

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7147213号
(P7147213)

(45)発行日 令和4年10月5日(2022.10.5)

(24)登録日 令和4年9月27日(2022.9.27)

(51)国際特許分類 F I
C 3 0 B 15/34 (2006.01) C 3 0 B 15/34
C 3 0 B 29/16 (2006.01) C 3 0 B 29/16

請求項の数 3 (全11頁)

(21)出願番号	特願2018-56165(P2018-56165)	(73)特許権者	000003067 T D K株式会社 東京都中央区日本橋二丁目5番1号
(22)出願日	平成30年3月23日(2018.3.23)	(74)代理人	100088155 弁理士 長谷川 芳樹
(65)公開番号	特開2019-167267(P2019-167267 A)	(74)代理人	100113435 弁理士 黒木 義樹
(43)公開日	令和1年10月3日(2019.10.3)	(74)代理人	100124062 弁理士 三上 敬史
審査請求日	令和2年12月28日(2020.12.28)	(72)発明者	川崎 克己 東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K 株式会社内
		(72)発明者	平林 潤 東京都港区芝浦三丁目9番1号 T D K 株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 E F G法による単結晶育成用のダイ、E F G法による単結晶育成方法及びE F G法による単結晶

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

育成方向に直交する単結晶の断面が矩形断面となる単結晶を得るための、E F G法による単結晶育成用のダイであって、

不純物を添加された原料融液に浸漬される下面と、

種結晶と対向させられ、長辺と前記長辺よりも短い短辺とを有する矩形状の上面と、

前記下面から前記上面へと延在し、前記原料融液を前記下面から前記上面まで上昇させる複数のスリット部と、

を備え、

複数の前記スリット部の前記上面での開口部の長手方向のそれぞれは互いに平行であり、前記上面の前記長辺に対して非平行であり、

複数の前記スリット部は、

矩形状の前記上面の前記長辺に平行な方向に亘って延在する側面を構成する板材と、

前記側面を構成する前記板材の、矩形状の前記上面の前記短辺の側における両端の箇所を支持し、且つ、前記スリット部のそれぞれを仕切り支持する複数の板材と、

により構成され、

複数の前記スリット部の中で、前記上面の外縁部に前記上面での前記開口部が最も近接している前記スリット部の前記上面での前記開口部の前記上面の外縁部からの距離は2 mm以下であり、

互いに隣接する前記スリット部の前記上面での前記開口部の前記長手方向に沿った中心

10

20

線の相互の間隔は2 mm以下であり、

複数の前記スリット部の前記上面での前記開口部の短手方向の長さのそれぞれは2 m m以下であり、

複数の前記スリット部の数は9個以上である、

E F G法による単結晶育成用のダイ。

【請求項2】

複数の前記スリット部の前記上面での前記開口部の前記長手方向のそれぞれは、前記上面の前記短辺に対して平行である、

請求項1に記載のE F G法による単結晶育成用のダイ。

【請求項3】

請求項1又は2に記載のE F G法による単結晶育成用のダイを用いたE F G法による単結晶育成方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、E F G法による単結晶育成用のダイ、E F G法による単結晶育成方法及びE F G法による単結晶に関する。

【背景技術】

【0002】

E F G (Edge-defined Film-fed Growth) 法による単結晶の育成では、育成される単結晶の育成方向に直交する断面の形状が単結晶育成用のダイの上面の形状より規定される。単結晶は、基板として薄板状に加工されて使用されることが多い。単結晶育成用のダイの上面の形状を矩形として矩形断面の単結晶を育成すると、育成後に単結晶を基板に加工する際の加工ロスを大幅に抑制することができる。このため、E F G法は様々な単結晶の育成に用いられている。

【0003】

例えば、特許文献1では、加工ロスの低減のために、厚さ1.1 mm以上の厚板状の単結晶育成を行い、一枚の厚板状の単結晶からスライス加工により複数の薄板状の基板を作製する方法が提案されている。特許文献1の単結晶育成用のダイでは、ダイの上面でのスリットの開口部の長手方向のそれぞれがダイの矩形の上面の長辺に対して平行である複数のスリットが設けられている。

