



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116103752 A

(43) 申请公布日 2023. 05. 12

(21) 申请号 202211396415.6

(22) 申请日 2022.11.09

(30) 优先权数据

10-2021-0155113 2021.11.11 KR

(71) 申请人 OCI有限公司

地址 韩国首尔

(72) 发明人 金佳福 姜秉昶 朴秉铉 田竣基

郑昌垣 全昇安

(74) 专利代理机构 北京集佳知识产权代理有限公司

公司 11227

专利代理师 谭天 孙雅雯

(51) Int. Cl.

C30B 25/00 (2006.01)

C30B 29/36 (2006.01)

C30B 28/14 (2006.01)

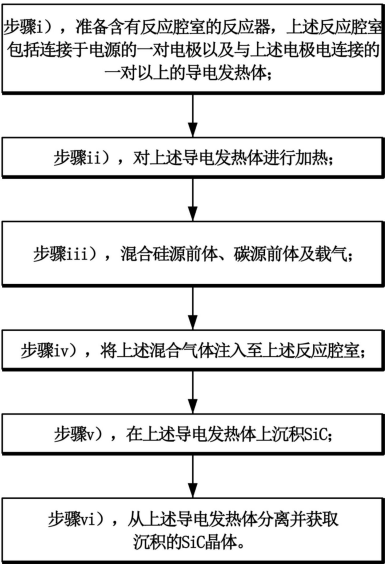
权利要求书1页 说明书10页 附图10页

(54) 发明名称

高纯SiC晶体的制造方法

(57) 摘要

高纯SiC晶体的制造方法,本发明涉及制造高纯碳化硅(silicon carbide, SiC)晶体的方法,更具体地,涉及以优秀的收率大量生产杂质的含量极低的高纯SiC的方法。



1. 一种SiC晶体的制造方法,其为制造高纯SiC晶体的方法,上述SiC晶体的制造方法的特征在于,包括:

步骤i),准备含有反应腔室的反应器,上述反应腔室包括连接于电源的一对电极以及与上述电极电连接的一对以上的导电发热体;

步骤ii),对上述导电发热体进行加热;

步骤iii),混合硅源前体、碳源前体及载气;

步骤iv),将上述混合气体注入至上述反应腔室;

步骤v),在上述导电发热体上沉积SiC;以及

步骤vi),从上述导电发热体分离并获取沉积的SiC晶体。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述反应腔室内部的温度为1000℃至1500℃。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,将上述导电发热体的温度升温至1000℃至1800℃。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述导电发热体选自钼、钨、铂、石墨、碳纤维增强碳、SiC及多晶硅中。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述导电发热体具有一对以上的细丝形态。

6. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述导电发热体上的SiC沉积速度为10g/hr以上。

7. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述硅源前体为选自三氯硅烷、二氯硅烷、四氯化硅及甲硅烷中的一种以上。

8. 根据权利要求7所述的方法,其特征在于,上述硅源前体为三氯硅烷。

9. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述碳源前体为丙烷,即,C₃H₈。

10. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述载气为氢气,即,H₂。

11. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,上述混合气体中的硅源前体与碳源前体之间的Si:C的原子比为0.5:1~2:1。

12. 根据权利要求11所述的方法,其特征在于,上述混合气体中的硅源前体与碳源前体之间的Si:C的原子比为1:1。

13. 一种SiC晶体,通过权利要求1至12中任一项所述的方法制造,其特征在于,纯度为6N以上。

14. 根据权利要求13所述的SiC晶体,其特征在于,具有β相的单相。

15. 根据权利要求13所述的SiC晶体,其特征在于,具有α相与β相共存的复合相。

16. 根据权利要求13所述的SiC晶体,其特征在于,金属杂质的总含量为1ppm以下。

高纯SiC晶体的制造方法

技术领域

[0001] 本发明涉及制造高纯碳化硅(silicon carbide, SiC)晶体的方法,更具体地,涉及以优秀的收率大量生产杂质的含量极低的高纯SiC的方法。

背景技术

[0002] 近来,将碳化硅作用于各种电子器件及用途的半导体材料。碳化硅因其物理强度及对化学侵蚀的高抗性而特别有用。碳化硅还具有包括辐射硬度(radiation hardness)、较宽的带隙、高饱和电子漂移速度(saturated electron drift velocity)、高工作温度及光谱的蓝(blue)、紫(violet)及紫外(ultraviolet)区域中的高能质子的吸收及释放在内的优秀的电子特性。

[0003] 碳化硅单晶利用高抗氧化性及优秀的电特性,代替最高工作温度为250℃的Si半导体来在高温下使用,化学性质稳定,对于辐射能力等的抗性强,从而具有适合制造在特殊环下工作的半导体元件的优点。并且,在LED产业中,将碳化硅单晶作用于使GaN(用作LED基板)生长的基板,因此,随着LED市场的扩大,高纯SiC单晶的需求增加,由此,结晶生长所需的原材料的需求及所需纯度也增加。

[0004] 作为以往的高纯碳化硅原材料粉末的制造方法具有各种方法,如一例,利用艾奇逊法、碳热还原法、液相聚合物热解法等。尤其,高纯碳化硅粉末合成工艺使用碳热还原法。即,混合碳源及硅源材料,可通过对混合物进行碳化工序及合成工序来合成碳化硅粉末。但是,在通过上述的现有的方法的情况下,具有生成具有各种结晶相及纯度的碳化硅粉末的局限。

[0005] 在韩国公开专利公报第10-2011-0021530号(现有文献1)中报告了如下的技术:为了制造在通过PVT方法的碳化硅单晶制造中使用的高纯颗粒碳化硅粉末,混合固相的二氧化硅与固相的碳原料后,在1600℃至1900℃的温度下进行热碳还原反应,从而合成高纯碳化硅粉末。

[0006] 在美国授权专利第4702900号(现有文献2)中报告了如下的技术:为了合成β相的高纯碳化硅颗粒粉末,选择硅醇盐及碳化合物种类来制造二氧化硅-碳前体后,在真空或如氩(Ar)等的非活性气体条件下进行热处理来获得碳化硅粉末。

[0007] 在美国授权专利第5863325号(现有文献3)中报告了如下的优化的热处理工艺:在通过上述工序制造的碳化硅粉末的金属杂质中,合成了数ppm的高纯β碳化硅颗粒粉末,将上述所制造的β相的碳化硅粉末用作单晶原料。

[0008] 如美国授权专利第5704985号,通过CVD商业化生产接近理论SiC密度($3.2\text{g}/\text{cm}^3$)的块状SiC形状。在该工序中,含硅及碳的气相前体在升温条件,通常在1200℃至1400℃的温度下反应来形成固体SiC,通常, SiC沉着在石墨等的适合的基板。还可使用如三甲基硅烷的含有Si及C原子两者的单一前体。可利用高纯前体,但在通过CVD生成的商业级块状SiC中,如商业级块状SiC通常含有硼(0.7-2ppm)、金属杂质及氮(100ppm以下),尤其,对于半绝缘SiC结晶,其纯度不足以用作SiC结晶生长中的晶体源。

[0009] 但是,在上文中说明的现有的方法,难以经济性地制造碳化硅粉末,并且,具有难以由高纯度制造的问题,因此,需要研究对于高纯SiC晶体的大量生产方法的研究。

[0010] 现有文献1:韩国公开专利公报第10-2011-0021530号

[0011] 现有文献2:美国授权专利第4702900号

[0012] 现有文献3:美国授权专利第5863325号

[0013] 现有文献4:美国授权专利第5704985号

发明内容

[0014] 技术问题

[0015] 本发明的目的在于,提供如下的方法:解决现有的制造方法所具有的局限,以优秀的收率大量生产杂质含量极低的高纯SiC晶体。

[0016] 并且,本发明提供如下的SiC晶体:具有 β 相的单相,或者具有 α 相与 β 相共存的复合相。

[0017] 技术方案

[0018] 本发明提供一种SiC晶体的制造方法,用于制造高纯SiC晶体,其包括:步骤i),准备含有反应腔室的反应器,上述反应腔室包括连接于电源的一对电极以及与上述电极电连接的一对以上的导电发热体;步骤ii),对上述导电发热体进行加热;步骤iii),混合硅源前体、碳源前体及载气;步骤iv),将上述混合气体注入至上述反应腔室;步骤v),在上述导电发热体上沉积SiC;以及步骤vi),从上述导电发热体分离并获取沉积的上述SiC晶体。

[0019] 在本发明中,上述导电发热体的温度可升温至1000℃至1800℃,由此,上述反应腔室内部的温度可加热至1000℃至1500℃。

[0020] 上述导电发热体可选自钼(Mo)、钨(W)、铂(Pt)、石墨、碳纤维增强碳(carbon fiber reinforced carbon,CFRC)、SiC及多晶硅中。

