



(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 I443235 B

(45)公告日：中華民國 103 (2014) 年 07 月 01 日

(21)申請案號：100127014

(22)申請日：中華民國 100 (2011) 年 07 月 29 日

(51)Int. Cl. : C30B29/34 (2006.01)

H01L31/0312(2006.01)

H01L21/67 (2006.01)

(30)優先權：2011/03/23 日本

2011-063772

2011/05/16 日本

2011-109837

(71)申請人：豐田自動車股份有限公司 (日本) TOYOTA JIDOSHA KABUSHIKI KAISHA (JP)

日本

新日鐵住金股份有限公司 (日本) NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION (JP)

日本

(72)發明人：大黑寬典 DAIKOKU, HIRONORI (JP)；龜井一人 KAMEI, KAZUHIITO (JP)

(74)代理人：林志剛

(56)參考文獻：

CN 101421442A

JP 2008-105896A

JP 2010-184838A

審查人員：洪敏峰

申請專利範圍項數：14 項 圖式數：15 共 0 頁

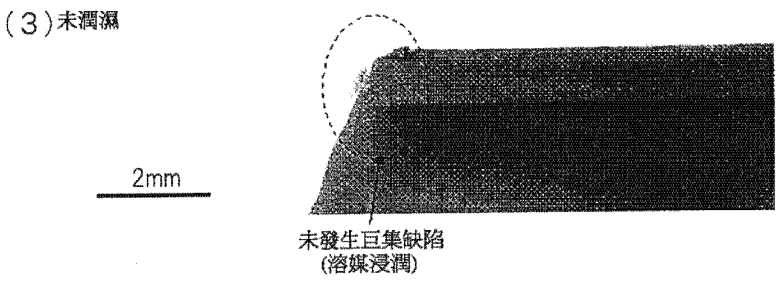
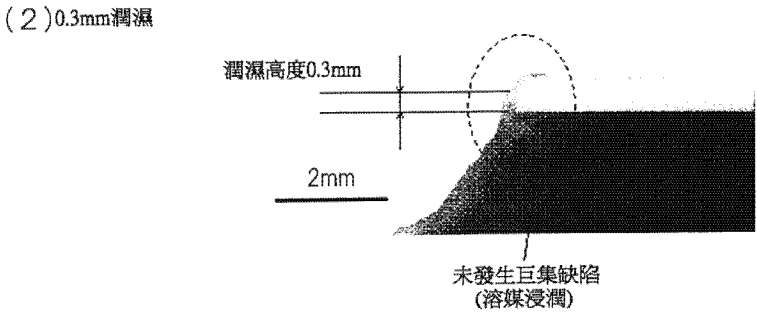
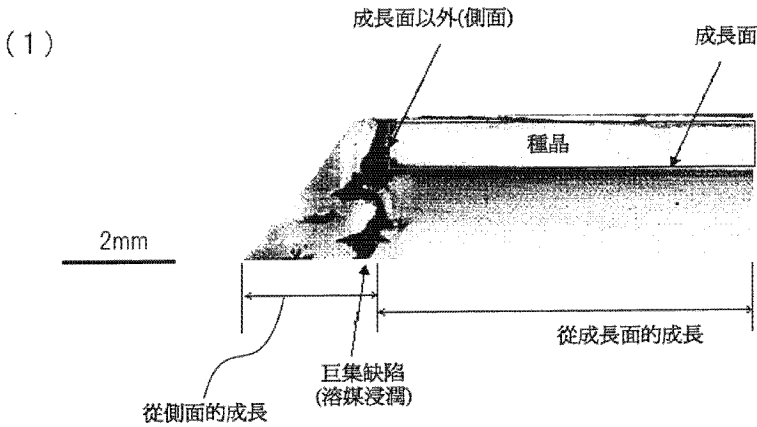
(54)名稱

SiC 單晶之製造方法及製造裝置

(57)摘要

在採用溶液法的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置中，防止從種晶的結晶成長面以外的面、或從支持種晶之石墨棒有多數結晶雜亂成長之多晶化的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置。在石墨坩堝內的 Si 溶液內一面維持著溫度是從內部往溶液面降低的溫度梯度，一面以接觸於該溶液面之 SiC 種晶為起點來使 SiC 單晶成長的方法中，在使 SiC 種晶的結晶成長面接觸至上記溶液面之際，將溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，設定成從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內。SiC 單晶之製造裝置係具備：石墨坩堝，係用來收容原料溶液；和加熱手段，係用來加熱上記坩堝內之原料使其融解而形成上記原料溶液並且維持著 SiC 單晶之成長所必須之溫度梯度；和支持棒，係在下端保持著種晶；和保持機構，係使溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，會落在從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內的方式，而維持上記保持。

圖5



六、發明說明：

【發明所屬之技術領域】

本發明係有關於，採用溶液法的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置。

【先前技術】

採用溶液法的 SiC 單晶之製造方法，係在石墨坩堝內的 Si 溶液內，從內部朝著溶液面維持著溫度從下部往上部降低的溫度梯度。在下方的高溫部，從石墨坩堝溶解至 Si 溶液內的 C 係主要會乘著溶液的對流而上升，到達溶液面附近的低溫部而變成過飽和。將 SiC 種晶保持在支持棒(石墨製)的尖端，將種晶的下面當作結晶成長面而使其接觸溶液，在種晶的結晶成長面上，SiC 單晶會從過飽和的溶液藉由磊晶成長而進行成長。

可是，從種晶的下面(結晶成長面)以外的面(種晶的側面等)，或是從石墨棒，多數結晶會雜亂成長而容易發生多晶化，所發生的多晶會侵入到單晶的領域，對於長形成長或直徑擴大工程造成障礙，存在如此問題。

亦即如圖 1 所示，SiC 多晶會以從被保持在支持棒下端的種晶的側面往外側張開的方式而生成。圖 1(1)中，(A)係為正面、(B)係為下面，圖示了 SiC 多晶是覆蓋著虛線所示的種晶全體而如傘狀般地往外張開的樣子。圖 1(2)係為同樣的例子，(A)係為正面、(B)係為縱剖面，尤其如(B)所示，可知在虛線所示的種晶的結晶成長面(下面)所成

長的單晶(淡灰色)的領域中，從種晶側面成長的 SiC 多晶(黑色部分)會覆蓋上去。

如此，一旦溶液潤濕而跑到種晶的結晶成長面以外之部位(種晶的側面或支持棒)上，則從潤濕部分會發生多數結晶核，造成多晶化(3次元成長)。

甚至，不同於 Si 單晶的溶液成長，在 SiC 單晶的溶液成長的情況下，在從 c 面([0001]面或[000-1]面)以外的結晶面進行成長時，無法獲得高品質的 SiC 單晶，因此從結晶成長面的 c 面以外生成多晶的問題，是也可說是 SiC 單晶的溶液成長所特有的問題。

日本特開平 4-321590 號公報中係揭露了，藉由將種晶的至少與溶液接觸部分設計成略圓筒形，就可使得種晶與溶液之間所形成之新月形的傾斜角在種晶的外緣幾乎沒有參差，以抑制種晶正下方的結晶缺陷之產生的方法。

可是，在專利文獻 1 的方法中，關於從種晶的結晶成長面以外的面、或從石墨棒會有多數結晶雜亂成長而導致多晶化的現象，並無任何對策，無法防止多晶化。

【發明內容】

本發明的目的係為，在採用溶液法的 SiC 單晶之製造方法中，提供一種防止從種晶的結晶成長面以外的面、或從支持種晶之石墨棒有多數結晶雜亂成長之多晶化的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置。

上記目的，若依據本發明，則可藉由一種 SiC 單晶之

製造方法來達成，其係屬於使用坩堝內的 Si-C 溶液，以接觸到該溶液面之 SiC 種晶為起點而使 SiC 單晶成長的方法，其特徵為，

在使作為 SiC 單晶之成長起點的 SiC 種晶的結晶成長面接觸至上記溶液面之際，將溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，設定成從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內。

又，上記目的係亦可藉由一種 SiC 單晶之製造裝置來達成，其係屬於用來進行本發明之 SiC 單晶之製造方法所需的裝置，其特徵為，具備：

石墨坩堝，係用來收容原料溶液；和

加熱手段，係用來加熱上記坩堝內之原料使其融解而形成上記原料溶液並且維持著 SiC 單晶之成長所必須之溫度梯度；和

支持棒，係在下端保持著種晶；和

保持機構，係使溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，會落在從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內的方式，而維持上記保持。