【0004】

ところで、半導体特性や蛍光特性と言った特定の特性を基板に付与する目的で、不純物が単結晶に添加されることがある。付与された特性効果を基板内で均一化するには、添加された不純物が単結晶内で均一に分布することが望ましい。しかし、非特許文献1に記載されているように、スリットからの距離に応じて育成された単結晶の不純物濃度が変動することが知られている。そこで、上記の特許文献1の技術のように複数のスリットが上面に設けられ、互いに隣接するスリットの距離を短くしたダイにより、単結晶を育成することが考えられる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特許第5891028号公報

【非特許文献】

【0006】

【文献】渡辺、他5名、「E F G法による - Ga₂O₃単結晶のドーパント偏析」、第63回応用物理学会春季学術講演会 講演予稿集(2016 東京工業大学 大岡山キャンパス)、応用物理学会、2016年、p.12-013

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 7 】

しかしながら、上記の特許文献 1 のような技術では、育成された単結晶の不純物濃度の均一性が不十分であり、改善が望まれている。

【 0 0 0 8 】

そこで本発明は、育成された単結晶の不純物濃度の均一性を向上させることができる E F G 法による単結晶育成用のダイ、E F G 法による単結晶育成方法及び E F G 法による単結晶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 】

【 0 0 0 9 】

本発明は、育成方向に直交する単結晶の断面が矩形断面となる単結晶を得るための、E F G 法による単結晶育成用のダイであって、不純物を添加された原料融液に浸漬される下面と、種結晶と対向させられ、長辺と長辺よりも短い短辺とを有する矩形形状の上面と、下面から上面へと延在し、原料融液を下面から上面まで上昇させる複数のスリット部とを備え、複数のスリット部の上面での開口部の長手方向のそれぞれは互いに平行であり、上面の長辺に対して非平行であり、複数の前記スリット部は、矩形形状の前記上面の前記長辺に平行な方向に亘って延在する側面を構成する板材と、前記側面を構成する前記板材の、矩形形状の前記上面の前記短辺の側における両端の箇所を支持し、且つ、前記スリット部のそれぞれを仕切り支持する複数の板材と、により構成され、複数の前記スリット部の中で、前記上面の外縁部に前記上面での前記開口部が最も近接している前記スリット部の前記上面での前記開口部の前記上面の外縁部からの距離は 2 mm 以下であり、互いに隣接する前記スリット部の前記上面での前記開口部の前記長手方向に沿った中心線の相互の間隔は 2 mm 以下であり、複数の前記スリット部の前記上面での前記開口部の短手方向の長さのそれぞれは 2 mm 以下であり、複数の前記スリット部の数は 9 個以上である E F G 法による単結晶育成用のダイである。

10

20

【 0 0 1 0 】

この構成によれば、E F G 法による単結晶育成用のダイにおいて、不純物を添加された原料融液に浸漬される下面と、種結晶と対向させられ、長辺と長辺よりも短い短辺とを有する矩形形状の上面と、下面から上面へと延在し、原料融液を下面から上面まで上昇させる複数のスリット部とを備え、複数のスリット部の上面での開口部の長手方向のそれぞれは互いに平行であり、上面の長辺に対して非平行であるため、同じスリット部の開口部の総面積では、スリット部の上面での開口部の長手方向のそれぞれが上面の長辺に対して平行である場合よりも、互いに隣接するスリット部のそれぞれの間隔は短くなり、スリット部のそれぞれの間での不純物の偏析が生じ難くなるため、育成された単結晶の不純物濃度の均一性を向上させることができる。

30

【 0 0 1 1 】

この場合、複数のスリット部の上面での開口部の長手方向のそれぞれは、上面の短辺に対して平行であることが好適である。

【 0 0 1 2 】

この構成によれば、複数のスリット部の上面での開口部の長手方向のそれぞれは、上面の短辺に対して平行であるため、スリット部の上面での開口部の長手方向のそれぞれが上面の長辺に対して平行である場合よりも、互いに隣接するスリット部のそれぞれの間隔は短くなり、育成された単結晶の不純物濃度の均一性を向上させることができる。