[0021] 上述导电发热体可具有一对以上的细丝形态。

[0022] 上述导电发热体上的SiC沉积速度可以为10g/hr以上。

[0023] 上述硅源前体可以为选自三氯硅烷(TCS)、二氯硅烷(DCS)、四氯化硅(STC)及甲硅烷中的一种以上。

[0024] 上述硅源前体可以为三氯硅烷。

[0025] 上述碳源前体可以为丙烷(C_3H_8)。

[0026] 上述载气可以为氢气(H_2)。

[0027] 上述混合气体中的硅源前体与碳源前体之间的Si:C的原子比可以为0.5:1~2:1。

[0028] 上述混合气体中的硅源前体与碳源前体之间的Si:C的原子比可以为1:1。

[0029] 本发明提供一种SiC晶体,其通过上述方法制造,纯度为6N以上。

[0030] 上述SiC晶体可具有 β 相的单相或 α 相与 β 相共存的复合相。

[0031] 上述SiC晶体的金属杂质的总含量为1ppm以下。

[0032] 发明效果

[0033] 本发明的制造方法能够以优秀的收率大量生产高纯SiC晶体。

[0034] 并且,根据本发明的方法,可提高SiC晶体的质量及生产性。

[0035] 并且,根据本发明的制造方法,可提供金属杂质的总含量为1ppm以下的上述高纯

SiC晶体,上述高纯SiC晶体可具有 β 相的单相或 α 相与 β 相共存的复合相。

附图说明

- [0036] 图1为示出本发明实施例的制造高纯SiC晶体的工序流程图。
- [0037] 图2为简要示出本发明的高纯SiC晶体的大量生产系统的结构图。
- [0038] 图3为简要示出在图2中公开的大量生产系统中的反应器的结构图。
- [0039] 图4至图19确认在实施例1至实施例16中制造的SiC晶体中的 β 相和/或 α 相的峰。
- [0040] 附图标记的说明
- | | |
|---------------------|------------|
| [0041] 100:原料物质供给部 | 200:反应部 |
| [0042] 10:硅源前体供给部 | 20:碳源前体供给部 |
| [0043] 30:载气供给部 | 40:混合器 |
| [0044] 50:汽化器 | 60:反应器 |
| [0045] 11、21、31:流量计 | |
| [0046] 600:反应腔室 | 610:一对电极 |
| [0047] 620:导电发热体 | 630:电能供给源 |

具体实施方式

[0048] 以下,参照附图对本发明的实施例进行详细说明,使得本发明所属技术领域的普通技术人员容易实施本发明的实施例。但是,本发明可由各种不同的形式实现,并不限于在此说明的实施例。在附图中,为了明确说明本发明,省略了与说明无关的部分,在说明书全文中,对相同或相似的结构要素赋予了相同的附图标记。

[0049] 当说明实施例时,当记载各层(膜)、区域、图案或结构物形成于基板、各层(膜)、区域、垫或图案的“上/上方(on)”或者“下/下方(under)”的记载包括直接(directly)形成的情况或者在中间设置其他层来形成的情况。以附图为基准说明对于各层的上/上方或下/下方的基准。

[0050] 在附图中,为了明确及便于说明,各层(膜)、区域、图案或结构物的厚度或大小可变形,因此,不能完全反映实际尺寸。

[0051] 以下,参照附图详细说明本发明的实施例。

[0052] 本发明提供一种方法,其通过化学气相沉积(CVD)大量生产高纯SiC晶体。

[0053] 本发明的高纯SiC晶体的制造方法包括:步骤i),准备含有反应腔室的反应器,上述反应腔室包括连接于电源的一对电极以及与上述电极电连接的一对以上的导电发热体;步骤ii),对上述导电发热体进行加热;步骤iii),混合硅源前体、碳源前体及载气;步骤iv),将上述混合气体注入至上述反应腔室;步骤v),在上述导电发热体上沉积SiC;以及步骤vi),从导电发热体分离并获取沉积的上述SiC晶体(图1)。

[0054] 图2为简要示出本发明的SiC大量生产系统的结构图。关于图2,未示出的装置结构可参照通常使用的化学气相沉积反应器并同样适用。

[0055] 如图所示,本发明的SiC大量生产系统大致由原料物质供给部100以及反应部200构成。

[0056] 上述原料物质供给部100包括硅源前体供给部10、碳源前体供给部20、载气供给部

30、混合器40以及汽化器50,设置有分别调节硅源前体供给部10、碳源前体供给部20及载气供给部30的流量的流量计11、21、31。作为能够选择流体窜槽(fluid communication)的上述流量计11、21、31的例,可使用MFC、LMFC、LFC等。

[0057] 供给至上述硅源前体供给部10的硅源前体(silicon source precursor)使用甲硅烷或由通常的组成式 $\text{SiH}_n\text{X}_{4-n}$ ($n=0,1,2,3$; $\text{X}=\text{Cl}, \text{Br}, \text{I}$) 表示的卤代硅烷。优选地,可使用氯硅烷化合物。具体地,可使用三氯硅烷(trichlorosilane, TCS)、二氯硅烷(dichlorosilane, DCS)、四氯化硅(silicon tetrachloride, STC)或甲硅烷(monosilane), 优选为三氯硅烷(SiHCl_3 , TCS)。

[0058] 供给至上述碳源前体供给部20的碳源前体(carbon source precursor)可以为甲烷、乙烷、丙烷等的碳氢化合物,优选为丙烷(C_3H_8)。

[0059] 供给至上述载气供给部30的载气优选使用氢(H_2)或氢(H_2)与非活性气体(He、Ar、 N_2)的混合物,优选为氢(H_2)。

[0060] 上述硅源前体供给部10、碳源前体供给部20及载气供给部30内部的压力为2bar至4bar。

[0061] 在上述混合器40中,均匀地混合从流量计11、21、31供给的原料物质后,通过汽化器50向反应器60内流入气体混合物。上述气体混合物包含硅源前体、碳源前体及载气。上述汽化器50可按体积传递低挥发性物质,在并未对前体进行热分解的情况下,诱导具有再现性的传递及沉积。可调节上述汽化器50中的压力及温度,优选地,汽化器50中的压力为0bar至4bar,汽化器50中的温度为50℃至400℃,优选为100℃至200℃。

[0062] 包含流入至上述混合器40中的硅源前体、碳源前体及载气的混合气体中的Si:C:H的原子比可根据其化学元素的含量、其化学元素的化学计量比选择。

[0063] 作为本发明的一方式,混合气体中的硅源前体与碳源前体之间的Si:C的原子比可以为0.5:1~2:1,优选为0.75:1~1.5:1,更优选为1:1。在满足上述范围的情况下,沉积在上述导电发热体上的SiC的结晶性及均匀性良好,且在所供给的混合气体中的转换为SiC的转换效率提高。

[0064] 图3为简要示出在图2中公开的大量生产系统中的反应器的结构图。

[0065] 在本发明的一方式中,上述反应器60包括:反应腔室600,包括基板及反应器盖;至少一对电极610,贯通设置于上述基板,与电源相连接;以及一对以上的导电发热体620,通过电极夹头分别与上述一对电极相结合,上端相连接。

[0066] 上述反应器60在基板上形成反应腔室600,反应器盖以气体密封结构与基板相结合。反应器60包括:钟罩(bell jar),用于形成反应腔室600;以及腔室盖,与钟罩隔开,使得冷却剂在相互之间流动。

[0067] 上述反应器中的一对以上的导电发热体620从上述反应腔室600的基板的下端通过电极及电极端子连接于外部的电能供给源630。因此,上述导电发热体620形成一个电路,并通过电极及电极端子通电而被加热。

[0068] 上述导电发热体620可以为一对以上的细丝,这种细丝可具有任意形状。作为本发明的一方式,上述细丝可以为一对以上的棒状细丝。一对棒状细丝可通过在反应腔室中相互隔开而直立的两个棒状细丝以及水平连接它们顶端的两个端部的一个水平棒状细丝形成发夹形或U形棒。并且,两个棒状细丝的最底侧端部通过电极及气密端子连接于外部的

电能供给源,由此,一组棒状细丝形成一个完整的电路。

[0069] 与在反应器中间接加热其沉积SiC的被沉积表面的现有技术不同,本发明通过直接加热导电发热体620来在导电发热体620上沉积SiC。由此,不仅可以通过调节导电发热体620的加热温度来微调SiC晶相,还可以显着提高SiC的沉积速度,并且可以获得高纯度和高收率的SiC晶体。

[0070] 作为本发明的导电发热体620材料,使用具有高熔点的材料或硅材料。通过本发明的导电发热体620材料的高热稳定性,可以防止被沉积表面的氧化、腐蚀、开裂等,最终可以获得高纯度的SiC晶体。

[0071] 尤其,上述导电发热体620材料与金属材料相比在高温下具有高强度,并且在惰性气氛中的2000℃以上的超高温状态下也可以使用,从而提供高热稳定性。

[0072] 本发明的导电发热体620可以由包括选自钼、钨、铂、石墨、碳纤维增强碳(carbon fiber reinforced carbon,CFRC)、SiC及多晶硅组成的组中的至少一种的材料制成,优选地,由钨、碳纤维增强碳制成。更优选地,使用如在超高温下的热特性、尺寸稳定性、强度及耐腐蚀性等化学稳定性特性优异的碳纤维增强碳制备导电发热体620。

[0073] 本发明的碳纤维增强碳包括碳纤维增强碳复合材料(CFRC composite)或碳/碳(C/C)材料。碳纤维增强碳具有质轻、高强度、高弹性、高耐久性及耐冲击性等特性。尤其,与各向同性石墨材料相比,碳纤维增强碳具有高强度、不易弯曲、不开裂,因此即使在高温下也能提供高纯度、高收率的SiC晶体。

