

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2007-332019

(P2007-332019A)

(43) 公開日 平成19年12月27日(2007.12.27)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
C30B 29/36 (2006.01)	C30B 29/36 A	4G077
C30B 33/00 (2006.01)	C30B 33/00	
C30B 23/06 (2006.01)	C30B 23/06	

審査請求 未請求 請求項の数 10 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2007-128762 (P2007-128762)	(71) 出願人	000002004 昭和電工株式会社
(22) 出願日	平成19年5月15日 (2007.5.15)		東京都港区芝大門1丁目13番9号
(31) 優先権主張番号	特願2006-138684 (P2006-138684)	(74) 代理人	100094178 弁理士 寺田 實
(32) 優先日	平成18年5月18日 (2006.5.18)		
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)	(72) 発明者	小柳 直樹 千葉県千葉市緑区大野台一丁目1番1号 昭和電工株式会社研究開発センター内
		(72) 発明者	庄内 智博 千葉県千葉市緑区大野台一丁目1番1号 昭和電工株式会社研究開発センター内
		(72) 発明者	坂口 泰之 千葉県千葉市緑区大野台一丁目1番1号 昭和電工株式会社研究開発センター内

最終頁に続く

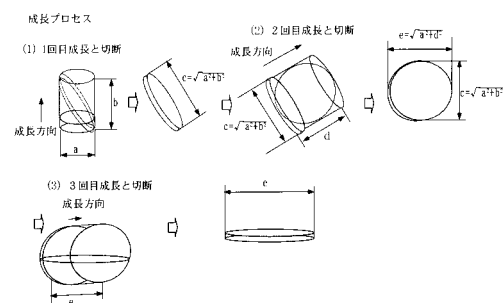
(54) 【発明の名称】 炭化珪素単結晶の製造方法

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 結晶欠陥を損なうことなく、かつ効率よく結晶の大型化を達成できる炭化珪素単結晶の成長方法を提供する。

【解決手段】 次のA～Fの工程を有する炭化珪素単結晶の製造方法である。A. 炭化珪素単結晶からなる種結晶に炭化珪素単結晶を成長させる。B. 成長した炭化珪素単結晶を成長方向と平行もしくは斜めにして、かつ成長方向に対し垂直断面における長軸方向に切断することにより第二の種結晶を得る。C. 第二の種結晶を用い、その断面の長軸の長さよりも厚く炭化珪素単結晶を成長させる。D. 第二の種結晶に成長した炭化珪素単結晶を、成長方向と平行もしくは斜め方向にして、かつ成長方向に対し垂直断面における長軸方向に切断して第三の種結晶を得る。E. 第三の種結晶を用いて炭化珪素単結晶を成長させる。F. 第三の種結晶に成長した炭化珪素単結晶から{0001}結晶面が露出するように切断して炭化珪素単結晶を得る。

【選択図】 図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

次の A～D の工程を有する炭化珪素単結晶の製造方法。

A. 炭化珪素単結晶からなる種結晶に炭化珪素単結晶を成長させる。

B. 成長した炭化珪素単結晶を成長方向と平行もしくは斜めにして、かつ成長方向に対し垂直断面における長軸方向に切断することにより第二の種結晶を得る。

C. 第二の種結晶を用い、その断面の長軸の長さよりも厚く炭化珪素単結晶を成長させる。

D. 第二の種結晶に成長した炭化珪素単結晶を、成長方向と平行もしくは斜め方向にして、かつ成長方向に対し垂直断面における長軸方向に切断して第三の種結晶を得る。

E. 第三の種結晶を用いて炭化珪素単結晶を成長させる。

F. 第三の種結晶に成長した炭化珪素単結晶から{0001}結晶面が露出するように切断して炭化珪素単結晶を得る。

10

【請求項 2】

種結晶に炭化珪素単結晶の成長が、該種結晶の面の径よりも大きな厚さに炭化珪素単結晶を成長させる請求項 1 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法

【請求項 3】

上記 B 工程および D 工程における成長方向と平行もしくは斜め方向が、成長方向から 0 度以上 90 度未満である請求項 1 または 2 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 4】