若依據本發明，則在使作為 SiC 單晶之成長起點的 SiC 種晶的結晶成長面接觸至上記溶液面之際，將溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，設定成從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內，因此可防止從種晶的其他部位、或從

支持種晶之石墨棒的結晶成長所造成的多晶化。

【實施方式】

圖 2 係適合進行本發明之方法的採用溶液法的 SiC 單晶之成長裝置的基本構造。

藉由捲繞在石墨坩堝 10 周圍的高頻加熱線圈 12，將坩堝 10 內的原料加熱融解而形成溶液 14，在其上方，使得被支持在石墨製支持棒 16 之下端的 SiC 種晶 18 接觸至溶液 14 的溶液面 S，在 Ar 氣等惰性氛圍氣 20 中，在 SiC 種晶 18 的下面促使 SiC 單晶成長。

石墨坩堝 10 係全體是被隔熱材 22 所覆蓋。溶液面 S 的溫度是用輻射溫度計 24 以非接觸方式測定，並且種晶 18 的裏面溫度是用 W-Re 等之熱電耦 26 以接觸方式測定。

CCD 攝影機 24，係設置在可直視溶液面 S 的溶液面上方的觀察窗，而可直接觀察 SiC 成長中的溶液面 S。

將輻射溫度計與同樣地 CCD 攝影機 24 設置在可直視溶液面 S 的溶液面上方的觀察窗，可測定使種晶 18 接觸溶液 14 前後的溶液面溫度。

熱電耦 26 係將其偵測端固定在種晶 18 所被接著之石墨製支持棒 16 的下端內側(距離種晶 18 接著面 2mm 左右之位置)，可測定剛使種晶 18 接觸至溶液 14 之後的種晶溫度。

一般而言，在石墨坩堝 10 內投入 Si 作為 Si 溶液的原

料，以高頻加熱線圈 12 加熱而形成 Si 溶液。從石墨坩堝 10 的內壁會有 C 融解於該 Si 溶液中而形成 Si-C 溶液 14。如此，SiC 的 C 源基本上是石墨坩堝 10，但亦可輔助性地投入石墨塊。又，坩堝 10 係亦可為 SiC 製，此情況下，必須投入石墨塊來作為 C 源。

隨著情況不同，為了提高成長速度，最初在石墨坩堝 10 內除了投入 Si 以外還可投入例如 Cr、Ni 等，形成 Si-Cr 溶液、Si-Cr-Ni 溶液等。

以上構成係先前以來就採用的，但於本發明中，則是還具備有控制裝置 30，係用來使溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，會落在從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內的方式，而加以維持進行成長，這點係為特徵。於最佳形態中，係僅使種晶的成長面接觸至溶液而將潤濕高度設成 0。控制裝置 30，係與未圖示的溶液面高度偵測器及種晶支持棒驅動裝置電氣性及 / 或機械性地連動，以將從溶液面起算之種晶的結晶成長面的高度，時時刻刻控制在適切值。

本發明之方法，係使用具備圖 2 之基本構成的裝置，在石墨坩堝內的 Si 溶液內維持著溫度是從內部往溶液面降低的溫度梯度，同時以接觸至該溶液面的 SiC 種晶為起點而促使 SiC 單晶成長的方法中，

其特徵為，僅使作為 SiC 單晶之成長起點的 SiC 種晶的結晶成長面，接觸至上記溶液面。

與先前技術對比來說明本發明的特徵。

圖 3(1)中係模式性圖示了先前技術的溶液法中的種晶與溶液面之關係。

(A)首先，在支持棒 16 的下端保持著種晶 18，使結晶成長面 G 接觸至溶液 14 的溶液面 S。此時，如圖所示，是呈現結晶成長面 G 與溶液面 S 一致，或結晶成長面 G 是在溶液面 S 的若干下方而稍微浸漬在溶液 14 中的狀態。

(B)若在該狀態下加以保持，則溶液 14 係會潤濕種晶 18 的側面，如圖示般地形成新月形 40。

(C)種晶 18 係下面是優先成長方位[0001]或[000-1]的結晶成長面，側面並非 SiC 單晶的優先成長方位，因此從接觸至側面而形成新月形 40 的部分，會成為雜亂方位的多數單晶所成的多晶 42。亦即，會發生如圖 1 所示的多晶化。

於是在本發明中，係控制如圖 3(1)的(B)所示的往種晶側面的潤濕高度，以防止多晶化。在最佳形態中，潤濕高度是設成 0。

亦即，在最佳形態中係如圖 3(2)所示，(A)所示之接觸之際，必定使結晶成長面 G 與溶液面 S 一致，嚴格防止結晶成長面 G 位於溶液面 S 下方而使得對溶液 14 的浸漬不會發生。且，理想為，(A)的接觸發生後立刻(例如 2 分鐘以內)就做若干提拉(提拉高度 h：圖 4)，如(B)所示在促使結晶成長面 G 與溶液之間形成新月形 50，維持該狀態

而進行 SiC 單晶的成長。更理想為，新月形 50 與種晶 18 的側面所成的接觸角 α (圖 4)係為 200 度以下。藉此，可有利地防止多晶化。

在一般的形態中，是以使得溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，會落在從種晶的結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從種晶的側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內的方式，加以維持而進行成長。在許多情況下，從結晶成長面所成長之結晶與從側面所成長的結晶之間，會伴隨著巨集缺陷而沒有一體化。這是先前以來的認知，但如上記的最佳形態所說明，若僅使結晶成長面接觸至溶液面，則可嚴密防止溶液往側面之潤濕。

相對於此，本發明所新發現的現象是，即使潤濕高度不一定是 0，仍可觀察到沒有巨集缺陷，從側面成長之結晶(側面結晶)與從結晶成長面成長之結晶(主結晶)會有一體化的情形。圖 5 係圖示一例。

圖 5(1)係潤濕高度到達種晶的高度也就是 1mm 時，側面結晶與主結晶之間發生巨集缺陷，導致發生浸潤(inclusion)，側面結晶與主結晶係成長成個別的結晶。這不但會引發多晶化，還會阻礙 SiC 單晶的擴大成長。擴大成長，是在具有實用性直胴部之形狀的 SiC 單晶之成長上為必須。

圖 5(2)係在種晶的側面發生了高度 0.3mm 的潤濕，但側面結晶與主結晶係沒有巨集缺陷而成長成為一體的單晶。

圖 5(3)係最佳形態的潤濕高度為 0mm 時，亦即僅結晶成長面接觸至溶液面的情形，沒有發生巨集缺陷。

如此可知，溶液往種晶側面的潤濕高度，是存在有能夠容許的範圍。因此，進行預備實驗，求出巨集缺陷發生有無與潤濕高度的關係，依照該關係來調整提拉高度等，就可在潤濕高度的容許範圍內進行成長。如此在成長的參數中存在有容許幅度，這從工業上的 SiC 單晶成長的觀點來看是非常有意義的。

於本發明中，理想為，種晶 18 的結晶成長面 G 與側面所成之角度 β (圖 4)係為 90 度以下。藉此，可有利地防止多晶化。

理想為，將種晶 18 提拉而形成了新月形 50 後，使種晶 18 對溶液面 S 開始旋轉。藉由旋轉，可使溶液的溫度及組成更為均勻。

當溶液面 S 是正在振動時，亦可利用該振動而進行溶液面 S 與種晶 18 的結晶成長面 G 之接觸。此情況下，也可在剛接觸後立刻提拉種晶 18 而形成新月形 50。

甚至，保持種晶 18 的支持棒 16 的下端之形狀，係避免容易造成溶液 14 潤濕的形狀，較為理想。

作為不良的典型例子，如圖 6(A)所示，若支持棒 16 的先端面的種晶裝著部分是凹陷，則先端面的其他部分(凸部分)會靠近溶液面 S，如圖 6(B)所示當使種晶 18 的結晶成長面 G 接觸至溶液面 S 時，該凸部分也會接觸到溶液面 S，結果在圖示的例子中會導致種晶的溶液 14 會接觸

到支持棒 16 的先端部與種晶 18 的側面。

支持棒 16 的先端面理想係為平坦，更理想則是種晶 18 的外形與先端面的外形一致。藉此，對結晶成長會有直接影響，可使從種晶往支持棒的熱傳導均勻化。

[實施例]

