

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5278302号
(P5278302)

(45) 発行日 平成25年9月4日(2013.9.4)

(24) 登録日 平成25年5月31日(2013.5.31)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 29/36 (2006.01) C 3 O B 29/36 A
C 3 O B 25/14 (2006.01) C 3 O B 25/14
H O 1 L 21/205 (2006.01) H O 1 L 21/205

請求項の数 10 (全 16 頁)

(21) 出願番号	特願2009-289065 (P2009-289065)	(73) 特許権者	000004260 株式会社デンソー
(22) 出願日	平成21年12月21日(2009.12.21)		愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地
(65) 公開番号	特開2011-126752 (P2011-126752A)	(74) 代理人	100100022 弁理士 伊藤 洋二
(43) 公開日	平成23年6月30日(2011.6.30)	(74) 代理人	100108198 弁理士 三浦 高広
審査請求日	平成24年2月29日(2012.2.29)	(74) 代理人	100111578 弁理士 水野 史博
		(72) 発明者	牧野 英美 愛知県刈谷市昭和町1丁目1番地 株式会 社デンソー内
		審査官	田中 則充

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法および製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

中空筒状の反応容器(9)の中空部(9c)に配置される台座(10)に対して炭化珪素単結晶基板にて構成された種結晶(5)を配置し、炭化珪素の原料ガス(3)を前記反応容器(9)の一方の端面(9a)側から他方の端面(9b)側に供給することにより、前記種結晶(5)の表面に炭化珪素単結晶(6)を成長させる炭化珪素単結晶の製造方法において、

前記反応容器(9)の中空部(9c)の外周に、前記反応容器(9)の中心軸に沿って延びる第1導入通路(9d)を設け、前記反応容器(9)の側部(9e)に、前記第1導入通路(9d)と前記反応容器(9)の中空部(9c)とを接続する第1出口通路(9i)を設け、

前記第1導入通路(9d)を介して前記第1出口通路(9i)から前記反応容器(9)の中空部(9c)に不活性ガス(15)を流すことにより、前記反応容器(9)の内壁(9m)と前記台座(10)との間を通過する原料ガス(3)を希釈する炭化珪素単結晶の製造方法であり、

前記第1出口通路(9i)のうち前記第1導入通路(9d)に接続される接続部(9j)を、前記第1出口通路(9i)のうち前記反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)よりも前記一方の端面(9a)側に位置させることで、前記第1出口通路(9i)を前記反応容器(9)の中心軸側に傾けた状態で前記不活性ガス(15)を前記中空部(9c)に導入することを特徴とする炭化珪素単結晶の製造方法。

10

20

【請求項 2】

前記炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて前記台座(10)をシャフト(11)にて引き上げることにより、前記一方の端面(9a)を基準として、前記第1出口通路(9i)のうち前記反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と前記炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする請求項1に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 3】

前記炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて前記台座(10)をシャフト(11)にて上下させることにより、前記一方の端面(9a)を基準として、前記第1出口通路(9i)のうち前記反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と前記炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする請求項1に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

10

【請求項 4】

前記反応容器(9)の中心軸に沿って、前記反応容器(9)の側部(9e)に前記第1出口通路(9i)を複数段設け、前記複数段の第1出口通路(9i)それぞれから前記反応容器(9)の中空部(9c)に前記不活性ガス(15)を導入することを特徴とする請求項1に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 5】

前記炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて前記台座(10)をシャフト(11)にて引き上げることにより、前記一方の端面(9a)を基準として、前記複数の第1出口通路(9i)のうち最も前記一方の端面(9a)側に位置する第1出口通路(9i)において前記反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と前記炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする請求項4に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

20

【請求項 6】

前記炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて前記台座(10)をシャフト(11)にて上下させることにより、前記一方の端面(9a)を基準として、前記複数の第1出口通路(9i)のうち最も前記一方の端面(9a)側に位置する第1出口通路(9i)において前記反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と前記炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする請求項4に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

30

【請求項 7】

前記反応容器(9)の中心軸を中心として前記台座(10)を回転させることを特徴とする請求項1ないし6のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 8】

キャリアガスに前記原料ガス(3)を含ませて前記反応容器(9)の中空部(9c)に流す際に、前記不活性ガス(15)の流量を、前記原料ガス(3)を含んだキャリアガスの流量以上とすることを特徴とする請求項1ないし7のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 9】

前記台座(10)に、前記反応容器(9)の中心軸に沿って延びる第2導入通路(10a)と、この第2導入通路(10a)と前記反応容器(9)の中空部(9c)とを接続する第2出口通路(10b)とを設け、

40

前記第2導入通路(10a)を介して前記第2出口通路(10b)から前記反応容器(9)の中空部(9c)に前記不活性ガス(15)を流すことにより、前記反応容器(9)の内壁(9m)と前記台座(10)との間を通過する原料ガス(3)を希釈することを特徴とする請求項1ないし8のいずれか1つに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 10】

中空筒状の反応容器(9)の中空部(9c)に配置される台座(10)に対して炭化珪素単結晶基板にて構成された種結晶(5)を配置し、炭化珪素の原料ガス(3)を前記反

50

応容器(9)の一方の端面(9a)側から他方の端面(9b)側に供給することにより、前記種結晶(5)の表面に炭化珪素単結晶(6)を成長させる炭化珪素単結晶の製造装置であって、

