

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第6068603号  
(P6068603)

(45) 発行日 平成29年1月25日(2017.1.25)

(24) 登録日 平成29年1月6日(2017.1.6)

(51) Int.Cl. F I  
**C 3 O B 29/36 (2006.01)** C 3 O B 29/36 A  
**C 3 O B 15/10 (2006.01)** C 3 O B 15/10

請求項の数 7 (全 12 頁)

|            |                                   |           |                    |
|------------|-----------------------------------|-----------|--------------------|
| (21) 出願番号  | 特願2015-223964 (P2015-223964)      | (73) 特許権者 | 000006633          |
| (22) 出願日   | 平成27年11月16日(2015.11.16)           |           | 京セラ株式会社            |
| (62) 分割の表示 | 特願2012-61980 (P2012-61980)<br>の分割 |           | 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 |
| 原出願日       | 平成24年3月19日(2012.3.19)             | (72) 発明者  | 久芳 豊               |
| (65) 公開番号  | 特開2016-28015 (P2016-28015A)       |           | 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 |
| (43) 公開日   | 平成28年2月25日(2016.2.25)             | (72) 発明者  | 京セラ株式会社内           |
| 審査請求日      | 平成27年12月3日(2015.12.3)             | (72) 発明者  | 柴田 和也              |
|            |                                   |           | 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 |
|            |                                   | (72) 発明者  | 堂本 千秋              |
|            |                                   |           | 京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地 |
|            |                                   |           | 京セラ株式会社内           |
|            |                                   | 審査官       | 田中 則充              |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結晶成長装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭素を含む珪素の融液を内部に收容する結晶成長用坩堝と、  
 前記結晶成長用坩堝の開口部から前記内部に出し入れ可能な保持部材と、  
 前記保持部材の下端面に配されている炭化珪素からなる種結晶と、を備え、  
 前記結晶成長用坩堝は、内壁面から中央部を取り囲むように伸びている第1抑制板を有してあり、

前記保持部材は、外周面から前記結晶成長用坩堝の内壁面側に向かって伸びている第2抑制板を有している、結晶成長装置。

【請求項2】

前記第2抑制板は、前記第1抑制板の上方に位置している、請求項1に記載の結晶成長装置。

【請求項3】

前記結晶成長用坩堝の前記開口部から前記内部に前記種結晶を入れたとき、上面視において、前記第2抑制板の外側の縁は、前記種結晶の外周と重なるか、または前記種結晶の外周よりも前記結晶成長用坩堝の内壁面側に位置する、請求項1または2に記載の結晶成長装置。

【請求項4】

前記結晶成長用坩堝の前記開口部から前記内部に前記種結晶を入れたとき、上面視において、前記第2抑制板の外側の縁は、前記第1抑制板の内側の縁と重なるか、または前記

第1抑制板の内側の縁よりも前記結晶成長用坩堝の内壁面側に位置する第1抑制板と重なるように位置する、請求項1～3のいずれかに記載の結晶成長装置。

【請求項5】

前記保持部材の前記第2抑制板の上方に位置しており前記保持部材に沿って上下に移動可能であるとともに、前記結晶成長用坩堝の前記開口部から前記内部に前記種結晶を入れて前記第2抑制板が前記開口部よりも下方に位置したときに、外周部が前記結晶成長用坩堝の前記開口部の縁部に当接する蓋部材をさらに備える、請求項1～4のいずれかに記載の結晶成長装置。

【請求項6】

前記蓋部材は、前記保持部材が挿通可能な貫通孔を有しており、

前記貫通孔は、前記第2抑制板よりも小さい、請求項5に記載の結晶成長装置。

10

【請求項7】

前記結晶成長用坩堝の前記開口部から前記内部に前記種結晶を入れたとき、上面視において、前記融液の液面は、前記第1抑制板および前記第2抑制板によって覆われている、請求項1～6のいずれかに記載の結晶成長装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、溶液法によって炭化珪素の結晶を成長させる結晶成長装置、結晶成長方法および結晶成長用坩堝に関する。