40

【 0 0 1 3 】

また、複数のスリット部の中で上面の外縁部に上面での開口部が最も近接しているスリット部の上面での開口部の上面の外縁部からの距離は 2 mm 以下であることが好適である。

【 0 0 1 4 】

この構成によれば、複数のスリット部の中で上面の外縁部に上面での開口部が最も近接しているスリット部の上面での開口部の外縁部からの距離は 2 mm 以下であるため、育成された単結晶の不純物濃度が均一化する領域を拡大させることができる。

【 0 0 1 5 】

50

また、互いに隣接するスリット部の上面での開口部の長手方向に沿った中心線の相互の間隔は2 mm以下であることが好適である。

【0016】

この構成によれば、互いに隣接するスリット部の上面での開口部の長手方向に沿った中心線の相互の間隔は2 mm以下であるため、育成された単結晶の不純物濃度の均一性をより向上させることができる。

【0017】

また、複数のスリット部の上面での開口部の短手方向の長さのそれぞれは2 mm以下であることが好適である。

【0018】

この構成によれば、複数のスリット部の上面での開口部の短手方向の長さのそれぞれは2 mm以下であるため、スリット部が原料融液を下面から上面まで上昇させる高さを増加させることができる。

【0019】

一方、本発明は、上記本発明のEFG法による単結晶育成用のダイを用いたEFG法による単結晶育成方法である。

【0020】

この構成によれば、EFG法により不純物濃度の均一性を向上させた単結晶を育成することができる。

【0021】

また、本発明は、単結晶の育成方向に直交する断面において、断面の外縁部から1 mmの距離の範囲を除いた領域における不純物濃度の変動係数が30%以下である上記本発明のEFG法による単結晶育成方法によって育成されたEFG法による単結晶である。

【0022】

この構成によれば、不純物濃度の均一性が向上され、特性がより均一化した単結晶を提供することができる。

【発明の効果】

【0023】

本発明のEFG法による単結晶育成用のダイ、EFG法による単結晶育成方法及びEFG法による単結晶によれば、育成された単結晶の不純物濃度の均一性を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0024】

【図1】実施形態に係るEFG法による坩堝、EFG法による単結晶育成用のダイ及びEFG法による単結晶を示す斜視図である。

【図2】図1のEFG法による坩堝及びEFG法による単結晶育成用のダイの縦断面図である。

【図3】実施形態に係るEFG法による単結晶育成用のダイの平面図である。

【図4】従来のEFG法による単結晶育成用のダイの平面図である。

【図5】実施例に係るEFG法による単結晶育成用のダイの諸元を示す表である。

【図6】比較例に係るEFG法による単結晶育成用のダイの諸元を示す表である。

【図7】実施例に係るEFG法による単結晶の不純物濃度を示すグラフである。

【図8】比較例に係るEFG法による単結晶の不純物濃度を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0025】

以下、本発明の実施形態について図面を用いて詳細に説明する。本実施形態のEFG法による単結晶育成用のダイ及びEFG法による単結晶育成方法は、EFG法により、例えば、 Ga_2O_3 単結晶の育成を行うためのものである。図1及び図2に示すように、EFG法による単結晶製造装置10は、 Ga_2O_3 系等の原料融液12を収容する坩堝11と、坩堝11の中に設置されたEFG法による単結晶育成用のダイ1と、ダイ1の上面

10

20

30

40

50

5を除く坩堝11の上面を覆う蓋13と、Ga₂O₃系等の種結晶15を保持する種結晶保持具16と、種結晶保持具16を昇降可能に支持するシャフト17とを備える。

【0026】

坩堝11は不図示の加熱手段により加熱され、例えば、Ga₂O₃の融点を越える1800以上まで昇温させられる。坩堝11の中に收容されたSn等の添加物の添加濃度0.016mol%のGa₂O₃系等の固体原料は、昇温過程で融解しGa₂O₃系等の原料融液12へと変化する。坩堝11及びEFG法による単結晶育成用のダイ1は、Ga₂O₃系等の原料融液12を收容し得る耐熱性を有するイリジウム系金属材料からなる。蓋13は、坩堝11からGa₂O₃系等の原料融液12が蒸発することを抑制し、さらにはGa₂O₃系等の種結晶15等にGa₂O₃系等の原料融液12の蒸気が付着することを防ぐ。