[0074] 作为上述碳纤维增强碳的一个例子,可以使用包括增强基体的碳纤维增强碳复合材料,并且该复合材料可以包括由如热固性树脂或沥青等碳化物形成的基体和碳纤维。上述导电发热体620可从电能供给源630接收电力来加热至1000℃至1800℃,优选地,可加热至1400℃至1600℃。在满足上述范围的情况下,可获取高收率的SiC晶体。并且,提高上述导电发热体620上的SiC沉积速度,生长的SiC具有优秀的结晶性、均匀性及表面形貌。最终,本发明的SiC晶体的制造方法提高SiC晶体的质量及生产性。

[0075] 随着上述导电发热体620被加热,使反应器内部的温度上升。可调节上述反应器中的温度,作为本发明的一方式,可加热至约1000℃至1500℃为止。

[0076] 流入至上述反应器60的混合气体中的硅源前体被热分解,与碳源前体进行反应,由此,在上述导电发热体上开始沉积SiC,并生成具有规定厚度以上的厚度的SiC晶体。

[0077] 在本发明的一方式中,本发明可从包含一对以上的导电发热体的反应腔室获得大量的块状的SiC晶体。

[0078] SiC晶体的沉积时间可为了具有优选的厚度及粒子大小的SiC晶体而调节。沉积速度并不受限,但可依赖包括沉积温度、通过汽化器流入至反应腔室中的混合气体的流量及汽化器的温度和/或反应器的压力的一个以上的工序参数。

[0079] 作为本发明的一方式,SiC的沉积速度至少为10g/hr以上,优选为20g/hr以上、30g/hr以上、40g/hr以上、50g/hr以上,尤其优选为60g/hr以上。

[0080] 可根据需求调节上述反应器中的压力,作为本发明的一方式,可以为1bar至3bar。

[0081] 在上述反应器60中获取的SiC晶体通过单独的装置粉碎/破碎后,根据粒子的大小分级的SiC单晶粉末可在蚀刻/清洁后封装。

[0082] 作为本发明的一方式,通过前述的方法制造的SiC晶体具有6N以上的高纯度,优选

为7N以上、8N以上,尤其优选地,具有9N以上的高纯度。

[0083] 在上述SiC晶体中,所有杂质金属原子含有量为1ppm以下,优选为0.9ppm以下、0.8ppm以下、0.7ppm以下、0.6ppm以下、0.5ppm以下、0.4ppm以下、0.3ppm以下、0.2ppm以下,更优选为极低的0.1ppm以下。并且,尤其优选为0.05ppm以下、0.04ppm以下、0.03ppm以下、0.02ppm以下或0.01ppm以下。

[0084] 上述SiC晶体可以为 β 相单相或 α 相与 β 相的混合相,在混合相的情况下,几乎具有化学计量的组成。在上述SiC晶体具有 α 相与 β 相的混合相的情况下,大部分的结晶相可以为 β 相。

[0085] 在反应腔室内部为1000℃至1500℃的情况下制造的上述SiC晶体大部分为 β 相。但是,在沉积步骤中,在SiC晶体内部的中心部温度上升至约1800℃以上的情况下,在中心部发生相变,由此认为SiC晶体具有 α 相与 β 相的混合相。

[0086] 另外,本发明的具有 β 相单独或将 β 相作为大部分(major)的组成的SiC晶体的电特性优秀,当制造时,纯度高,因此,可用于电材料领域,尤其,可用于半导体领域,具有高导热性且耐热性优秀。

[0087] 以下,根据实施例详细说明本发明,本发明并不限于实施例。

[0088] 实施例1

[0089] 根据在图1中示出的制造高纯SiC晶体的工序流程图进行实验,将由钨(W)制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1050℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为25.37g/hr,从而进行沉积工艺。

[0090] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.18g/ cm^3 。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图4所示,可确认 β 相的峰最大。

[0091] 实施例2

[0092] 将由钨(W)制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1050℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为24.20g/hr,从而进行沉积工艺。

[0093] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.16g/ cm^3 。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图5所示,可确认 β 相的峰最大。

[0094] 实施例3

[0095] 将由石墨制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1050℃(利用高温计测量),作为硅

源前体使用TCS (SiHCl_3), 作为碳源前体使用丙烷 (C_3H_8), 作为载气使用氢 (H_2), 将它们在混合器中混合后汽化, 并注入至反应腔室中。此时, 使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5, 以10SLM的速度注入混合气体, 将SiC的沉积速度设置为11.05g/hr, 从而进行沉积工艺。

[0096] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体, 所获取的SiC的密度为 $3.22\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性, 实施X-射线衍射分析, 结果如图6所示, 可确认 β 相的峰最大。

[0097] 实施例4

[0098] 将由石墨制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1150℃ (利用高温计测量), 作为硅源前体使用TCS (SiHCl_3), 作为碳源前体使用丙烷 (C_3H_8), 作为载气使用氢 (H_2), 将它们在混合器中混合后汽化, 并注入至反应腔室中。此时, 使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5, 以10SLM的速度注入混合气体, 将SiC的沉积速度设置为47.69g/hr, 从而进行沉积工艺。

[0099] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体, 所获取的SiC的密度为 $3.16\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性, 实施X-射线衍射分析, 结果如图7所示, 可确认 β 相的峰最大。

[0100] 实施例5

[0101] 将由硅 (silicon) 制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1050℃ (利用高温计测量), 作为硅源前体使用TCS (SiHCl_3), 作为碳源前体使用丙烷 (C_3H_8), 作为载气使用氢 (H_2), 将它们在混合器中混合后汽化, 并注入至反应腔室中。此时, 使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5, 以10SLM的速度注入混合气体, 将SiC的沉积速度设置为24.32g/hr, 从而进行沉积工艺。

[0102] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体, 所获取的SiC的密度为 $3.18\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性, 实施X-射线衍射分析, 结果如图8所示, 可确认 β 相的峰最大。

[0103] 实施例6

[0104] 将由硅制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1100℃ (利用高温计测量), 作为硅源前体使用TCS (SiHCl_3), 作为碳源前体使用丙烷 (C_3H_8), 作为载气使用氢 (H_2), 将它们在混合器中混合后汽化, 并注入至反应腔室中。此时, 使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5, 以10SLM的速度注入混合气体, 将SiC的沉积速度设置为26.53g/hr, 从而进行沉积工艺。

[0105] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体, 所获取的SiC的密度为 $3.22\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性, 实施X-射线衍射分析, 结果如图9所示, 可确认 β 相的峰最大。

[0106] 实施例7

[0107] 将由硅制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对

导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1170℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为32.07g/hr,从而进行沉积工艺。

[0108] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.19g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图10所示,可确认β相的峰最大。

[0109] 实施例8

[0110] 将由硅制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1050℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为25.05g/hr,从而进行沉积工艺。

[0111] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.15g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图11所示,可确认β相的峰最大。

[0112] 实施例9

[0113] 将由碳纤维增强碳(CFRC)制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1050℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为30.58g/hr,从而进行沉积工艺。

[0114] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.18g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图12所示,可确认β相的峰最大。

[0115] 实施例10

[0116] 将由碳纤维增强碳制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1170℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为39.66g/hr,从而进行沉积工艺。

[0117] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.20g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图13所示,可确认β相的峰最大。

[0118] 实施例11

[0119] 将由碳纤维增强碳制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1150℃(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载体使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为0.75:1:5.5,以10SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为30.94g/hr,从而进行沉积工艺。

[0120] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.16g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图14所示,可确认α相、β相的峰相同。

[0121] 实施例12

[0122] 根据图1中所示的制造高纯SiC晶体的工序流程图进行实验,将由碳纤维增强碳(Carbon Fiber Reinforced Carbon,CFRC)制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1500℃以上(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为1.5:1:5.5,以5SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为49.4g/hr,从而进行沉积工艺。

[0123] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.15g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图15所示,可确认β相的峰最大。

[0124] 实施例13

[0125] 根据图1中所示的制造高纯SiC晶体的工序流程图进行实验,将由CFRC制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1500℃以上(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为1:1:5.5,以5SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为40.9g/hr,从而进行沉积工艺。

[0126] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为3.18g/cm³。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图16所示,可确认β相的峰最大。

[0127] 实施例14

[0128] 根据图1中所示的制造高纯SiC晶体的工序流程图进行实验,将由CFRC制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约1500℃以上(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为1:1:5.5,以5SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为41.6g/hr,从而进行沉积工艺。

[0129] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为 $3.19\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图17所示,可确认 β 相的峰最大。

[0130] 实施例15

[0131] 根据图1中所示的制造高纯SiC晶体的工序流程图进行实验,将由CFRC制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约 1500°C 以上(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为1:1:5.5,以5SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为 $40.6\text{g}/\text{hr}$,从而进行沉积工艺。

[0132] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为 $3.17\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图17所示,可确认 β 相的峰最大。

[0133] 实施例16

[0134] 根据图1中所示的制造高纯SiC晶体的工序流程图进行实验,将由CFRC制造的导电发热体设置在用于化学气相沉积的反应器中并连接于电极。对导电发热体进行加热来使反应腔室内部的温度成为约 1500°C 以上(利用高温计测量),作为硅源前体使用TCS(SiHCl_3),作为碳源前体使用丙烷(C_3H_8),作为载气使用氢(H_2),将它们在混合器中混合后汽化,并注入至反应腔室中。此时,使存在于混合气体中的TCS、丙烷及氢中的各个Si:C:H的原子比例成为1:1:5.5,以5SLM的速度注入混合气体,将SiC的沉积速度设置为 $41.5\text{g}/\text{hr}$,从而进行沉积工艺。