[實施例 1]

使用具有圖 2 所示基本構成的單晶成長裝置。

在坩堝 10 內投入固體的 Si、Cr、Ni，以加熱線圈 12 融解之，形成 Si-20Cr-5Ni 溶液。此處，Cr、Ni 係為了提高 C 的溶解度而用的添加元素，不會混入進行成長的 SiC 單晶中。

SiC 種晶 18 係將 [0001] 面當作結晶成長面，結晶成長面與側面所夾的角度 β ，最理想係為 90° 。

在投入的固體全部融解而形成上記的溶液後，將溶液溫度保持在 1900°C 的狀態下，僅使種晶的結晶成長面接觸至溶液面。

接觸後，進行 2 小時的結晶成長。此時，將從溶液面 S 起算的種晶 18 之結晶成長面 G 之高度 h，改變成 (a)0mm、(b)1.5mm、(c)2.5mm 而進行結晶成長。所得到之結晶的成長狀況，示於圖 7。

(a) 提拉高度 $h=0\text{mm}$ 的情況下，不但結晶成長面 G 就連支持棒 16 也被溶液 14 潤濕的結果，從支持棒 16 發生了多晶 42，甚至完全覆蓋了種晶 18。

(b) 提拉高度 $h=1.5\text{mm}$ 的情況下，雖然沒有從支持棒 16 發生多晶，但從種晶 18 的結晶成長面 G 以外之部位會發生多晶。

(c) 提拉高度 $h=2.5\text{mm}$ 的情況下，僅從種晶 18 的結晶成長面 G 發生結晶成長，成功防止了從支持棒 16 或種晶 18 側面成長的多晶化。

隨著提拉高度 h ，種晶 18 的側面與新月形 50 所成之接觸角 α 係會變化。除了上記例子，將提拉高度 h 在 $0\sim 3.5\text{mm}$ 之範圍內做變化時的接觸角 α 與多晶化有無之關係，示於表 1。

表 1 ($\beta = 90^\circ$)

	提拉高度 $h(\text{mm})$						
	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5
接觸角 $\alpha(^{\circ})$	-	-	-	197°	194°	175.6°	130.4°
來自側面的多晶	發生 (NG)	發生 (NG)	發生 (NG)	無	無	無	無
擴大角度 $(^{\circ})$	-	-	-	18.7	15.1	-4.4	-21.5

如表 1 所示，提拉高度 h 為 2.0mm 以上且接觸角 α 為 200 度以下時，未發生多晶。與多晶化有關的參數當中，相較於提拉高度 h ，接觸角 α 反而被認為是具有比較本質上的關係。

表 1 中也一併記載了，表示成長之結晶直徑擴大的擴大角度 γ 。如圖 8 所示，擴大角度 γ 係為種晶 18 的提拉軸(鉛直方向)與結晶成長中之新月形 50 的角度。若擴大角

度 γ 為正值則結晶會隨著成長而直徑擴大，反之若為負值則結晶係隨著成長而直徑縮小。將表 1 所示的擴大角度 γ 與提拉高度 h 之關係，作圖如圖 9。

如表 1 及圖 9 所示，隨著提拉高度 h 的增加，擴大角度 γ 係減少。當提拉高度 h 是 3.0mm 弱時，擴大角度 $\gamma = 0^\circ$ ，達成結晶直徑維持一定的成長。

如此，藉由提拉高度 h 的設定，可選擇性控制結晶成長時的直徑擴大、直徑縮小、直徑維持一定。

[實施例 2]

和實施例 1 同樣地進行 SiC 單晶的成長。只不過，種晶 18 的結晶成長面 G 與側面的角度 β 係為 60 度。又，提拉高度係為 1.0mm。接觸角 $\alpha = 180$ 度，係為 200 度以下。

在圖 10 中係圖示所得到的 SiC 單晶。沒有從結晶成長面 G 以外之部位發生結晶成長，防止了多晶化。

[實施例 3]

和實施例 2 同樣地進行 SiC 單晶的成長。只不過，種晶 18 的結晶成長面 G 與側面的角度 β 係做各種變化。所得到之結果，示於表 2。

表 2

	種晶的成長面與側面之角度 β				
	30°	60°	90°	120°	150°
來自側面的多晶	無	無	無	發生(NG)	發生(NG)

如表 2 所示，種晶的結晶成長面 G 與側面之角度 β 是 90 度以下時，可防止多晶化。

[實施例 4]

和實施例 1 同樣地進行 SiC 單晶的成長。只不過，種晶 18 的結晶成長面 G 與側面的角度 β 係為 30 度。在種晶的結晶成長面 G 與溶液面 S 接觸後，立刻形成新月形，將提拉高度 h 在 0.5~1.5mm 的範圍中做改變，進行 2 小時的結晶成長。其他條件則和實施例 1 相同。

表 3 ($\beta = 30^\circ$)

	提拉高度 $h(\text{mm})$						
	0.5	1	1.5	2	2.5	3	3.5
接觸角 $\alpha(^{\circ})$	181	152.5	138.7	-	-	-	-
來自側面的多晶	無	無	無	-	-	-	-
擴大角度($^{\circ}$)	61	32.5	23.2	-	-	-	-

藉此，如圖 8 及圖 11 所示，可獲得對種晶 18 直徑擴大的 SiC 單晶。沒有從結晶成長面 G 以外之結晶成長，可確認成功抑制了從側面的多晶化。此時的接觸角係為 $\alpha = 180^\circ$ ，滿足了 200° 以下之條件。

所得到之結果總結示於表 3 及圖 12。其中，在圖 12 中，黑菱形圖點係為前記實施例 1 ($\beta = 90^\circ$) 的結果。可知藉由提拉高度的調整，可控制擴大角度。

[實施例 5]

和實施例 1 同樣地進行 SiC 單晶的成長。只不過，使用 Si-23%Ti 溶液，種晶 18 的結晶成長面 G 與側面的角度 β 係為 30 度。在種晶的結晶成長面 G 與溶液面 S 接觸後，立刻形成新月形，將提拉高度 h 在 2~5mm 的範圍中做改變，進行 2 小時的結晶成長。其他條件則和實施例 1 相同。

藉此，可獲得對種晶擴大直徑的 SiC 單晶。沒有從結晶成長面 G 以外之結晶成長，可確認成功抑制了從側面的多晶化。此時的接觸角係為 $\alpha = 180^\circ$ ，滿足了 200° 以下之條件。

所得到之結果總結示於表 4 及圖 13。圖 13 中為了比較而也一併圖示了圖 11 所示之 Si-Cr-Ni 溶液的結果。但是，縱軸/橫軸係對調。

表 4

	溶液	提拉高度(h)mm												
		2.0	2.0	3.5	3.5	4.0	5.0	0.5	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5
擴大角度 (°)	Si-Cr-Ni							61	32.5	23.2	18.7	15.1	-4.4	-21.5
	Si-Ti	35.1	46.8	10.4	17.4	14.1	2.1							

由表 4 及圖 13 的結果也可知，藉由提拉高度的調整，可控制擴大角度。同時可知，隨著溶液的組成，擴大角與提拉高度的關係曲線會有位移。位移的原因之一，推測是溶液的黏性。此情況中，Si-Ti 溶液的黏性是高於 Si-Cr-Ni 溶液。

[實施例 6]

和實施例 1 同樣地進行 SiC 單晶的成長。種晶 18 的結晶成長面 G 與側面的角度 β 係同樣為 90 度。在種晶的結晶成長面 G 與溶液面 S 接觸後，立刻形成新月形，將提拉高度 h 設成 3.5mm(一定)，將種晶 18 的側面與溶液面 S 之接觸角設成 $\alpha = 158.5^\circ$ 。在成長中逐漸增加接觸角 α ，在成長結束時係為 195° 。其他條件則和實施例 1 相同。

在圖 14 中係圖示所得到的 SiC 單晶。沒有從結晶成長面 G 以外之結晶成長，可確認成功抑制了從側面的多晶化。又，所成長之結晶直徑，若隨時間來看，則可確認先是縮小，然後維持一定，最後是擴大。

[實施例 7]

以上的實施例係藉由本發明的最佳形態而僅使種晶的結晶成長面接觸至溶液，亦即潤濕高度 0 而進行 SiC 單晶的成長。在本實施例中，藉由本發明的一般形態，求出潤濕高度的容許範圍。

