圖顯示本發明一具體實施例所生成矽

碳化物梨晶之剖面圖。

### 【實施方式】

【0013】 本發明係關於用於生產矽碳化物之方法及器具。

【0014】 在本發明形成矽碳化物之方法中，提供包含爐殼、熱區、以及絕緣物之昇華爐，其中，該絕緣物圍繞該爐殼中的該熱區。該爐殼可為所屬領域中用於高溫結晶爐之任何已知者，包括含有界定冷卻流體(如：水)循環之冷卻通道之外壁與內壁之石英殼，。另外，該爐殼還可為附有空氣冷卻之單壁型石英殼(如：從殼體底部至頂部者)。該爐殼係由至少一加熱元件圍繞，該加熱元件提供熱以促進並且控制晶體生長。

【0015】 該熱區包含附有坩堝蓋或罩之坩堝，並且矽碳化物先驅物(本文有時稱為矽碳化物源)及矽碳化物晶種兩者係置於該坩堝內。這些在下面各有更詳細的說明。絕緣物在置於該爐殼內時圍繞該熱區，並且可為所屬領域中具備低導熱性之任何已知材料(包括例如：石墨)，其進一步能夠耐受爐體內的溫度及狀況。較佳的是，該絕緣物包含複數層纖維狀絕緣物(如：石墨氈)，且該層件數目能隨例如層件厚度、爐殼尺寸、坩堝尺寸與形狀、晶體生長狀況、以及成本而改變。較佳的是，該絕緣層之形狀及維度符合所用坩堝之形狀及尺寸，並且提供足以令晶體生長維持所需熱梯度之低導熱性。例如，對於圓柱形坩堝，絕緣物較佳是包含具有甜甜圈形狀之纖維狀絕緣材料層，其

係堆疊成將坩堝圍繞。較佳的是，該絕緣物所圍繞之熱區被保持容器(如：石英容器)圍蔽，目的是為了便於處理並且維持持續的低的導熱性。任何介於該保持容器外側與該爐殼內面的間隙，都能以惰性氣體或氣體混合物(如：氬與氦之組合)予以填充。

【0016】 本方法能用各種方式將爐殼、熱區及絕緣物組合。例如，在一個具體實施例中，絕緣物係設於上開式保持容器內，並且置於爐殼(如：可移動式或靜置式台座)內，該爐殼在殼體外側及熱區週圍具有加熱元件，該加熱元件包含以坩堝蓋予以密封之坩堝，以及含有矽碳化物先驅物，並且矽碳化物晶種係置於該絕緣物內，以致絕緣物將熱區圍繞。或者，在另一具體實施例中，絕緣物係置於爐殼內，較佳是在保持容器內，並且坩堝係置於絕緣物內。接著將矽碳化物源及矽碳化物晶種置放於坩堝內，然後能以坩堝蓋將坩堝密封。而且，在另一具體實施例中，絕緣物係置於熱區週圍，附有或不附有來源及晶種，並且亦將熱區及絕緣物置於爐殼內，較佳係搭配保持容器使用。不管順序如何，熱區較佳係沿著殼體之垂直中心軸水平(例如：軸向)置於爐殼之中心。沿著中心軸垂直安置係取決於例如加熱元件之類型及位置(下面有說明)，以及待生成的理想熱梯度。較佳的是，熱區係垂直置於爐殼中心以及圍繞爐殼之加熱元件之中心處或上面。能調整特定垂直定位以得到最佳生長效能。在坩堝設有矽碳化物源及晶種後，接著能以蓋體將坩堝密封。其它組合也可行，並且是所屬

領域具備普通技術者已知者。視需要將多孔濾材(如：多孔石墨濾材)置於矽碳化物先驅物與矽碳化物晶種之間。

【0017】 昇華爐一旦組裝完成，為了使該矽碳化物先驅物昇華，本發明之方法進一步包含以加熱元件加熱熱區之步驟，藉以在該矽碳化物晶種上形成矽碳化物。加熱元件可為所屬領域任何已知能夠將爐殼內(更尤指坩堝內)之溫度變更者，用以造成來源昇華。該加熱元件可為單一元件，或能包含多個元件(較佳的是可對其提升控制者)。本發明之加熱元件較佳為感應加熱器，其在爐殼外側纏繞，並且能夠以感應方式與爐殼內之組件(尤其是坩堝)耦接。另外，為了要測量、維持、及／或控制坩堝內的溫度，熱區還可包含至少一置於坩堝上面之熱瞄準管。此管件較佳係穿過坩堝蓋至位於矽碳化物晶種上面的位置。能從那裡測量到溫度值，並且若有必要，能變更送至加熱元件之功率，以確保所需晶體生長條件得以維持。

【0018】 如上所述，熱區包含坩堝、坩堝蓋、矽碳化物先驅物、以及矽碳化物晶種。坩堝可為所屬領域已知能夠耐受昇華爐內所出現狀況的任何坩堝。坩堝及坩堝罩較佳係包含石墨。另外，坩堝能隨著例如爐殼之形狀及尺寸、矽碳化物先驅物之用量、以及待形成矽碳化物產物之理想形狀及尺寸，而具有任何形狀或尺寸。例如，坩堝能具有實質圓柱狀。坩堝具有上部區(其為坩堝頂部之區域)以及下部區(其為坩堝底部之區域)，並且這些區域能具有相同或不同的形狀及／或截面積。例如，坩堝之上部區及