[0135] 从上述导电发热体中分离并获取沉积的SiC晶体,所获取的SiC的密度为 $3.17\text{g}/\text{cm}^3$ 。为了分析所获取的SiC的物性,实施X-射线衍射分析,结果如图19所示,可确认 β 相的峰最大。

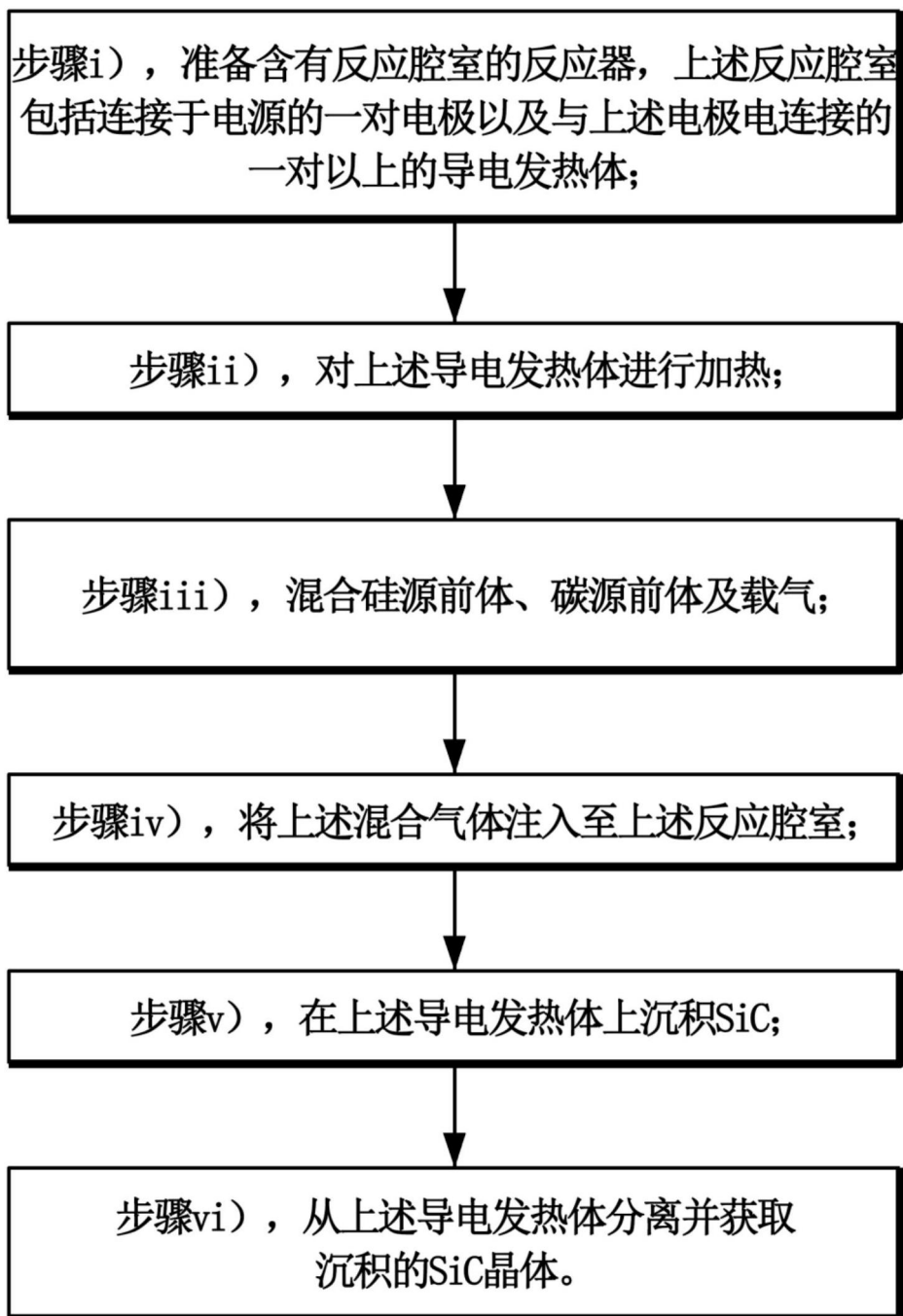


图1

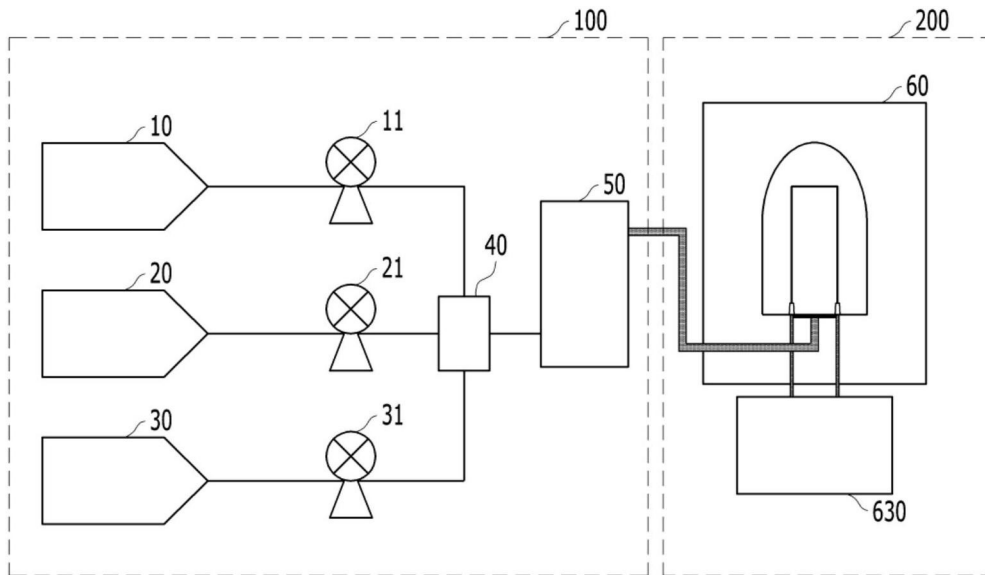