前記反応容器(9)は、前記反応容器(9)の中空部(9c)の外周に設けられると共に前記反応容器(9)の中心軸に沿って伸びる第1導入通路(9d)と、前記反応容器(9)の側部(9e)に設けられると共に前記第1導入通路(9d)と前記反応容器(9)の中空部(9c)とを接続する第1出口通路(9i)と、を有し、

前記第1出口通路(9i)は、前記第1出口通路(9i)のうち前記第1導入通路(9d)に接続された接続部(9j)が、前記第1出口通路(9i)のうち前記反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)よりも前記一方の端面(9a)側に位置することで、前記反応容器(9)の中心軸側に傾けられていると共に前記反応容器(9)の中心軸に沿って複数設けられており、

前記第1導入通路(9d)を介して前記第1出口通路(9i)から前記反応容器(9)の中空部(9c)に不活性ガス(15)が流れることにより、前記反応容器(9)の内壁(9m)と前記台座(10)との間を通過する原料ガス(3)が希釈されるようになっていることを特徴とする炭化珪素単結晶の製造装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、炭化珪素(以下、SiCという)単結晶で構成される種結晶に対して原料ガスを供給することでSiC単結晶の製造を行うSiC単結晶の製造方法および製造装置に関するものである。

【背景技術】

【0002】

従来、底面の中央部を開口させた流入口および上面を開口させた流出口を有する反応容器内に原料ガスを供給することで台座上に配置された種結晶上にSiC単結晶を成長させる方法が提案されている(例えば、特許文献1参照)。

【0003】

しかしながら、この成長では、結晶成長に寄与できなかった原料ガスが、台座の側面や反応容器の内壁で多結晶化してしまう。このため、SiC多結晶が原料ガスの出口となる台座と反応容器の内壁との間の隙間を詰まらせたり、反応容器の底に落下して原料ガスの供給口を塞いだりしてしまうため、SiC単結晶の連続・長尺成長ができないという問題があった。

【0004】

そこで、SiC単結晶の結晶成長面以外の場所で不要なSiC多結晶の成長を抑制する技術が、例えば特許文献2で提案されている。具体的に、特許文献2では、反応容器の壁を貫通する孔を介して成長容器外から成長容器内にSiCをエッチングするエッチングガスまたは不活性ガスを導入することにより、台座の側面や反応容器の内壁でのSiC多結晶の成長を抑制する方法が提案されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2002-154898号公報

【特許文献2】特開2002-362998号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、上記特許文献2に記載の技術では、SiC多結晶をエッチングするエッチングガスが成長中のSiC単結晶をエッチングしてしまい、また不活性ガスであってもガスの導入位置や導入方法を限定しない限りSiC結晶表面までも未飽和にしてしまいS

10

20

30

40

50

i C単結晶の成長速度を小さくしてしまうという問題があった。

【0007】

本発明は上記点に鑑み、反応容器内において結晶成長面以外の場所に形成されてしまう不要なSiC多結晶の成長を不活性ガスの導入位置や導入方法で抑制することにより、原料ガスの出口となる台座の側面と反応容器の内壁との間の隙間の詰まりを防止することを第1の目的とする。また、原料ガスの出口の詰まりを防止できる製造装置を提供することを第2の目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

上記目的を達成するため、請求項1に記載の発明では、反応容器(9)の中空部(9c)の外周に、反応容器(9)の中心軸に平行に沿って第1導入通路(9d)を設け、反応容器(9)の側部(9e)に、第1導入通路(9d)と反応容器(9)の中空部(9c)とを接続する第1出口通路(9i)を設けている。

10

【0009】

そして、第1導入通路(9d)を介して第1出口通路(9i)から反応容器(9)の中空部(9c)に不活性ガス(15)を流すことにより、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間を通過する原料ガス(3)を希釈することを特徴としている。

【0010】

これによると、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間の隙間を通過する原料ガス(3)の濃度が下がるので、反応容器(9)の内壁(9m)や台座(10)に対する原料ガス(3)の供給を抑制することができる。このため、エッチングガスによらずに反応容器(9)の内壁(9m)や台座(10)に不要な炭化珪素多結晶が付着することを抑制でき、原料ガス(3)の出口である当該隙間の詰まりを防止することができる。

20

【0011】

請求項2に記載の発明では、炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて台座(10)をシャフト(11)にて引き上げることにより、一方の端面(9a)を基準として、第1出口通路(9i)のうち反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする。

【0012】

これによると、不活性ガス(15)により反応容器(9)の内壁(9m)や台座(10)に形成される炭化珪素多結晶の成長速度を最も小さくすることができる(図5参照)。

30

【0013】

請求項3に記載の発明では、炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて台座(10)をシャフト(11)にて上下させることにより、一方の端面(9a)を基準として、第1出口通路(9i)のうち反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする。

【0014】

これによると、炭化珪素単結晶(6)がエッチングされたり、凹形状に成長した場合でも、炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さにすることができる。また、台座(10)を上下に動かすことで不活性ガス(15)の接触する範囲を大きくすることができる。

40

【0015】

請求項4に記載の発明では、反応容器(9)の中心軸に沿って、反応容器(9)の側部(9e)に第1出口通路(9i)を複数段設け、複数段の第1出口通路(9i)それぞれから反応容器(9)の中空部(9c)に不活性ガス(15)を導入することを特徴とする。

【0016】

これによると、反応容器(9)の中心軸に沿って不要な炭化珪素多結晶が形成されることを抑制することができる。

【0017】

50

請求項5に記載の発明では、炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて台座(10)をシャフト(11)にて引き上げることにより、一方の端面(9a)を基準として、複数の第1出口通路(9i)のうち最も一方の端面(9a)側に位置する第1出口通路(9i)において反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする。