10

【0027】

EFG法による単結晶育成用のダイ1は、Sn等の不純物を添加されたGa₂O₃系等の原料融液12に浸漬される下面2と、Ga₂O₃系等の種結晶15と対向させられ、長辺3と長辺3よりも短い短辺4とを有する矩形形状の上面5と、下面2から上面5へと延在し、原料融液12を下面2から上面5まで上昇させる複数のスリット部6とを備える。なお、矩形形状の上面5とは、例えば、上面5の長辺3と短辺4とによる角部が厳密な90°の角度以外の角度をなすものや、角部が丸みを帯びているものも含まれる。

【0028】

図1、図2及び図3に示すように、複数のスリット部6の上面5での開口部7は長手方向71と短手方向7sとを有する矩形形状である。複数のスリット部6の上面5での開口部7の長手方向71のそれぞれは互いに平行であり、上面5の長辺3に対して非平行である。具体的には、複数のスリット部6の上面5での開口部7の長手方向71のそれぞれは、上面5の短辺4に対して平行である。なお、開口部7が矩形形状とは、例えば、開口部7の長手方向71と短手方向7sとによる角部が厳密な90°の角度以外の角度をなすものや、角部が丸みを帯びているものも含まれる。

20

【0029】

図3に示すように、複数のスリット部6の中で上面5の外縁部5eに上面5での開口部7が最も近接しているスリット部6の上面5での開口部7の上面5の外縁部5eからの距離は2mm以下である。互いに隣接するスリット部6の上面5での開口部7の長手方向71に沿った中心線7cの相互の間隔のそれぞれは等しく、且つ2mm以下である。複数のスリット部6の上面5での開口部7の短手方向7sの長さのそれぞれは2mm以下である。互いに隣接するスリット部6の上面5での開口部7の相互の間隔のそれぞれは等しく、且つ2mm以下である。なお、スリット部6の開口部7の間隔及び間隔のそれぞれは必ずしも等しくなくともよい。

30

【0030】

以下、本実施形態のEFG法による単結晶育成用のダイ1を用いたEFG法による単結晶育成方法について説明する。図2に示すように、単結晶育成用のダイ1は、ダイ1の下面2が、坩堝11に收容され、Sn等の不純物を添加されたGa₂O₃系等の原料融液12に浸漬するように坩堝11の中に設置される。Ga₂O₃系等の原料融液12は、毛細管現象によりスリット部6の内部を上昇し、ダイ1の上面5に達する。

40

【0031】

ダイ1の上面5が育成に適した温度になるよう不図示の加熱手段の出力調整が行われる。図1に示すように、シャフト17が下降させられ、種結晶保持具16に保持されたGa₂O₃系等の種結晶15とダイ1の上面5に達したGa₂O₃系等の原料融液12とが接触させられる。シャフト17が上昇させられ、Ga₂O₃系等の原料融液12と接触したGa₂O₃系等の種結晶15を引き上げることにより、ダイ1の上面5から育成方向Dに沿ってGa₂O₃系等の単結晶14が成長する。

【0032】

上記の本実施形態のEFG法による単結晶育成用のダイ1を用いたEFG法による単結

50

晶育成方法により、例えば、単結晶 1 4 の育成方向 D に直交する断面において、断面の外縁部から 1 mm の距離の範囲を除いた領域における不純物濃度の変動係数が 3 0 % 以下である E F G 法による単結晶 1 4 が育成される。

【 0 0 3 3 】

本実施形態によれば、E F G 法による単結晶育成用のダイ 1 において、不純物を添加された原料融液 1 2 に浸漬される下面 2 と、種結晶 1 5 と対向させられ、長辺 3 と長辺 3 よりも短い短辺 4 とを有する矩形状の上面 5 と、下面 2 から上面 5 へと延在し、原料融液 1 2 を下面 2 から上面 5 まで上昇させる複数のスリット部 6 とを備え、複数のスリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 のそれぞれは互いに平行であり、上面 5 の長辺 3 に対して非平行であるため、同じスリット部 6 の開口部 7 の総面積では、スリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 のそれぞれが上面 5 の長辺 3 に対して平行である場合よりも、互いに隣接するスリット部 6 の開口部 7 のそれぞれの間隔は短くなり、スリット部 6 のそれぞれの間での不純物の偏析が生じ難くなるため、育成された単結晶 1 4 の不純物濃度の均一性を向上させることができる。

