



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2021년04월28일

(11) 등록번호 10-2245506

(24) 등록일자 2021년04월22일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
C30B 23/00 (2006.01) C30B 29/36 (2006.01)  
C30B 35/00 (2006.01)  
(52) CPC특허분류  
C30B 23/00 (2020.05)  
C30B 23/005 (2013.01)  
(21) 출원번호 10-2016-7008940  
(22) 출원일자(국제) 2014년09월05일  
심사청구일자 2019년09월04일  
(85) 번역문제출일자 2016년04월05일  
(65) 공개번호 10-2016-0054533  
(43) 공개일자 2016년05월16일  
(86) 국제출원번호 PCT/US2014/054262  
(87) 국제공개번호 WO 2015/035145  
국제공개일자 2015년03월12일  
(30) 우선권주장  
61/874,606 2013년09월06일 미국(US)  
(56) 선행기술조사문헌  
JP2000302600 A  
JP2008072817 A  
JP2009184897 A  
JP2011116653 A

(73) 특허권자  
지티에이티 코퍼레이션  
미국 뉴햄프셔 허드슨 유니트 1 웨스트위스 드라이브 5 (우: 03051)  
(72) 발명자  
드라체브, 로먼, 브이.  
미국 뉴햄프셔 03110, 베드포드, #이303, 호손 드라이브 38  
산타나라가반, 파르티짜르티  
미국 뉴햄프셔 03063, 내슈어, 노르망디 웨이 2  
(74) 대리인  
(뒷면에 계속)  
한라특허법인(유한)

전체 청구항 수 : 총 10 항

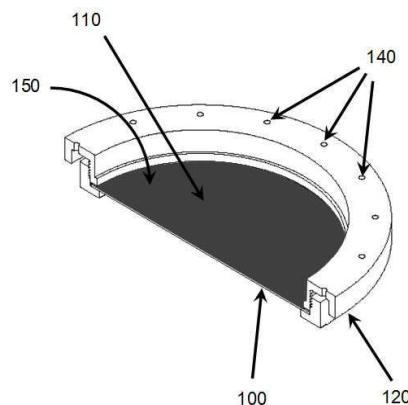
심사관 : 강민구

(54) 발명의 명칭 탄화규소 전구체로부터 벌크 탄화규소를 제조하기 위한 방법 및 장치

### (57) 요약

탄화규소의 제조방법이 개시되어 있다. 이 방법은 로 셸, 상기 로 셸의 외부에 위치한 적어도 하나의 가열요소, 및 단열재로 둘러싸인 상기 로 셸 내부에 위치한 고온 영역을 포함하는 승화로를 제공하는 단계를 포함한다. 상기 고온 영역은 하부영역에 위치한 탄화규소 전구체 및 상부영역에 위치한 탄화규소 시드를 갖는 도가니를 포함한다. 고온 영역은 탄화규소 전구체를 승화시키도록 가열되어 탄화규소 시드의 바닥면 상에 탄화규소를 형성한다. 결과로서 생긴 탄화규소 재료 뿐만아니라 탄화규소를 제조하기 위한 승화로가 또한 개시되어 있다.

대표도 - 도1a



(52) CPC특허분류

*C30B 29/36* (2013.01)

*C30B 35/002* (2013.01)

(72) 발명자

**안드루크히브, 안드리히, 엠.**

미국 뉴햄프셔 03049, 홀리스, 백스터 로드 3

**리틀, 데이비드, 에스.**

미국 뉴햄프셔 03031, 앰허스트, 피.오.박스 763

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

탄화규소의 형성방법으로서,

i) 로 셸, 상기 로 셸 외부에 위치한 적어도 하나의 가열요소, 단열재에 의해서 둘러싸인 상기 로 셸 내에 위치한 고온 영역을 포함하는 승화 로를 제공하는 단계 - 상기 고온 영역은,

a) 상부영역과 하부영역을 갖는 도가니;

b) 상기 도가니를 밀봉하는 도가니 커버;

c) 상기 도가니의 상기 하부영역에 위치한 탄화규소를 함유하는 고체인 탄화규소 전구체 혼합물 - 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물은 규소입자들과 탄소입자들을 함유한 미립자 혼합물을 가열함으로써 준비됨 -; 및

d) 상기 도가니의 상기 상부영역에 위치한 탄화규소 시드 - 상기 탄화규소 시드는 상부면과 바닥면을 가지며, 상기 바닥면은 상기 고체인 탄화규소 전구체를 혼합물을 향함 -;을 포함함 -;

ii) 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물을 승화시키기 위해서 상기 고온 영역을 상기 가열요소로 가열하는 단계; 그리고

iii) 상기 탄화규소 시드의 상기 바닥면 상에 탄화규소를 형성하는 단계;

를 포함하는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서, 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물은 소오스 모듈 내에 포함되고, 상기 소오스 모듈은 상기 도가니의 상기 하부영역에 위치하는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 3

제 2 항에 있어서, 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물은 상기 미립자 혼합물을 함유하는 상기 소오스 모듈을 제공하고 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물을 형성하도록 상기 소오스 모듈을 가열함으로써 준비되는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 4

제 2 항에 있어서, 상기 소오스 모듈은 전구체 챔버를 포함하고, 상기 미립자 혼합물은 상기 전구체 챔버 내에 포함되는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 5

제 1 항에 있어서, 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물은 다공성인 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 6

제 1 항에 있어서, 상기 미립자 혼합물은 1.0 보다 큰 탄소 대 규소 몰 비를 갖는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 7

제 1 항에 있어서, 상기 규소입자들은 0.1mm 내지 10mm 범위의 평균 입자크기를 갖는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 8

제 1 항에 있어서, 상기 탄소입자들은 50 미크론 내지 1000 미크론 범위의 평균 입자크기를 갖는 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 9

제 1 항에 있어서, 상기 미립자 혼합물은 규소입자들과 탄소입자들의 이종(異種) 혼합물인 것을 특징으로 하는 탄화규소의 형성방법.

#### 청구항 10

로 셀, 상기 로 셀 외부에 위치된 적어도 하나의 가열요소, 단열재에 의해서 둘러싸인 상기 로 셀 내에 위치한 고온 영역을 포함하는, 탄화규소를 형성하기 위한 승화 로로서,

상기 고온 영역은,

- a) 상부영역과 하부영역을 갖는 도가니;
  - b) 상기 도가니를 밀봉하는 도가니 커버;
  - c) 상기 도가니의 상기 하부영역에 위치한 고체인 탄화규소 전구체 혼합물 - 상기 고체인 탄화규소 전구체 혼합물은 규소입자들과 탄소입자들을 함유한 가열된 미립자 혼합물을 포함함 -; 및
  - d) 상기 도가니의 상기 상부영역에 위치한 탄화규소 시드 - 상기 탄화 규소 시드는 상부면과 바닥면을 가지며, 상기 바닥면은 상기 고체인 탄화규소 전구체를 혼합물을 향함 -;
- 을 포함하는 것을 특징으로 하는 승화 로.

#### 청구항 11

삭제

#### 청구항 12

삭제

#### 청구항 13

삭제

#### 청구항 14

삭제

#### 청구항 15

삭제

#### 청구항 16

삭제

#### 청구항 17

삭제

#### 청구항 18

삭제

#### 청구항 19

삭제

#### 청구항 20

삭제

## 발명의 설명

### 기술 분야

[0001] 관련출원의 상호 참조

[0002] 본 출원은 2013년 9월 6일자로 출원된 미국 임시 특허출원 제 61/874,606 호에 관한 것이다. 본 출원의 전체 내용은 여기에서는 참조로서 통합된 것이다.

[0003] 발명의 분야

[0004] 본 발명은 저결함밀도를 갖는 벌크 탄화규소를 준비하기 위한 승화로 및 방법에 관한 것이다.

### 배경 기술

[0005] 탄화규소(SiC)는 뛰어난 화학적, 물리적 및 전기적 특성들로 인하여 최근 몇 해 상당한 관심을 받아 왔다. 특히, 벌크 단결정 SiC는 예를 들어 반도체 응용분야에서 전력반도체 및 LED 부품들에 대한 재료용 기관으로서 유용한 것으로 밝혀졌다. 이 재료에 대한 다른 응용분야도 등장하고 있다.

[0006] 탄화규소는 해당 기술분야에 알려진 다양한 방법들에 의해서 준비될 수 있다. 예를 들면, 탄화규소의 큰 단결정들은 물리 기상 이동(PVT)법을 사용하여 준비된다. 이 방법을 위해서, 분말형 탄화규소와 같은 소오스가 결정성장로의 고온 영역에 제공되어 가열된다. 또한, 탄화규소 단결정 웨이퍼와 같은 시드가 저온 영역에 제공된다. 탄화규소는 승화되도록 가열되고, 그 결과로서 생기는 증기들은 재료가 증착되는 냉각 탄화규소 시드에 도달한다. 이와는 달리, 소오스는 규소와 탄소 입자들의 혼합물이 될 수 있는데, 이것들은 가열될 때 추후 승화되어 시드 상에 재결정화되는 SIC를 형성하도록 반응한다.