20

【背景技術】

【0002】

炭素と珪素の化合物である炭化珪素（Silicon Carbide：以下、「SiC」ということがある。）は、バンドギャップが珪素よりも広く、絶縁破壊に至る電界強度が大きく、耐電圧特性に優れ、さらに熱伝導性、耐熱性、耐薬品性および耐放射線性等にも優れている。このような種々の利点を有するSiCの結晶は、原子力を含む重電分野、自動車および航空を含む運輸分野、家電分野、並びに宇宙分野等の幅広い分野において注目されている。

【0003】

SiCの単結晶を成長させる方法としては、溶液法が知られている（例えば、特許文献1参照）。溶液法は、SiCからなる種結晶の上面を保持部材によって保持しつつ、その下面を坩堝に収容している炭素を含む珪素の融液に接触させ、その後、種結晶を引き上げることによって、種結晶の下面に融液からSiCの単結晶を成長させる方法であり、SiC単結晶の大型化または長尺化が期待されている。特許文献1では、このような溶液法を実施するために、所定の結晶成長装置を用いている。

30

【0004】

しかし、特許文献1に記載されているような従来の結晶成長装置を用いて溶液法を行うと、種結晶に多結晶等からなる雑晶が成長し易いという問題があった。雑晶は、種結晶の側面付近に成長し易く、その成長速度は、通常、単結晶の成長速度よりも速い。それゆえ種結晶に雑晶が成長すると、単結晶の成長が阻害されてしまい、単結晶の大型化または長尺化に対応し難い。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2000-264790号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

本発明の課題は、溶液法によって炭化珪素の結晶を成長させる際に種結晶に雑晶が成長するのを抑制することができる結晶成長装置、結晶成長方法および結晶成長用坩堝を提供

50

することである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明の結晶成長装置は、炭素を含む珪素の融液を内部に収容する結晶成長用坩堝と、前記結晶成長用坩堝の開口部から前記内部に出し入れ可能な保持部材と、前記保持部材の下端面に配されている炭化珪素からなる種結晶と、を備え、前記結晶成長用坩堝は、内壁面から中央部を取り囲むように伸びている第1抑制板を有しており、前記保持部材は、外周面から前記結晶成長用坩堝の内壁面側に向かって伸びている第2抑制板を有している。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、溶液法によってSiCの結晶を成長させる際に種結晶に雑晶が成長するのを抑制し、SiC単結晶を大型化または長尺化することができるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】本発明の一実施形態に係る結晶成長装置を示す概略説明図である。

【図2】図1の結晶成長装置における結晶成長用坩堝の近傍を示す部分拡大図である。

【図3】図1の結晶成長装置における種結晶を上面視した図であり、(a)は第2抑制板を省略して示す図であり、(b)は第2抑制板を省略せずに示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

<結晶成長用坩堝>

以下、本発明の一実施形態に係る結晶成長用坩堝（以下、「坩堝」と言うことがある。）について、図1～図3を用いて詳細に説明する。

【0013】

図1に示すように、本実施形態の坩堝6は、後述する結晶成長装置1が備えるものである。本実施形態の坩堝6は、図2に示すように、上方から順に開口部61、壁面62および底部63を有する。壁面62は、外壁面621および内壁面622を有する。

【0014】

本実施形態の坩堝6は、内壁面622および底部63で構成されている内部6Aに、後述する炭素を含む珪素の融液5を収容する器としての機能を有する。また、本実施形態の坩堝6は、後述する種結晶4の下面4Bを融液5に接触させ、その後、種結晶4を引き上げることによって、下面4Bに融液5からSiCの単結晶を成長させる溶液法に使用するものである。このような坩堝6の構成材料としては、例えば炭素（黒鉛）等が挙げられる。