10

【 0 0 3 4 】

また、本実施形態によれば、複数のスリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 のそれぞれは、上面 5 の短辺 4 に対して平行であるため、スリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 のそれぞれが上面 5 の長辺 3 に対して平行である場合よりも、互いに隣接するスリット部 6 の開口部 7 のそれぞれの間隔は短くなり、育成された単結晶 1 4 の不純物濃度の均一性を向上させることができる。さらに、スリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 のそれぞれが上面 5 の長辺 3 に対して平行である場合よりも、スリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 の長さが短くなるため、ダイ 1 がより変形し難く、ダイ 1 の耐久性を向上させることができる。

20

【 0 0 3 5 】

また、本実施形態によれば、複数のスリット部 6 の中で上面 5 の外縁部 5 e に上面 5 での開口部 7 が最も近接しているスリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の外縁部 5 e からの距離は 2 mm 以下であるため、育成された単結晶 1 4 の不純物濃度が均一化する領域を拡大させることができる。

【 0 0 3 6 】

例えば、特許文献 1 の段落 (0 0 0 6) に記載されているように、ダイの上面での複数のスリットの開口部の長手方向のそれぞれがダイの矩形の上面の長辺に対して平行である従来の技術では、ダイを構成する板材の板厚が 1 mm 以下だと反りが発生し、精度よくダイを製造するには 2 . 4 mm 以上の板厚の板材が必要である。つまり、従来の技術では、ダイの上面の長辺に平行な方向の長い距離に亘って延在するダイの最も広い側面を構成する板材は、ダイの上面の短辺の側における両端の二箇所のみで支持されているため、ダイの機械的強度が低く、板材の板厚を厚くする必要がある。そのため従来の技術では、距離を 2 mm 以下とすることは困難である。

30

【 0 0 3 7 】

一方、本実施形態では、ダイ 1 の上面 5 の長辺 3 に平行な方向の長い距離に亘って延在するダイ 1 の最も広い側面を構成する板材は、ダイ 1 の短辺 4 の側における両端の二箇所その他に、スリット部 6 のそれぞれを仕切る板材によっても支持される。つまり、本実施形態では、ダイ 1 の最も広い側面を構成する板材の支持点が多く且つ支持点がダイ 1 の全体に分散しているため、ダイ 1 の全体の機械的な強度が向上し、薄い板厚の板材でもダイ 1 を精度良く製造することができる。

40

【 0 0 3 8 】

また、本実施形態によれば、互いに隣接するスリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 に沿った中心線 7 c の相互の間隔は 2 mm 以下であるため、育成された単結晶 1 4 の不純物濃度の均一性をより向上させることができる。

【 0 0 3 9 】

スリット部のそれぞれを仕切る板材についても、特許文献 1 に記載されているような従

50

来の技術では、スリット部のそれぞれを仕切る板材は、ダイの上面の短辺の側における両端の二箇所のみで支持され、ダイの上面の長辺に平行な方向の長い距離に亘って延在するため、スリット部のそれぞれを仕切る板材に反りが発生した場合の影響が大きく、反りを防ぐために板材の板厚を厚くする必要がある。そのため従来の技術では、間隔を2 mm以下とすることは困難である。

【0040】

一方、本実施形態では、ダイ1の上面5の長辺3の側において、スリット部6のそれぞれを仕切る板材が支持される板材の両端の二箇所の距離が、従来のダイ1の上面5の長辺3に平行な方向の距離よりも短い短辺4に平行な方向の距離となるため、同じ曲率半径の反りが発生したとしても、その影響が軽微となり、スリット部6のそれぞれを仕切る板材の板厚を薄くすることが可能となる。