上記 E 工程の成長の厚さが種結晶の面の長軸の長さよりも大きい請求項 1～3 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

20

【請求項 5】

種結晶が請求項 1～4 のいずれかの成長方法で得られたものである請求項 1～4 のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 6】

炭化珪素単結晶の成長が、種結晶の結晶成長部の温度を 1800℃～2300℃、原料炭化珪素の温度を 2000℃～2400℃で前記結晶成長部の温度より高い温度である請求項 1～5 に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1～6 のいずれかの製造方法により得られた単結晶炭化珪素。

30

【請求項 8】

結晶の方位が{0001}もしくは{0001}に対し±30°オフセットがついている請求項 7 に記載の単結晶炭化珪素。

【請求項 9】

請求項 7 または 8 に記載の単結晶炭化珪素を用いた半導体デバイス。

【請求項 10】

請求項 9 の半導体デバイスから構成されたインバータ。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は、炭化珪素単結晶の製造方法に関する。特に大型高品質炭化珪素単結晶を成長させるための結晶成長方法に特徴を有する炭化珪素単結晶の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

炭化珪素は、熱伝導度が高く一般的に耐熱性および機械的強度も優れ、放射線にも強いなど物理的、化学的に安定でありかつエネルギーバンドギャップが広い特徴を持つ材料である。このため高温下でも使用可能な耐環境素子材料、耐放射線素子材料、電力制御用パワー素子材料、短波長発光素子材料等に利用できる。

近年になり特に電力制御用パワー素子として注目されており盛んに開発が進められている

50

。

【0003】

炭化珪素単結晶をこの電力制御用パワー素子として普及させるためには、転位等の欠陥のない結晶であることはもちろんのこと、素子のコストを低減するために大口径のウェーハが必要となっている。

この大口径で欠陥の少ないウェーハを作製するには、大口径でかつ低欠陥密度の種結晶が必要不可欠である。

しかしながら、通常入手可能な高品質炭化珪素種結晶としては、Lely法と呼ばれる種結晶を使用しない昇華再結晶法で作られる結晶（Lely結晶）である。このLely法は、大口径化が難しく、大きくても 1cm^2 程度の結晶しか得られていない。

10

【0004】

これまでに得られてきた大型炭化珪素単結晶は、このLely結晶等を種結晶として用い、改良Lely法と呼ばれる昇華再結晶法を利用し同一方向（主にc軸方向）に繰り返し成長させ、a軸方向を少しずつ大きくしていた。

このためa軸方向への寸法拡大には多くの時間を必要とし、例えば1インチ程度の結晶から2インチの結晶を得るのに1年以上の歳月を必要としていた。

【0005】

上記問題点を解決するために、小さな種結晶をタイルのように張り合わせ成長させる（特許文献1及び2参照）、炭化珪素単結晶を接合して種結晶とする方法（特許文献3参照）、あるいは大口径ウェーハが得られるSi基板をもとに立方晶の炭化珪素を成長させSi基板を除去した後熱処理を加え4H等の六方晶炭化珪素に転換させるという方法（特許文献4参照）が開示されている。

20

【特許文献1】特開平11-268989公報

【特許文献2】特表2003-527298号公報

【特許文献3】特開2001-253799号公報

【特許文献4】特開平11-268995号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

小さな種結晶を貼り合わせそれを種もしくは基板として成長させた場合には貼り合わせの境界面から転位あるいはマイクロパイプといった結晶欠陥が発生し品質を低下させる。また、Si基板を用いて大口径結晶を得た場合にはSiと炭化珪素の格子定数不整合に伴って発生する結晶欠陥が熱処理後も残存するため十分な品質を得ることができない。

30

本発明は、結晶欠陥を損なうことなく、かつ効率よく結晶の大型化を達成できる炭化珪素単結晶の成長方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は、上記の目的を達成するためになされたもので以下の発明からなる。