【0015】

ここで、本実施形態の坩堝6は、内壁面622の高さ方向の途中で該内壁面622から中央部を取り囲むように延びている、融液5からの蒸気の移動を抑制するための第1抑制板64をさらに有する。内壁面622の高さ方向の途中とは、内壁面622のうち内壁面622と底部63との交差部を除くことを意味するものとする。坩堝6がこのような第1抑制板64を有すると、以下の効果を奏することが可能となる。

【0016】

すなわち、本実施形態の坩堝6は、内部6Aに、第1抑制板64よりも下方であって、第1抑制板64の下面64Cから融液5の液面5Aまでの間の距離Lが、種結晶4の厚みTと同じか、または厚みTよりも大きくなるように、融液5を収容するように設定される。これによって、融液5からの蒸気の移動を、融液5の液面5Aよりも上方に位置する第1抑制板64によって抑制することができる。本実施形態の第1抑制板64は、この機能を主機能として有している。

【0017】

そして、本実施形態の第1抑制板64は、さらに次の機能を有する。すなわち、第1抑制板64は、融液5から輻射される熱が、坩堝6の外側へ移動することを抑制する機能を

10

20

30

40

50

有する。そのため、種結晶4の側面4C、融液5の液面5A、および内壁面622で囲まれている空間S内に、融液5から輻射される熱を滞留させることができる。その結果、当該空間Sの温度を下がりやすくすることができ、空間Sの温度を維持することができる。さらに、第1抑制板64は、外気が当該空間Sへ移動してくることを抑制する機能を有する。

**【0018】**

坩堝6は、このような機能を有する第1抑制板64を有することから、種結晶4の側面4C付近を温めることができ、種結晶4の側面4C付近に多結晶等の雑晶が成長するのを抑制することができる。また、内壁面622から第1抑制板64に熱が伝わるので、第1抑制板64の温度を維持することができ、それゆえ融液5からの蒸気等が第1抑制板64

10

**【0019】**

第1抑制板64は、融液5から輻射された熱の温度よりも、融点が高い材料を用いることができる。第1抑制板64としては、融点が、例えば1000以上の材料を用いることができる。具体的に、第1抑制板64としては、例えば、炭素、珪素、炭化珪素、酸化マグネシウム、および酸化チタンなどを用いることができる。特に、第1抑制板64として、炭素、珪素および炭化珪素を用いた場合、融液5に脱落した場合でも融液5の不純物とならず、結晶成長を止める必要がないことから生産性を高くすることができる。

**【0020】**

20

本実施形態の第1抑制板64は、炭素で構成されているとともに、内壁面622と一体に形成されている。これにより、内壁面622から第1抑制板64が脱落するのを抑制することができる。

**【0021】**

また、第1抑制板64を、内壁面622に接着材を介して固定してもよい。接着材としては、例えばカーボン接着材、アルミナまたはジルコニウム等のセラミック材料を含むセラミック接着材等が挙げられる。接着材として融液5の融点よりも高い融点を有するもの採用すると、内壁面622から第1抑制板64が脱落するのを抑制することができる。特に、坩堝6および第1抑制板64が炭素で構成されている場合には、接着材としてカーボン接着材を用いることによって、高い接着強度を得ることができ、第1抑制板64が脱落

30

**【0022】**

本実施形態の第1抑制板64は、図3(a)に示すように、内壁面622の全周にわたって設けられている。これにより、第1抑制板64による上述の効果を高めることができる。なお、本実施形態の効果を奏する限り、第1抑制板64を内壁面622の一部に設けるようにしてもよい。このように第1抑制板64を内壁面622の一部に設けた場合には、種結晶4を融液5に近付ける際または引き上げる際に、第1抑制板64と干渉することを抑制することができる。

**【0023】**

本実施形態の第1抑制板64は、図2に示すように、基端部64Bが内壁面622のうち上部側に位置している。具体的に、上部側は、内壁面622の高さの半分の位置以上に設定することができる。これにより、融液5の量を維持しつつ、上述した距離Lまたは種結晶4の厚みT等の設計自由度を高めることができる。