【0018】

これによると、不活性ガス(15)により反応容器(9)の内壁(9m)や台座(10)に形成される炭化珪素多結晶の成長速度を最も小さくすることができる(図5参照)。また、炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて台座(10)が移動したとしても別の第1出口通路(9i)の開口部(9k)が位置しているので、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間の隙間に不活性ガス(15)を供給し続けることができる。したがって、当該隙間の詰まりを抑制でき、炭化珪素単結晶(6)を連続・長尺成長させることができる。

10

【0019】

請求項6に記載の発明では、炭化珪素単結晶(6)の成長に合わせて台座(10)をシャフト(11)にて上下させることにより、一方の端面(9a)を基準として、複数の第1出口通路(9i)のうち最も一方の端面(9a)側に位置する第1出口通路(9i)において反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)と炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さに配置することを特徴とする。

【0020】

これによると、炭化珪素単結晶(6)がエッチングされたり、凹形状に成長した場合でも、複数の第1出口通路(9i)のうち最も一方の端面(9a)側に位置する第1出口通路(9i)の開口部(9k)と炭化珪素単結晶(6)の結晶表面(6a)とを同じ高さにすることができる。また、台座(10)を上下に動かすことで不活性ガス(15)の接触する範囲を大きくすることができる。

20

【0021】

また、請求項1に記載の発明では、第1出口通路(9i)のうち第1導入通路(9d)に接続される接続部(9j)を、第1出口通路(9i)のうち反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)よりも一方の端面(9a)側に位置させることで、第1出口通路(9i)を反応容器(9)の中心軸側に傾けた状態で不活性ガス(15)を中空部(9c)に導入することを特徴とする。

30

【0022】

これによると、不活性ガス(15)を原料ガス(3)の下流側に流しやすくすることができるので、不活性ガス(15)により炭化珪素単結晶(6)の成長を妨げないようにすることができる。

【0023】

請求項7に記載の発明では、反応容器(9)の中心軸を中心として台座(10)を回転させることを特徴とする。

【0024】

これによると、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間の隙間に不活性ガス(15)を均一に供給することができる。このため、当該隙間全体の詰まりを防止することができる。

40

【0025】

請求項8に記載の発明では、キャリアガスに原料ガス(3)を含ませて反応容器(9)の中空部(9c)に流す際に、不活性ガス(15)の流量を、原料ガス(3)を含んだキャリアガスの流量以上とすることを特徴とする。

【0026】

これにより、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間の隙間を通過する不活性ガス(15)の量が原料ガス(3)の量よりも多くなるので、不活性ガス(15)により原料ガス(3)を充分希釈することができる。

50

【0027】

請求項9に記載の発明では、台座(10)に、反応容器(9)の中心軸に沿って延びる第2導入通路(10a)と、この第2導入通路(10a)と反応容器(9)の中空部(9c)とを接続する第2出口通路(10b)とを設け、第2導入通路(10a)を介して第2出口通路(10b)から反応容器(9)の中空部(9c)に不活性ガス(15)を流すことにより、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間を通過する原料ガス(3)を希釈することを特徴とする。

【0028】

これによると、反応容器(9)だけでなく台座(10)からも不活性ガス(15)を反応容器(9)の中空部(9c)に導入するので、反応容器(9)の内壁(9m)や台座(10)への炭化珪素多結晶の付着をさらに抑制することができる。

10

【0029】

上記では、炭化珪素単結晶の製造方法について述べたが、当該製造方法を実現するための製造装置についても同様のことが言える。すなわち、請求項10に記載の発明では、反応容器(9)は、反応容器(9)の中空部(9c)の外周に設けられると共に反応容器(9)の中心軸に沿って延びる第1導入通路(9d)と、反応容器(9)の側部(9e)に設けられると共に第1導入通路(9d)と反応容器(9)の中空部(9c)とを接続する第1出口通路(9i)と、を有している。

【0030】

また、第1出口通路(9i)は、第1出口通路(9i)のうち第1導入通路(9d)に接続された接続部(9j)が、第1出口通路(9i)のうち反応容器(9)の中空部(9c)に開口する開口部(9k)よりも一方の端面(9a)側に位置することで、反応容器(9)の中心軸側に傾けられていると共に反応容器(9)の中心軸に沿って複数設けられている。

20

【0031】

そして、第1導入通路(9d)を介して第1出口通路(9i)から反応容器(9)の中空部(9c)に不活性ガス(15)が流れることにより、反応容器(9)の内壁(9m)と台座(10)との間を通過する原料ガス(3)が希釈されるように構成することができる。

【0032】

なお、この欄および特許請求の範囲に記載した各手段の括弧内の符号は、後述する実施形態に記載の具体的手段との対応関係を示すものである。

30

【図面の簡単な説明】

【0033】

【図1】本発明の第1実施形態に係る炭化珪素単結晶の結晶成長装置の断面図である。

【図2】(a)は図1のA部拡大図であり、(b)は(a)のB部拡大図である。

【図3】図2のC-C断面図、D-D断面図、およびE-E断面図である。

【図4】結晶成長装置内における原料ガス供給経路を示した図である。

【図5】シミュレーションにより反応容器内の流速分布とSiC多結晶の成長速度を調べた結果を示す図である。

40

【図6】本発明の第2実施形態に係る反応容器の断面図である。

【図7】本発明の第3実施形態に係る台座の断面図である。

【発明を実施するための形態】

【0034】

以下、本発明の実施形態について図に基づいて説明する。なお、以下の各実施形態相互において、互いに同一もしくは均等である部分には、図中、同一符号を付してある。

【0035】

(第1実施形態)