（1）次のA～Dの工程を有する炭化珪素単結晶の製造方法。

A．炭化珪素単結晶からなる種結晶に炭化珪素単結晶を成長させる。

40

B．成長した炭化珪素単結晶を成長方向と平行もしくは斜めにして、かつ成長方向に対し垂直断面における長軸方向に切断することにより第二の種結晶を得る。

C．第二の種結晶を用い、その断面の長軸の長さよりも厚く炭化珪素単結晶を成長させる。

。

D．第二の種結晶に成長した炭化珪素単結晶を、成長方向と平行もしくは斜め方向にして、かつ成長方向に対し垂直断面における長軸方向に切断して第三の種結晶を得る。

E．第三の種結晶を用いて炭化珪素単結晶を成長させる。

F．第三の種結晶に成長した炭化珪素単結晶から{0001}結晶面が露出するように切断して炭化珪素単結晶を得る。

【0008】

50

(2) 種結晶に炭化珪素単結晶の成長が、該種結晶の面の径よりも大きな厚さに炭化珪素単結晶を成長させる上記(1)に記載の炭化珪素単結晶の製造方法

(3) 上記B工程およびD工程における成長方向と平行もしくは斜め方向が、成長方向から0度以上90度未満である上記(1)または(2)に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

(4) 上記E工程の成長の厚さが種結晶の面の長軸の長さよりも大きい上記(1)～(3)のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

(5) 種結晶が上記(1)～(4)のいずれかの成長方法で得られたものである上記(1)～(4)のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

【0009】

(6) 炭化珪素単結晶の成長が、種結晶の結晶成長部の温度を1800℃～2300℃、原料炭化珪素の温度を2000℃～2400℃で前記結晶成長部の温度より高い温度である上記(1)～(5)のいずれかに記載の炭化珪素単結晶の製造方法。 10

(7) 上記(1)～(6)のいずれかの製造方法により得られた単結晶炭化珪素。

(8) 結晶の方位が{0001}もしくは{0001}に対し±30°オフセットがついている上記(7)に記載の単結晶炭化珪素。

(9) 上記(7)または(8)に記載の単結晶炭化珪素を用いた半導体デバイス。

(10) 上記(9)の半導体デバイスから構成されたインバータ。

【発明の効果】

【0010】

炭化珪素単結晶からなる種結晶に、高温で原料炭化珪素からの蒸気ガスを供給し、炭化珪素単結晶を成長させる単結晶製造方法において、結晶を成長方向に対して平行、あるいは斜めに切断することにより大型種結晶を得る。この種結晶を用いて単結晶の成長、続いてこの単結晶の上記同様の切断によるさらに大型の種結晶の作製、単結晶の成長を繰り返すことにより、結晶性を損なうことなく大型の単結晶を効率よく得ることができる。 20

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

本発明の炭化珪素単結晶の製造方法は基本的には炭化珪素単結晶からなる種結晶に、2000℃以上の高温で原料炭化珪素からの昇華ガスを供給し、種結晶上に炭化珪素単結晶を成長させる方法である。

この成長方法において昇華ガスの代わりにシラン、プロパン等を原料とする化学的気相堆積法(CVD法)あるいはSi融液等を溶媒として成長させる液相成長法等単結晶を成長させる全ての方法に適用できる。 30

【0012】

本発明は種結晶を用いて単結晶を成長させ、そこから種結晶の作製、単結晶の成長、種結晶の作製、単結晶の作製を繰り返すが、この際種結晶の作製を成長した単結晶の切断方向を特別に選択することにより、種結晶を次々に大きくしていくことが特徴である。

即ち、本発明は先ず炭化珪素単結晶からなる種結晶(第一種結晶)に、好ましくはその種結晶の長径よりも大きな長さ(成長厚さ)に炭化珪素単結晶を成長させる。種結晶は円形、楕円形、長方形などで長径は円形の場合は直径、楕円形では長軸の径、長方形では長辺の長さである。したがって、種結晶が円形の場合、長軸は直径ですべて等しいので、切断の際の斜め方向はどの方向でもよい。種結晶はできるだけ結晶欠陥の少ないのを選ぶ。2度目の製造からは本発明で得られた単結晶を用いることができる。 40

【0013】

得られた単結晶から種結晶(第二種結晶)を作製する。この種結晶は単結晶を、その成長方向と平行もしくは成長方向に対し斜めに切断することにより作製する。平行方向もしくは斜めの角度は成長の軸方向に対し0度以上90度未満、より好ましくは0度以上45度以下が望ましい。その理由は切断した傾斜面の成長軸方向の長さをできるだけ長くするためである。