[0007] 탄화규소의 큰 보울들(boules)이 결정성장로를 사용하여 만들어질 수 있는데, 이 공정은 제어하기가 어렵다. 예를 들면, 소오스와 시드 사이의 온도 구배와 같은 공정 조건들은 일관된 특성을 갖는 보울을 제조하기 위해서 2,000℃ 이상의 온도가 며칠 동안 통상적으로 발생하는 결정성장공정을 통해서 일정하게 유지되는 것이 중요하다. 공정 조건들에서의 작은 변화는 성장한 탄화규소 보울의 품질에 큰 변화를 초래할 수 있다. 또한, 성장이 진행됨에 따라서, 시드의 승화 및/또는 성장 결정은 공정조건들이 적당하게 조절되지 않는 경우에 발생할 수 있다. 또한, 제품 질은 성장 조건에 의존하므로 결정성장 챔버에서 사용된 성분들의 타입들에 의해서 영향을 받을 수 있고, 몇몇 성분은 분해될 것이며, 그에 의해서 성장을 화학적으로 방해하게 된다. 그 결과, 승화로에서 성장한 탄화규소는 낮은 결정립계들, 전위, Si 및 C 제 2 위상 개재물, 다른 폴리타입 개재물, 마이크로파이프들과 같이 재료의 성능에 영향을 미치는 결함들을 결정에 포함하고 있다. 또한, 높은 질의 제품을 제조하기 위해서 단결정 성장공정에 대해 특별한 조건이 유지될 수 있을지라도, 예를 들어 소오스, 시드 또는 장치의 부품에서의 어느 가변성은 제품에 불일치를 유발할 수 있으므로, 가변성 실행을 통상적으로 관찰할 수 있다.

[0008] 이러한 이유로, 높은 품질의 큰 탄화규소 단결정들을 효과적으로 그리고 비용-효율적으로 제조할 수 있는 신뢰할만하고 반복 가능한 탄화규소 승화로 또는 방법을 추정하는 것은 어렵다. 그러므로, 개선된 탄화규소 성장장치 및 방법에 대한 필요성이 관련 산업분야에 존재하고 있다.

### 발명의 내용

#### 해결하려는 과제

[0009] 본 발명은 탄화규소의 제조방법에 관한 것이다.

#### 과제의 해결 수단

[0010] 이 방법은 로 셀, 상기 로 셀의 외부에 위치한 적어도 하나의 가열요소, 및 단열재로 둘러싸인 상기 로 셀 내부에 위치한 고온 영역을 포함하는 승화로를 제공하는 단계를 포함한다. 상기 고온 영역은 상부영역과 하부영역을 갖는 도가니, 상기 도가니를 밀봉하는 도가니 커버, 상기 도가니의 하부영역에 위치한 대체로 고체인 탄화규소 전구체를 포함한다. 일 실시 예에 있어서, 상기 전구체는 규소입자들 및 탄소입자들을 함유한 미립자 혼합물을 가열하여 준비된 탄화규소를 함유하는 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물이다. 다른 예에 있어서, 상기 전구체는 미립자 탄화규소를 가열하여 준비된다. 탄화규소 시드는 도가니의 상부영역에 위치하고, 탄화규소 시드

는 상부면과 바닥면을 가지며, 이때 상기 바닥면은 상기 대체로 고체인 탄화규소 전구체를 향한다. 상기 방법은 상기 대체로 고체인 탄화규소 전구체를 승화시키기 위해서 상기 고온 영역을 상기 가열요소로 가열하는 단계와, 상기 탄화규소 시드의 상기 바닥면 상에 탄화규소를 형성하는 단계를 더 포함한다. 본 방법의 다양한 실시 예들이 설명된다.

[0011] 본 발명은 또한 탄화규소를 형성하기 위한 승화 로에 관한 것으로, 상기 승화 로는 로 셸, 상기 로 셸 외부에 위치한 적어도 하나의 가열요소, 단열재에 의해서 둘러싸인 상기 로 셸 내에 위치한 고온 영역을 포함한다. 상기 고온 영역은, 상부영역과 하부영역을 갖는 도가니, 상기 도가니를 밀봉하는 도가니 커버, 상기 도가니의 상기 하부영역에 위치한 대체로 고체인 탄화규소 전구체를 포함한다. 일 실시 예에 있어서, 상기 전구체는 규소 입자들과 탄소 입자들을 함유하는 가열된 미립자 혼합물을 포함하는 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물이다. 다른 실시 예에 있어서, 상기 전구체는 가열된 미립자 탄화규소이다. 탄화규소 시드는 상기 도가니의 상부영역에 위치하고, 탄화규소 시드는 상부면과 바닥면을 가지며, 이때 상기 바닥면은 대체로 고체인 탄화규소 전구체를 향한다.

[0012] 상기한 일반적인 설명과 다음의 상세한 설명은 단지 예시적이고 설명을 위한 것이며, 청구한 바와 같은 본 발명의 추가적인 설명을 제공하도록 의도된 것임을 이해할 수 있을 것이다.

### 발명의 효과

[0013] 본 발명은 저결함밀도를 갖는 벌크 탄화규소를 제공할 수 있다.

### 도면의 간단한 설명

[0014] 도 1a 및 도 1b는 본 발명의 다양한 실시 예들에서 사용된 탄화규소 시드 홀더의 사시도들이다.

도 2는 본 발명의 다양한 실시 예들에서 사용된 승화로의 개략도이다.

도 3a 및 도 3b는 본 발명의 다양한 실시 예들에서 사용된 승화로의 고온 영역을 나타낸 도면이다.

도 4는 본 발명의 실시 예에 의해서 제조된 탄화규소 보울(boule)의 단면도이다.

### 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0015] 본 발명은 탄화규소를 제조하기 위한 방법 및 장치에 관한 것이다.

[0016] 본 발명의 탄화규소 형성방법에 있어서, 로 셸, 고온 영역, 상기 로 셸에서 상기 고온 영역을 둘러싸는 단열재를 포함하는 승화로가 제공된다. 로 셸은 고온 결정화 로들에서 사용되는 것으로 해당 기술분야에 알려져 있으며, 물과 같은 냉각유체를 순환시키기 위한 냉각 채널을 한정하는 외벽과 내벽을 포함하는 석영 셸을 포함한다. 또한, 로 셸은 셸의 바닥으로부터 상부로와 같이 공기 냉각에 제공되는 단일-벽체 석영 셸이 될 수 있다. 로 셸은 결정성장을 증진하고 조절하기 위해서 열을 제공하는 적어도 하나의 가열요소로 둘러싸인다.

[0017] 고온 영역은 도가니 커버 또는 리드를 구비한 도가니, 탄화규소 전구체(때때로 여기에서는 탄화규소 소오스로서 언급됨) 및 상기 도가니 내에 위치한 탄화규소 시드를 포함한다. 이것들의 각각은 하기에서 보다 상세하게 설명된다. 단열재는 로 셸 내부에 위치할 때 고온 영역을 에워싸며, 상기 로 내의 온도와 조건을 전달 수 있는 낮은 열전도성을 갖는 것으로 해당 기술분야에 알려진 재료(예를 들어 흑연을 포함)가 될 수 있다. 바람직하게, 단열재는 흑연 펠트와 같은 섬유상 단열재의 다수의 층들을 포함하고, 층들의 개수는 예를 들어 층의 두께, 로 셸의 크기, 도가니의 크기와 형상, 결정성장조건 및 비용에 따라 변할 수 있다. 바람직하게는, 단열재 층들의 형상과 치수는 사용된 도가니의 형상과 크기에 따르고, 결정 성장을 위한 원하는 열적 구배를 유지하기 위해서 충분히 낮은 열 전도도를 제공한다. 예를 들면, 원통형 도가니에 대하여, 바람직하게는 단열재는 도가니를 에워싸도록 적층된 도넛 형상을 갖는 섬유상 단열재 재료의 층들을 포함한다. 바람직하게는, 단열재에 의해서 둘러싸인 고온 영역은 취급을 용이하게 하고 낮은 열 전도도를 일관성 있게 유지하기 위해서 석영 컨테이너와 같은 홀딩 컨테이너 내에 에워싸인다. 홀딩 컨테이너의 외부와 로 셸의 내면 사이에 존재하는 간격은 불활성 가스 또는 아르곤과 질소의 조합과 같은 가스 혼합물로 채워질 수 있다.