下部區兩者都能具有實質圓柱狀，上部區之直徑大於下部區之直徑。在這個實施例中，絕緣物能緊貼上和下部區兩者，從而與坩堝的整個外表面接觸，或較佳的是，絕緣物能緊貼坩堝之上部區，但未緊貼其下部區，從而在坩堝之下部與絕緣物之間留下間隙。矽碳化物先驅物係置於坩堝之下部區中，而矽碳化物晶種則是置於坩堝之上部區中。按照這個方式，在藉由圍繞爐殼之加熱元件將熱區加熱時，矽碳化物先驅物起反應及／或昇華以形成含矽及碳之蒸汽，蒸汽接著向上穿過熱區朝矽碳化物晶種行進，蒸汽在矽碳化物晶種上凝結且再固化，藉以形成矽碳化物產物。

【0019】 矽碳化物先驅物能予以直接置入坩堝之下部區，或替代地能予以設在置於下部區中之單獨的獨立式容器裡。例如，能將矽碳化物先驅物包含於來源模組內，來源模組係置於坩堝內。來源模組(其能具有一或多個先驅物腔室)可為任何能夠耐受用以形成矽碳化物所需條件，並且不會干擾或添加污染物至產物的容器。來源模組較佳係包含石墨。模組的形狀能隨例如先驅物給料量及坩堝形狀而變。例如，來源模組可為提供用以在坩堝下部區中形成環形腔之圓柱形插入物。按照這個方式，較靠近加熱元件之外環形腔能含有矽碳化物先驅物，而內部圓柱形腔室則提供空間，讓昇華產物通過以抵達矽碳化物晶種。本具體實施例之圓柱形來源模組較佳的是包含多孔石墨，多孔石墨能夠允許矽碳化物先驅物昇華所生成之蒸汽擴散。

【0020】 矽碳化物先驅物包含矽碳化物，並且能呈

任何形式，包括粉末、顆粒狀、固體、或其組合。較佳的是，矽碳化物先驅物呈實質固態，具有非常低度的粒狀材料，例如包括少於 10% 之粒狀材料、少於 5% 之粒狀材料、以及少於 1% 之粒狀材料。矽碳化物先驅物最佳為實質不具有粒狀材料之固態材料。另外，相較於矽碳化物之密度，先驅物也能為多孔、低密度固體、或非多孔、高密度固體。

**【0021】** 能用各種不同方式製備矽碳化物先驅物。例如，能製備並且隨後加熱含矽及碳之試劑混合物(如：石墨)，以形成包含矽碳化物之實質固態先驅物矽碳化物先驅物混合物。或者，能提供特定的矽碳化物，並且也能予以加熱而轉換成實質固態矽碳化物先驅物。轉換的程度能藉由例如下列而變：加熱的程度、溫度、以及(對於試劑混合物)矽對碳之比率，還有混合物之形式。例如，能將矽粒子及碳粒子組合以形成特定混合物，其增加可起反應以形成先驅物矽碳化物之表面面積。較佳的是，使用莫耳莫耳過量之碳以便驅使矽對矽碳化物之轉換。例如，用於製備矽碳化物先驅物之碳對矽莫耳比率較佳為大於 1.0、更佳為約 1.05 至約 1.5、以及最佳為約 1.1 至約 1.3。

**【0022】** 能將任何已知的特定矽碳化物或矽及碳粒子用於製備矽碳化物先驅物。例如，在使用特定混合物時，矽粒子之平均粒子大小較佳為約 0.1 mm 至約 10 mm、更佳為約 0.5 至約 5 mm、以及最佳為約 1 mm 至約 4 mm。另外，碳粒子的平均粒子大小範圍較佳為約 50 微米至約 1000 微米、更佳為約 75 微米至約 750 微米、以及最佳為

約 85 微米至約 500 微米。能使用所屬領域中可用的任何方法(例如包括藉由篩選)製備這些範圍內的粒子。

【0023】 特定混合物能藉由例如組合試劑粒子並且攪拌或混合，予以成形為矽及碳粒子的均質或近均質混合物，或能藉由組合試劑粒子但不特意混合，予以成形為異質混合物。例如，能在交替之矽及碳層中組合矽粒子及碳粒子，其中各碳層具有實質等量之碳，並且各矽層具有實質等量之矽。特定混合物能如上所述設於坩堝之下部區中並且加熱，或交替地，能如上所述設於來源模組中，其能置於坩堝中並且加熱，或能單獨加熱並且接著置於坩堝之下部區中。