以下、本発明の第1実施形態について図を参照して説明する。図1は、本実施形態に係る炭化珪素単結晶の結晶成長装置(製造装置)の断面図である。図2(a)は図1のA部

50

拡大図であり、図2(b)は図2(a)のB部拡大図である。また、図3(a)は図2のC-C断面図、図3(b)は図2のD-D断面図、図3(c)は図2のE-E断面図である。

【0036】

図1に示される結晶成長装置1は、底部に備えられた流入口2を通じてSiおよびCを含有するSiCの原料ガス3を供給し、上部に備えられた流出口4を通じて排出することで、結晶成長装置1内に配置したSiC単結晶基板からなる種結晶5上にSiC単結晶6を結晶成長させるものである。

【0037】

このような結晶成長装置1は、真空容器7、第1断熱材8、反応容器9、台座10、シャフト11、第2断熱材12、第3断熱材13、および加熱装置14を備えて構成されている。

10

【0038】

真空容器7は、中空円筒状をなしており、アルゴンガス(Ar)等を導入することができ、かつ、結晶成長装置1の他の構成要素を収容すると共に、その収容している内部空間の圧力を真空引きすることにより減圧できる構造とされている。この真空容器7の底部に原料ガス3の流入口2が設けられると共に、上部(具体的には側壁の上方位置)に原料ガス3の流出口4が設けられている。

【0039】

第1断熱材8は、円筒等の筒形状をなしており、第1断熱材8を貫通した原料ガス導入孔8aにより原料ガス導入管を構成している。第1断熱材8は、例えばフェルトカーボン等で構成されている。

20

【0040】

反応容器9は、当該反応容器9の一方の端面9a側から他方の端面9b側に原料ガス3が流れる中空部9cを有する中空筒状で構成されている。本実施形態では、この反応容器9は同径の円筒形状とされており、例えば黒鉛等で構成されている。そして、反応容器9が構成する中空部9cに種結晶5が配置され、その中空部9cにおいて種結晶5の表面にSiC単結晶6が成長させられる。

【0041】

上記の第1断熱材8および反応容器9の具体的な構造について、図2および図3を参照して説明する。

30

【0042】

図2(a)および図3(a)に示されるように、第1断熱材8は、原料ガス導入孔8aに平行に設けられた別の貫通孔8bを有し、この貫通孔8bの内部に例えば黒鉛で形成された不活性ガス配管8cを備えている。この不活性ガス配管8cの一端側は真空容器7の外部に接続されている。

【0043】

一方、図2(a)に示されるように、反応容器9は、当該反応容器9の中空部9cの外周に、反応容器9の中心軸に沿って延びると共に中心軸の周方向に延びる第1導入通路9dを備えている。本実施形態では、第1導入通路9dは反応容器9の側部9eに設けられている。

40

【0044】

反応容器9の一方の端面9aはリング状に開口しており、他方の端面9bは開口していない。したがって、第1導入通路9dは、反応容器9の他方の端面9b側で閉じられ、一方の端面9aを介して外部と繋がっている。このため、反応容器9の中空部9cと第1断熱材8の原料ガス導入孔8aとが繋がるように第1断熱材8の上に反応容器9の一方の端面9aが配置されることで、第1断熱材8に設けられた不活性ガス配管8cの他端側が反応容器9の第1導入通路9dに接続される。

【0045】

第1導入通路9dにはガス溜め9fが設けられている。このガス溜め9fは、第1導入

50

通路 9 d の一部が反応容器 9 の径方向に広げられたことにより形成された空間である。

【 0 0 4 6 】

さらに、反応容器 9 の第 1 導入通路 9 d には、ガス溜め 9 f よりも反応容器 9 の一方の端面 9 a 側に位置するガス攪拌板 9 g が設けられている。このガス攪拌板 9 g は、図 3 (b) に示されるように、貫通した複数のガス孔 9 h が一定間隔で設けられた板である。このガス攪拌板 9 g により、第 1 導入通路 9 d が反応容器 9 の一方の端面 9 a 側と他方の端面 9 b 側とに区画されている。すなわち、反応容器 9 の一方の端面 9 a 側のガス溜め 9 f と他方の端面 9 b 側とは複数のガス孔 9 h を介して繋がっている。

【 0 0 4 7 】

また、図 2 (a) および図 2 (b) に示されるように、反応容器 9 は、当該反応容器 9 の側部 9 e に、第 1 導入通路 9 d と反応容器 9 の中空部 9 c とを接続する第 1 出口通路 9 i を複数備えている。そして、図 3 (c) に示されるように、複数の第 1 出口通路 9 i は一定間隔で設けられている。なお、図 3 (c) では S i C 単結晶 6 を省略してある。

10

【 0 0 4 8 】

本実施形態では、図 2 (b) に示されるように、第 1 出口通路 9 i のうち第 1 導入通路 9 d に接続される接続部 9 j は、第 1 出口通路 9 i のうち反応容器 9 の中空部 9 c に開口する開口部 9 k よりも反応容器 9 の一方の端面 9 a 側に位置している。このため、第 1 出口通路 9 i は反応容器 9 の中心軸側に傾けられた状態になっている。すなわち、第 1 出口通路 9 i は第 1 導入通路 9 d から分岐された通路であると共に、反応容器 9 の中心軸に沿って延びる第 1 導入通路 9 d に対して傾けられている。