[0018] 본 방법에 있어서, 로 셸, 고온 영역, 및 단열재는 다양한 방식으로 결합될 수 있다. 예를 들면, 한 실시 예에 있어서, 단열재는 상부가 개방된 홀딩 컨테이너 내에 제공되고, 로 셸 내에 (이동 가능하거나 정적인 받침대 위와 같이) 위치되며, 상기 셸의 외부 주위로 배치된 가열 요소들을 구비하며, 상기 도가니 커버와 함께 밀봉된 도가니를 포함하고 탄화규소 전구체와 탄화규소 시드를 함유하는 상기 고온 영역은 상기 단열재 내부에 위치하

고, 그래서 상기 단열재는 상기 고온 영역을 에워싼다. 이와는 달리, 다른 실시 예에 있어서, 단열재는 상기 로 셀 내부에, 바람직하게는 홀딩 컨테이너 내에 위치하고, 상기 도가니는 상기 단열재 내에 위치한다. 탄화규소 소오스와 탄화규소 시드는 도가니 내에 위치하고, 도가니 커버에 의해서 밀봉될 수 있다. 또한, 다른 실시 예에 있어서, 단열재는 소오스 및 시드와 함께 또는 이들이 없이 상기 고온 영역 주위로 위치하고, 고온 영역과 단열재는 바람직하게는 홀딩 컨테이너를 사용하여 로 셀 내부에 위치된다. 순서에 관계없이, 바람직하게는 고온 영역은 셀의 수직한 중앙 축을 따라서 상기 로 셀의 중앙에서 수평으로(예를 들어 축방향으로) 위치한다. 이 중앙 축을 따르는 수직한 위치선정은 예를 들어 하기에서 설명하는 바와 같은 생성될 원하는 열적 구배 뿐만 아니라 가열 요소들의 형식과 위치에 의존한다. 바람직하게, 고온 영역은 로 셀을 에워싸는 가열 요소들의 중앙 뿐만 아니라 로 셀의 중앙에 또는 그 위에 수직하게 위치된다. 특별한 수직 위치선정은 최적의 성장 성능을 위해서 조정될 수 있다. 도가니가 탄화규소 소오스와 시드를 구비한 후에, 도가니는 도가니 커버로 밀봉될 수 있다. 다른 조합들이 또한 가능한데, 이것은 해당 기술분야의 숙련된 당업자에게 알려져 있다. 임의적으로, 다공성 흑연 필터와 같은 섬유상 필터는 탄화규소 전구체와 탄화규소 시드 사이에 위치될 것이다.

[0019] 일단 승화로가 조립되면, 본 발명의 방법은 탄화규소 전구체를 승화시키기 위해서 가열요소를 이용하여 고온 영역을 가열하여 탄화규소 시드 상에 탄화규소를 형성하는 단계를 더 포함한다. 가열요소들은 로 셀 내 특히 소오스의 승화를 유발하기 위해서 도가니 내에서의 온도를 변화시킬 수 있는 것으로 해당 기술분야에 알려져 있다. 가열요소는 단일 요소가 되거나 또는 향상된 제어가 바람직한 다중 요소들을 포함할 수 있다. 바람직하게, 본 발명에 있어서, 가열요소들은 로 셀의 외부로 감싸며 로 셀, 특히 도가니 내에서 부품들과 유도 결합될 수 있는 유도 히터들이다. 또한, 도가니 내의 온도를 측정, 유지 및/또는 조절하기 위해서, 고온 영역은 상기 도가니 위에 위치한 적어도 하나의 열적 관찰기구를 더 포함할 것이다. 바람직하게, 튜브는 도가니 커버를 통해서 탄화규소 시드 위의 위치로 이동한다. 거기로부터, 온도 값들이 측정될 수 있고, 필요하다면, 가열요소들에 대한 전력은 원하는 결정성장조건이 유지되는 것을 보장하기 위해서 변할 수 있다.

[0020] 상기한 바와 같이, 고온 영역은 도가니, 도가니 커버, 탄화규소 전구체, 및 탄화규소 시드를 포함한다. 도가니는 승화로 내에 존재하는 조건을 견딜 수 있는 것으로 해당 기술분야에 알려져 있다. 바람직하게는, 도가니 및 도가니 리드는 흑연으로 이루어진다. 또한, 도가니는 예를 들어 로 셀의 형상과 크기, 사용된 탄화규소 전구체의 양, 및 형성될 탄화규소 생성물의 원하는 형상과 크기에 따른 어떤 형상과 크기를 가질 수 있다. 예를 들면, 도가니는 대체로 원통형상을 가질 수 있다. 도가니는 상부영역(도가니의 상부에 있는 영역)과 하부영역(도가니의 바닥에 있는 영역)을 가지며, 이 영역들은 동일하거나 다른 형상 및/또는 단면적을 가질 수 있다. 예를 들면, 도가니의 상부영역과 하부영역은 대체로 원통형상을 가질 수 있는데, 이때 상부영역은 하부영역보다 큰 직경을 갖는다. 이 예에 있어서, 단열재는 상부영역과 하부영역에 대하여 넉넉하게 끼워 맞추어질 수 있고, 이에 의해서 도가니의 전체 외면과 접촉하게 되거나, 또는 바람직하게는 단열재는 도가니의 하부영역이 아닌 상부영역에 대하여 치밀하게 끼워 맞추어질 수 있고, 이것에 의해서 도가니의 하부와 단열재 사이에 간격이 제공된다. 탄화규소 전구체는 도가니의 하부영역에 위치하는 반면, 탄화규소 시드는 도가니의 상부영역에 위치한다. 이렇게 하여, 고온 영역이 로 셀을 에워싸는 가열요소들에 의해서 가열되고, 탄화규소 전구체는 실리콘 및 증기를 함유한 탄소를 형성하도록 반응 및/또는 승화되고, 탄화규소 시드를 향하여 고온 영역을 통해서 상방향으로 이동하고, 증기가 응축 및 재응고되어 탄화규소 생성물이 형성된다.

[0021] 탄화규소 전구체는 도가니의 하부영역 내로 직접적으로 위치될 수 있거나, 또는 대안적으로 하부영역에 위치한 별도의 독립형 컨테이너에 제공될 수도 있다. 예를 들면, 탄화규소 전구체는 도가니 내에 위치된 소오스 모듈 내에 포함될 수 있다. 하나 또는 그 이상의 전구체 챔버를 가질 수 있는 소오스 모듈은 탄화규소를 형성하는데 필요한 조건을 견딜 수 있고 생성물에 오염물질을 제공 또는 추가하는 것을 방해하지 않는 어느 컨테이너가 될 수 있다. 바람직하게는, 소오스 모듈은 흑연으로 이루어진다. 모듈의 형상은 예를 들어 전구체 전하의 양과 도가니의 형상에 따라 변할 수 있다. 예를 들면, 소오스 모듈은 도가니의 하부영역에 환형 챔버를 형성하도록 제공된 원통형 인서트트가 될 수 있다. 이렇게 하여, 가열요소들에 더 가까운 외부 환형 챔버는 탄화규소 전구체를 포함할 수 있고, 반면에 내부 원통형 챔버는 탄화규소 시드에 도달하도록 승화 생성물들의 통로를 위한 공간을 제공한다. 바람직하게는, 이 실시 예에 대하여, 원통형 소오스 모듈은 탄화규소 전구체의 승화에 의해서 생성된 증기들의 확산을 가능하게 하는 다공성 흑연을 포함한다.

[0022] 탄화규소 전구체는 탄화규소를 함유하며, 분말, 미립자, 고체 또는 이들의 조합을 포함하여 어느 형태가 될 수 있다. 바람직하게는, 탄화규소 전구체는 예를 들어 10% 미만의 미립자 재료, 5% 미만의 미립자 재료, 및 1% 미만의 미립자 재료를 포함하여 매우 낮은 수준의 미립자 재료를 갖는 고체이다. 보다 바람직하게는, 탄화규소 전구체는 미립자 재료가 아닌 고체 물질이다. 또한, 전구체는 다공성의 저밀도 고체(탄화규소의 밀도와 비교하여)



또는 비-다공성의 고밀도 고체가 될 수 있다.

[0023] 탄화규소 전구체는 다양한 다른 방식으로 준비될 수 있다. 예를 들면, 흑연과 같이 규소와 탄소를 함유하는 시약 혼합물이 준비될 수 있고, 탄화규소를 함유하는 대체로 고체인 전구체 탄화규소 전구체 혼합물을 형성하도록 부수적으로 가열된다. 이와는 달리, 미립자 탄화규소가 제공될 수 있고, 대체로 고체인 탄화규소 전구체로 변환되도록 가열될 수 있다. 변환의 범위는 예를 들어 가열의 정도, 온도에 의해서 변할 수 있고, 시약 혼합물에 대하여 규소 대 탄소의 비율, 혼합물의 형태에 의해서 변할 수 있다. 예를 들면, 규소 입자들과 탄소 입자들은 전구체의 탄화규소를 형성하기 위한 반응에 대하여 유용한 표면 영역을 증가시키는 미립자 혼합물을 형성하도록 결합될 수 있다. 바람직하게는, 탄화규소로 규소의 변환을 추진하기 위해서 물 초과 탄소가 사용된다. 예를 들면, 탄화규소 전구체를 준비하기 위해서 사용된 탄소 대 규소의 물 비는 바람직하게 1.0 이상, 보다 바람직하게 1.05 내지 1.5, 가장 바람직하게는 약 1.1 내지 약 1.3이다.