40

**【0024】**

本実施形態の第1抑制板64は、略水平方向に、すなわち底部63に対して略平行となるように内壁面622に設けられている。これにより、第1抑制板64による上述の効果を高めることができる。具体的には、融液5から輻射された熱が、下方向(融液5の液面5A方向)に反射されやすくすることができる。なお、本実施形態の効果を奏する限り、第1抑制板64を底部63に対して所定の角度で傾斜するように内壁面622に設けてもよい。

50

## 【 0 0 2 5 】

## &lt; 結晶成長装置 &gt;

次に、本発明の一実施形態に係る結晶成長装置について説明する。本実施形態の結晶成長装置 1 は、上述した一実施形態に係る坩堝 6 を備え、この坩堝 6 の内部 6 A で熱的平衡に近い状態を作り出すことによって、S i C の単結晶を成長させるものである。

## 【 0 0 2 6 】

本実施形態の結晶成長装置 1 は、図 1 に示すように、上述した一実施形態に係る坩堝 6 に加え、坩堝 6 を内部下方に收容する坩堝容器 7 と、坩堝 6 と坩堝容器 7 との間に位置する保温材 8 と、坩堝 6 を加熱する加熱機構 1 0 とを備えている。

## 【 0 0 2 7 】

坩堝容器 7 は、坩堝 6 を内部に保持する機能を有する。保温材 8 は、坩堝 6 の外壁面 6 2 1 を覆うとともに、坩堝 6 からの放熱を抑制し、坩堝 6 を一定の温度に保つ機能を有する。

## 【 0 0 2 8 】

加熱機構 1 0 は、坩堝 6 を加熱する機能を有する。本実施形態の加熱機構 1 0 は、電磁波によって坩堝 6 を加熱する電磁誘導加熱方式を採用する。具体的に説明すると、本実施形態の加熱機構 1 0 は、コイル 1 1 および交流電源 1 2 を有する。

## 【 0 0 2 9 】

コイル 1 1 は、導体によって構成されており、坩堝容器 7 の外周部のうち下方領域を螺旋状に巻回している。交流電源 1 2 は、コイル 1 1 に対して交流電流を流せるように、コイル 1 1 と電気的に接続している。なお、交流電源 1 2 に交流電流の電流値が高いものを用いると、坩堝 6 の内部 6 A を設定温度まで加熱する時間を短縮することができる。

## 【 0 0 3 0 】

本実施形態の加熱機構 1 0 による坩堝 6 の加熱は、次のようにして行う。まず、交流電源 1 2 を用いてコイル 1 1 に交流電流を流し、保温材 8 を含む空間に電磁場を発生させる。この電磁場によって、坩堝 6 に誘導電流が流れる。坩堝 6 に流れた誘導電流は、電気抵抗によるジュール発熱およびヒステリシス損失による発熱等の種々の損失によって熱エネルギーに変換される。つまり、坩堝 6 は、誘導電流の熱損失によって加熱される。

## 【 0 0 3 1 】

なお、この電磁場によって融液 5 に誘導電流を流し、融液 5 自体を発熱させてもよい。融液 5 自体を発熱させる場合には、坩堝 6 を発熱させなくてもよい。また、本実施形態の加熱機構 1 0 は、電磁誘導加熱方式を採用しているが、これに代えて、他の方式を採用してもよい。具体例を挙げると、カーボン等の発熱抵抗体で生じた熱を伝熱する伝熱方式等が挙げられる。伝熱方式の加熱機構 1 0 を採用する場合には、坩堝 6 と保温材 8 との間に発熱抵抗体を配置すればよい。

## 【 0 0 3 2 】

結晶成長装置 1 は、S i C からなる種結晶 4 をさらに備えている。本実施形態の種結晶 4 は、図 2 に示すように、下記で説明する保持部材 2 によって保持されている上面 4 A、上面 4 A と反対側に位置しており結晶を成長させる下面 4 B、並びに上面 4 A および下面 4 B のそれぞれと接続している側面 4 C を有する。種結晶 4 の厚み T としては、例えば 1  $\mu$ m 以上 1 mm 以下に設定することができる。