亦即，和實施例 1 同樣地進行 SiC 單晶的成長。只不

過，種晶 18 的結晶成長面 G 與側面的角度 β 係為 90 度。又，藉由提拉高度的調整 (1.0mm ~ 3.0mm)，使潤濕高度做各種變化 (0mm ~ 0.9mm)。接觸角 $\alpha = 180$ 度，係為 200 度以下。

在圖 15(1) ~ (4) 中係圖示所得到的 SiC 單晶。將結果整理示於表 5。

表 5

	往種晶側面的潤濕(mm)			
	(1)0	(2)0.3	(3)0.68	(4)0.9
巨集缺陷之發生	無	無	有	有

(1)潤濕高度 0mm(提拉高度 3.0mm)的情況下，亦即僅使種晶的結晶成長面接觸至溶液面的情況(本發明的最佳形態)，係沒有從結晶成長面以外之部位的結晶成長，防止巨集缺陷或多晶化而成長出良好的 SiC 單晶。

(2)潤濕高度 0.3mm(提拉高度 2.0mm)的情況下，從種晶的結晶成長面所成長的結晶(主結晶)與從種晶的側面所成長之結晶(側面結晶)是成為一體之單晶而成長，和(1)同樣地，防止巨集缺陷或多晶化而成長出良好的 SiC 單晶。

(3)潤濕高度 0.68mm(提拉高度 1.5mm)的情況下，主結晶與側面結晶之間有發生巨集缺陷，無法成長出良好的 SiC 單晶。

(4)潤濕高度 0.9mm(提拉高度 1.0mm)的情況下，和(3)同樣地，主結晶與側面結晶之間有發生巨集缺陷，無法成

長出良好的 SiC 單晶。

本實施例的情況下，潤濕高度的容許上限係為 0.3mm 以上 0.68mm 以下之範圍的值。若更細緻地設定潤濕高度來進行實驗，則可求出更詳細的上限值。

亦即，可以用預備實驗來求出潤濕高度的上限值，以不超過其的方式來設定提拉高度等製造參數，進行 SiC 單晶的成長。

如此，藉由種晶 18 的提拉軸與新月形 50 所夾的角度 γ ，就可控制所進行成長之結晶的直徑的擴大率或縮小率。

又，藉由種晶 18 的提拉高度 h ，可控制提拉軸與新月形 50 所夾的角度 γ 。

甚至，可事先作成表示提拉高度 h 與提拉軸與新月形 50 之角度 γ 之關係的地圖，藉由使用該地圖來調節提拉高度 h ，就可調節提拉軸與新月形 50 之角度。

[產業上利用之可能性]

若依據本發明，則在採用溶液法的 SiC 單晶之製造方法中，可提供一種防止從種晶的結晶成長面以外的面、或從支持種晶之石墨棒有多數結晶雜亂成長之多晶化的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置。

甚至，藉由種晶的側面與溶液面之角度 α 、種晶的結晶成長面 G 與側面之角度 β 、種晶的提拉軸與結晶成長中之新月形的角度(擴大角度) γ 、提拉高度 h 這些參數的調整

，就可一面防止多晶化，一面選擇控制成長結晶之直徑的擴大、縮小、與維持一定。

【圖式簡單說明】

圖 1 係先前技術中的多晶發生狀況的照片。

圖 2 係藉由本發明之方法來製造 SiC 單晶所需之裝置的基本構成的模式圖。

圖 3 係比較先前技術(1)與本發明之最佳形態(2)的種晶與溶液面之關係的模式圖。

圖 4 係本發明的種晶與溶液面之關係的放大詳細模式圖。

圖 5 係往種晶側面的潤濕高度為(1)1mm、(2)0.3mm、(3)0mm 的情況下，所成長的 SiC 單晶有無巨集缺陷的照片。

圖 6 係容易發生溶液潤濕的支持棒的下端形狀之典型的模式圖。

圖 7 係改變提拉高度而進行結晶成長時的成長狀況的照片。

圖 8 係 SiC 成長中的各部位間之關係的模式圖。

圖 9 係提拉高度與擴大角度之關係的圖形。

圖 10 係以本發明之方法而進行成長的 SiC 單晶的照片。

圖 11 係以本發明之方法而進行成長的 SiC 單晶的照片。

圖 12 係提拉高度與擴大角度之關係的圖形。

圖 13 係在使用不同組成之溶液的情況下，提拉高度與擴大角度之關係的圖形。

圖 14 係以本發明之方法而進行成長的 SiC 單晶的照片。

圖 15 係改變潤濕高度而進行成長的 SiC 單晶的照片。

【主要元件符號說明】

10：石墨坩堝

12：高頻加熱線圈

14：溶液

16：支持棒

18：種晶

20：惰性氮圍氣

22：隔熱材

24：輻射溫度計

26：熱電耦

30：控制裝置

40：新月形(由種晶的側面與溶液所形成)

42：多晶

50：新月形(由種晶的結晶成長面與溶液所形成)

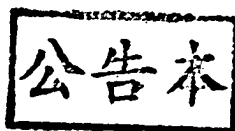
G：種晶的結晶成長面

S：溶液面

h : 提 拉 高 度

α : 溶 液 的 接 觸 角

β : 種 晶 的 結 晶 成 長 面 與 側 面 之 角 度



782456

發明專利說明書

(本申請書格式、順序，請勿任意更動，※記號部分請勿填寫)

※申請案號：100127014

※申請日：100 年 07 月 29 日

※IPC 分類：

C30B 29/34 (2006.01)

H01L 31/0312 (2006.01)

H01L 21/67 (2006.01)

一、發明名稱：(中文／英文)

SiC 單晶之製造方法及製造裝置

二、中文發明摘要：

在採用溶液法的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置中，防止從種晶的結晶成長面以外的面、或從支持種晶之石墨棒有多數結晶雜亂成長之多晶化的 SiC 單晶之製造方法及製造裝置。在石墨坩堝內的 Si 溶液內一面維持著溫度是從內部往溶液面降低的溫度梯度，一面以接觸於該溶液面之 SiC 種晶為起點來使 SiC 單晶成長的方法中，在使 SiC 種晶的結晶成長面接觸至上記溶液面之際，將溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，設定成從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內。SiC 單晶之製造裝置係具備：石墨坩堝，係用來收容原料溶液；和加熱手段，係用來加熱上記坩堝內之原料使其融解而形成上記原料溶液並且維持著 SiC 單晶之成長所必須之溫度梯度；和支持棒，係在下端保持著種晶；和保持機構，係使溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，會落在從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內的方式，而維持上記保持。

17.0051

1. 1946:

100

圖 1

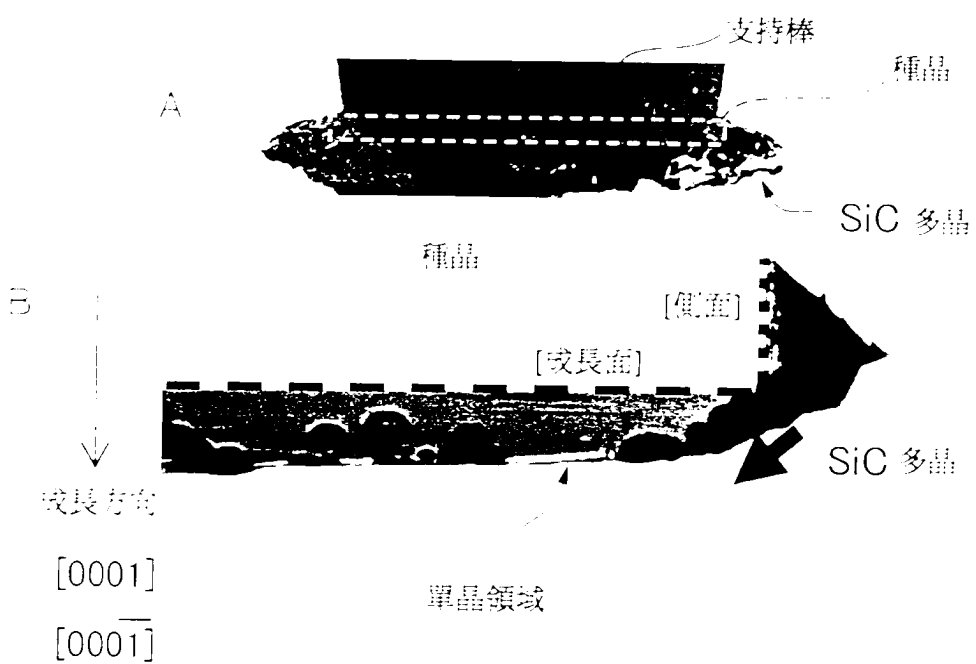
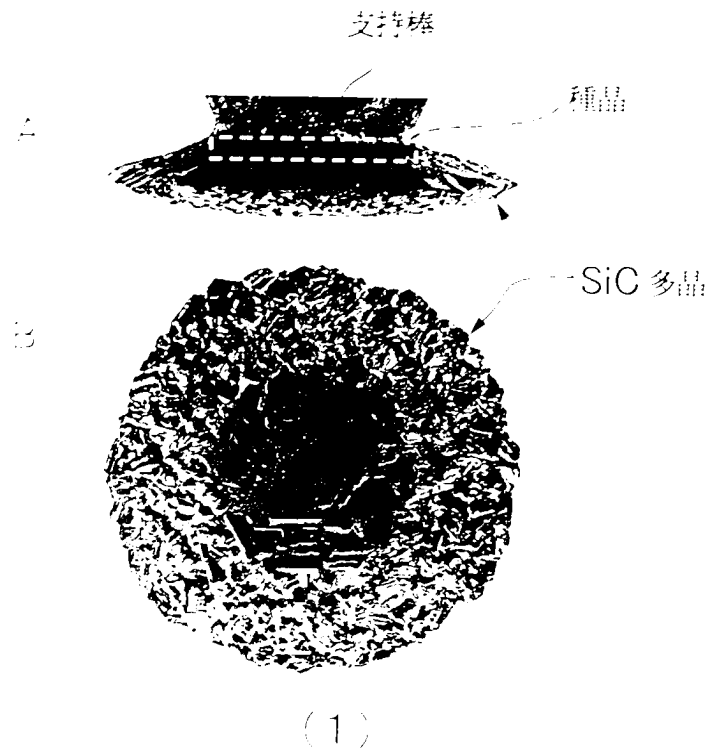