以下第一種結晶が円形で、切断が斜め方向の例について説明する(図2参照)。

第一種結晶が円形で、成長単結晶の切断が斜め方向の場合は第二種結晶は成長方向に対 50

し直角断面は楕円形となる。第一種結晶の円形の直径を a 、単結晶の切断部分の高さを b とすると、第二種結晶の切断面は短軸方向の長さが a 、長軸方向の長さが $a^2 + b^2$ の平方根となる（図 2 の（1））。

この第二種結晶に炭化珪素単結晶を成長させる。成長した単結晶は断面が楕円形の柱状体となる。その長さ（成長厚さ）は長軸の長さよりも長くする。

【0014】

次にこの柱状体から第三の種結晶を作製する。その方法は柱状単結晶を長さ方向に平行、または長さ方向に斜めに切断する。斜めの角度は前記と同様である。断面における切断の方向は種結晶の面積をできるだけ大きくするため楕円形の長軸方向とする。切断した点の単結晶の高さを d とすると、第三の種結晶の面は単軸の長さが $a^2 + b^2$ の平方根、長軸の長さが $a^2 + d^2$ の平方根（ $b < d$ とする）となる（図 2 の（2））。この操作を繰り返すことにより種結晶の面積を次第に大きくすることができる。この第三の種結晶に単結晶を成長させる（図 2 の（3））。この成長は、成長後の単結晶から種結晶を作製しないときは、成長長さは特に制限はないが、用いた種結晶の長軸の長さより、長いことが好ましい。最後に成長単結晶から {0001} 結晶面が露出するように切断して製品としての炭化珪素単結晶を得ることができる。

10

【0015】

なお、上記は第三の種結晶に単結晶を成長させるところまでであるが、ここで成長した単結晶から種結晶を得、これにさらに単結晶を成長させ、以下これを繰り返し、最後に {0001} 結晶面が露出するように切断して製品としての炭化珪素単結晶とすればさらに大型の単結晶が得られる。

20

上記の種結晶を作製する際の切断には外周刃切断、内周刃切断、ワイヤーソー切断等が利用できるがワイヤーソー切断が望ましい。

【0016】

以下図面を参考にして本発明の単結晶の成長方法について具体的に説明する。

本発明による結晶成長装置の一例を図 1 に示す。図 1 をもとに本発明の一実施形態を説明する。図 1 において 1 は真空容器であり石英、ステンレス等高真空を保つ材料で作られている。2 は断熱材、6 は黒鉛るつぼである。結晶成長部となるるつぼ上部には種結晶 4 である炭化珪素種結晶が固定されている。これら黒鉛坩堝および断熱材はハロゲンガスによる精製処理を行った炭素材料を用いるのが好ましい。黒鉛るつぼ 6 の下部には結晶成長に十分な量の炭化珪素原料 5 を貯留できる大きさを有する。るつぼ 6 を加熱するために、るつぼの周囲には高周波加熱コイル 3 が巻かれている。真空容器は 8 を通して真空ポンプにより空気を排気する。また、7 より高純度のアルゴンガスを供給し真空容器内はアルゴン雰囲気減圧状態に保たれる。

30

【0017】

本発明では図 1 に示す炭化珪素単結晶製造装置を用いて、次のように炭化珪素の結晶成長を行う。この時の種結晶としてはアチソン結晶、Lely 結晶、昇華再結晶法による単結晶等が用いられる。結晶方位は {0001}、{10-10}、{11-20} いずれの方位でも良く実質的に同等であればオフセットが付いていてもかまわない。種結晶の最終仕上げとして研磨ダメージを取り除くために、犠牲酸化、リアクティブイオンエッチング、化学機械研磨等を行う事が望ましい。炭化珪素単結晶としてはアチソン法、Lely 法、昇華法で作られた単結晶が用いられる。