## 【 0 0 3 3 】

結晶成長装置 1 は、図 1 に示すように、坩堝 6 の内部 6 A に位置する融液 5 に種結晶 4 を搬入し、かつ融液 5 の中から成長した S i C の単結晶を搬出する搬入出機構 1 3 をさらに備えている。搬入出機構 1 3 は、坩堝 6 の開口部 6 1 から坩堝 6 の内部 6 A に出し入れ可能な保持部材 2、および動力源 1 4 を有する。

## 【 0 0 3 4 】

保持部材 2 は、その立体形状が、例えば棒状、直方体状等である。本実施形態の保持部材 2 の立体形状は、略円柱状である。また、保持部材 2 は、開口部 6 1 に対応するように位置しており、坩堝 6 側に位置する下端部 2 A を有しており、この下端部 2 A に種結晶 4

10

20

30

40

50

を保持している。

【0035】

そして、保持部材2は、動力源14によって上下方向、すなわちD1方向およびD2方向に移動が制御され、これにより保持部材2のうち下端面2A側に位置する部位が坩堝6の開口部61から坩堝6の内部6Aに出し入れ可能に構成されている。したがって、本実施形態では、保持部材2によって種結晶4および種結晶4の下面4Bに成長したSiC結晶の搬入出が行なわれる。なお、D1方向とは、物理空間上の下方向を意味するものとし、D2方向とは物理空間上の上方向を意味するものとする。

【0036】

保持部材2の構成材料としては、例えば炭素を主成分とする材料等が挙げられ、炭素としては、例えば炭素の多結晶体、炭素を焼成した焼成体等が挙げられる。

10

【0037】

本実施形態の保持部材2は、図2に示すように、下端面2Aに接着材3を設けており、この接着材3を介して種結晶4の上面4Aを保持している。保持部材2の下端面2Aの面積は、種結晶4の上面4Aの面積よりも大きくてもよいし、小さくてもよい。本実施形態では、保持部材2の下端面2Aの面積が、種結晶4の上面4Aの面積よりも小さい。なお、保持部材2の下端面2Aの面積が、種結晶4の上面4Aの面積よりも大きい場合には、種結晶4の上面4A全面を、接着材3を介して保持することができ、保持部材2による保持力を高めることができる。

【0038】

20

保持部材2の下端面2Aの形状としては、端面視において、例えば四角形状等の多角形状、円形状等が挙げられる。本実施形態の保持部材2の下端面2Aの形状は、端面視において、略円形状である。なお、端面視とは、下端面2A側から保持部材2を見た状態を意味するものとする。

【0039】

接着材3としては、例えばカーボン接着材、アルミナまたはジルコニウム等のセラミック材料を含むセラミック接着材等が挙げられる。接着材3として融液5の融点よりも高い融点を有するもの採用することによって、保持部材2から種結晶4が脱落するのを抑制することができる。

【0040】

30

結晶成長装置1は、図1に示すように、加熱機構10の交流電源12と、搬入出機構13の動力源14にそれぞれ接続しているとともに、これらを制御する制御部15をさらに備えている。つまり、本実施形態の結晶成長装置1は、制御部15によって、融液5の加熱および温度制御と、種結晶4の搬入出とを連動して制御している。制御部15は、中央演算処理装置と、メモリ等の記憶装置とを有しており、例えば公知のコンピュータ等からなる。

【0041】

ここで、本実施形態では、坩堝6の開口部61から内部6Aに種結晶4を入れたとき、図3(a)に示す上面視において、第1抑制板64の内側の縁64Aが、種結晶4の外周、すなわち種結晶4の側面4Cよりも内壁面622側に位置する。これにより、第1抑制板64の上述した機能、つまり融液5からの蒸気の移動を抑制し、融液5から輻射される熱の移動を抑制し、空間Sへの外気が移動してくることを抑制する機能を高めることができる。