图2

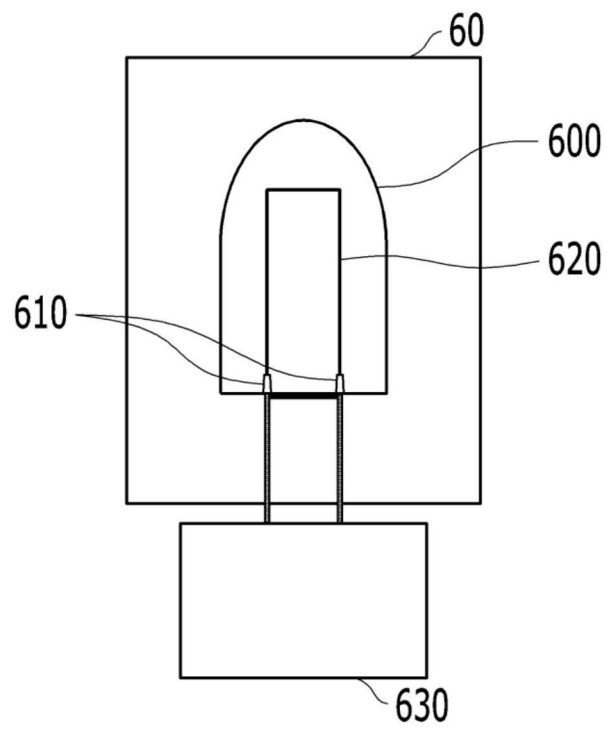


图3

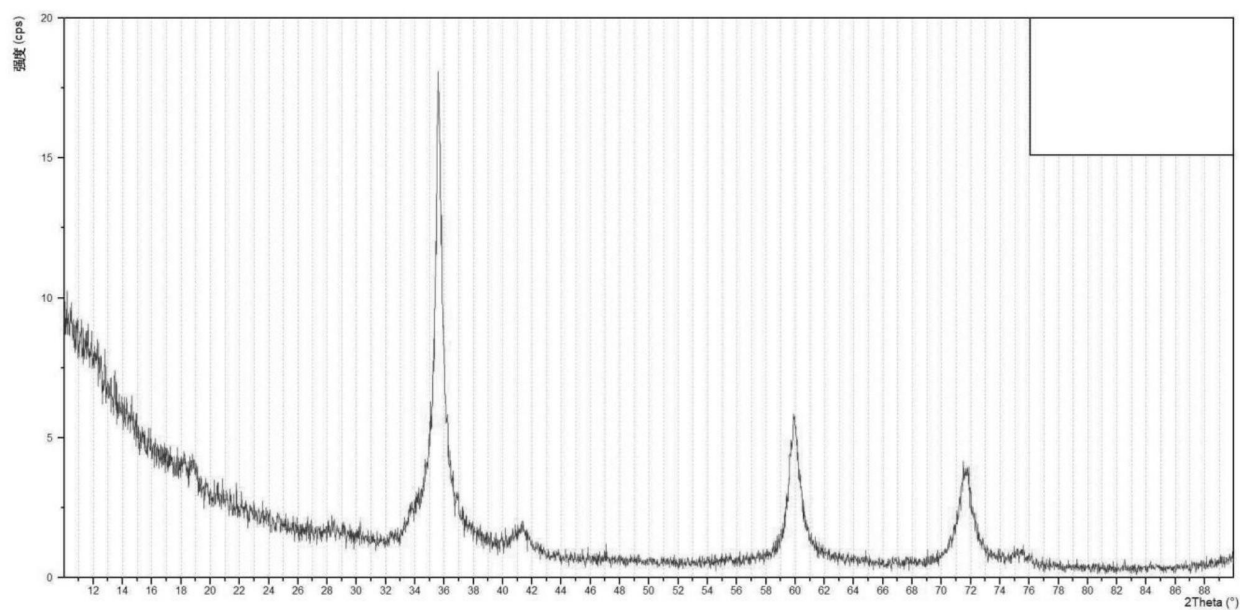


图4

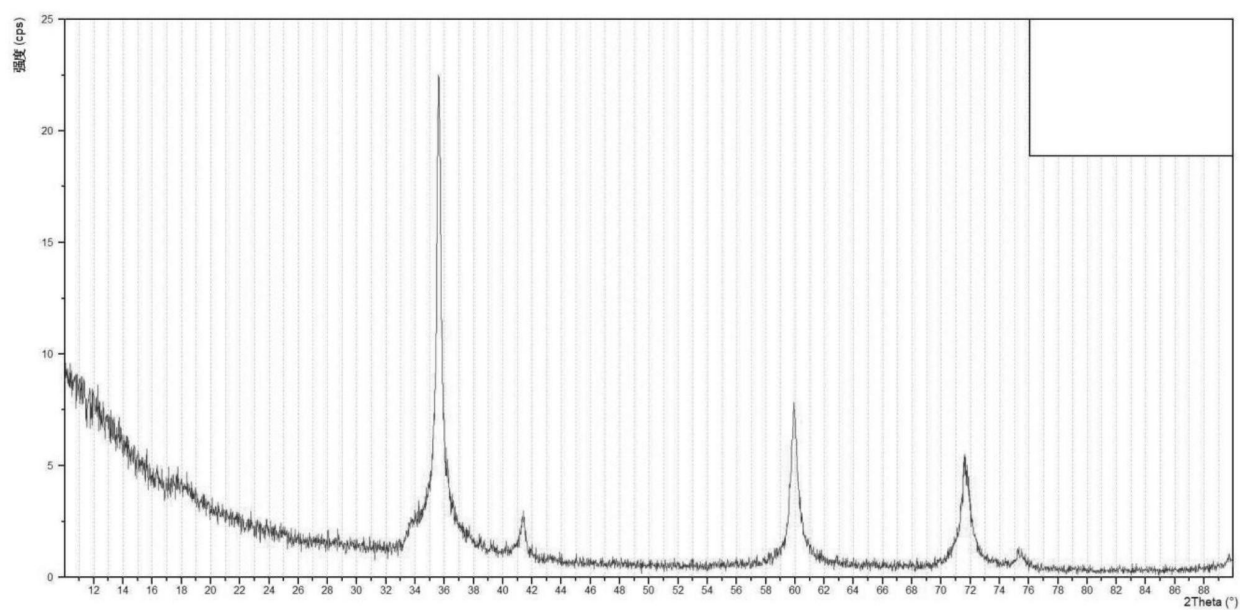


图5

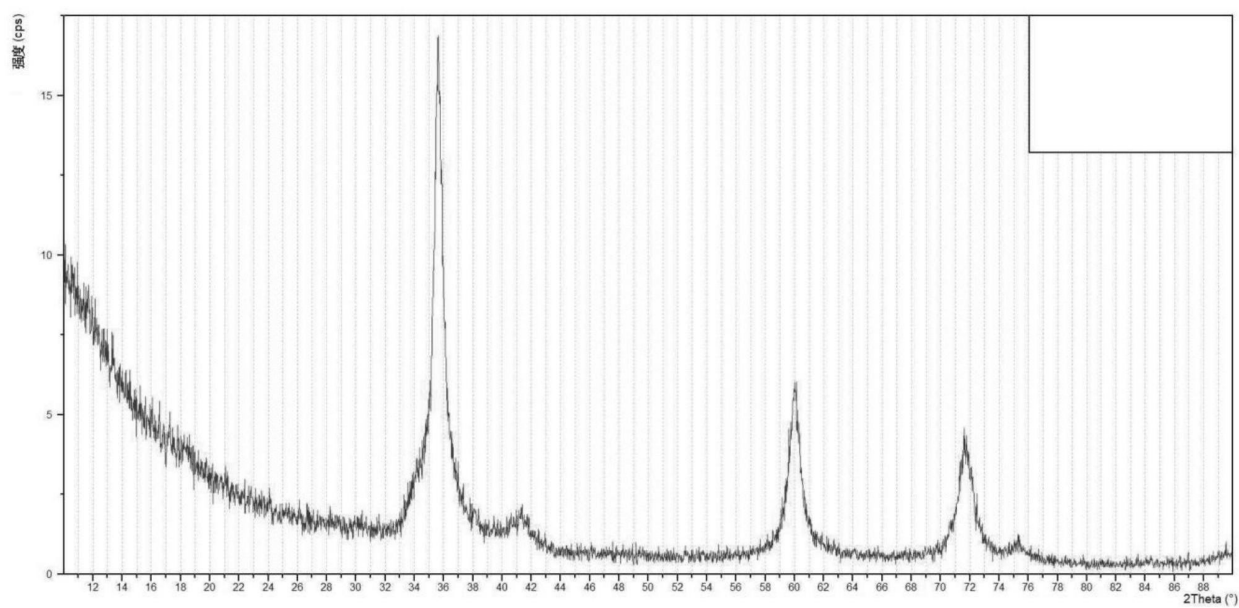


图6