圖2

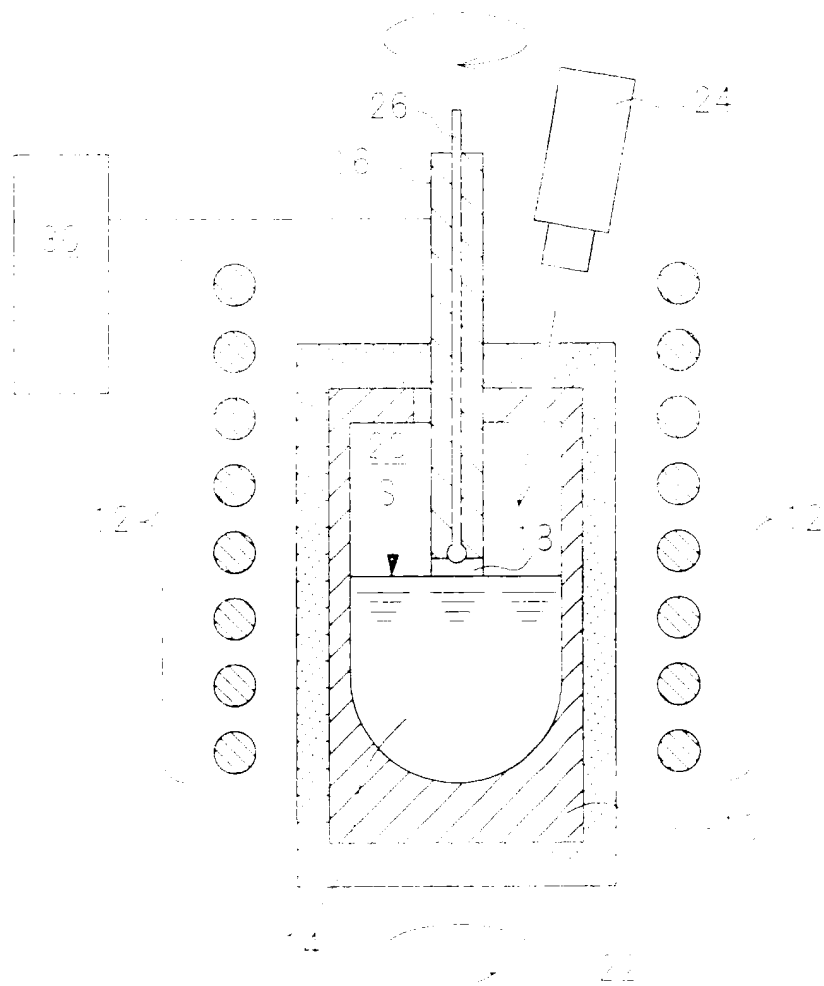


圖 3

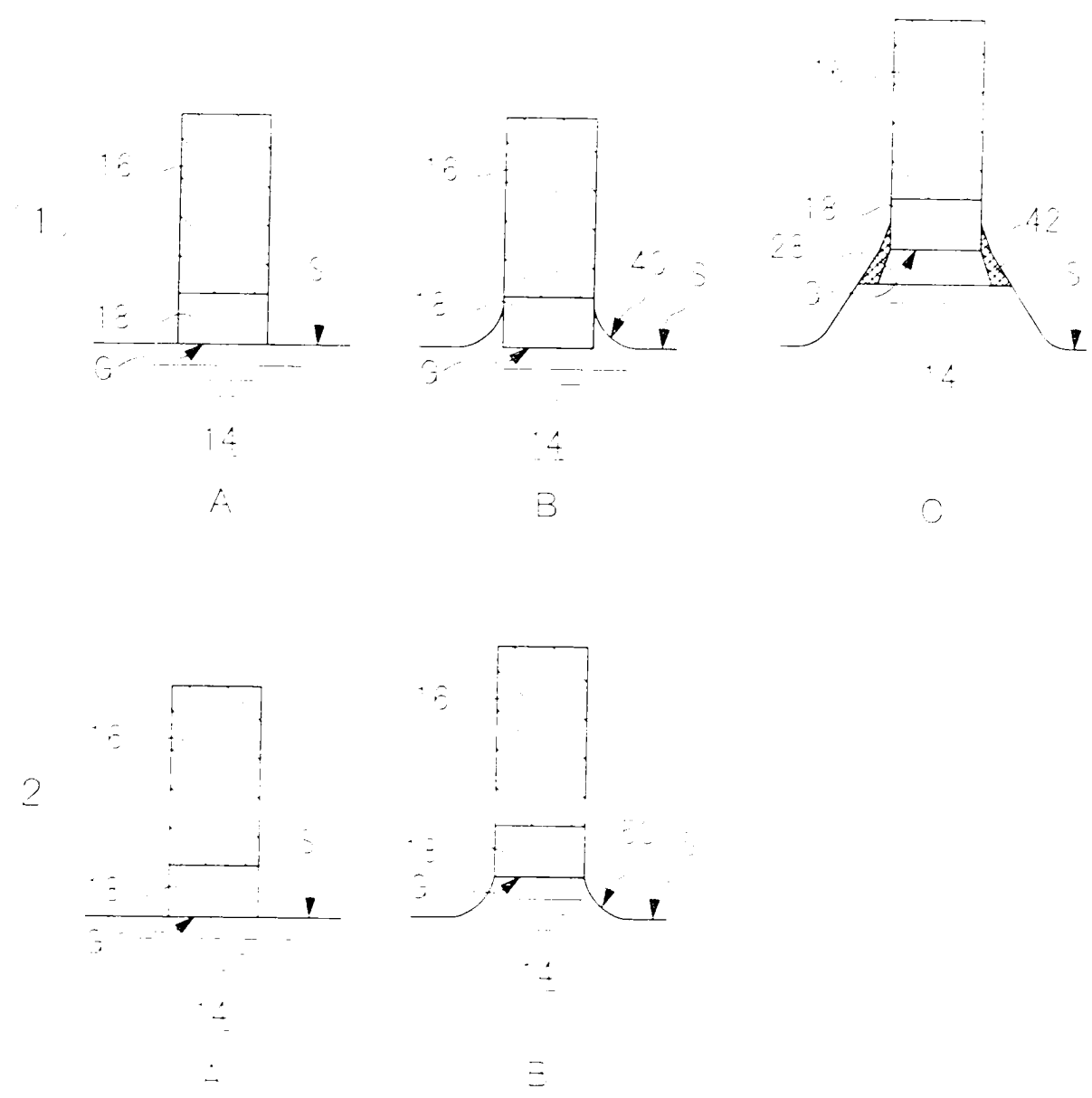


圖 4

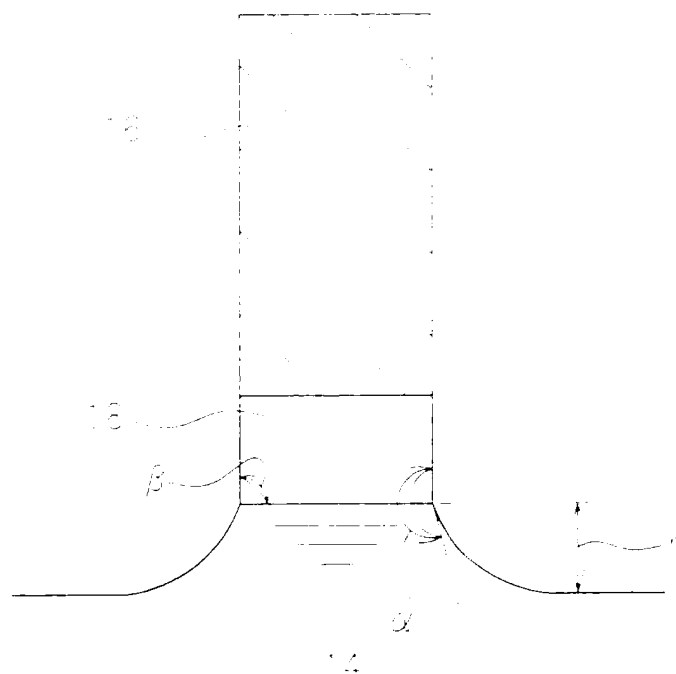
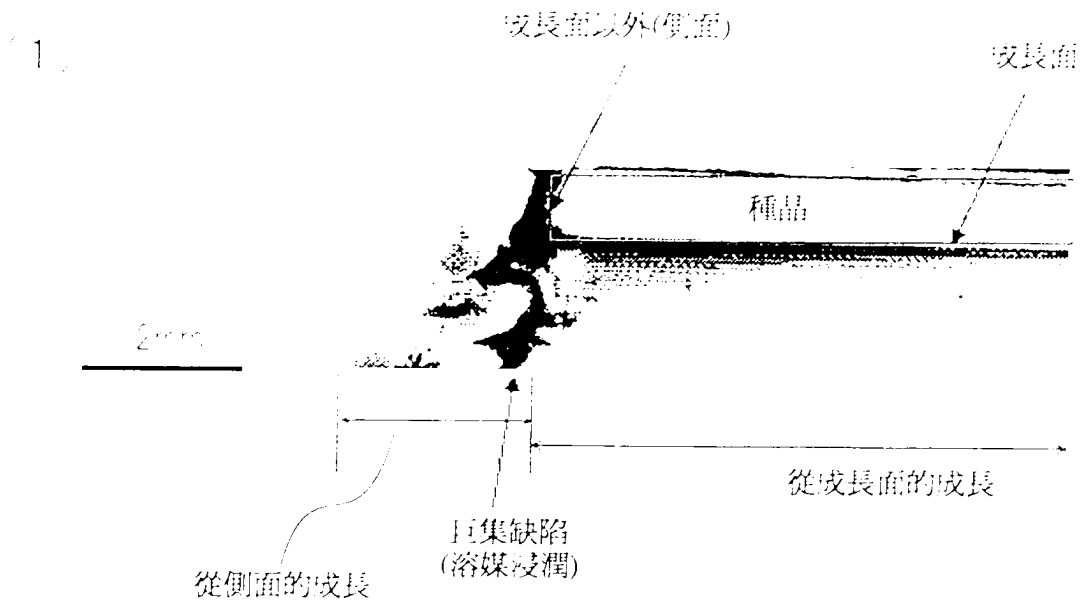
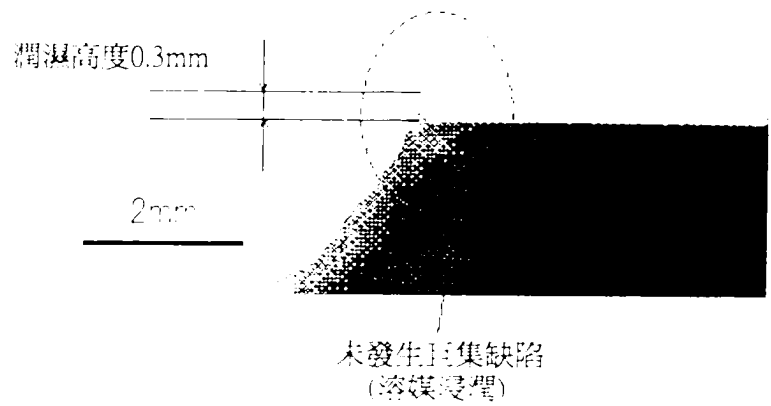