40

【0042】

なお、上述の上面視において、第1抑制板64の内側の縁64Aは、種結晶4の側面4Cと重なるように位置してもよい。坩堝6の開口部61から内部6Aに種結晶4を入れたときとは、種結晶4の下面4Bを融液5に接触させる位置まで種結晶4を坩堝6の内部6Aに入れた状態を意味するものとする。上面視とは、上面4A側から種結晶4を見た状態を意味するものとする。内側とは、内壁面622を基準として第1抑制板64のうち保持部材2側のことを意味するものとする。

50

## 【 0 0 4 3 】

本実施形態の保持部材 2 は、図 2 に示すように、第 1 抑制板 6 4 の上方に位置しており外周面 2 B から内壁面 6 2 2 側に向かって延びている、融液 5 からの蒸気の移動を抑制するための第 2 抑制板 2 1 を有する。第 2 抑制板 2 1 は、第 1 抑制板 6 4 を補助し、第 1 抑制板 6 4 の上述した機能を高める機能を有する。

## 【 0 0 4 4 】

さらに、第 2 抑制板 2 1 が、次のような位置関係を満たす場合には、第 2 抑制板 2 1 の機能をさらに高めることができる。すなわち、第 2 抑制板 2 1 は、坩堝 6 の開口部 6 1 から内部 6 A に種結晶 4 を入れたとき、図 3 ( b ) に示す上面視において、第 2 抑制板 2 1 の外側の縁 2 1 A が、種結晶 4 の外周、すなわち種結晶 4 の側面 4 C と重なるか、または種結晶 4 の側面 4 C よりも内壁面 6 2 2 側に位置していてもよい。この場合には、例えば、第 1 抑制板 6 4 および保持部材 2 の間から通り抜けてきた蒸気などを、当該第 2 抑制板 2 1 によって移動しにくくすることができる。その結果、第 1 抑制板 6 4 を補助する効果を高めることができる。本実施形態では、上述の上面視において、第 2 抑制板 2 1 の外側の縁 2 1 A は、種結晶 4 の側面 4 C よりも内壁面 6 2 2 側に位置する。なお、外側とは、外周面 2 B を基準として第 2 抑制板 2 1 のうち内壁面 6 2 2 側のことを意味するものとする。

## 【 0 0 4 5 】

坩堝 6 の開口部 6 1 から内部 6 A に種結晶 4 を入れたとき、図 3 ( b ) に示す上面視において、第 2 抑制板 2 1 の外側の縁 2 1 A が、第 1 抑制板 6 4 の内側の縁 6 4 A と重なるか、または第 1 抑制板 6 4 の内側の縁 6 4 A よりも内壁面 6 2 2 側に位置する第 1 抑制板 6 4 と重なるように位置していてもよい。この場合には、第 2 抑制板 2 1 の機能をさらに高めることができる。本実施形態では、上述の上面視において、第 2 抑制板 2 1 の外側の縁 2 1 A は、第 1 抑制板 6 4 の内側の縁 6 4 A よりも内壁面 6 2 2 側に位置する第 1 抑制板 6 4 と重なるように位置する。

## 【 0 0 4 6 】

本実施形態の第 2 抑制板 2 1 は、図 3 ( b ) に示すように、保持部材 2 の外周面 2 B の全周にわたって設けられていてもよい。この構成によっても、第 2 抑制板 2 1 の機能を高めることができる。なお、本実施形態の効果を奏する限り、第 2 抑制板 2 1 を外周面 2 B の一部に設けるようにしてもよい。

## 【 0 0 4 7 】

本実施形態の第 2 抑制板 2 1 は、図 2 に示すように、略水平方向に、すなわち下端面 2 A に対して略平行となるように外周面 2 B に設けられていてもよい。この構成によって、例えば、融液 5 からの蒸気などを下方へ反射しやすくすることができる。第 2 抑制板 2 1 の機能を高めることができる。なお、本実施形態の効果を奏する限り、第 2 抑制板 2 1 を下端面 2 A に対して所定の角度で傾斜するように外周面 2 B に設けてもよい。