[0024] 어느 알려진 미립자 탄화규소 또는 규소 및 탄소 입자들은 탄화규소 전구체를 준비하기 위해서 사용될 수 있다. 예를 들면, 미립자 혼합물이 사용되는 경우, 바람직하게는 규소 입자들은 약 0.1 mm 내지 약 10 mm, 보다 바람직하게는 약 0.5 mm 내지 약 5 mm, 가장 바람직하게는 약 1 mm 내지 약 4 mm 범위의 평균 입자 크기를 갖는다. 또한, 바람직하게는 탄소 입자들은 약 50 미크론 내지 약 1000 미크론, 보다 바람직하게는 약 75 미크론 내지 약 750 미크론, 가장 바람직하게는 약 85 미크론 내지 약 500 미크론 범위의 평균 입자 크기를 갖는다. 이 범위의 입자들은 예를 들어 체질(sieving)에 의한 것을 포함하여 해당 기술분야에서 유용한 어떤 방법을 사용하여 준비될 수 있다.

[0025] 미립자 혼합물은, 시약 입자들을 결합하고 교반 또는 혼합하는 것에 의해서 동질의 또는 거의 동질의 규소와 탄소 입자들의 혼합물로서, 또는 의도적인 혼합없이 시약 입자들을 결합하는 것에 의해서 이종 혼합물로서 형성될 수 있다. 예를 들면, 규소 입자들과 탄소 입자들은 규소와 탄소의 교호하는 층들로 결합될 수 있으며, 여기에서 각각의 탄소층은 대체로 같은 양의 탄소를 가지며, 각각의 규소층은 대체로 같은 양의 규소를 갖는다. 미립자 혼합물은 위에서 설명한 바와 같이 도가니의 하부영역에 제공되어 가열되거나, 또는 이와는 달리, 위에서 언급한 바와 같이 소오스 모듈에 제공되어 도가니 내에 위치하여 가열되거나, 또는 별도로 가열되어 도가니의 하부영역에 위치할 수 있다.

[0026] 고온 영역은 탄화규소가 형성된 도가니의 상부영역에 위치한 탄화규소 시드를 더 포함한다. 시드는 대체로 단결정인 탄화규소의 형성을 보장하기 위해서 단결정화된다. 해당 기술분야에 알려진 어느 시드가 사용될 것이다. 바람직하게는, 탄화규소 시드는 탄화규소 웨이퍼이고, 특히 탄화규소 보울을 잘라내는 것에 의해서 유용한 원형의 탄화규소 웨이퍼이다. 탄화규소 시드 웨이퍼의 직경은 도가니의 크기 및 생성될 탄화규소의 원하는 크기와 같은 다양한 요소들에 따라 변할 수 있다. 예를 들면, 탄화규소 시드는 약 75 mm 보다 큰 직경(약 80 mm 내지 약 85 mm와 같은), 약 100 mm 보다 큰 직경(약 105 mm 내지 약 115 mm와 같은), 약 150 mm 보다 큰 직경(약 160 mm 내지 약 170 mm와 같은), 및 약 200 mm 보다 큰 직경(약 210 mm 내지 약 230 mm와 같은)을 갖는 원형의 탄화규소 웨이퍼가 될 수 있다. 탄화규소 시드의 두께는 가격 및 유용성과 같은 요소들에 따라서 변할 수 있다. 예를 들면, 탄화규소 시드는 약 0.6 mm 내지 약 1.3 mm 및 약 0.7 mm 내지 약 1.1 mm와 같이 약 0.5 mm 내지 약 3.5 mm의 두께를 갖는 원형의 탄화규소 웨이퍼가 될 수 있다.

[0027] 탄화규소 시드는 상부면과 바닥면을 가지며, 도가니의 바닥 영역에 위치한 탄화규소 전구체를 향하는 상기 바닥면을 통해서 상기 도가니의 상부영역에 위치된다. 시드가 단결정 탄화규소이므로, 시드는 규소면과 탄소면을 가지며, 시드는 형성될 탄화규소의 폴리타입에 따라서 둘 중 어느 하나의 표면이 전구체를 향하게 위치할 수 있다. 예를 들면, 탄화규소 시드 웨이퍼의 규소면이 바닥 표면이 되는 경우에 6H 탄화규소가 형성될 수 있으며, 반면에 탄화규소 시드 웨이퍼의 탄소면으로부터 4H 탄화규소가 성장할 수 있다. 바람직하게는, 탄화규소 시드는 복립형 시드 모듈에 제공되고, 시드 모듈은 도가니의 상부영역에 위치한다. 시드 모듈은 탄화규소 결정 성장조건을 견딜 수 있는 컨테이너가 될 수 있고, 탄화규소 시드를 포함할 수 있고, 탄화규소 성장을 방해함이 없이 시드를 제 위치에 보유한다. 바람직하게는, 시드 모듈은 탄화규소가 성장하는 시드의 바닥면을 도가니의 상부영역에 노출시키면서 시드를 구비하는 시드 홀더를 포함한다. 바람직하게는, 상기 바닥면의 75%, 보다 바람직하게 80%, 가장 바람직하게 90%가 노출되고, 이렇게 하여, 결정성장 표면 노출은 최대가 된다.

[0028] 또한, 바람직하게는 시드홀더 내에 포함된 탄화규소 시드의 상부면은 도가니의 상부영역에 또한 노출된다. 특히, 시드의 상부면의 약 80% 이상과 약 90% 이상을 포함하여 약 75% 이상이 시스템 홀더에서 노출된다. 이것은 해당 기술분야에서 통상적으로 수행하는 방식과는 반대이다. 해당 기술분야의 숙련된 당업자는 도가니의 리드로서 작용할 수 있는 두꺼운 흑연블록과 같은 보호 장벽에 시드의 상부면을 부착시킨다. 시드의 상부면을 노



출시키면 시드가 분해되고 성장 탄화규소 결정 내에 결함들을 생성하게 될 것으로 예상된다. 그러나, 특히 블록과 시드 사이의 열적인 부조화는 응력을 낳고 성장 결정 내에 결함을 유발하므로, 블록에 시드를 부착시키는 것은 상당한 결점들을 갖는다. 또한, 성장조건을 생존시킬 수 있는 접착제들은 공정의 비용을 증가시키게 되고 시드 성장환경에 오염물질을 추가할 수 있다.

[0029] 놀랍게도, 탄화규소 시드의 상부면은 도가니의 상부영역에 노출된 상태로 남겨질 수 있고, 노출된 표면은 고온 영역 내에서 도가니 또는 도가니 리드를 포함하여 시드 위의 어느 부품에 부착되지 않거나 또는 그로부터 매달려 있게 되고, 그 결과 탄화규소는 전체 결정 결함들이 줄어든 상태로 시드 상에 형성될 수 있음을 알게 되었다. 탄화규소 시드의 상부면이 탄화규소 성장 동안에 질이 저하되지 않도록 보장하기 위해서, 시드의 상부면은 도가니의 상부영역에서 결정 성장 환경에 대한 장벽으로서 작용할 수 있는 시드 보호층을 포함하는 것이 바람직하다. 보다 바람직하게는, 탄화규소 시드의 전체 상부면은 시드 보호층을 포함한다. 이 층은 단일 층이 될 수 있거나 또는 다중 층들을 포함할 것이며, 그러나 전체는 시드의 두께에 비해서 매우 얇다. 바람직하게는, 시드 보호 층은 약 250미크론 미만, 보다 바람직하게는 약 10 미크론 내지 약 90 미크론, 약 30 미크론 내지 약 80 미크론, 및 약 50 미크론 내지 약 70 미크론과 같이 약 100 미크론 두께 미만이다. 시드 보호 층은 특히 열 팽창 계수에서의 부조화로 인하여 원하지 않는 열적 응력을 부과함이 없이 시드의 상부면과의 반응을 방지할 수 있는 어떤 재료를 포함할 수 있다. 예를 들면, 시드 보호 층은 고온에서 경화되는 포토레지스트층 또는 흑연을 함유하는 피복과 같은 하나 또는 그 이상의 탄소질 층들을 포함할 것이다. 시드 보호 층이 적어도 2개 피복 층들을 포함하는 경우, 층들의 두께는 전체 두께가 약 250 미크론 미만으로 바람직하게 유지되는 한 변할 수 있다. 예를 들면, 각 층은 경화된 포토레지스트인 경우에 약 2 미크론 내지 약 5 미크론을 포함하여 약 1 미크론 내지 약 100 미크론이 될 수 있고, 상기 층이 흑연 피복 층인 경우에는 약 20 미크론 내지 약 30 미크론이 될 수 있다.