圖5



(2) 0.3mm潤濕



3 未潤濕

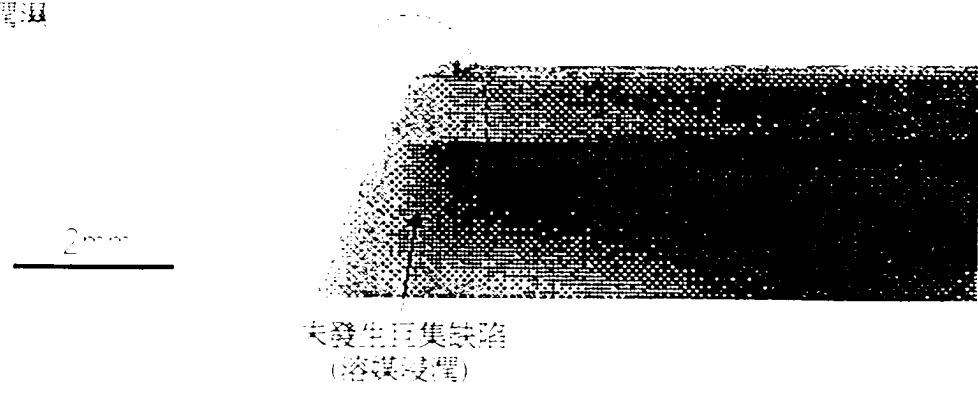


圖 6

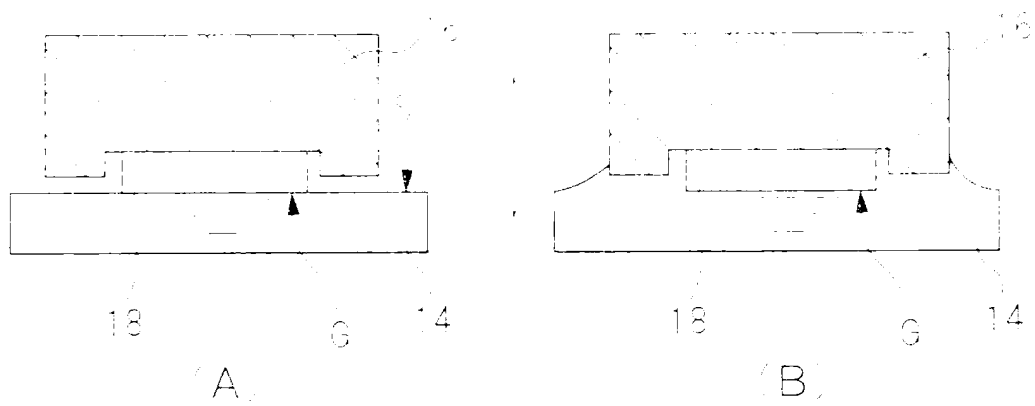


圖 7

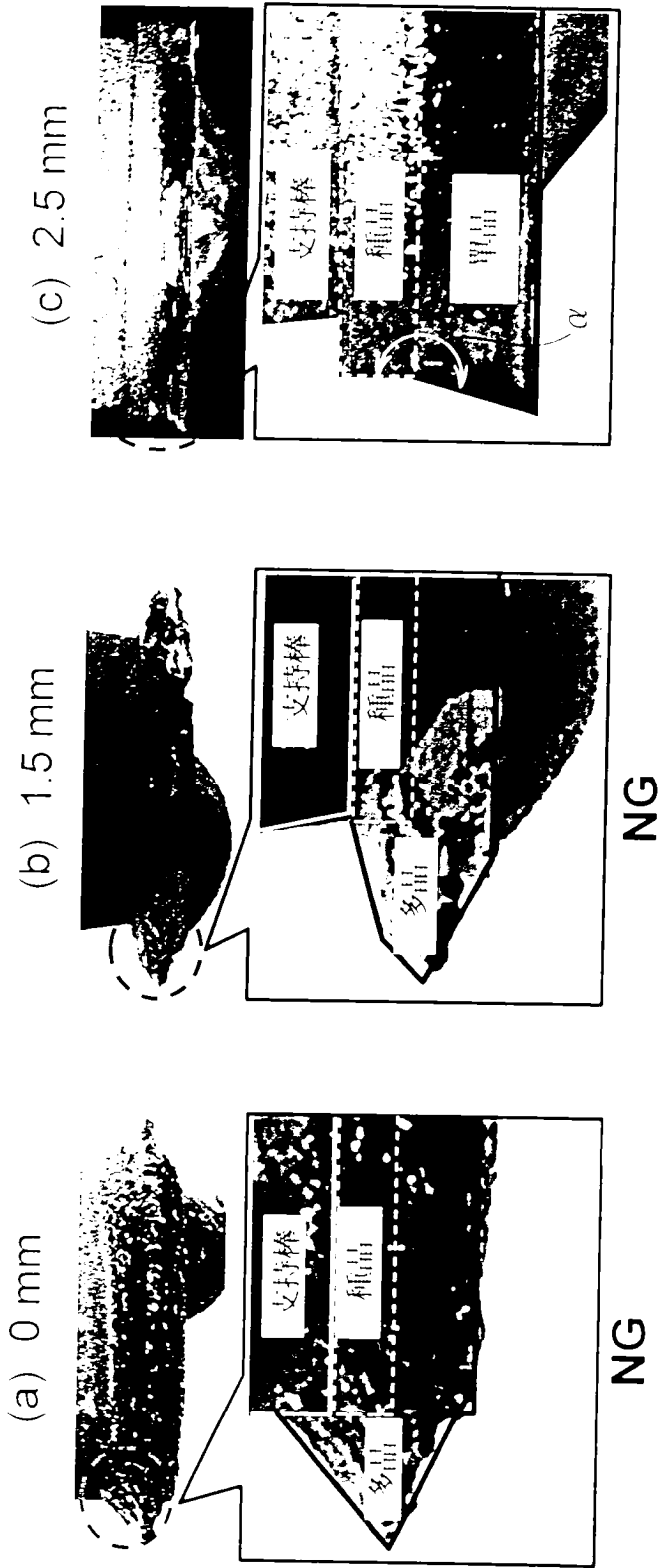


圖 8

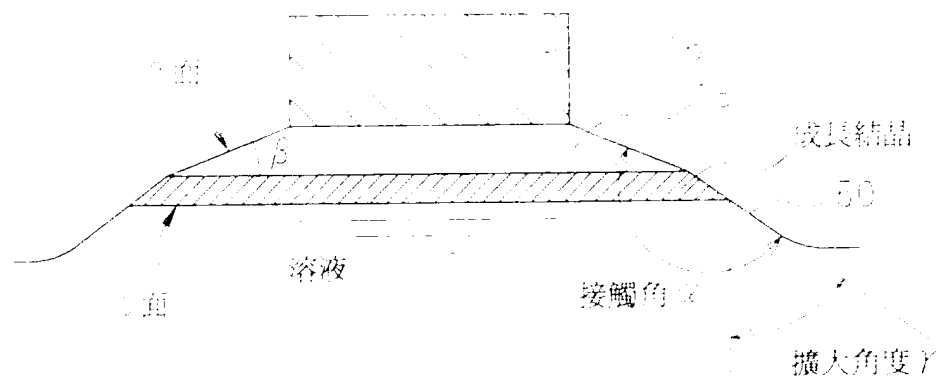


圖 9

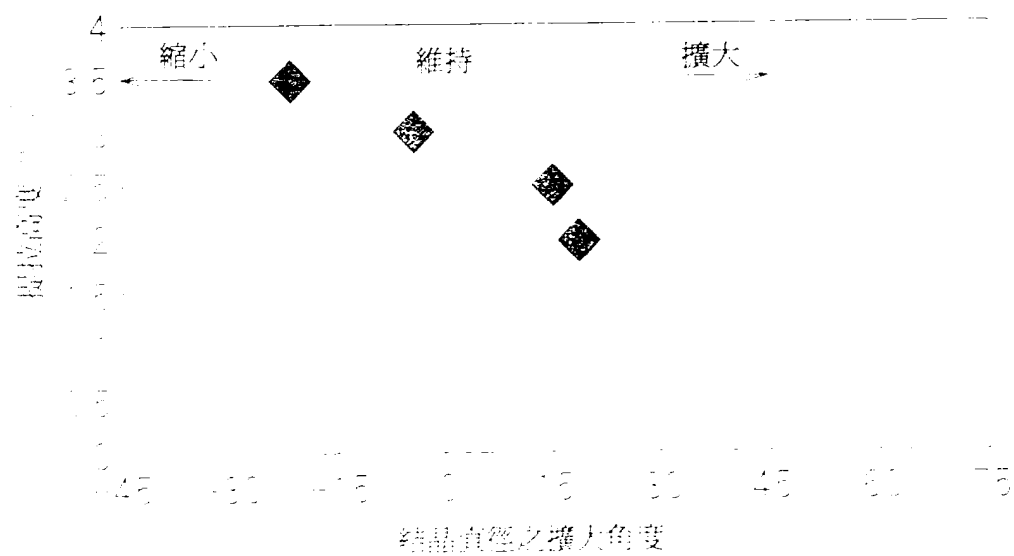


圖 10

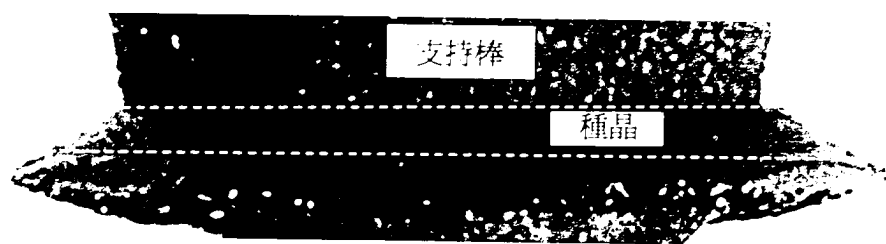


圖 11

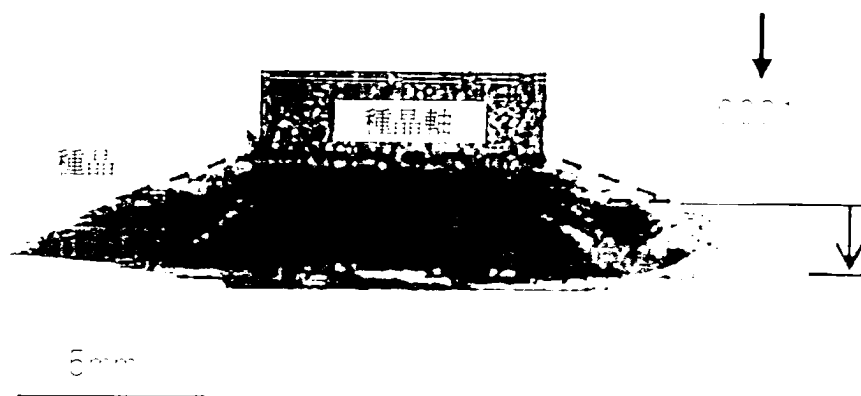


圖 12

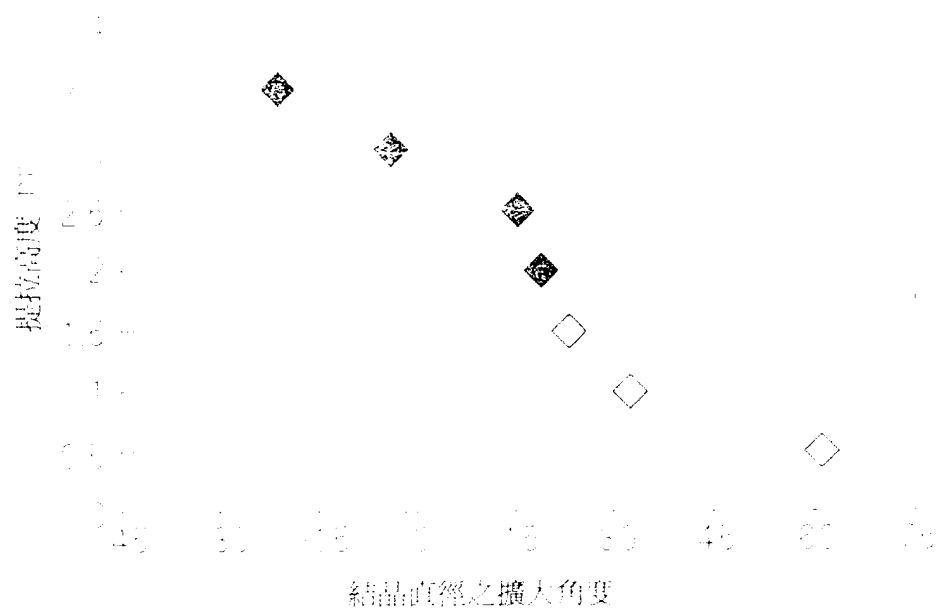


圖 13

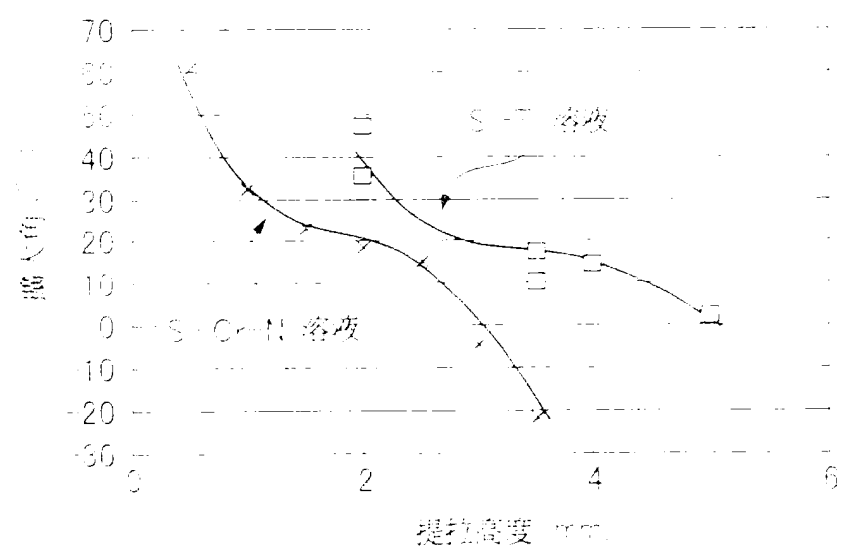


圖 14

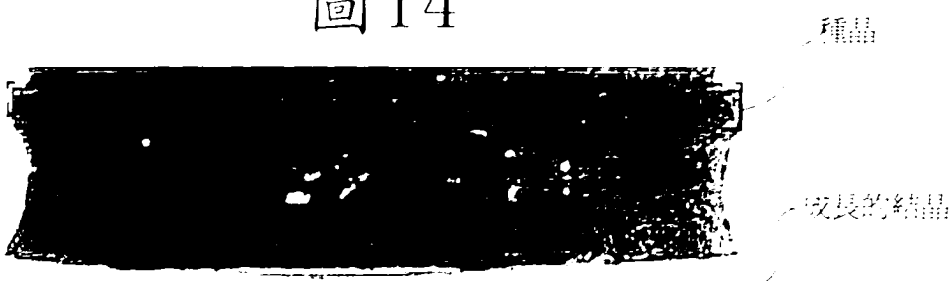
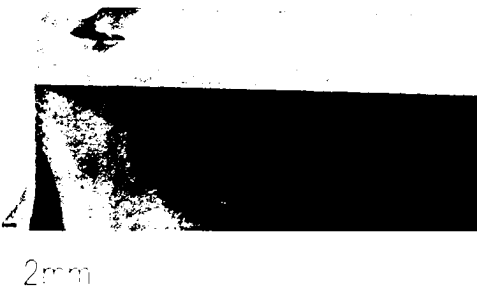


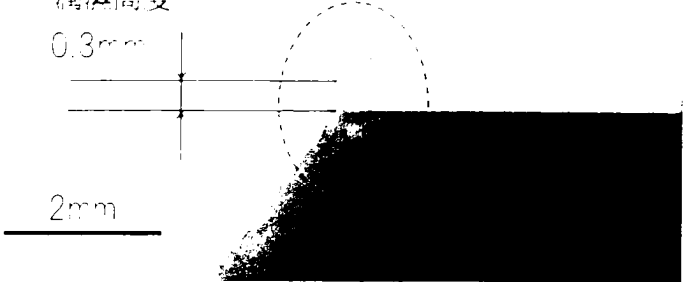
圖 15

(1) 0mm



(2) 0.3mm

潤濕高度
0.3mm



未發生巨集缺陷
(溶媒浸潤)

(3) 0.68mm

潤濕高度
0.68mm



發生巨集缺陷
(溶媒浸潤)

(4) 0.9mm



發生巨集缺陷
(溶媒浸潤)

四、指定代表圖：

(一) 本案指定代表圖為：第(5)圖。

(二) 本代表圖之元件符號簡單說明：無

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

七、申請專利範圍：

1.一種 SiC 單晶之製造方法，係屬於使用坩堝內的 Si-C 溶液，以接觸到該溶液面之 SiC 種晶為起點而使 SiC 單晶成長的方法，其特徵為，

在使作為 SiC 單晶之成長起點的 SiC 種晶的結晶成長面接觸至上記溶液面之際，將溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，設定成從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內；

並且是在上記種晶的上記結晶成長面與上記溶液之間形成有新月形的狀態下，進行成長。

2.如請求項 1 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，僅使上記 SiC 種晶的結晶成長面接觸至上記溶液面而將上記潤濕高度設成 0。

3.如請求項 1 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，上記 SiC 單晶之潤濕高度是設成未滿 0.68mm。