10

【0041】

また、本実施形態によれば、複数のスリット部6の上面5での開口部7の短手方向7sの長さのそれぞれは2 mm以下であるため、スリット部6が原料融液12を下面2から上面5まで上昇させる高さを増加させることができる。

【0042】

また、本実施形態によれば、EFG法により不純物濃度の均一性を向上させた単結晶14を育成することができる。また、本実施形態によれば、不純物濃度の均一性が向上され、特性がより均一化した単結晶14を提供することができる。

20

【0043】

以上、本発明の実施形態について説明したが、本発明は上記実施形態に限定されることなく様々な形態で実施される。例えば、複数のスリット部6の上面5での開口部7の形状及び配置は適宜変更され得る。

【0044】

(実施例)

上述したEFG法による単結晶製造装置10及びEFG法による単結晶育成用のダイ1を用いて、不純物としてSnを添加されたGa₂O₃系の単結晶14の育成が行われた。ダイ1の各部位の寸法又は数量は図5に示した通りである。単結晶育成用のダイ1に形成された複数のスリット部6により上昇させられたGa₂O₃系の原料融液12は一体となってダイ1の上面5に拡がり、直胴部分の断面形状が幅約57 mm、厚さ約18 mm、直胴部分の長さが約112 mmとなる厚板状のGa₂O₃系の単結晶14が成長した。

30

【0045】

成長した単結晶14から直胴部分が切り出され、長さ方向(育成方向D)に交差する断面で二分割された後、得られた厚さ約18 mmの2つの単結晶ブロックのそれぞれがマルチソーによる切断面が結晶主面と平行となるように18枚の平板に切断された。2つの単結晶ブロックのそれぞれが18枚の平板に切断された後、さらに平板のそれぞれの両面が研磨加工され、厚さ0.4 mmの単結晶基板が一つの単結晶14から36枚作製された。

【0046】

得られた36枚の単結晶基板のうち、単結晶育成時に最も単結晶14の外側に位置し、結晶性の低い4枚を除いた32枚の単結晶基板中のSn濃度がSIMS (Secondary Ion Mass Spectrometry、二次イオン質量分析法)により測定された。つまり、単結晶14の育成方向Dに直交する断面において、断面の外縁部から1 mmの距離の範囲を除いた領域の不純物であるSn濃度が測定された。測定結果を図7に示す。図7のグラフの横軸は、厚板状に育成したGa₂O₃系の単結晶14を結晶主面と平行に切断して得た単結晶基板の厚さ方向の順番を示す。図7のグラフの縦軸は、32枚の単結晶基板のSn濃度の各測定値を基板32枚のSn濃度の平均値で除した値を示す。32枚の単結晶基板の変動係数(Cv)、即ちSn濃度の標準偏差を平均値で割った値は30%以下の12.1%であった。つまり、実施例のダイ1により育成された単結晶14の不純物濃度の均一性が高いことが判る。

40

【0047】

50

また上記の単結晶 1 4 の育成を 1 2 回以上繰り返して行われたが、単結晶育成用のダイ 1 の形状に顕著な変化は認められなかった。つまり、単結晶育成用のダイ 1 は変形し難く、耐久性にも優れることが判る。

【 0 0 4 8 】

(比較例)

比較例として用いた単結晶育成用のダイ 2 0 の平面図を図 4 に示す。ダイ 2 0 では、複数のスリット部 6 の上面 5 での開口部 7 の長手方向 7 1 のそれぞれは、上面 5 の長辺 3 に対して平行である。スリット部 6 の開口部 7 の間隔 及び間隔 のそれぞれは等しい。ダイ 2 0 の各部位の寸法又は数量は図 6 に示した通りである。単結晶育成用のダイ 2 0 以外は、実施例と全く同じ条件で単結晶 1 4 の育成が行われ、一つの単結晶から最終的に厚さ 0 . 4 mm に研磨した単結晶基板が 3 6 枚作製された。