【0024】 熱區更包含置於坩堝上部區(其上形成矽碳化物)中的矽碳化物晶種。為了確保形成實質單晶矽碳化物，該晶種為單晶。可使用所屬領域已知的任何晶種。該矽碳化物晶種較佳為矽碳化物晶圓，尤其是圓形矽碳化物晶圓(如藉由將矽碳化物梨晶切片可得者)。矽碳化物晶種晶圓之直徑能隨各種因素而變，例如：坩堝之尺寸以及待生成矽碳化物之理想尺寸。例如，矽碳化物晶種能為圓形矽碳化物晶圓，其直徑大於約 75 mm(例如：約 80 mm 至約 85 mm)、大於約 100 mm(例如：約 105 mm 至約 115 mm)、大於約 150 mm(例如：約 160 mm 至約 170 mm)、以及大於約 200 mm(例如：約 210 mm 至約 230 mm)。矽碳化物晶種之厚度也能隨諸如成本及可用性等因素而變。例如，矽碳化物晶種能為圓形矽碳化物晶圓，其厚度為約 0.5 mm 至

約 3.5 mm，例如：約 0.6 mm 至約 1.3 mm、以及約 0.7 mm 至約 1.1 mm。

【0025】 矽碳化物晶種具有頂部表面及底部表面，並且係置於坩堝之上部區，坩堝附有面向矽碳化物先驅物之底部表面，矽碳化物先驅物係置於坩堝之底部區域中。由於晶種為單晶矽碳化物，該晶種具有矽面及碳面，並且能將晶種安置成任一面皆面向先驅物，端視待形成矽碳化物之多型體而定。例如，6H 矽碳化物能在矽碳化物晶種晶圓之矽面為底面時成形，而 4H 矽碳化物則能生長自晶種晶圓之碳面。矽碳化物晶種較佳係設於單獨的獨立式晶種模組中，並且晶種模組係置於坩堝之上部區中。晶種模組能為任何能夠耐受矽碳化物晶體生長條件之容器，並且能進一步含有矽碳化物晶種，保持該晶種之位置而不干擾矽碳化物生長。該晶種模組較佳係包含晶種保持器，該晶種保持器含有晶種同時留下晶種之底部表面，矽碳化物在晶種之底部表面上生長，曝露至坩堝之上部區。較佳的是，曝露的底部表面多達 75%、更佳為 80%、以及最佳為 90%。按照這個方式，晶體生長表面曝露得以最大化。

【0026】 另外，晶種保持器內所含有矽碳化物晶種之頂部表面較佳亦曝露至坩堝之上部區。特別的是，晶種之頂部表面有大於約 75%在晶種保持器中曝露，包括大於約 80%及大於約 90%。這與所屬領域典型所進行者形成對比。具備普通技術者將令晶種之頂部表面黏附至保護阻障物，如厚石墨塊，其能作為坩堝罩蓋。使晶種之頂部表面

保持曝露將預期分解晶種並且造成生長之矽碳化物晶體內的缺陷。然而，將晶種黏附至塊體具有顯著缺點，特別是因塊體與晶種之間的熱失配在生長之晶體內產生應力及缺陷。而且，能夠保全生長條件之黏著劑更增加製程成本，並且會替晶種生長環境增加污染物。

【0027】 令人驚訝的是，已發現矽碳化物晶種之頂部表面能保持曝露至坩堝之上部區，曝露表面未附著至懸掛自熱區內晶種上面的任何組件，包括坩堝或坩堝罩，並且結果是，總體晶體缺陷減少之晶種上能形成矽碳化物。為了確保矽碳化物晶種頂部表面未在矽碳化物生長期間劣化，晶種頂部表面較佳係包含晶種保護層，該晶種保護層能對坩堝上部區中的晶體生長環境起阻障物的作用。更佳的是，矽碳化物晶種的整個頂部表面包含晶種保護層。此層可為單一層或可包含多層，但相對於晶種厚度總體而言該晶種保護層是非常薄的。該晶種保護層的厚度較佳係小於約 250 微米，並且更佳係小於約 100 微米厚，例如：約 10 微米至約 90 微米、約 30 微米至約 80 微米、以及約 50 微米至約 70 微米。晶種保護層能包含任何能夠防止與晶種頂部表面起反應，但未造成不理想熱應力(尤其是導因於熱膨脹係數失配)之材料。例如，晶種保護層可包含一或多種碳質層，例如：含石墨之塗料，或已在高溫硬化之光阻層。若晶種保護層包含至少兩種塗層，則層件只要總體厚度較佳維持低於約 250 微米，便能改變厚度。例如，各層皆在層件為硬化光阻時，皆能為約 1 微米至約 100 微米(包括約

2 微米至約 5 微米)，並且在層件為石墨塗層時，為約 20 微米至約 30 微米。

【0028】 能使用任何所屬領域已知能夠生成薄表面層之塗佈技術，將晶種保護層塗覆至矽碳化物晶種表面。因此，在本發明之方法的一個具體實施例中，係藉由含下列步驟之方法提供晶種模組：將至少一塗料塗覆至矽碳化物晶種的表面，並且視需要地令產生的塗料硬化，端視所用材料而定。該表面可為晶種之矽面或晶種之碳面任一者。該含晶種保護層之表面一旦受到塗覆，即當成是晶種的頂部表面，並且晶種(較佳係含於晶種模組內)係安置在坩堝中，令此保護表面曝露至坩堝之上部區。