40

【0018】

前処理された種結晶をるつぼ蓋に固定しその対向位置に原料となる SiC 粉末をるつぼに充填する。るつぼの周辺に断熱材を設置し加熱炉の所定の位置に置く。加熱方法は高周波加熱が一般的であるが、抵抗加熱でも可能である。加熱温度はるつぼ上部で $1800^{\circ}\text{C} \sim 2200^{\circ}\text{C}$ 、るつぼ下部で $2000^{\circ}\text{C} \sim 2400^{\circ}\text{C}$ になるようにする。成長圧力は $660\text{Pa} \sim 13\text{kPa}$ で行った。

【0019】

このようにして表面処理された種結晶 4 を、結晶成長部の黒鉛るつぼ蓋に機械的または接着による接合方法を用いて固定する。炭化珪素原料粉末 5 を種結晶 4 に対して対向する

50

ように設置した黒鉛るつぼ6を、真空容器1内に置きターボ分子ポンプにて空気を 3×10^{-5} Torrになるまで排気する。その後高純度Arガスにより十分ガス交換を行う。黒鉛るつぼ6の外側にはるつぼを加熱する加熱装置3として例えば高周波コイルが設置されている。この加熱装置3は黒鉛るつぼ6内の炭化珪素原料5を、昇華ガスが発生する、たとえば1900℃以上の温度に加熱する装置である。

【0020】

なお、該加熱装置は抵抗加熱方式のものでも良い。また、るつぼを高温状態に維持するために、例えば炭素繊維製断熱材2でカバーしておくことが好ましい。加熱時にはAr雰囲気700 Torrという環境で、種結晶のある結晶成長部の温度を1800～2300℃に加熱し、炭化珪素原料のある高温部の温度は結晶成長部温度より高い2000℃～2400℃になるようコイル位置等を調節する。 10

成長圧力は徐々に10～150 Torrまで減圧し、0.5～1 mm/h程度の成長速度で結晶を成長させる。この成長過程において、必要に応じて窒素やアルミニウムといった不純物を加えても良い。成長終了後、成長圧力を元の700 Torrに戻しるつぼを冷却する。

【0021】

成長終了後、取り出された結晶は、外周刃、ワイヤーソー等を用いて、成長方向に対して平行もしくは斜め方向に切断される。この時の厚さは、0.5～5 mm程度になるよう調節される。切り出された結晶ははじめに準備された方法と同じ研磨方法、前処理方法を行い次の成長の種結晶を用意する。これを繰り返し所定の大きさまで結晶を拡大した後、X線回折装置にて結晶方位を確認し、必要な結晶面が出るよう切断加工、研磨加工を行い大口径種結晶もしくは大口径ウエーハとする。 20

本願発明の製造方法によって得られた炭化珪素単結晶の大口径ウエーハを用いると、その上に、炭化珪素系の半導体層を有する半導体デバイスを生産性高く製造することが可能となる。炭化珪素系の半導体層はワイドバンドギャップであるため、高耐圧で、高温下でも動作可能である。すなわち、炭化珪素系の半導体層を用いてスイッチング素子等の半導体デバイスを形成することにより、小型で、高性能のインバータを生産性高く提供することが可能となる。

【実施例】

【0022】

30

以下実施例を示すが本願発明は実施例に限定されるものではない。

(実施例1)

(000-1) 面が露出した4H-炭化珪素単結晶を種結晶基板(直径50 mm、厚さ0.4 mm)を、硫酸-過酸化水素混合溶液で110℃、10分、超純水による流水洗浄5分、アンモニア、過酸化水素混合溶液にて10分、洗浄超純水による流水洗浄5分、塩酸及び過酸化水素混合溶液にて10分、洗浄超純水による流水洗浄5分、さらにHF溶液にて洗浄した。その後、1200℃で表面を酸化した後再度HF洗浄を行ない種結晶とした。

黒鉛製の内径50 mm、深さ95 mmのるつぼに、炭化珪素原料粉末(昭和電工製#240)を高さ60 mmになるよう充填した。ついで黒鉛製のるつぼ蓋下面に前記種結晶を貼り付け保持した。 40