[0030] 시드 보호 층은 얇은 표면 층을 생성할 수 있는 해당 기술분야의 숙련된 당업자에게 알려진 어느 피복을 사용하여 탄화규소 시드 표면에 적용될 수 있다. 그러므로, 본 발명의 방법의 일 실시 예에 있어서, 시드 모듈은 탄화규소 시드의 표면에 적어도 하나의 피복을 도포하는 단계와, 사용된 재료에 따라서 그 피복을 임의로 경화시키는 단계를 포함하는 방법에 의해서 제공된다. 그 표면은 시드의 규소면 또는 시드의 탄소면이 될 수 있다. 일단 피복되면, 시드 보호 층을 포함하는 표면은 시드의 상부면으로서 사용되고, 바람직하게는 시드 모듈 내에 포함된 시드는 도가니에 위치하며, 도가니의 상부영역에 노출된 이렇게 보호된 표면을 갖는다.

[0031] 여러 다른 형태의 시드 홀더들이 사용될 수 있고, 홀더는 예를 들어 흑연을 포함하여 탄화규소 결정 성장에 필요한 고온 조건을 견딜 수 있는 어떤 재료로 제조될 수 있다. 바람직하게는, 본 발명의 방법에 대하여, 시드 홀더는 하나 또는 그 이상의 증기 방출 개구부들을 포함하는데, 이것은 탄화규소 전구체의 승화로부터와 같이 생성된 증기들이 도가니로부터 외부로 배기될 수 있도록 홀더에 제공된 공간이다. 바람직하게, 증기 방출 개구부들은 시드 홀더 내에 포함되는 경우에 탄화규소 시드의 주변 또는 그 외부에 인접하도록 탄화규소 시드의 바닥면 아래에 제공되고, 이에 의해서 과도한 증기들의 상방향으로 시드 주위로 이동하여 도가니 밖으로 배출되는 것이 허용되며, 거기를 통해 증기가 배출될 수 있도록 하기 위하여 하나 또는 그 이상의 통기공들을 또한 바람직하게 포함한다. 또한, 증기 방출 링이 시드 홀더 내에 또는 시드 홀더의 외부와 도가니 벽 사이에 포함될 수 있다. 상기 링은 도가니에 제공된 통기공들과 정렬될 수 있는 하나 또는 그 이상의 구멍들을 포함한다. 시드 홀더의 상부에 형성된 상부 증기 방출공들이 또한 사용될 수 있다. 링의 조정은 구멍들의 정렬을 변화시키기에 의해서 도가니로부터 주위 단열재 내로 배기되는 증기의 양에 따라서 변할 수 있다.

[0032] 시드 홀더의 증기 방출 개구부들은 그들의 형상과 크기가 변할 수 있으므로 그 개수는 변할 수 있고, 상기 개구부들은 시드 홀더 상에서 다양한 위치들에 놓일 수 있다. 예를 들면, 시드 홀더는 탄화규소 시드의 바닥면에 대해서 수직한 홀더의 중앙 축 주위로 위치한 다수의 증기 방출 개구부들을 포함할 수 있다. 특히, 원형의 웨이퍼인 탄화규소 시드에 대하여, 다수의 증기 방출 개구부들이 중앙 축으로부터 동등한 거리로 시드의 외부 주위에 대칭적으로 위치될 수 있다. 개구부들의 형상은 예를 들면 원형, 타원형, 직사각형, 또는 정사각형이 될 수 있고, 개구부들은 시드 홀더의 본체 내에 또는 테두리를 따라서 위치될 수 있다. 특별한 예로서, 시드 홀더는 소오스를 향하여 시드 홀더의 바닥 테두리 주위로 대칭적으로 위치하여 성투의 형상을 필수적으로 형성하는 다수의 정사각형 증기 방출 개구부들을 포함할 수 있다.

[0033] 그러므로, 본 발명의 탄화규소 형성방법은 로 셸, 단열재 및 고온 영역을 포함하는 승화로를 제공하는 단계를 포함하며, 이때 상기 고온 영역은 하부영역에 탄화규소 전구체를 가지며 상부영역에 탄화규소 시드를 갖는 도가니를 포함한다. 일 실시 예에 있어서, 탄화규소 전구체는 소오스 모듈 내에 포함되고 및/또는 탄화규소 시드는 시드 모듈 내에 포함된다. 이 모듈들은 별개의 단계들에서 도가니의 외부에서 준비되어 추후 그 안에 위치될 수

있다. 그렇게 하여, 소오스, 시드 또는 이들 모두는 승화로와는 별개의 판매전 포장된 부품으로서 제공될 수 있다. 소오스는 탄화규소 준비과정 동안에 소비되고, 탄화규소 시드는 성장한 탄화규소 생성물의 일부가 되고, 생성된 재료와 함께 제거된다. 그러므로, 본 발명의 한가지 방법은 승화로의 고온 영역에서 탄화규소를 준비하는 소모성 과정이다. 로가 제공되고, 소모성 소오스 모듈 및/또는 소모성 시드 모듈이 각각 고온 영역의 하부영역과 상부영역에 위치하고, 탄화규소가 형성되며, 소오스와 시드는 부수적인 탄화규소 준비 작동을 위해서 다른 소오스와 시드로 교체하도록 제거된다.

[0034] 본 발명의 방법의 특정 실시 예가 하기에서 설명된다. 그러나, 이것은 단지 설명만을 위한 것이며 제한되지 않고 단지 예로서 제공되었음을 해당 기술분야의 숙련된 당업자는 명백하게 이해할 것이다. 다수의 변형 및 다른 실시 예들은 해당 기술분야의 숙련된 당업자의 영역 내에 있고, 본 발명의 영역 내로서 고려된다. 또한, 해당 기술분야의 숙련된 당업자는 특정 조건과 구성들이 예시적인 것이고 실제 조건과 구성은 특정 장치에 맞게 됨을 이해할 수 있을 것이다. 해당 기술분야의 숙련된 당업자는 일상적인 실험만을 사용하여 특정 요소들에 대한 등가물들을 인식하고 구별할 수 있을 것이다.

[0035] 본 발명의 방법의 제 1 예에 있어서, 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물은, 660g의 미립자 규소(1.0~3.35 mm의 입자 크기범위, 평균 입자 크기 2.18 mm로 체로 거름)와 340g의 미립자 탄소(90~500 마이크론의 입자 크기 범위, 평균 입자 크기 294 마이크론으로 체로 거름)를 원통형 흑연 소오스 모듈의 외부 환형 챔버(원통형 흑연 도가니의 바닥에 위치한 다공성 흑연의 중앙 환형 벽을 가짐) 내로 위치시키는 것으로 준비되었다. 규소와 탄소 입자들은 교호하는 층들(탄소 입자들의 6개 층들이 규소 입자들의 5개 층들과 교호함)에 위치하고, 각각의 층은 대략적으로 동등한 양의 재료를 갖는다. 다공성 흑연 필터가 다중 층들 위로 위치하였는데, 이때 이것은 전구체 혼합물과 약 20nm의 간격을 두어 접촉하지 않고, 도가니는 원통형 관찰튜브를 포함하는 도가니 리드에 의해 밀봉되었다. 부분적으로 채워진 도가니는 약 0.25 인치의 두께를 가지며 도가니를 채우는 연질 흑연 펠트의 다중 층들로 에워싸인 원통형 석영 컨테이너 내에 위치되었고, 채워진 컨테이너는 로 셸 내에 위치하여 2시간 동안 약 1400℃의 온도로 이어서 추가 2시간 동안 약 2240℃의 온도하에서 로 셸의 외부 주위로 위치한 유도 히터들로 가열되었다. 그 결과로서 생성된 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물이 탄화규소를 준비하기 위해서 사용되었다.