【0029】 能使用各種不同類型的晶種保持器，並且能以任何能夠耐受矽碳化物晶體生長所需高溫條件之材料(例如包括石墨)製成保持器。對於本發明之方法較佳的是，晶種保持器包含一或多個蒸汽釋離開口，其為設於保持器中用以允許生成之蒸汽(例如：來自矽碳化物先驅物之昇華)排出坩堝空間。蒸汽釋離開口若是含於晶種保持器內並且相鄰於晶種周緣或在晶種周緣外側，較佳係設於矽碳化物晶種底部表面的下面，藉以允許過量蒸汽往上朝向晶種且在晶種週圍行進，然後離開坩堝，坩堝較佳亦包含一或多個允許蒸汽通過之通氣孔。而且，還可在晶種保持器內、或在晶種保持器外側與坩堝壁之間，包括蒸汽釋離環。此環包含一或多個能與坩堝中通氣孔對準之孔洞。也能使用晶種保持器頂部中的上蒸汽釋離孔。藉由變更孔洞之列

線(alignment)，調整此環能改變排出坩堝及排入週圍絕緣物的蒸汽量。

【0030】 能改變晶種保持器之蒸汽釋離開口的數目，其形狀及尺寸也能改變，並且能將開口置於晶種保持器上的各種位置。例如，晶種保持器能包含複數個置於保持器中心軸週圍之蒸汽釋離開口，此中心軸係垂直於矽碳化物晶種之底部表面。特別的是，對於圓形晶圓的矽碳化物晶種而言，能以對稱方式，離中心軸等距，將複數個蒸汽釋離開口置於晶種外側週圍。開口的形狀例如可為圓形、橢圓形、矩形或方形，並且開口能置於晶種保持器之本體內或沿著邊緣而置。在特定實施例中，晶種保持器能包含複數個方形蒸汽釋離開口，係以對稱方式置於晶種保持器底部邊緣週圍(面向來源)，實質形成堡塔形狀。

【0031】 因此，本發明形成矽碳化物之方法包含提供昇華爐之步驟，該昇華爐包含爐殼、絕緣物、以及熱區，該熱區包含在其下部區中具有矽碳化物先驅物並且在其上部區中具有之矽碳化物晶種之坩堝。在一個具體實施例中，該矽碳化物先驅物係包含於來源模組，及／或該矽碳化物晶種係包含於晶種模組。這些模組能在單獨步驟中予以在坩堝外側製備，然後予以置於其中。如此，能將來源、晶種、或兩者設成與昇華爐分離之預封裝組件。該來源在矽碳化物製備期間遭到消耗，且該矽碳化物晶種變為已生長矽碳化物產物的一部分，並且係隨著生成之材料予以移除。因此，本發明之一種方法屬於可消耗製程，用於在昇華爐

之熱區中製備矽碳化物。提供爐體，將可消耗來源模組及／或可消耗晶種模組分別置於熱區之下及上區域中，形成矽碳化物，以及移除來源及晶種兩者而藉由另一用於後續矽碳化物製備執行之來源及晶種予以取代。

【0032】 下面說明的是本發明方法之特定具體實施例。然而，對於所屬領域技術人員應顯而易知的是，這在本質方面僅屬於描述性且非限制性，僅是藉由實施例的方式予以呈現。許多改進及其它具體實施例屬於所屬領域具備普通技術者之範疇，並且係視為落在本發明之範疇內。另外，所屬領域技術人員應該了解的是，特定條件及組態屬於例示性，實際條件及組態將取決於特定系統。所屬領域技術人員也將能夠在不踰越例行實驗的情況下，辨識並且辨別所示特定元件之均等件。

【0033】 在本發明方法之第一實施例中，實質固態矽碳化物先驅物之混合物其製備方式如下：將 660 克(gr)之特定矽(篩選出範圍 1.0–3.35 mm 之粒子大小，平均粒子大小為 2.18 mm)、以及 340 gr 之特定碳(篩選出範圍 90–500 微米之粒子大小，平均粒子大小為 294 微米)置入圓柱形石墨來源模組之外環形腔，該外環形腔具有多孔石墨之中心環形壁(置於圓柱形石墨坩堝之底部)。矽及碳粒子係置放於交替層件中，各層都具有大約等量的材料(6 層碳粒子與 5 層矽粒子交替)。多孔石墨濾材係置於該多個層件上方，但未與該先驅物之混合物接觸，其附有大約 20 mm 之間隙，並且以含圓柱形熱瞄準管之坩堝罩將坩堝密封。部分填充

之坩堝接著係置放於圓柱形石英容器內，由厚度大約 0.25 吋之多層軟石墨氈所圍繞，將容器填充，以及填充後的容器係置於爐殼中，並且係藉由爐殼外側週圍所置的感應加熱器予以加熱 2 個小時至大約 1400℃ 的溫度，接著另外加熱 2 個小時至大約 2240℃ 的溫度。產生的實質固態矽碳化物先驅物混合物係用於製備矽碳化物。