20

【 0 0 4 9 】

さらに、一方の端面 9 a を基準として、第 1 出口通路 9 i のうち反応容器 9 の中空部 9 c に開口する開口部 9 k と S i C 単結晶 6 の結晶表面 6 a とが同じ高さに配置される。ここで、第 1 出口通路 9 i の開口部 9 k は反応容器 9 の中心軸に平行な方向に幅を持っていると共に、S i C 単結晶 6 の結晶表面 6 a は平らではなく反応容器 9 の一方の端面 9 a 側に曲面状に形成される。このため、「開口部 9 k と結晶表面 6 a とを同じ高さに配置する」とは、反応容器 9 の中心軸に垂直な方向において、反応容器 9 の中心軸に平行な方向における開口部 9 k の幅の範囲に結晶表面 6 a が含まれていることを意味する。

【 0 0 5 0 】

上記の不活性ガス配管 8 c、第 1 導入通路 9 d、および第 1 出口通路 9 i は、アルゴン (A r) やヘリウム (H e) 等の不活性ガス 1 5 を流すための通路として用いられる。すなわち、図 2 (a) に示されるように、真空容器 7 の外部から不活性ガス配管 8 c に導入された不活性ガス 1 5 は、不活性ガス配管 8 c を介して第 1 導入通路 9 d に導入された後、ガス溜め 9 f に一度溜められ、ガス攪拌板 9 g のガス孔 9 h を経由して反応容器 9 の他方の端面 9 b 側に移動し、第 1 出口通路 9 i を介して反応容器 9 の中空部 9 c に導入される。

30

【 0 0 5 1 】

上述のように、反応容器 9 の中心軸の周方向に設けられた第 1 導入通路 9 d に対して、不活性ガス配管 8 c は図 3 (a) に示されるように反応容器 9 の中心軸の周方向に設けられていないので、不活性ガス配管 8 c から第 1 導入通路 9 d に導入された不活性ガス 1 5 を反応容器 9 の中心軸の周方向に分散するためにガス溜め 9 f に不活性ガス 1 5 を一度溜めるようにしている。

40

【 0 0 5 2 】

図 1 に示される台座 1 0 は、その先端に種結晶 5 を配置するために用いられる円柱形状の部材であり、反応容器 9 の中空部 9 c に配置されている。この台座 1 0 は例えば黒鉛で構成されている。なお、台座 1 0 の形状や寸法は、成長させる S i C 単結晶 6 のサイズ等により適宜調整される。

【 0 0 5 3 】

シャフト 1 1 は、台座 1 0 を支持すると共に、S i C 単結晶 6 の成長に合わせて台座 1 0 を引き上げるように構成されている。すなわち、シャフト 1 1 は図示しない移動機構に

50

より台座10を引き上げるための支持部材として用いられる。

【0054】

第2断熱材12は、真空容器7の側壁面に沿って配置され、中空筒状をなしている。この第2断熱材12により、ほぼ第1断熱材8や反応容器9等が囲まれている。第2断熱材12は、例えばフェルトカーボン等で構成されている。

【0055】

第3断熱材13は、第2断熱材12のうち真空容器7の流出口4側に開口した部分に蓋をするためのものであり、板状をなしている。この第3断熱材13には、貫通孔13aが設けられており、この貫通孔13aにシャフト11が差し込まれている。第3断熱材13は、例えばフェルトカーボン等で構成されている。

10

【0056】

加熱装置14は、例えば誘導加熱用コイルやヒータなどで構成され、真空容器7の周囲を囲むように配置されている。加熱装置14は、反応容器9の中心軸に沿って温度制御できるように構成されている。このため、より細やかな温度制御を行うことができる。以上が、本実施形態に係る結晶成長装置1の全体構成である。

【0057】

次に、上記の結晶成長装置1を用いたSiC単結晶6の製造方法について、図4を参照して説明する。まず、図4に示されるように、台座10に種結晶5を貼り付け、シャフト11を介して台座10を反応容器9の中空部9cに位置させる。続いて、図示しない排気機構を用いて真空容器7の真空引きを行うことで、真空容器7内を真空にする。そして、加熱装置14の誘導コイルに通電することでヒータを誘導加熱し、その輻射熱により真空容器7の内部を加熱する。

20

【0058】

この場合、原料ガス3が再結晶化されて欲しくない部分については、例えば原料ガス3の再結晶化レートよりも昇華レートの方が高くなる温度（例えば約2400）、SiC単結晶6の成長表面ではSiC単結晶6の成長レートが昇華レートよりも高くなる温度（例えば約2200）とする。

【0059】

この後、キャリアガスに原料ガス3を含ませて真空容器7の流入口2から真空容器7の内部に原料ガス3を導入する。これにより、図4に示されるように、原料ガス3は第1断熱材8の原料ガス導入孔8aを介して反応容器9の中空部9cに導入され、反応容器9の一方の端面9aから他方の端面9bに流れる。これにより、原料ガス3が種結晶5に供給され、種結晶5にSiC単結晶6が成長していく。

30

【0060】

また、SiC単結晶6の成長に合わせて、反応容器9の中心軸を中心としてシャフト11によって台座10を回転させつつ、反応容器9の中心軸に沿って反応容器9の一方の端面9aと台座10との距離を離していく。このように台座10を引き上げる場合、反応容器9の一方の端面9aを基準として、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとを同じ高さに維持する。