[0036] 별도로, 폴리싱된 80 mm 탄화규소 웨이퍼(두께 0.8 내지 1.0 mm)의 규소면에 시드 보호 층을 도포하고 보호된 시드를 시드 홀더 내에 위치시킴으로써, 시드 모듈이 준비되었다. 특히, 제 1 포토레지스트 층(Megaposit SPR, Rohm and Haas Electronic Materials에 의해서 시판중인 점도 크레졸 노볼락 수지용액)이 탄화규소 웨이퍼의 폴리싱된 규소면 위로 피복되고, 2~4 마이크론의 두께를 갖는 제 1 층을 형성하도록 경화되었다. 제 2 포토레지스트 층이 제 1 층의 상부 위로 도포되어 경화되었다(두께는 2~4 마이크론임). 약 1200℃(두께는 20~20 마이크론임) 하에서 제 2 포토레지스트 층에 분무 피복 흑연에 의해서 탄소질층이 도포되었다. 그 합성물이 가열되었다. 그 합성물은 완전한 경화 및 적용범위를 보장하기 위해 진공하에서 1150℃의 온도하에서 2시간 동안 가열되었다. 제 3 포토레지스트 층이 다공성 탄소질층에 또한 도포되었고, 포토레지스트 층이 상기 다공성 층을 채움에 따라서 최소 두께를 추가하게 되며, 이어서 실란트로서 제 2 흑연층이 분무 피복에 의해서 도포되었다(두께 20~30 마이크론). 전체 합성물은 규소면 상에 다층의 시드 보호층을 갖는 탄화규소 시드 웨이퍼를 제조하기 위해서 질소 분위기 대기압 하에서 300℃의 온도로 8시간 동안 최종적으로 가열되었다.

[0037] 보호된 탄화규소 시드는 다층의 증기 방출 개구부들을 포함하는 흑연 시드 홀더에 위치하였고, 이것에 의해서 시드 모듈이 형성되었다. 이것은 시드 모듈의 평면도인 도 1a 및 저면도인 도 1b에 도시되어 있다. 그러므로, 규소면 상에 시드 보호 층(110)을 포함하는 탄화규소 시드(100)은 상기한 바와 같이 준비되고, 성투 형상으로 홀더의 바닥 주변부 주위에 대칭적으로 위치한 다수의 직사각형 증기 방출 개구부들(130)을 포함하는 시드 홀더(120)에 위치하였다. 또한, 시드 홀더(120)는 홀더의 상부에 추가적인 증기 방출 개구부들(140)을 더 포함하는데, 이것들은 도 2에 도시되고 하기에서 설명되는 바와 같이 도가니에 있는 통기공들과 정렬될 수 있다. 탄화규소 전구체의 승화에 의해서 생성된 증기들은 그러므로 탄화규소 시드(100)로 접근하여 증기방출 개구부(130)와 추가적인 증기 방출 개구부들(140)을 통해서 빠져나가고 경로 화살표 A로 나타낸 바와 같이 도가니에 있는 통기공들을 통해서 주위 단열재 내로 배출된다. 탄화규소 시드(100)는 시드 보호층(110)이 위를 향하는 형태로 시드 홀더(120)에 위치하고, 시드의 바닥면이 4H 탄화규소를 성장시키도록 탄소면이 된다. 도 1a 및 도 1b에 도시된 바와 같이, 탄화규소 시드(100)의 상부면(150)과 바닥면(160)은 시드 홀더(120)에 노출된다.

[0038] 도 2는 유도 가열요소들(202)에 의해서 둘러싸인 로 셸(201)을 포함하고 로 셸(201) 내에 고온 영역(203)을 더 포함하는 승화로(200)의 개략도이며, 이때 상기 고온 영역은 유도 가열요소들(202)의 중간 부위 약간 위에서 로 셸(201)의 중앙축(215)을 따라 위치되고, 흑연 펠트의 다수의 층들을 포함하는 단열재(204)에 의해서 둘러싸인

다. 고온 영역(203)과 단열재(204)는 석영 콘테이너(205)에 에워싸이는데, 이때 아르곤과 질소의 혼합물로 채워진 간격(206)을 갖는다. 도 3a 및 도 3b에 잘 도시된 바와 같이, 고온 영역(203)은 대체로 원통형상을 갖는 흑연으로 제조된 도가니(210)를 포함하는데, 상부영역(220)에서 도가니의 직경은 하부영역(240)에서의 직경보다 크다. 탄화규소 시드(100)를 포함하는 시드 홀더(120)가 도가니(210)의 상부영역(220)에 위치하는데, 이때 탄화규소 시드(100)의 상부면(150)과 바닥면(160)은 상부영역(220)에 노출된다. 바닥면(160)은 도가니(210)의 하부영역(240)에 위치된 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물(230)을 향하며, 상기 혼합물은 다공성 흑연 벽(233)에 의해서 형성된 개방 환형 영역(232)을 갖는 소오스 모듈(235)의 외부 환형 챔버(231)에 상기한 바와 같이 준비된다. 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물(230)은 도시된 바와 같이 소오스나 시드와 접촉하지 않는 다공성 흑연 필터(225)에 의해서 시드 홀더(120)로부터 분리된다. 시드 홀더(120)는 직사각형의 증기 방출 개구부들(130)(도 3a에서는 보이지 않음)을 포함하는데, 이들은 통기공들(260) 및 증기 방출 링(280)에 형성된 정렬된 구멍들(270)을 통해서 도가니(210) 밖으로 배출되는 증기 경로를 제공한다. 도가니(210)는 도가니 커버(215)로 밀봉되는데, 여기에는 고온 영역(203) 내의 온도를 모니터링하기 위해서 탄화규소 시드(100) 위로 위치된 열적 관찰튜브(290)가 삽입된다.

[0039] 본 발명의 이러한 예시적인 방법에 있어서, 승화로(100)를 준비한 후에, 고온 영역(203)은 반응압력을 약 0.5 Torr로 감소시키고 동시에 유도 가열요소들(202)에 의해서 2080℃ 내지 2110℃ 범위의 온도로 가열되고, 이 조건은 약 100시간 동안 유지된다(온도를 50℃ 이내로 유지하면서). 하부영역(240)에서의 온도가 상부영역(220)에서의 온도보다 약 20~40℃ 높게 도가니 내에 온도 구배가 설정된다. 이렇게 하여, 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물(230)이 승화되고, 탄화규소 시드(100)의 바닥면(160)에 벌크 탄화규소가 형성되며, 과도한 증기가 증기 방출 개구부들(130)을 통해서 배기된다.

[0040] 마찬가지로, 제 2 예에서, 1050~1150g의 미립자 SiC (Washington Mills 사에 의해서 시판중인 Poly alpha-SiC)가 원통형 흑연 소오스 모듈의 외부 환형챔버 내로 위치하였고 앞의 예에서 설명한 바와 같이 흑연 도가니와 로 쉘 내에 위치하였다. SiC는 약 1.1g/L의 밀도를 갖는 대체로 고체인 탄화규소 전구체를 생성하기 위해서 약 1400℃의 온도로 2시간 동안 가열하고 이어서 약 2240℃의 온도로 추가 2시간 동안 가열하였다. 별도로, 시드 보호층이 그것의 규소면에 적용되고 시드 홀더 내에 포함된 100 mm 탄화규소 웨이퍼를 포함하는 시드 모듈이 앞의 예에서 설명한 것과 유사한 방법을 사용하여 준비되었다. 특히, 제 1 포토레지스트 층 (Megaposit SPR)이 탄화규소 웨이퍼의 폴리싱된 규소면 위로 피복되었고, 2~4 마이크론의 두께를 갖는 제 1 층을 형성하도록 경화되었다. 다음에는, 탄소질 층이 분무 피복 흑연(Aerodag G)에 의해서 제 1 포토레지스트 층 위로 도포되었다(층 두께는 20~30 마이크론). 합성물은 완전한 경화와 적용범위를 보장하도록 진공하에서 1150℃의 온도로 2시간동안 가열되었다. 이 과정은 그것의 규소면에 다층의 시드 보호층을 갖는 탄화규소 시드 웨이퍼를 제조하도록 반복되었다. 보호된 시드는 앞의 예에서 사용된 흑연 시드 홀더에 위치하고, 흑연 도가니의 상부영역에 위치하며, 이때 시드의 양 표면은 도 3a 및 3b에 도시된 바와 같이 상부영역에 노출된다. 결과적인 고온 영역은 약 0.25 인치의 두께와 매우 낮은 열전도도 (0.15 W/(° K.m) 1000℃)를 갖는 다수의 층들의 흑연 펠트를 포함하는 단열재에 의해서 둘러싸이고, 그 조합물은 석영 콘테이너에 위치하였고, 도 2에 도시된 승화로에서 축방향 중앙에서 유도 가열요소들의 중간 위로 위치하였다. 벌크 탄화규소가 상기한 바와 같이 탄화규소 시드의 바닥면 위에 형성되었다.