【0034】 晶種模組係個別地以下述方式製備：將晶種保護層塗覆至拋光 80 mm 之矽碳化物晶圓(厚度介於 0.8 與 1.0 mm 之間)之矽面，並且將保護之晶種置放在晶種保持器中。特別的是，第一光阻層(Megaposit SPR，即可得自 Rohm and Haas Electronic Materials 之黏滯性甲酚酚醛樹脂)係塗覆於該矽碳化物晶圓之已拋光之矽面上，並且令其硬化以形成厚度為 2-4 微米之第一層。接著在該第一層頂部塗覆第二光阻層，並且也令其硬化(厚度為 2-4 微米)。接著在大約 120℃ 下，藉由噴塗石墨(Aerodag G，一種非水石墨噴散劑)於第二光阻層上塗覆碳質層。接著在真空下，將合成物加熱 2 個小時至 1150℃，以確保完全硬化及覆蓋。也對多孔碳質層塗覆第三光阻層，隨著光阻層填充之多孔層而增加最小厚度，然後將第二石墨層(厚度為 20-30 微米)噴塗成密封劑。最後在氬氣及大氣壓下將整個合成物加熱至 300℃ 歷時 8 個小時，以在其矽面上生成具有多層晶種保護之矽碳化物晶種晶圓。

【0035】 該受保護的矽碳化物晶種係置放在包含多個蒸汽釋離開口之石墨晶種保持器中，藉以形成晶種模組。

此係示於第 1a 及 1b 圖中，第 1a 圖為晶種模組頂部之圖示，第 1b 圖為底部之圖示。因此，如上所製備之在矽面上包含晶種保護層 110 之矽碳化物晶種 100 係置於晶種保持器 120 中，該晶種保持器 120 包含複數個呈堡塔組態圍繞保持器底部周緣對稱而置的矩形蒸汽釋離開口 130。另外，該晶種保持器 120 更在保持器頂部中包含另外的蒸汽釋離開口 140，其能對準坩堝中的通氣孔，係顯示於第 2 圖中並且在下面有說明。藉由矽碳化物先驅物昇華而生成的蒸汽，因此能接近矽碳化物晶種 100，並且經由坩堝中的通氣孔穿過蒸汽釋離開口 130 及另外的蒸汽釋離開口 140 散逸，以及進入週圍絕緣物，如路徑箭頭 A 所示。矽碳化物晶種 100 係置放在附有晶種保護層 110 面向上之晶種保持器 120 中，使晶種底部表面碳面生長 4H 矽碳化物。如第 1a 及 1b 圖所示，矽碳化物晶種 100 之頂部表面 150 及底部表面 160 在晶種保持器 120 中曝露。

【0036】 第 2 圖係昇華爐 200 之示意圖，其包含感應加熱元件 202 所圍繞之爐殼 201，並且進一步在爐殼 201 內包含熱區 203，該熱區 203 係沿著爐殼 201 之中心軸 215 而置，該爐殼 201 稍微在感應加熱元件 202 中間處的上面，以及係由絕緣物 204 所圍繞，該絕緣物 204 包含複數層石墨氈。熱區 203 及絕緣物 204 在石英容器 205 中遭受圍蔽，該石英容器 205 附有以氬與氮混合物填充之間隙 206。如第 3a 及 3b 圖所示，熱區 203 包含大體呈圓柱狀之石墨所製成之坩堝 210，上部區 220 處之直徑大於下部區 240 處

之直徑。包含矽碳化物晶種 100 之晶種保持器 120 係置於坩堝 210 之上部區 220 中，矽碳化物晶種 100 之頂部表面 150 及底部表面 160 兩者都曝露至上部區 220。底部表面 160 面向置於坩堝 210 之下部區 240 中的實質固態矽碳化物先驅物混合物 230，其係如上述予以在來源模組 235 之外環形腔 231 中製備，外環形腔 231 具有由多孔石墨壁 233 所形成的開放環形區 232。實質固態矽碳化物先驅物混合物 230 藉由多孔石墨濾材 225 與晶種保持器 120 隔開，多孔石墨濾材 225 如圖所示未與來源或晶種接觸。晶種保持器 120 包含矩形蒸汽釋離開口 130，其提供讓蒸汽從坩堝 210 經由蒸汽釋離環 280 中之通氣孔 260 及對準孔 270 通過的路徑。坩堝 210 係以坩堝蓋 215 予以密封，插入其中的熱瞄準管 290 係置於矽碳化物晶種 100 上方，用於監視熱區 203 內的溫度。

【0037】 在本發明的這個例示性方法中，製備昇華爐 100 後，係以感應加熱元件 202 將熱區 203 加熱至介於 2080℃ 至 2110℃ 之間的溫度，同時將反應壓力減小至約 0.5 托(Torr)，並且將這些條件維持大約 100 個小時(溫度保持在 50℃ 的範圍內)。在坩堝內建立溫度梯度，下部區 240 比上部區 220 熱大約 20-40℃。按照這個方式，實質固態矽碳化物先驅物混合物 230 得以昇華，並且大塊矽碳化物在矽碳化物晶種 100 之底部表面 160 上成形，過量蒸汽經由蒸汽釋離開口 130 進行排氣。