10

【 0 0 4 9 】

得られた 3 6 枚の単結晶基板のうち、単結晶育成時に最も単結晶 1 4 の外側に位置し、結晶性の低い 4 枚を除いた 3 2 枚の単結晶基板中の S n 濃度が S I M S により測定された。つまり、単結晶 1 4 の育成方向 D に直交する断面において、断面の外縁部から 1 mm の距離の範囲を除いた領域の不純物である S n 濃度が測定された。測定結果を図 8 に示す。図 8 のグラフの横軸は、厚板状に育成した G a ₂ O ₃ 系の単結晶 1 4 を結晶主面と平行に切断して得た単結晶基板の厚さ方向の順番を示す。図 8 のグラフの縦軸は、3 2 枚の単結晶基板の S n 濃度の各測定値を基板 3 2 枚の S n 濃度の平均値で除した値を示す。3 2 枚の単結晶基板の変動係数 (C v)、即ち S n 濃度の標準偏差を平均値で割った値は 3 0 % を超える 3 5 . 5 % であった。つまり、比較例のダイ 2 0 により育成された単結晶 1 4 の不純物濃度の均一性は低いことが判る。

20

【 0 0 5 0 】

上記の単結晶 1 4 の育成が 6 回繰り返えされた時点から、単結晶育成用のダイ 2 0 の上面 5 の中腹部に歪みが認められ、9 回目以降、外側に位置するスリット部 6 の開口部 7 において、スリット部 6 の中央から供給される G a ₂ O ₃ 系の原料融液 1 2 の量が減少し、ダイ 2 0 の上面 5 の全体に G a ₂ O ₃ 系の原料融液 1 2 が濡れ拡がらない状態となった。つまり、従来の単結晶育成用のダイ 2 0 は変形し易く、実施例のダイ 1 に比べて耐久性で劣ることが判る。

【 符号の説明 】

30

【 0 0 5 1 】

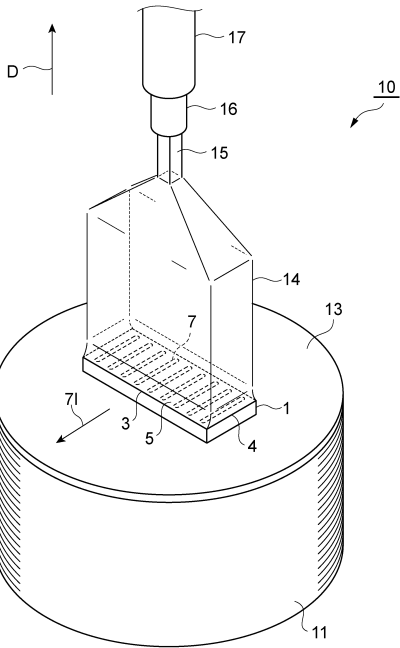
1 ... ダイ、2 ... 下面、3 ... 長辺、4 ... 短辺、5 ... 上面、5 e ... 外縁部、6 ... スリット部、7 ... 開口部、7 1 ... 長手方向、7 s ... 短手方向、7 c ... 中心線、1 0 ... 単結晶製造装置、1 1 ... 坩堝、1 2 ... 原料融液、1 3 ... 蓋、1 4 ... 単結晶、1 5 ... 種結晶、1 6 ... 種結晶保持具、1 7 ... シャフト、2 0 ... ダイ、D ... 育成方向、... 距離、... 間隔、... 長さ、... 間隔。