[0041] 결과로서 생긴 탄화규소는 예를 들어 탄화규소 전구체의 크기, 탄화규소 시드의 바닥면의 노출된 영역의 크기, 및 도가니의 상대적인 형상에 따라서 형상과 크기가 변할 수 있다. 예를 들면, 성장한 탄화규소는 탄화규소 시드의 바닥면에 대하여 평행한 방향으로 대체로 원형의 단면 형상을 갖는 보울의 형태가 될 수 있다. 상기 보울은 시드 표면에 대하여 수직인 방향으로 직경이 최대 직경으로 증가할 수 있고, 굴곡진 지점쪽으로 직경이 더 감소하여 대체로 원추형 바닥면을 형성한다. 탄화규소 보울의 최대 직경은 예를 들어 탄화규소가 성장하는 시간의 길이와 성장 조건에 따라 변할 수 있다. 일반적으로, 최대 직경은 약 70 mm 내지 약 250 mm 이다. 예를 들면, 최대 직경은 약 100 mm (약 105 mm 내지 약 115 mm와 같이) 초과, 약 150 mm 초과 (약 160 mm 내지 약 170 mm와 같이), 약 200 mm 초과(약 210 mm 내지 약 230 mm와 같이)를 포함하여 75 mm 보다 클 수 있다(약 80 mm 내지 약 85 mm와 같이). 성장 조건에 따른 보울 하중은 일반적으로 소오스 재료의 초기 하중의 약 60%~80%이다.

[0042] 예를 들면, 제 2 예에서 생성된 벌크 탄화규소는 원형의 수평 단면과 도 4에 나타낸 형상을 갖는 보울이다. 도시된 바와 같이, 보울은 상부에서 처음의 탄화규소 시드 웨이퍼로부터 대략적으로 112 mm의 최대 직경을 갖는 보울의 넓은 구간인 중간 구간 B의 대략적인 중앙으로 직경이 증가하는 만곡된 외면을 갖는 상부 단면 A를 갖는다. 중간 B의 굴곡진 외면은 웨이퍼 생성을 위해 평평한 표면(도시된 바와 같이)으로 가공될 수 있다. 보울은



성장함에 따라서 빛나는 외면을 갖는 돔 구간 C에 의해서 캡모양을 갖게 된다. 그 예로서, 성장한 탄화규소 보울은 약 748g의 하중과 약 33mm의 높이를 가지며, 구간 A는 약 10 mm, 구간 B와 C는 약 12 mm의 높이를 갖는다.

[0043] 그러므로, 본 발명은 또한 본 발명의 방법에 의해서 제조된 벌크 탄화규소에 관한 것이다. 보울은 상기한 바와 같이 탄화규소 시드상에서 성장하므로, 성장한 보울은 이 시드를 포함한다. 그러므로, 본 발명의 특별한 실시예에 있어서, 원형의 탄화규소 웨이퍼 상에서 성장한 탄화규소 보울은 대체로 원형의 수평 단면형상을 갖는 대체로 등글납작한 형상을 가지며, 평평한 외면을 포함하는데, 이것은 원형의 탄화규소 웨이퍼를 포함하고, 그러므로 하나 또는 그 이상의, 바람직하게는 2~5개의 탄소질 피복과 같이 적어도 2개의 피복을 갖는다. 벌크 탄화규소 보울은 평평한 표면에 대하여 평행한 방향으로 대체로 원형의 단면 형상을 갖는 중간 구간을 더 구비하는데, 이 중간 구간은 평평한 표면의 직경보다 약간 큰 직경을 가지며, 평평한 외면에 대하여 원추형이나 돔형상의 외면을 갖는다. 원추형 외면은 바람직하게는 거울모양의 마감면을 갖는다.

[0044] 본 발명의 방법에 의해서 제조된 본 발명의 탄화규소는 개선된 특성들, 특히, 하기의 예로서 제한되는 것은 아니지만, 관통 칼날 전위, 관통 나선 전위, 및 기저 평면 결함들 (전위 및 적층 결함들)을 포함한 일반적으로 낮은 전체 개수의 전체 결함들을 갖는 것으로 밝혀졌다. 예를 들면, 탄화규소는 약  $8000/\text{cm}^2$  보다 작은, 특히 약  $6000/\text{cm}^2$  보다 작은 전체 결함수를 갖는 것으로 밝혀졌다. 또한, 탄화규소의 관통 칼날 전위 밀도는 약  $4000/\text{cm}^2$  와 같이 낮아지고, 특히 약  $2500/\text{cm}^2$  보다 낮아지는 것으로 밝혀졌다. 또한, 탄화규소는 약  $3000/\text{cm}^2$  보다 작은 것을 포함하여 약  $3500/\text{cm}^2$  보다 작은 관통 나선 전위밀도를 갖는 것으로 밝혀졌다. 또한, 본 발명의 탄화규소의 기저평면 결함밀도는 약  $500/\text{cm}^2$  보다 작거나 또는 약  $200/\text{cm}^2$  보다 작다. 바람직하게는, 본 발명의 방법에 의해서 제조된 탄화규소는 약  $2500/\text{cm}^2$  보다 작은 관통 칼날 전위밀도, 약  $3000/\text{cm}^2$  보다 작은 관통 나선 전위밀도 및 약  $200/\text{cm}^2$  보다 작은 기저평면 결함밀도를 갖는다.

[0045] 다수의 탄화규소 웨이퍼들이 낮은 결함 수준들을 갖는 성장한 탄화규소로부터 제거될 수 있고, 웨이퍼들의 개수는 중간 구간(최대 직경을 가짐)의 크기, 목표 웨이퍼 두께, 및 그것을 제거하는데 사용된 방법에 따라서 변할 것이다. 도 5에 도시된 보울에 대하여, 7개 내지 10개의 웨이퍼들이 중간 구간 B로부터 절단될 수 있을 것으로 기대되는데, 이것들은 필요한 경우에 임의로 폴리싱될 수 있다. 보울로부터 생기는 이 웨이퍼들 각각은 평균적으로 낮은 결함수를 가지며, 특히 LED 또는 전력 공급장치 분야에 대해 개선된 물리적 특성과 성능 특성들을 가질 것으로 기대된다. 예를 들면, 1.25 mm 탄화규소 웨이퍼들이 도 4에 도시된 보울의 구간 B로부터 하는 상부에서(W1) 하나는 하부에서(W2) 절단되었다. 이것들은 약 1.00 mm의 두께로 폴리싱되었고 결함 수준을 위해 분석되었다. 그 결과가 하기 표 1에 나타나 있다.

표 1

| 웨이퍼 | 관통 나선 | 관통 칼날  | 기저면 | 총 결함   |
|-----|-------|--------|-----|--------|
| W1  | 915   | (100)1 | 143 | (205)8 |
| W2  | 44    | 1(210) | 477 | 1732   |

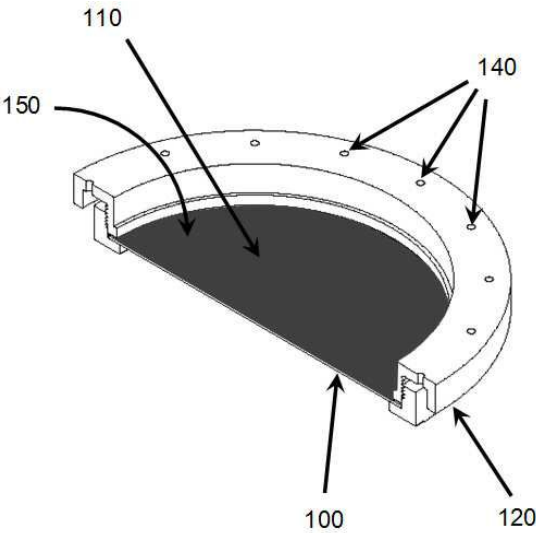
[0047] 데이터에서 볼 수 있듯이, 두 웨이퍼들은 놀랄만큼 낮은 전체 결함수를 갖는 것으로 밝혀졌다. 또한, 결함들의 전체 양은 구간 B를 통해서 감소하였는데, 이것은 성장이 진행됨에 따라서 결함들이 감소하였음을 나타낸다. 관통 나선 전위, 관통 칼날 전위, 및 기저 평면 결함들이 또한 놀랄만큼 낮아졌다. 각 웨이퍼에 그렇게 낮은 결함 수준이 존재하므로, 구간 B로부터 얻은 모든 웨이퍼들은 예를 들어 LED 및 전력 공급장치 분야에서 향상된 성능을 가질 것으로 예측되었다.