【0038】 類似的是，在第二實施例中，係將 1050-

1150 gr 之特定 SiC(可得自 Washington Mills 之 Poly alpha-SiC)置入圓柱形石墨來源模組之外環形腔，並且置於石墨坩堝中及爐殼內，如先前實施例所述。接著將 SiC 加熱 2 個小時至大約 1400°C 的溫度，然後另外加熱 2 個小時至大約 2240°C 之溫度，以生成密度大約 1.1 gr/L 之實質固態矽碳化物先驅物。含 100 mm 矽碳化物晶圓之晶種模組，也使用類似於先前實施例所述的方法，利用塗覆至其矽面且包含於晶種保持器內之晶種保護層，予以單獨製備。特別的是，第一光阻層(Megaposit SPR)係塗覆在矽碳化物晶圓之拋光矽面上，並且令其硬化以形成厚度為 2-4 微米之第一層。接著，藉由將石墨(Aerodag G)噴塗到第一光阻層(總厚度為 20-30 微米)上，將碳質層塗覆。在真空下將合成物加熱至 1150°C 歷時 2 個小時以確保完全硬化及覆蓋。反覆進行這道製程以生成矽碳化物晶種晶圓，其矽面上具有多層晶種保護。接著將受保護之晶種置放在先前實施例所用且位於石墨坩堝上部區的石墨晶種保持器中，晶種兩面都曝露至上部區，如第 3a 及 3b 圖所示。產生的熱區係由絕緣物圍繞，該絕緣物包含厚度大約 0.25 吋且導熱性非常低(1000°C 下為 0.15 W/(°K·m))之石墨氈之複數層，以及該組合係置放在石英容器中，並且軸向置中於感應加熱元件中間上面的昇華爐(示於第 2 圖)。如以上所述，在矽碳化物晶種之底部表面上形成大塊矽碳化物。

【0039】 產生的矽碳化物其形狀及尺寸能隨著例如矽碳化物先驅物之尺寸、矽碳化物晶種底部表面曝露區之

尺寸、以及坩堝之相對形狀而變。例如，所生長的矽碳化物其形式可為順著平行於矽碳化物晶種底部表面之方向具有實質圓形截面形狀之梨晶。此梨晶可順著垂直自晶種表面之方向，令直徑增大至最大直徑，並且進一步令直徑縮減至圓點，形成大體圓錐形之底部表面。矽碳化物梨晶之最大直徑，可隨著例如矽碳化物生長的時間長度及生長條件而變。大體上，最大直徑為約 70 mm 至約 250 mm。例如，最大直徑可大於 75 mm(例如：約 80 mm 至約 85 mm)，包括大於約 100 mm(例如：約 105 mm 至約 115 mm)、大於約 150 mm(例如：約 160 mm 至約 170 mm)、以及大於約 200 mm (例如：約 210 mm 至約 230 mm)。梨晶重量取決於生長條件，但一般係自約 60%–80%之原料初始重量。

【0040】 例如，第二實施例中生成的大塊矽碳化物為具有第 4 圖所示圓形水平截面及形狀之梨晶。如圖所示，該梨晶具有頂部區段 A，該頂部區段 A 具有曲形外表面，該曲形外表面的直徑從該頂部上的初始矽碳化物晶種晶圓增加至中間區段 B 之大約中心處，該中間區段 B 為梨晶之最寬區段，其具有大約 112 mm 之最大直徑。可將該中間區段 B 之圓形外表面研磨成用於晶圓生成之平坦表面(如圖所示)。該梨晶係由圓頂區段 C 覆蓋，該圓頂區段 C 具有生長時發亮的外表面。這個實施例中生長之矽碳化物梨晶其重量大約為 748 gr、以及高度大約為 33 mm，區段 A 大約為 10 mm，並且區段 B 及 C 大約為 12 mm。

【0041】 因此，本發明亦關於本發明方法所生成的

大塊矽碳化物梨晶。由於梨晶係如上所述在矽碳化物晶種上生長，生長出的梨晶因而包括這類晶種。因此，在本發明之特定具體實施例中，圓形矽碳化物晶圓上生長之矽碳化物梨晶，大體上具有球莖形狀(附有實質圓形水平截面之形狀)，並且包含平坦外側表面，其包含圓形矽碳化物晶圓，並且因此具有一或多個(較佳為至少兩個，例如：2-5)碳質塗料。大塊矽碳化物梨晶進一步具有中間區段，以及與平坦外側表面對立之圓錐或圓頂狀外表面，該中間區段順著平行於平坦表面之方向具有直徑稍微大於平坦表面直徑之實質圓形截面形狀。該圓錐形外表面較佳是具有鏡樣拋光。

【0042】 已發現本發明之矽碳化物(藉由本發明之方法生成)具有改善的特性，尤其是一般總缺陷之低總數，包括但不侷限於切螺紋邊緣錯位 (threading edge dislocations)、切螺紋螺旋錯位 (threading screw dislocations)、以及底面缺陷(錯位及疊差)。例如，已發現矽碳化物所具有的總缺陷數少於約  $8000/\text{cm}^2$ ，並且尤其是少於  $6000/\text{cm}^2$ 。另外，已發現矽碳化物的切螺紋邊緣錯位密度低，例如：約  $4000/\text{cm}^2$ ，並且尤其是少於  $2500/\text{cm}^2$ 。也已發現矽碳化物所具有的切螺紋螺旋錯位密度少於約  $3500/\text{cm}^2$ ，包括少於約  $3000/\text{cm}^2$ 。而且，本發明之矽碳化物其底面缺陷密度也低，例如：小於約  $500/\text{cm}^2$  或小於約  $200/\text{cm}^2$ 。本發明之方法所生成之矽碳化物較佳係具有小於約  $2500/\text{cm}^2$  之切螺紋邊緣錯位密度、小於約  $3000/\text{cm}^2$  之