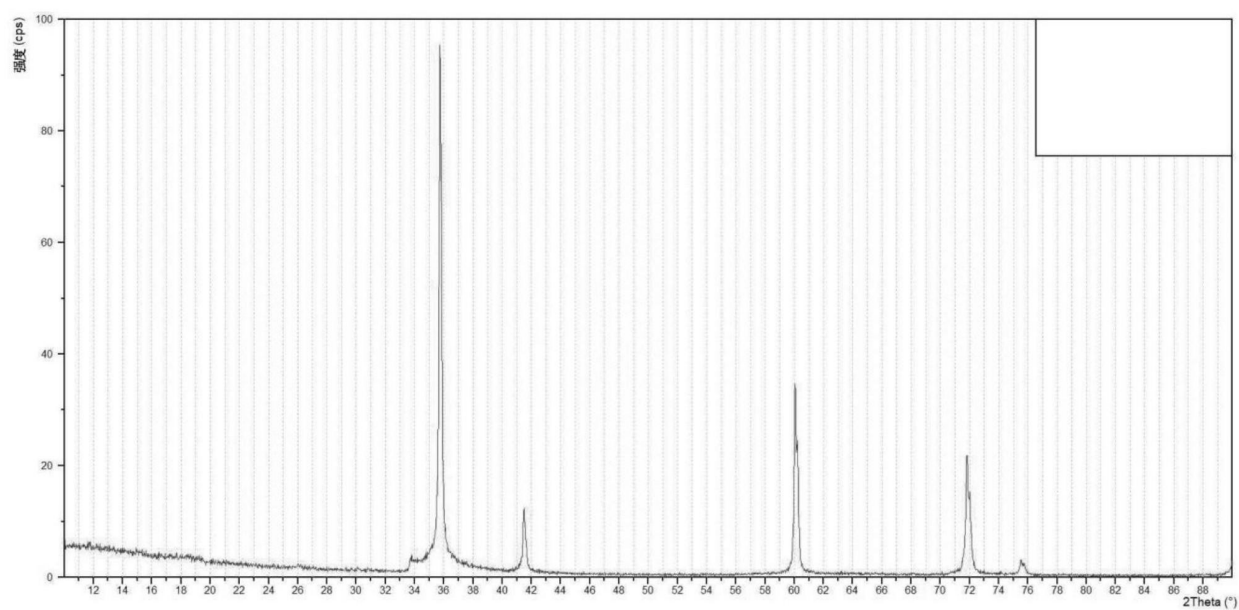


图7

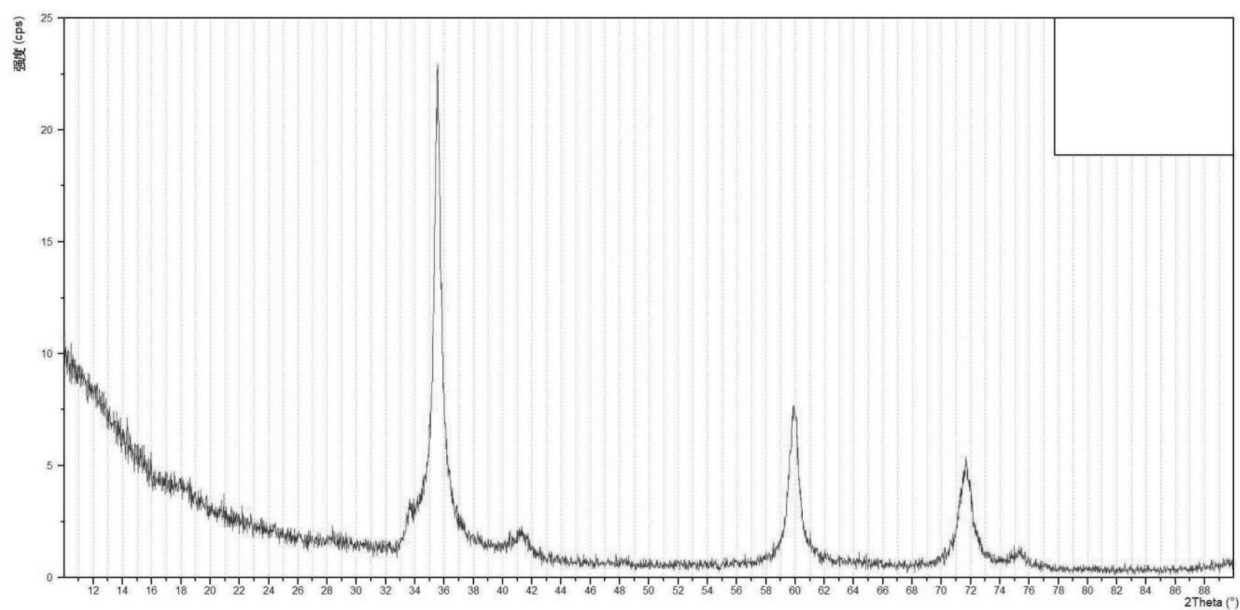


图8

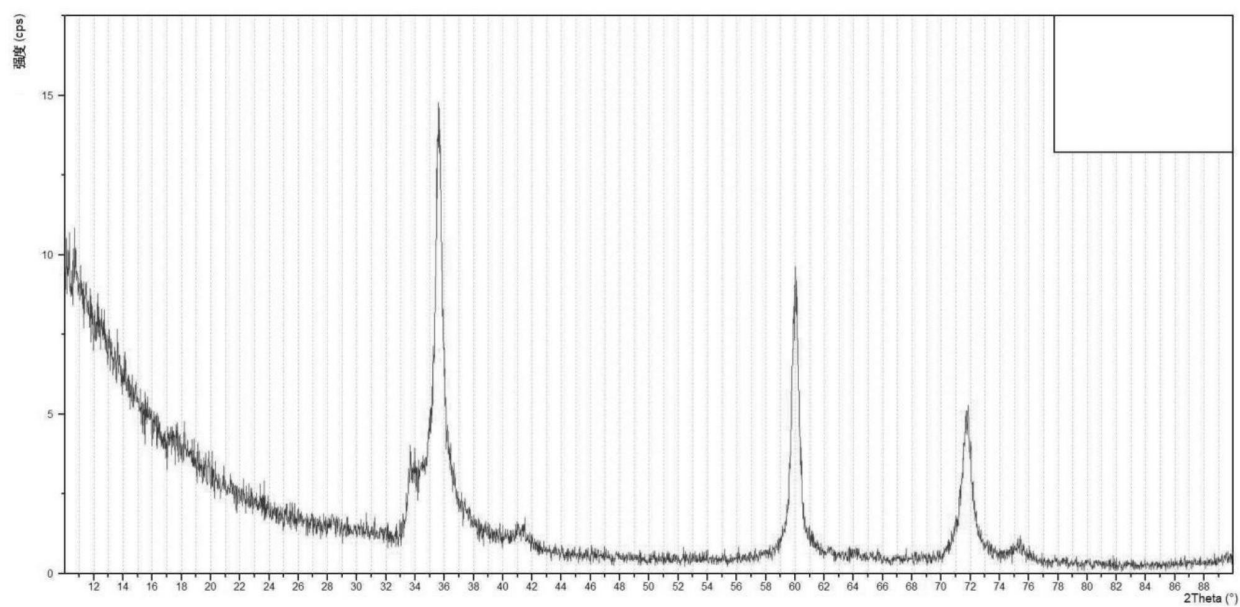


图9

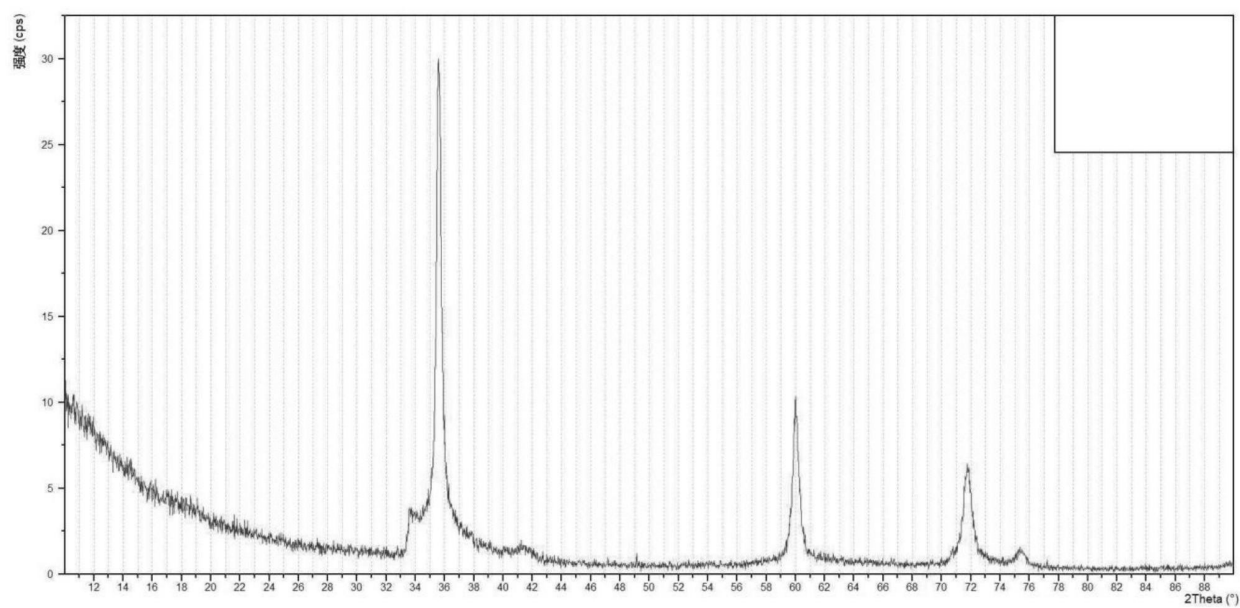


图10

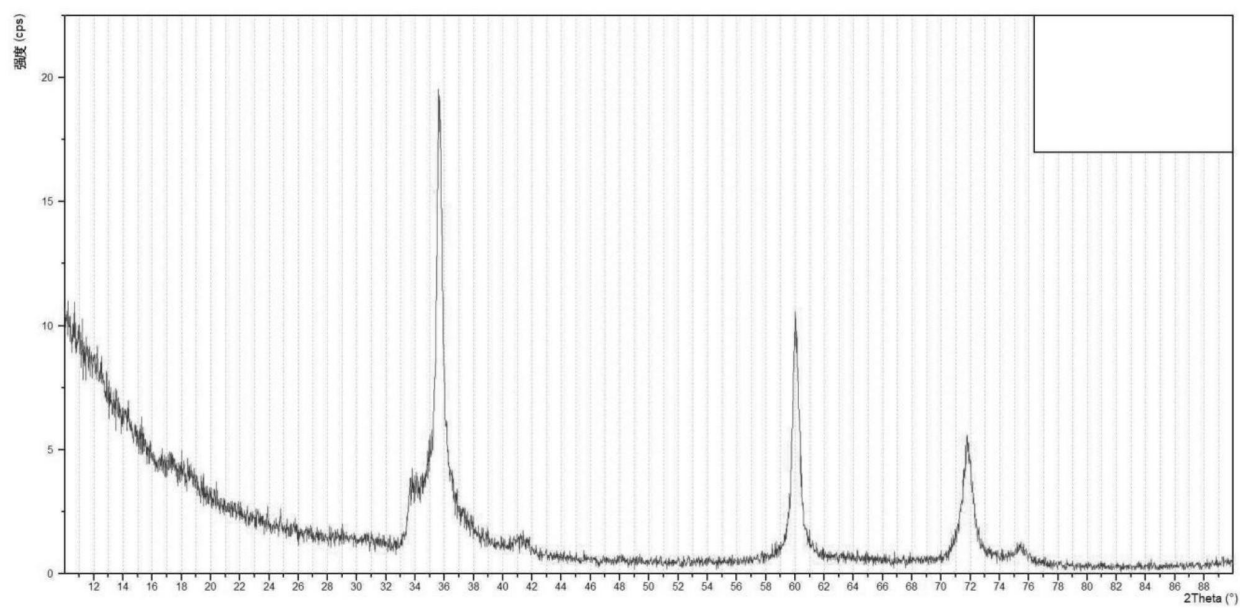