【0061】

そして、SiC単結晶6の成長に寄与しなかった原料ガス3は、反応容器9の内壁9mと台座10との間の隙間を通過して流出口4から真空容器7の外部に排出される。

40

【0062】

一方、不活性ガス配管8cにAr等の不活性ガス15を導入する。これにより、図4に示されるように、不活性ガス15は不活性ガス配管8cから反応容器9の第1導入通路9dに導入され、ガス溜め9fに溜められる。そして、不活性ガス15はガス攪拌板9gに設けられた複数のガス孔9hから反応容器9の中心軸の周方向に均一に通過し、さらに第1導入通路9dを通過して、複数の第1出口通路9iから反応容器9の中空部9cに導入される。

【0063】

50

このようにして、不活性ガス15を反応容器9の中空部9cに導入させるに際し、反応容器9の中心軸の周方向に均一に不活性ガス15を導入させるためには、ガス孔9hは反応容器9の中心軸の周方向に例えば8箇所以上設けられていることが好ましい。第1出口通路9iについても同様に、例えば8箇所以上設けられていることが好ましい。もちろん、ガス孔9hや第1出口通路9iの数は、反応容器9のサイズやSiC単結晶6の結晶成長の条件に応じて適宜設けられることが望ましい。

【0064】

このように、第1導入通路9dを介して第1出口通路9iから反応容器9の中空部9cに不活性ガス15を流すことにより、反応容器9の内壁9mと台座10との間を通過するSiC単結晶6の成長に寄与しなかった原料ガス3を希釈している。このため、SiC単結晶6の成長に寄与しなかった原料ガス3の濃度が下がり、反応容器9の内壁9mや台座10の側面に対する再結晶化およびSiC多結晶の付着が抑制される。

10

【0065】

発明者らは、反応容器9の一方の端面9aを基準として、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとを同じ高さに配置したときの反応容器9の中空部9cにおけるガスの流速分布とSiC単結晶6と台座10の側面へのSiC多結晶の成長速度をシミュレーションにより調べた。その結果を図5に示す。

【0066】

図5に示される反応容器9の左半分に第1導入通路9dおよび第1出口通路9iを設けていない従来品についての流速分布を示し、右半分に第1導入通路9dおよび第1出口通路9iを設けた本発明品の流速分布を示す。

20

【0067】

図5の流速分布に示されるように、本発明品では、第1出口通路9iから反応容器9の中空部9cに不活性ガス15が導入されたことにより、SiC単結晶6と反応容器9の内壁9mとの間に渦が形成されている。このため、原料ガス3が不活性ガス15により希釈されやすくなっている。

【0068】

図5の右欄のグラフに示されるように、SiC単結晶6と台座10の側面におけるSiC多結晶の成長速度は、従来品が最も速くなっている。つまり、従来品では、SiC単結晶6と台座10の側面にSiC多結晶が付着しやすいことを示している。なお、反応容器9の内壁9mも同様の結果であった。

30

【0069】

一方、本発明品では、反応容器9の中空部9cに不活性ガス15を導入したことにより、従来よりも成長速度が小さくなっている。つまり、不活性ガス15により原料ガス3が希釈されて再結晶化しにくくなったことを示している。

【0070】

さらに、図5の右欄のグラフにおいて、本発明品の「上」、「同じ」、および「下」は、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとの位置関係を示している。「上」は、開口部9kが結晶表面6aよりも他方の端面9b側に位置し、「下」は開口部9kが結晶表面6aよりも一方の端面9a側に位置していることを指す。また、「同じ」は第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとが同じいつであることを指している。

40

【0071】

そして、当該グラフを見てみると、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとが同じ高さであるときに、最も成長速度が小さいことがわかる。したがって、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとを同じ高さに配置することにより、SiC単結晶6と台座10の側面にSiC多結晶をほとんど付着させないようにすることができる。

【0072】

以上説明したように、本実施形態では、反応容器9の中空部9cの外周から中空部9c

50

に不活性ガス15を導入することにより、反応容器9の内壁9mと台座10との間の隙間を通過する成長に寄与しなかった原料ガス3を希釈することが特徴となっている。

【0073】

これにより、反応容器9の内壁9mと台座10との間の隙間を通過する原料ガス3の濃度を下げることができる。このため、反応容器9の内壁9mや台座10に対する原料ガス3の供給を抑制することができ、SiC単結晶6と台座10の側面にSiC多結晶が付着することを抑制できる。したがって、原料ガス3の出口となる反応容器9の内壁9mと台座10との間の隙間の詰まりや、SiC多結晶が反応容器9の底に落下して原料ガス3の供給口を塞ぐことを防止できるため、SiC単結晶6を連続・長尺成長させることができる。

10

【0074】

また、本実施形態では、反応容器9の一方の端面9aを基準として、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとが同じ高さに配置されるように、台座10を引き上げている。このため、不活性ガス15による原料ガス3の希釈の効果を最も高めることができ、SiC単結晶6と台座10の側面にSiC多結晶が付着しないようにすることができる。

【0075】

そして、台座10を引き上げるに際し、反応容器9の中心軸を中心として台座10を回転させているので、反応容器9の内壁9mと台座10との間の隙間の一箇所に不活性ガス15が集中して供給されないようにすることができる。このため、反応容器9の中心軸の周方向に不活性ガス15を均一に供給することができ、反応容器9の中心軸の周方向にSiC多結晶が付着することを抑制できる。