切螺紋螺旋錯位密度、以及小於約 200/cm<sup>2</sup> 之底面缺陷密度。

【0043】 能從所生長具有低缺陷定級之矽碳化物梨晶將複數個矽碳化物晶圓移除，並且晶圓的數目將取決於中間區段(具有最大直徑)之尺寸、目標晶圓厚度、以及用於將其移除之方法。對於第 5 圖所示的梨晶，預期能從中間區段 B 切割出 7 至 10 片晶圓，可視需要地視需要進行拋光。這些自梨晶產生之晶圓平均而言，每一者都有低缺陷數，預期物理及效能特性將有所改善，對於 LED 或功率裝置應用尤其如此。例如，從第 4 圖所示梨晶之區段 B 切割出 1.25 mm 之矽碳化物晶圓—一者位於頂部(W1)且一者來自底部(W2)。這些都拋光至大約 1.00 mm 之厚度，並且進行缺陷等級之分析。結果係在下面的表 1 中顯示：

表 1

| 晶圓 | 切螺紋螺旋 | 切螺紋邊緣 | 底面  | 總缺陷  |
|----|-------|-------|-----|------|
| W1 | 915   | 1001  | 143 | 2058 |
| W2 | 44    | 1210  | 477 | 1732 |

如資料所示，兩晶圓都發現有令人驚訝的低總缺陷數。而且，區段 B 各處的總缺陷量減少，表示缺陷隨著生長進行而減少。切螺紋螺旋錯位、切螺紋邊緣錯位、以及底面缺陷也全都低到令人驚訝。由於各晶圓的缺陷等級都如此低，所有出自區段 B 之晶圓在例如 LED 及功率電子設備應用中的效能都預期提升。

【0044】 本發明係進一步關於上述方法中使用的昇華爐。該昇華爐包含爐殼、至少一置於該爐殼外側之加熱元件、以及置該爐殼內藉由絕緣物圍繞之熱區。該殼體、加熱器、絕緣物、以及熱區可為上述之任何一者。特別是，該熱區包含坩堝、將坩堝密封之坩堝蓋、置於坩堝下部區之矽碳化物先驅物、以及置於坩堝上部區之矽碳化物晶種。上述這些組件任何一者皆可在本發明之昇華爐中使用，其包括例如實質固態矽碳化物先驅物混合物，如能藉由將包含矽及碳粒子之特定混合物加熱予以製備者，以及包含矽碳化物晶種之晶種模組，尤其是具有頂部表面及底部表面曝露至坩堝上部區之晶種，且其中矽碳化物晶種之頂部表面包含晶種保護層。

【0045】 已為了描述及說明而介紹本發明較佳具體實施例之前述說明。目的不在於徹底說明或將本發明侷限於所揭露之精確形式。鑑於以上指導，改進及變化是有可能的，或可獲自本發明的實踐。具體實施例是為了解釋本發明的理論及其實際應用而選擇並且說明，以使所屬領域的技術人員能夠以適用於所思特殊用途的各種具體實施例及各種改進來利用本發明。意圖在於本發明的範疇係由所附申請專利範圍、以及其均等件予以界定。

【符號說明】

|        |        |     |        |
|--------|--------|-----|--------|
| 【0046】 |        |     |        |
| 100    | 矽碳化物晶種 | 110 | 晶種保護層  |
| 120    | 晶種保持器  | 130 | 蒸汽釋離開口 |

|     |                             |     |             |
|-----|-----------------------------|-----|-------------|
| 140 | 蒸 汽 釋 離 開 口                 | 150 | 頂 部 表 面     |
| 160 | 底 部 表 面                     | 200 | 昇 華 爐       |
| 201 | 爐 殼                         | 202 | 感 應 加 熱 元 件 |
| 203 | 熱 區                         | 204 | 絕 緣 物       |
| 205 | 石 英 容 器                     | 210 | 坩 堝         |
| 215 | 中 心 軸                       | 220 | 上 部 區       |
| 225 | 多 孔 石 墨 濾 材                 |     |             |
| 230 | 實 質 固 態 矽 碳 化 物 先 驅 物 混 合 物 |     |             |
| 231 | 外 環 形 腔                     | 232 | 開 放 環 形 區   |
| 233 | 多 孔 石 墨 壁                   | 235 | 來 源 模 組     |
| 240 | 下 部 區                       | 260 | 通 氣 孔       |
| 270 | 對 準 孔                       | 280 | 蒸 汽 釋 離 環   |
| 290 | 熱 瞄 準 管                     | A   | 區 段         |
| B   | 區 段                         | C   | 區 段         |

I671443

# 發明摘要

**【發明名稱】(中文/英文)**

用來生產大塊矽碳化物的器具

APPARATUS FOR PRODUCING BULK SILICON  
CARBIDE

**【中文】**

揭露一種生產矽碳化物之方法。本方法包含提供昇華爐之步驟，該昇華爐包含爐殼、至少一個置於該爐殼外之加熱元件、以及置於該爐殼內藉由絕緣物圍繞之熱區。該熱區包含坩堝，該坩堝具有置於其下部區中之矽碳化物先驅物及置於其上部區中之矽碳化物晶種。將該熱區加熱以令該矽碳化物先驅物昇華，在該矽碳化物晶種之底部表面上形成矽碳化物。亦揭露用以生成矽碳化物的昇華爐以及所產生的矽碳化物材料。