[0048] 본 발명은 또한 상기한 바와 같은 방법에서 사용된 승화로에 관한 것이다. 상기 승화로는 로 셀, 로 셀 외부에 위치한 적어도 하나의 가열요소, 및 단열재에 의해서 둘러싸인 로 셀 내부에 위치한 고온 영역을 포함한다. 셀, 히터, 단열재 및 고온 영역은 상기한 것들 중 어느 것이 될 수 있다. 특히, 상기 고온 영역은 도가니, 도가니를 밀봉하는 도가니 커버, 도가니의 하부영역에 위치한 탄화규소 전구체, 도가니의 상부 영역에 위치한 탄화규소 시드를 포함한다. 예를 들어 규소와 탄소 입자들을 함유한 미립자 혼합물을 가열하여 준비될 수 있는 것과 같이 대체로 고체인 탄화규소 전구체 혼합물, 탄화규소 시드를 함유한 시드 모듈, 특히 도가니의 상부영역에 노출된 상부면과 바닥면을 갖는 시드를 포함하여, 위에서 설명한 이 부품들 중 어느 것은 본 발명의 승화로에서 사용될 수 있으며, 여기에서 탄화규소 시드의 상부면은 시드 보호 층을 포함한다.

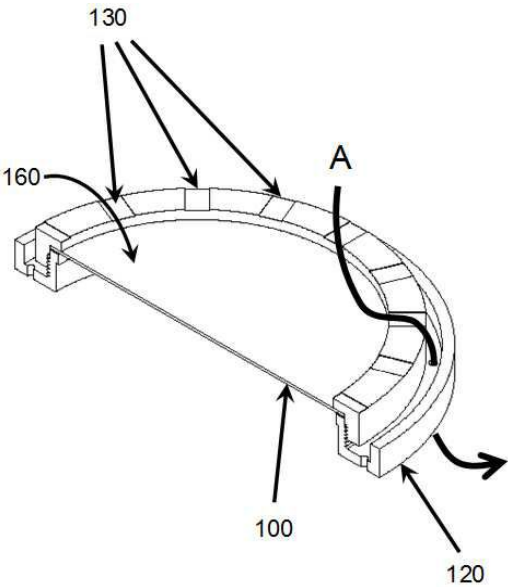
[0049] 본 발명의 바람직한 실시 예들의 상기 설명은 설명 및 서술 목적으로 제공되었다. 이것은 본 발명을 설명된 정확한 형태로 철저하게 하거나 한정하기 위해 의도된 것은 아니다. 수정 및 변화가 상기 가르침을 토대로 하여 가능하거나, 또는 본 발명의 실행을 통해서 얻어질 수 있다. 본 발명의 원리들을 설명하기 위해서 실시 예들이 선택되었고 설명되었으며, 그것의 실제적인 응용을 통해서 그리고 특별한 용도로 고려하기에 적합한 다양한 변화들을 통해서, 해당 기술분야의 숙련된 당업자는 본 발명을 다양한 실시 예들에서 이용할 수 있다. 본 발명의 영역은 첨부된 특허청구범위 및 그 등가물들에 의해서 한정되도록 의도된 것이다.

도면

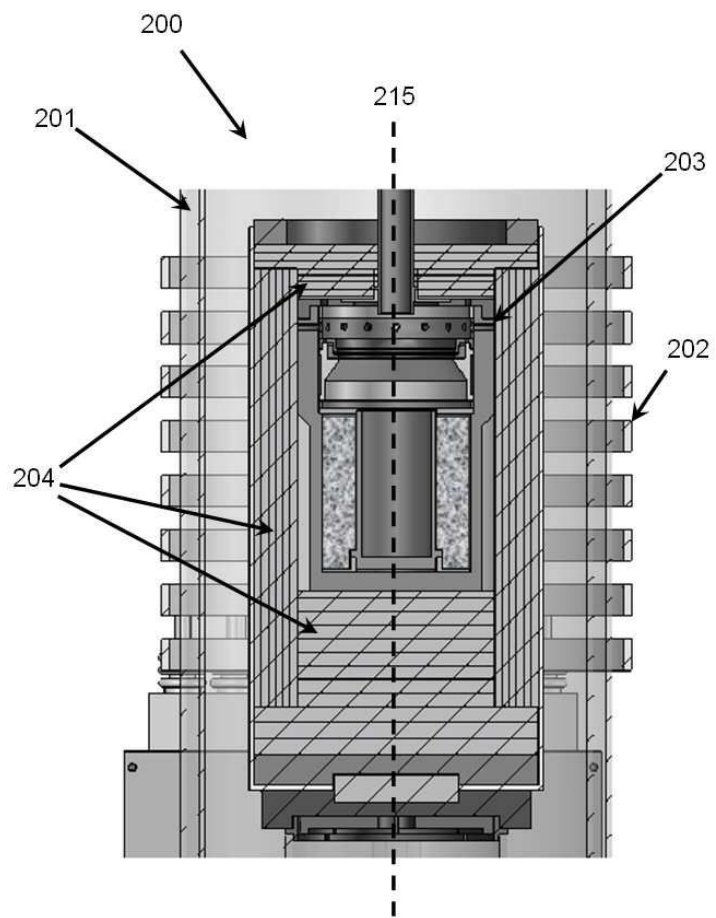
도면1a



도면1b

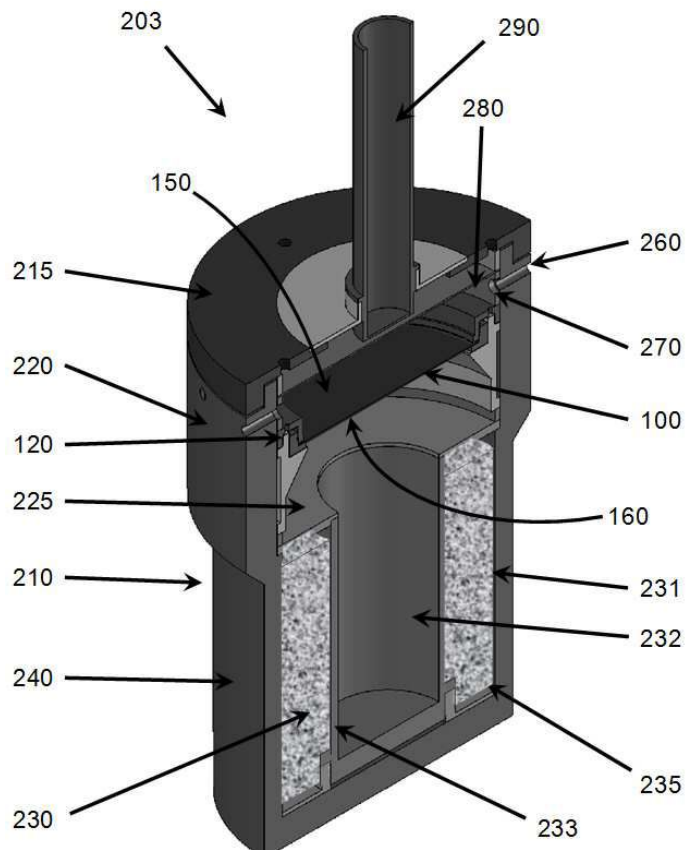


도면2

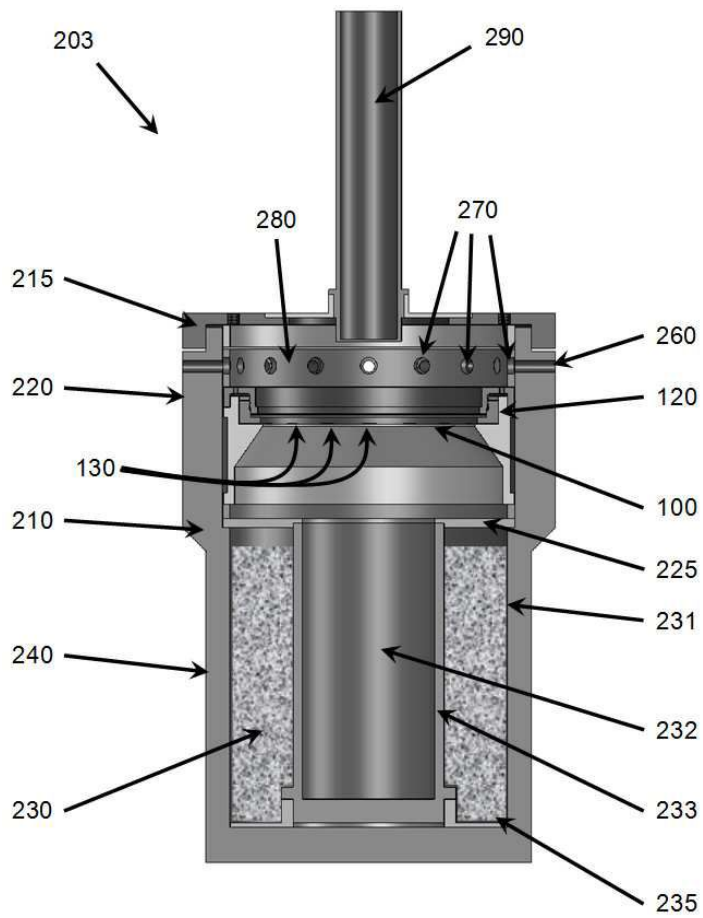




도면3a



도면3b



도면4