图11

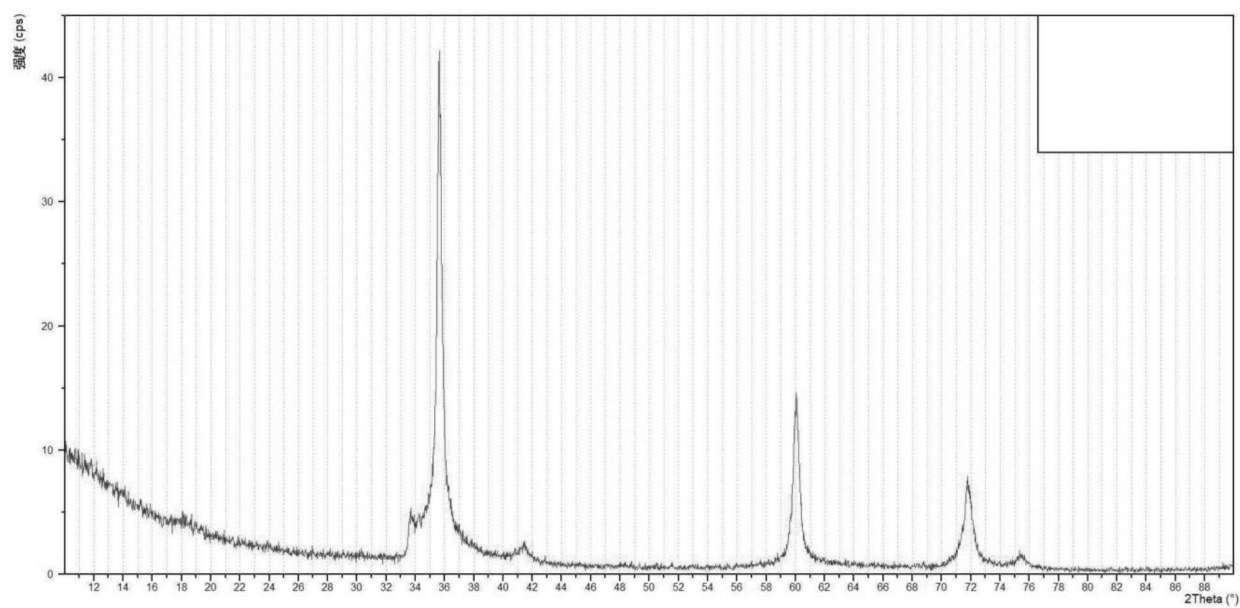


图12

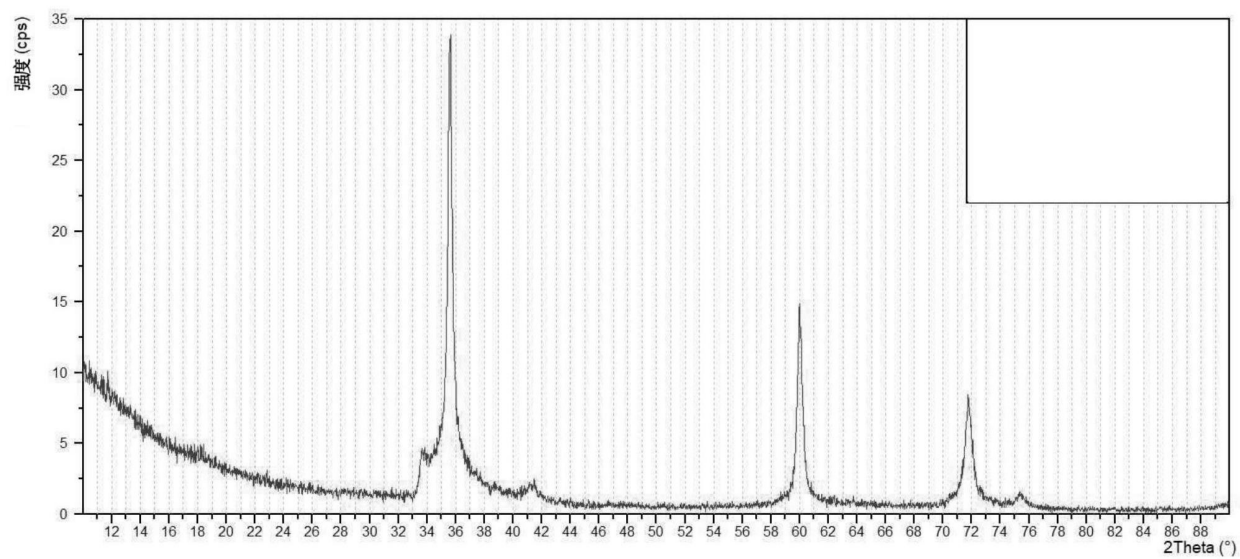


图13

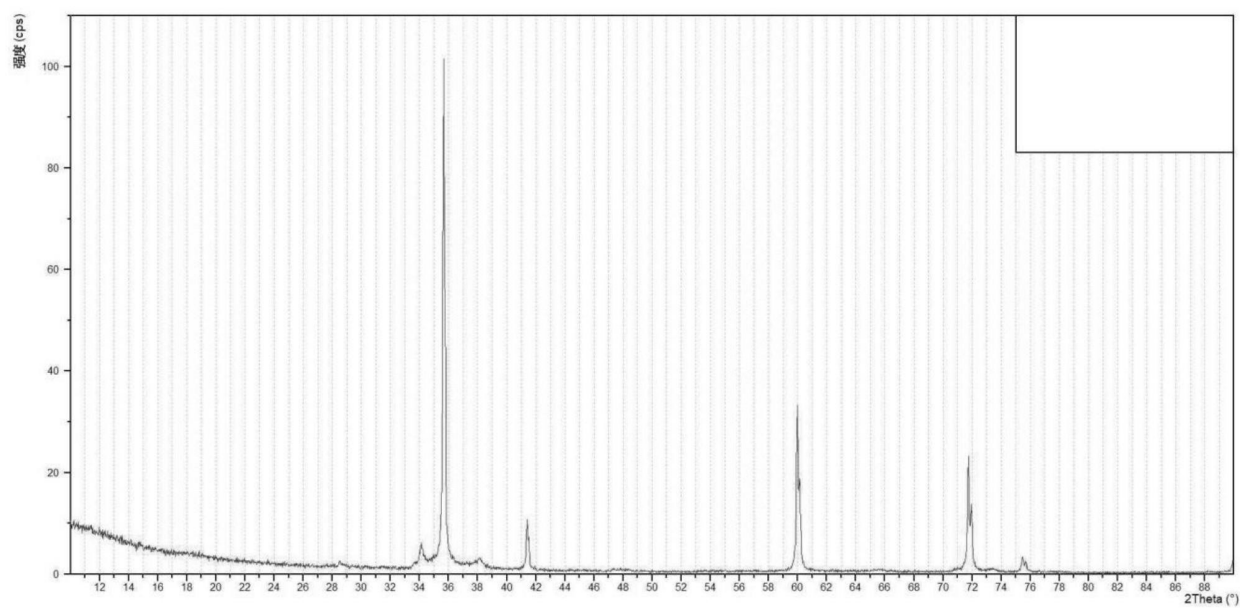


图14

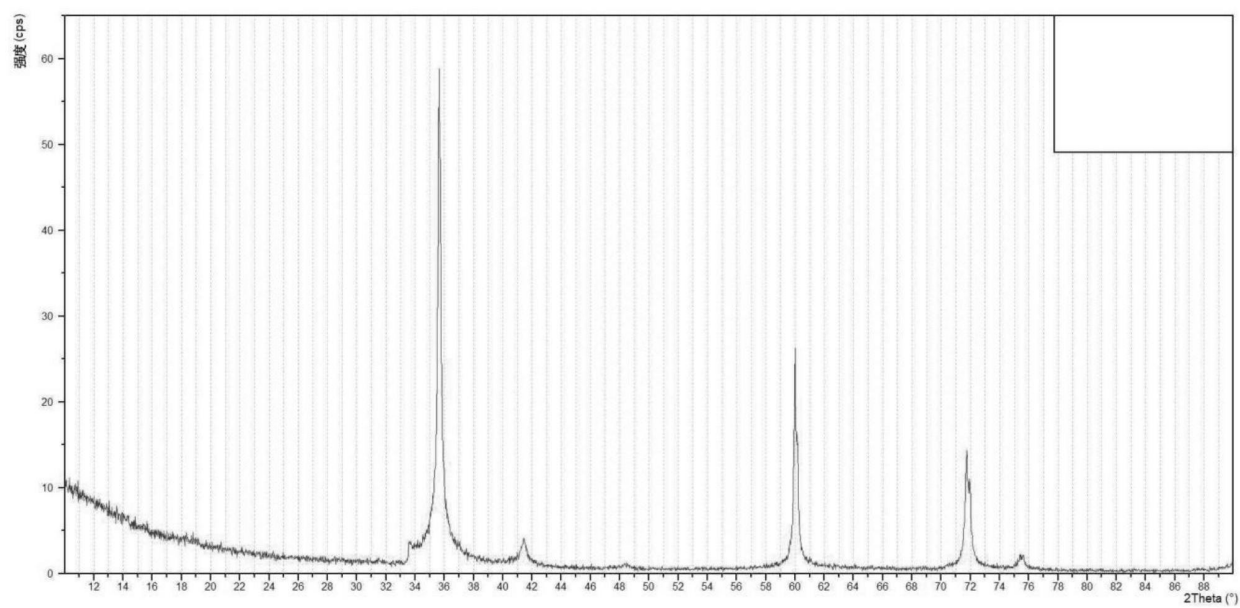