40

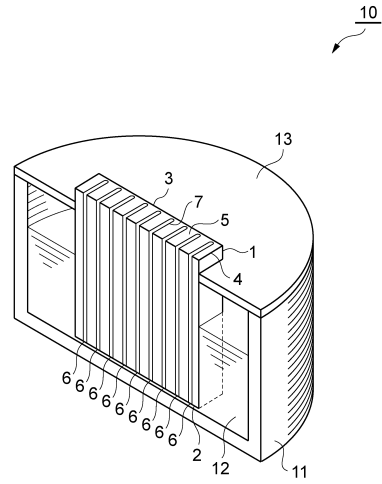
50

【図面】

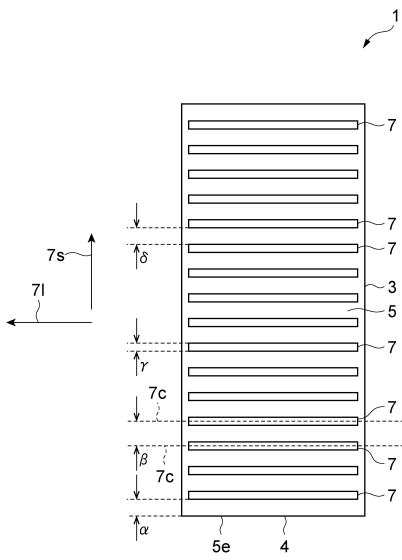
【図 1】



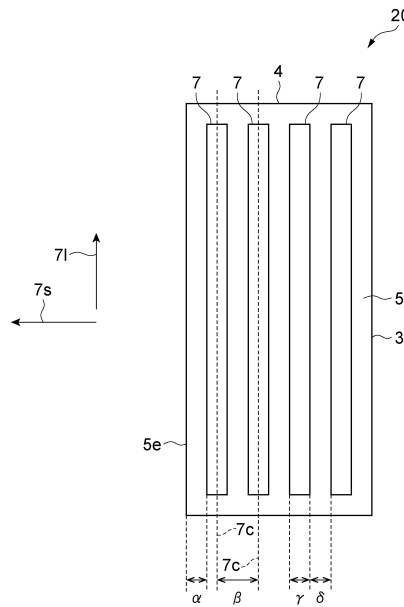
【図 2】



【図 3】



【図 4】



10

20

30

40

50

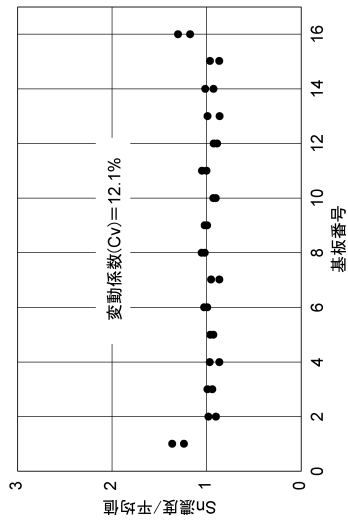
【図 5】

部位	寸法又は数量
ダイの上面の長辺	59.8 mm
ダイの上面の短辺	20.0 mm
スリット部の開口部の長手方向	18.0 mm
スリット部の開口部の短手方向	0.2 mm
隣接するスリット部の開口部の中心線の相互の間隔	1.2 mm
隣接するスリット部の開口部の相互の間隔	1.0 mm
スリット部の開口部のダイの上面の外縁部からの距離	1.0 mm
スリット部の総数	49個

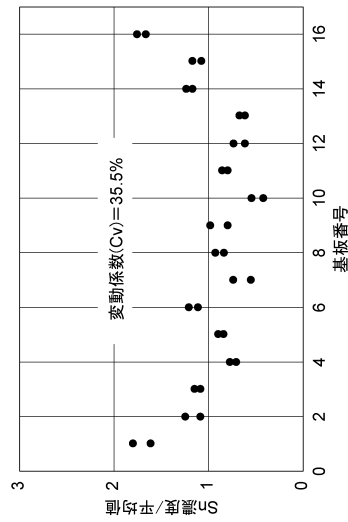
【図 6】

部位	寸法又は数量
ダイの上面の長辺	60.0 mm
ダイの上面の短辺	19.2 mm
スリット部の開口部の長手方向	55.2 mm
スリット部の開口部の短手方向	0.4 mm
隣接するスリット部の開口部の中心線の相互の間隔	2.8 mm
隣接するスリット部の開口部の相互の間隔	2.4 mm
スリット部の開口部のダイの上面の外縁部からの距離	2.4 mm
スリット部の総数	6個

【図 7】



【図 8】



10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (72)発明者 藤田 実
東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内
- (72)発明者 井ノ口 大輔
東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内
- (72)発明者 有馬 潤
東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内
- (72)発明者 近藤 牧雄
東京都港区芝浦三丁目9番1号 TDK株式会社内
- 審査官 高 橋 真由
- (56)参考文献 特開2012-229134(JP,A)
特開2013-124216(JP,A)
特開2017-193472(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C30B 1/00 - 35/00