4.如請求項 3 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，上記新月形與上記種晶的側面所成之角度係為 200 度以下。

5.如請求項 3 或 4 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，藉由上記種晶的提拉軸與上記新月形之角度，來控制所進行成長之結晶的直徑的擴大率或縮小率。

6.如請求項 5 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，藉由上記種晶的提拉高度，來控制上記提拉軸與上記新月形之角度。

7.如請求項 5 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，作成表示上記提拉高度與上記提拉軸與上記新月形之角度之關係的地圖，藉由使用該地圖來調節上記提拉高，以調節上記提拉軸與上記新月形之角度。

8.如請求項 1~4 之任一項所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，在該坩堝內的 Si-C 溶液內係維持著，溫度是從內部往溶液面降低的溫度梯度。

9.如請求項 1~4 之任一項所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，上記種晶的上記結晶成長面與上記側面所成之角度係為 90 度以下。

10.如請求項 1~4 之任一項所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，上記種晶的上記結晶成長面係為 SiC 結晶的 [0001]面或 [000-1]面。

11.如請求項 2~4 之任一項所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，一旦使上記種晶的上記結晶成長面接觸至上記溶液面之後立刻提拉種晶以促使上記新月形被形成。

12.如請求項 11 所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，在提拉上記種晶而形成了新月形後，使上記種晶對上記溶液面開始旋轉。

13.如請求項 1~4 之任一項所記載之 SiC 單晶之製造方法，其中，當上記溶液面正在振動時，利用該振動而進行上記溶液面與上記種晶的上記結晶成長面之接觸。

14.一種 SiC 單晶之製造裝置，係屬於用來進行如請求項 1~13 之任一項所記載之 SiC 單晶之製造方法所需的

裝置，其特徵為，具備：

石墨坩堝，係用來收容原料溶液；和

加熱手段，係用來加熱上記坩堝內之原料使其融解而形成上記原料溶液並且維持著 SiC 單晶之成長所必須之溫度梯度；和

支持棒，係在下端保持著種晶；和

保持機構，係使溶液往 SiC 種晶之側面的潤濕高度，會落在從結晶成長面所成長之 SiC 單晶與從側面所成長之 SiC 單晶會成長成為一體之 SiC 單晶的範圍內的方式，而維持上記保持。