【0023】

この蓋をるつぼ開口部に配置し、この黒鉛るつぼ全体を炭素繊維製断熱材で包み、高周波加熱炉内の反応容器にセットした。ガス排出口8より反応管内を 5×10^{-5} Torrに減圧後、不活性ガス導入口7よりアルゴンガスを常圧まで充填した後、再度ガス排出口より 5×10^{-5} Torrまで減圧し反応管内の空気を追い出した。そして不活性ガス導入口よりアルゴンガスを再度700 Torrまで充填し、黒鉛るつぼ上部が2200℃、下部が2250～2300℃になるまで昇温する。その後ガス排出口よりガスを排出し、アルゴン雰囲気圧力を5.3 kPaに減圧し、成長を20時間行った。この時点で一旦成長を終了させ原料粉末を入れ替えてから同様の操作を5回繰り返し成長長さが100 mmにな 50

るまで成長を行った。

【0024】

得られた結晶を成長方向に対して垂直に切断し、鏡面研磨し次の成長の種結晶とした。このときの大きさは50mm×100mm（長方形）となった。厚さは1mmである。

これを種結晶にして上記と同様の成長の成長を行い長さを111mmにした。これを垂直で100mm側の面に平行に切断して種結晶とした。その面の大きさは100mm×111mmとなった。厚さは1mmである。

この種結晶にさらに成長させ、成長長さを100mmとした。この成長単結晶を{0001}が出るようにX線回折装置にて結晶方位を決め切断し、形を整えることにより直径100mmの単結晶を得た。

10

【0025】

（実施例2）

4H-炭化珪素結晶の（000-1）面に対し10°傾いた結晶を種結晶（直径50mmの円形）として実施例1と同様の成長条件で成長を行った。

この種結晶に第1回目の成長で90mmの長さに成長させた。これを成長方向に対し、30角度で斜めに切断し、切り口は長軸が約100mm、短軸が50mmの楕円の種結晶を得た。厚さは1mmである。これを用いてさらに100mmの長さまで成長させ、その成長体を成長方向に対し傾斜面を45度にし、しかも長軸側に平行にして切断し、長径と短径がほぼ等しい（ほぼ円形）100mmの種結晶を得た。厚さは1mmである。

これを用いてさらに成長させ、長さを100mmとした。この成長体から{0001}が出るようにX線回折装置にて結晶方位を決め切断し、形を整えることにより直径100mmの単結晶を得た。

20

【産業上の利用可能性】

【0026】

炭化珪素は熱伝導性、耐熱性および機械的強度にも優れているので、その単結晶は半導体デバイス、それから構成されたインバータとして各種の用途に用いられる。特に電力制御用パワー素子として注目されている。

【図面の簡単な説明】

【0027】

【図1】本発明に使用した結晶成長装置の断面図の1例である。

30

【図2】結晶切断方向の説明図である。

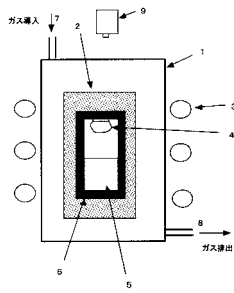
【符号の説明】

【0028】

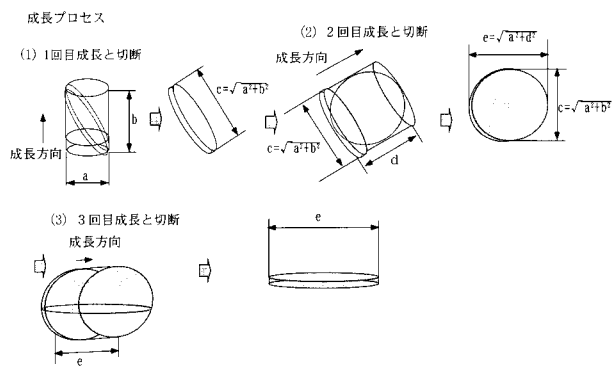
- 1 真空容器
- 2 断熱材
- 3 高周波コイル
- 4 種結晶（結晶成長部）
- 5 炭化珪素原料粉
- 6 黒鉛るつぼ
- 7 ガス導入口
- 8 ガス排出口
- 9 放射温度計

40

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 4G077 AA02 AB02 BE08 DA02 DA18 EA02 FG16 HA02 HA06 HA12
SA01 SA04 SA07