20

【0076】

さらに、本実施形態では、第1導入通路9dに対して第1出口通路9iを反応容器9の中心軸側に傾けている。このため、原料ガス3の流れの方向と同じ方向に不活性ガス15が流れるように不活性ガス15を反応容器9の中空部9cに導入することができる。したがって、不活性ガス15が原料ガス3の流れを妨げることはなく、不活性ガス15が原料ガス3の下流側に流れやすくなるので、不活性ガス15によりSiC単結晶6の成長を妨げないようにすることができる。

【0077】

(第2実施形態)

本実施形態では、主に第1実施形態と異なる部分について説明する。図6は、本実施形態に係る反応容器9を示した図であり、図1のA部拡大図に相当する図である。

30

【0078】

この図6に示されるように、本実施形態では、反応容器9の中心軸に沿って、反応容器9の側部9eに第1出口通路9iが複数段設けられている。そして、複数段に設けられた第1出口通路9iそれぞれから反応容器9の中空部9cに不活性ガス15が導入される。

【0079】

また、反応容器9の中心軸に沿って、第1出口通路9iが複数段設けられている場合、反応容器9の一方の端面9aを基準として、複数段の第1出口通路9iのうち最も一方の端面9a側に位置する第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとが同じ高さに配置される。この位置関係は、SiC単結晶6の成長に合わせて台座10を引き上げるにより維持される。

40

【0080】

以上のように、第1出口通路9iを反応容器9の中心軸に沿って複数段に設けることにより、反応容器9の中心軸に沿ってSiC多結晶が付着することを抑制することができる。また、SiC単結晶6の成長に合わせて台座10を引き上げたとしても、別の第1出口通路9iの開口部9kが設けられているので、SiC多結晶の成長速度を小さく保つことができる。

【0081】

50

(第3実施形態)

本実施形態では、主に第1、第2実施形態と異なる部分について説明する。図7は、本実施形態に係る台座10の断面図である。この図に示されるように、台座10は、反応容器9の中心軸に沿って伸びる第2導入通路10aと、この第2導入通路10aと反応容器9の中空部9cとを接続する第2出口通路10bとを備えている。

【0082】

これによると、第2導入通路10aを介して第2出口通路10bから反応容器9の中空部9cに不活性ガス15が流れるので、反応容器9の内壁9mと台座10との間を通過する原料ガス3をより効果的に希釈することができる。このため、反応容器9の内壁9mや台座10へのSiC多結晶の付着をさらに抑制することができる。

10

【0083】

(他の実施形態)

上記各実施形態に示された結晶成長装置1の具体的な構造は、単なる一例であり、形状や材質などについて適宜変更することができる。例えば、反応容器9は中空筒状であったが有底筒状のものでも良い。また、反応容器9の側部9eに第1導入通路9dを設けていたが、例えば、反応容器9の外壁と第2断熱材12との間の隙間を第1導入通路9dとしても良い。この場合、反応容器9には第1出口通路9iを設けるだけで良い。

【0084】

上記各実施形態では、キャリアガスに原料ガス3を含ませて真空容器7の内部に原料ガス3を導入していたが、キャリアガスの流量と不活性ガス15の流量とを規定することにより、原料ガス3の希釈の効果をさらに高めることもできる。具体的には、不活性ガス15の流量を、原料ガス3を含んだキャリアガスの流量以上とする。これにより、反応容器9の内壁9mと台座10との間の隙間を通過する不活性ガス15の量が原料ガス3の量よりも多くなるので、原料ガス3を充分希釈することができる。

20

【0085】

また、上記各実施形態では、SiC単結晶6の成長に合わせて台座10をシャフト11にて引き上げることにより、一方の端面9aを基準として、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとを同じ高さに配置していた。同様に、第1出口通路9iを複数段設けた場合にも、一方の端面9aを基準として、複数の第1出口通路9iのうち最も一方の端面9a側に位置する第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとを同じ高さに配置していた。しかしながら、これは台座10をシャフト11で移動させる一例であり、SiC単結晶6の成長に合わせて台座10をシャフト11にて上下させても良い。これにより、SiC単結晶6がエッチングされたり、凹形状に成長した場合でも、第1出口通路9iの開口部9kとSiC単結晶6の結晶表面6aとを同じ高さに配置することができる。また、台座10を上下に動かすことで不活性ガス15の接触する範囲を大きくすることもできる。

30

【符号の説明】

【0086】

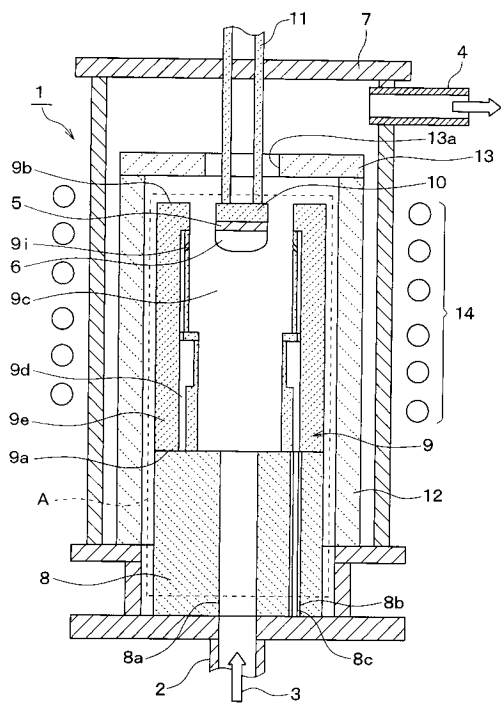
- | | | |
|-------|----------|--|
| 1 | 結晶成長装置 | |
| 3 | 原料ガス | |
| 5 | 種結晶 | |
| 6 | SiC単結晶 | |
| 6a | 結晶表面 | |
| 9 | 反応容器 | |
| 9a、9b | 反応容器の端面 | |
| 9c | 反応容器の中空部 | |
| 9d | 第1導入通路 | |
| 9e | 反応容器の側部 | |
| 9i | 第1出口通路 | |
| 9j | 接続部 | |