图15

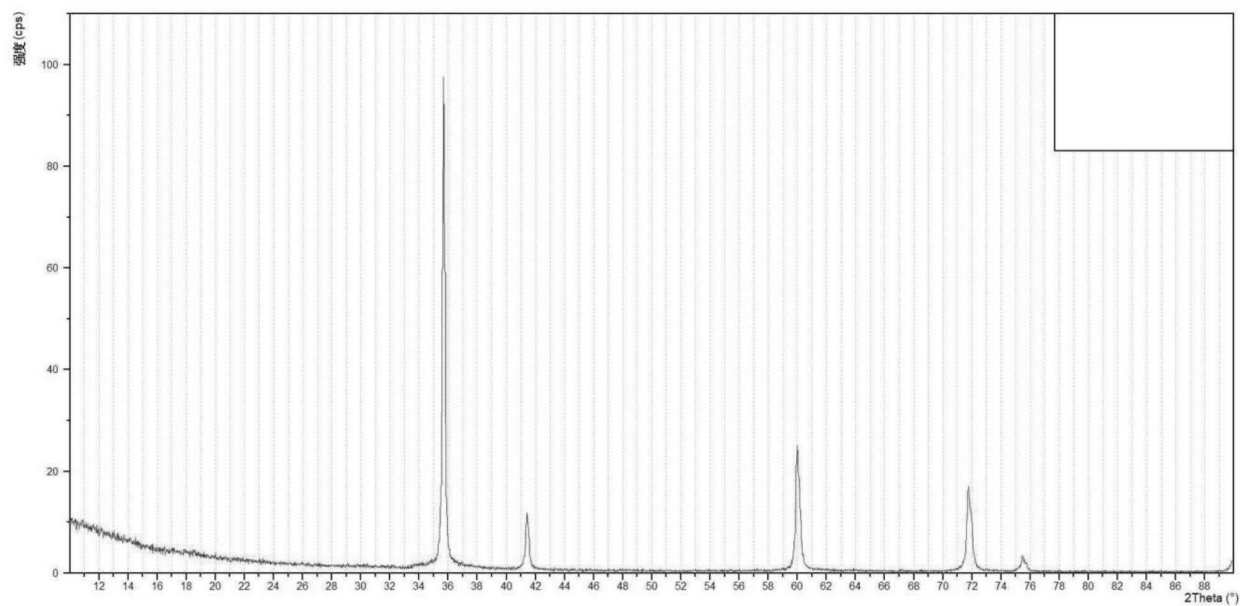


图16

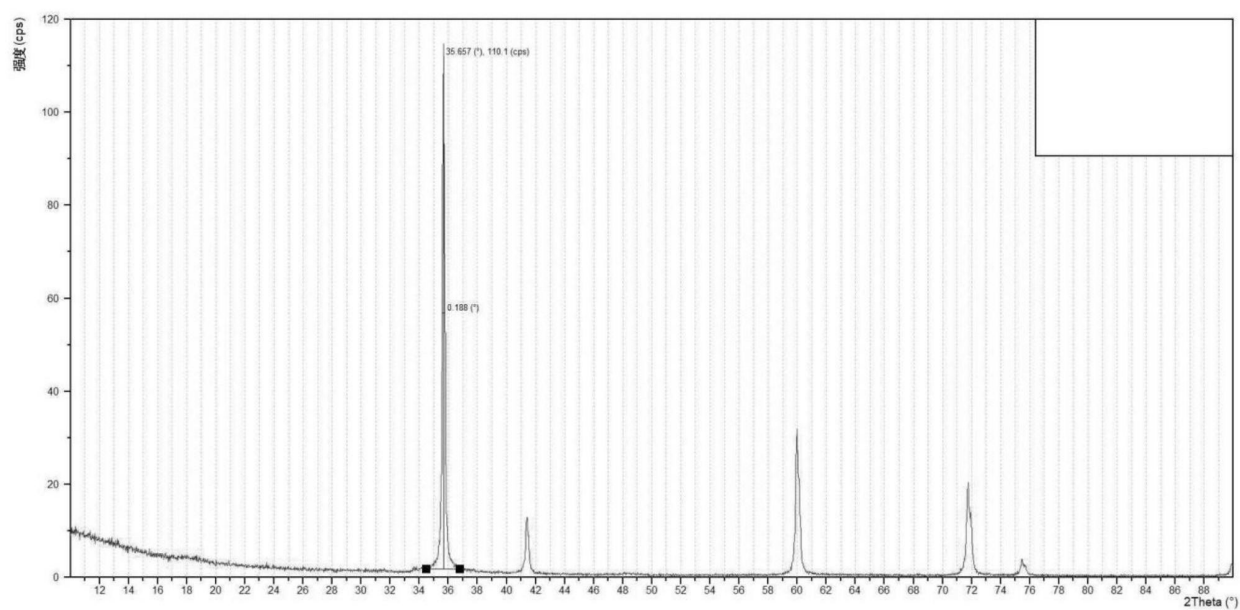


图17

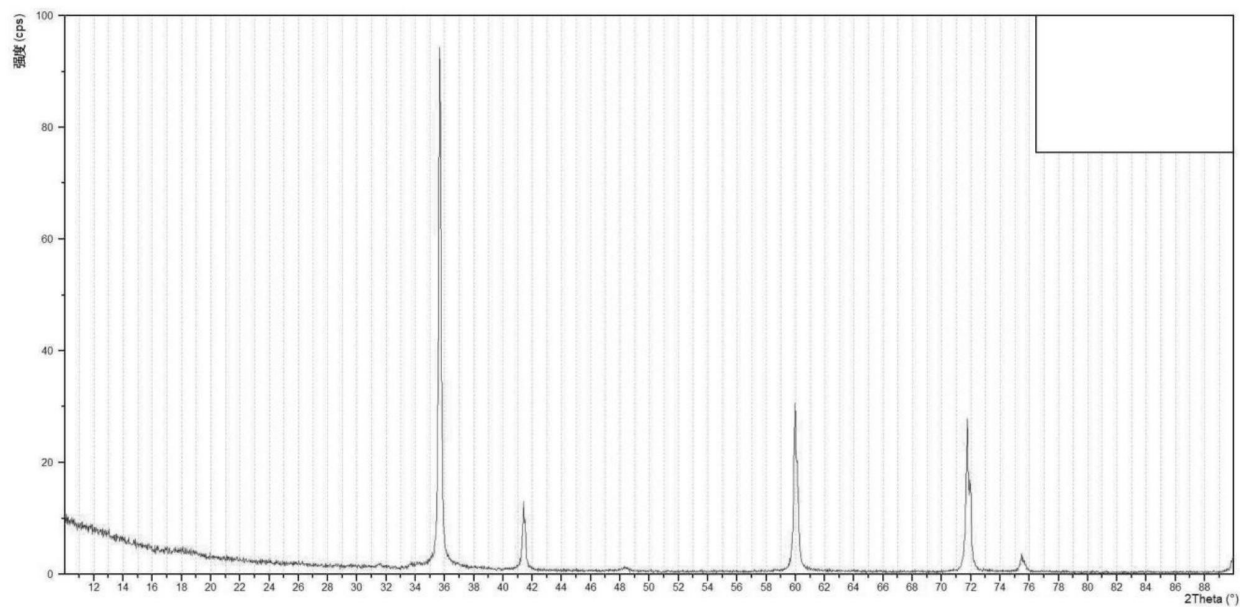


图18

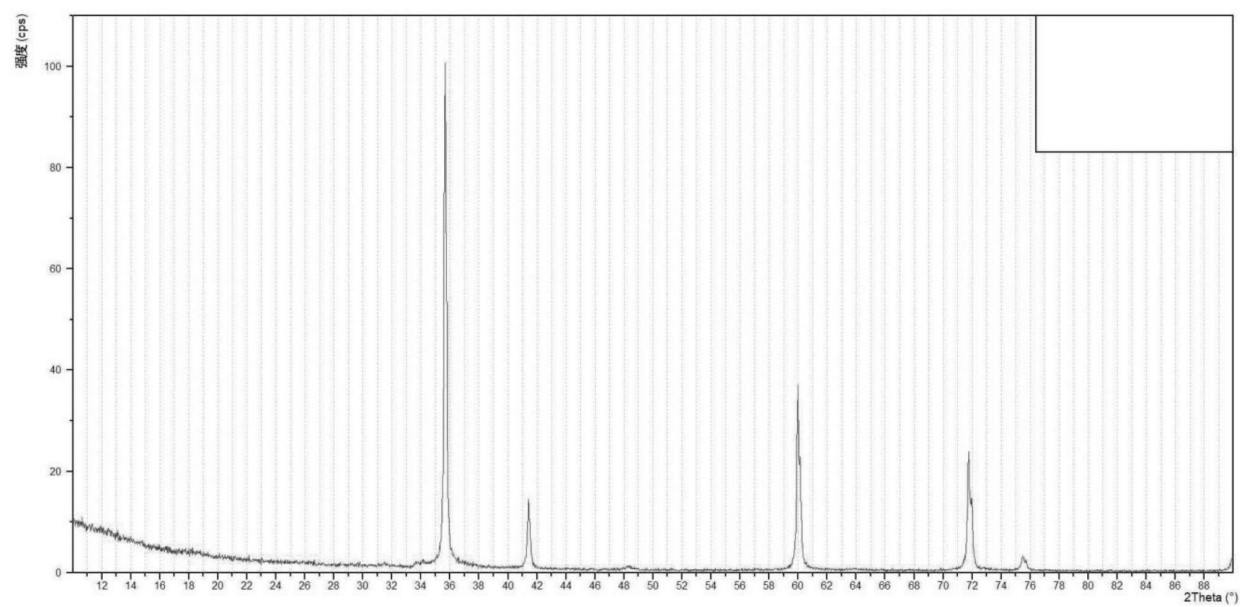


图19