**【英文】**

A method of producing silicon carbide is disclosed. The method comprises the steps of providing a sublimation furnace comprising a furnace shell, at least one heating element positioned outside the furnace shell, and a hot zone positioned inside the furnace shell surrounded by insulation. The hot zone comprises a crucible with a silicon carbide precursor positioned in the lower region and a silicon carbide seed positioned in the upper region. The hot zone is heated to sublime the silicon carbide precursor, forming silicon carbide on the bottom surface of the silicon carbide seed. Also disclosed is the sublimation furnace to produce the silicon carbide as well as the resulting silicon carbide material.

**【代表圖】**

**【本案指定代表圖】：**第（ 3a ）圖。

**【本代表圖之符號簡單說明】：**

|     |                 |     |       |
|-----|-----------------|-----|-------|
| 100 | 矽碳化合物晶種         | 120 | 晶種保持器 |
| 150 | 頂部表面            | 160 | 底部表面  |
| 203 | 熱區              | 210 | 坩堝    |
| 215 | 中心軸             | 220 | 上部區   |
| 225 | 多孔石墨濾材          |     |       |
| 230 | 實質固態矽碳化合物先驅物混合物 |     |       |
| 231 | 外環形腔            | 232 | 開放環形區 |
| 233 | 多孔石墨壁           | 235 | 來源模組  |
| 240 | 下部區             | 260 | 通氣孔   |
| 270 | 對準孔             | 280 | 蒸汽釋離環 |
| 290 | 熱瞄準管            |     |       |

**【本案若有化學式時，請揭示最能顯示發明特徵的化學式】：**

本案無化學式。

## 申請專利範圍

1. 一種用於矽碳化物爐之熱區，該熱區包含：
  - a) 坩堝，具有上部區及下部區；
  - b) 坩堝蓋，將該坩堝密封；
  - c) 矽碳化物先驅物，置於該坩堝之該下部區中；以及
  - d) 晶種模組，置於該坩堝之該上部區中，該晶種模組包含具有至少一個蒸汽釋離開口之晶種保持器及置於該晶種保持器內之矽碳化物晶種，該矽碳化物晶種具有曝露至該坩堝之該上部區的頂部表面及底部表面，該底部表面面向該矽碳化物先驅物。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化物先驅物係包含於來源模組內，並且其中，該來源模組係置於該坩堝之該下部區中。
3. 如申請專利範圍第 2 項所述之熱區，其中，該來源模組包含先驅物腔室，並且其中，該矽碳化物先驅物係包含於該先驅物腔室內。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化物先驅物具有多孔性。
5. 如申請專利範圍第 4 項所述之熱區，其中，該矽碳化物先驅物為實質固態且其密度小於矽碳化物之密度。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化物先驅物包含少於 10%之粒狀材料。
7. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化

物先驅物包含少於 5%之粒狀材料。

8. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該坩堝包含一或多個通氣孔，該熱區復包括含有一或多個孔洞之至少一個蒸汽釋離環，並且其中，該蒸汽釋離環係置於該晶種保持器之頂部，該等孔洞之至少一者對準該坩堝之該等通氣孔之至少一者。
9. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該蒸汽釋離開口的位置是在該矽碳化合物晶種之該底部表面的下面。
10. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化合物晶種之該頂部表面包含晶種保護層。
11. 如申請專利範圍第 10 項所述之熱區，其中，該晶種保護層的厚度小於約 250 微米。
12. 如申請專利範圍第 10 項所述之熱區，其中，該晶種保護層的厚度小於約 100 微米。
13. 如申請專利範圍第 10 項所述之熱區，其中，該晶種保護層包含至少兩個塗層。
14. 如申請專利範圍第 10 項所述之熱區，其中，該晶種保護層包含至少一個硬化塗層。
15. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化合物晶種具有矽面及碳面，並且其中，該頂部表面為該矽面。
16. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該矽碳化合物晶種具有矽面及碳面，並且其中，該頂部表面為該

碳面。

17. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該熱區係沿著爐殼內的中心軸而設置並且絕緣物係圍繞該熱區。
18. 如申請專利範圍第 17 項所述之熱區，其中，該絕緣物包含複數層纖維狀熱絕緣材料。
19. 如申請專利範圍第 18 項所述之熱區，其中，該纖維狀熱絕緣材料為石墨氈。
20. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該坩堝具有實質圓柱狀。
21. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該坩堝之該上部區及該坩堝之該下部區有不同的截面積。
22. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該坩堝之該上部區具有含上直徑之實質圓柱狀，而該坩堝之該下部區具有含下直徑之實質圓柱狀，並且其中，該上直徑大於該下直徑。
23. 如申請專利範圍第 1 項所述之熱區，其中，該熱區復包含穿過該坩堝蓋且位於該矽碳化物晶種上面而設置的至少一個熱瞄準管。