40

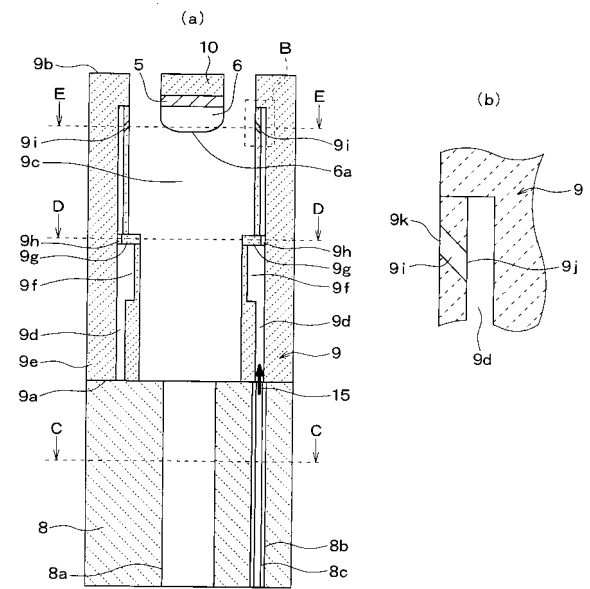
50

- 9 k 開口部
- 9 m 反応容器の内壁
- 1 0 台座
- 1 5 不活性ガス

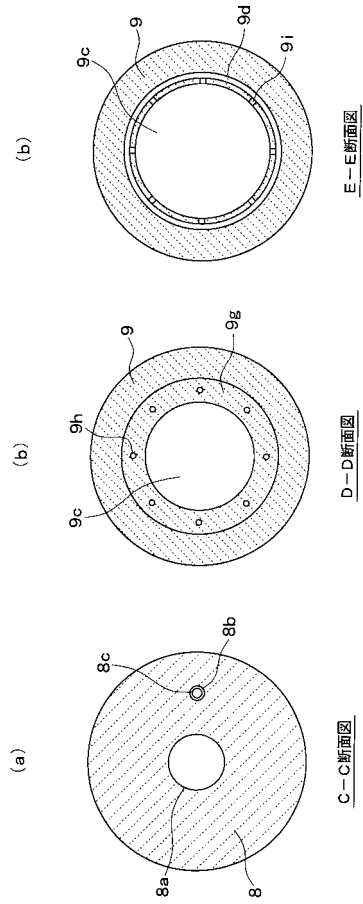
【図 1】



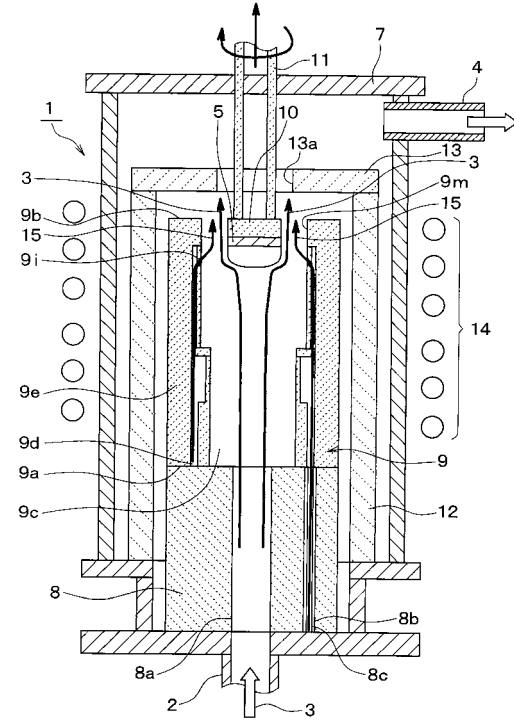
【図 2】



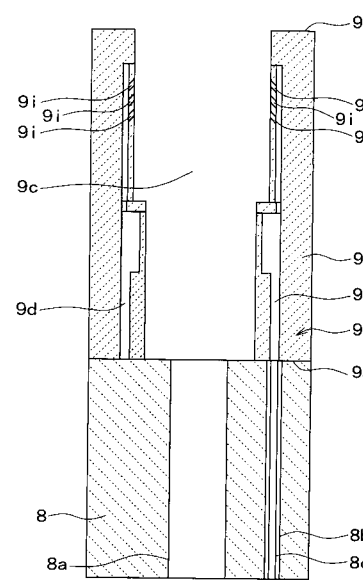
【 図 3 】



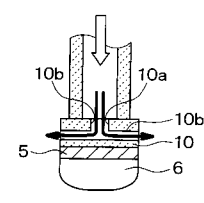
【 図 4 】



【 図 6 】



【 図 7 】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2002-362998(JP,A)
特開2006-089365(JP,A)
特開2004-323351(JP,A)
米国特許出願公開第2008/0022923(US,A1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00 - 35/00
H01L 21/205
C01B 31/36