## 【 0 0 4 8 】

一方、結晶成長装置 1 は、図 1 および図 2 に示すように、蓋部材 9 をさらに備えていてもよい。蓋部材 9 は、保持部材 2 の第 2 抑制板 2 1 よりも上方に位置している。本実施形態の蓋部材 9 は、その中央部に位置する貫通孔 9 1 を有しており、この貫通孔 9 1 に保持部材 2 を挿通している。これにより、蓋部材 9 は、保持部材 2 に沿って上下に移動可能に構成されている。

## 【 0 0 4 9 】

この貫通孔 9 1 の寸法は、第 2 抑制板 2 1 の寸法によって適宜設定してもよい。すなわち、貫通孔 9 1 の寸法によって、保持部材 2 および貫通孔 9 1 の隙間から第 2 抑制板 2 1 を冷却することができる。このようにして貫通孔 9 1 の寸法を調整することによって、第 2 抑制板 2 1 を冷却して、保持部材 2 の温度を調整することができる。

## 【 0 0 5 0 】

また、本実施形態の蓋部材 9 は、坩堝 6 の開口部 6 1 から内部 6 A に種結晶 4 を入れて第 2 抑制板 2 1 が開口部 6 1 よりも下方に位置したとき、外周部が坩堝 6 の開口部 6 1 の

10

20

30

40

50

縁部61Aに当接するように構成されている。これにより、SiCの単結晶を成長させる際に、例えば、融液5からの蒸気が坩堝6外へ移動しにくくすることができるため、坩堝6の内部6Aを一定の温度に維持することができる。その結果、雑晶または転位等の発生が抑制された高品質なSiCの単結晶を成長させることができる。

#### 【0051】

また、図2に示すように、上面視において、蓋部材9の貫通孔91は、保持部材2よりも大きく、第2抑制板21よりも小さく設定されていてもよい。この場合、蓋部材9を坩堝6の縁部61Aに載置する工程、または蓋部材9を縁部61Aから離す工程を、保持部材2の移動によって行なうことができる。具体的に、蓋部材9を縁部61Aから離す工程は、保持部材2をD2方向に動かして、融液5の中から成長したSiCの単結晶を搬出するときに、蓋部材9が第2抑制板21に接触する。その後、蓋部材9が第2抑制板21によって持ち上げられて、保持部材2とともに坩堝6から離隔することができる。蓋部材9の構成材料としては、坩堝6の構成材料で例示したのと同じ材料を用いることができる。

10

#### 【0052】

##### <結晶成長方法>

次に、本発明の一実施形態に係る結晶成長方法について、上述した一実施形態に係る結晶成長装置1を用いる場合を例にとって説明する。本実施形態の結晶成長方法は、SiCの単結晶を成長させる方法である。

#### 【0053】

本実施形態では、まず、上述した坩堝6、保持部材2および種結晶4を準備する。次に、坩堝6の内部6AにSiCの単結晶の原料、すなわち炭素および珪素を収容するとともに、加熱機構10によって坩堝6を加熱し、坩堝6の内部6AでSiCの単結晶の原料を融解し、坩堝6の内部6Aに炭素を含む珪素の融液5を収容する。

20

#### 【0054】

このとき、坩堝6の内部6Aに、第1抑制板64よりも下方であって、第1抑制板64の下面64Cから融液5の液面5Aまでの間の距離Lが、種結晶4の厚みTと同じか、または厚みTよりも大きくなるように、融液5を収容する。本実施形態では、図1および図2に示すように、坩堝6の内部6Aに、第1抑制板64よりも下方であって、距離Lが種結晶4の厚みTよりも大きくなるように、融液5を収容する場合について説明する。

30

#### 【0055】

収容した融液5は、成長させるSiCの単結晶を構成する元素である珪素が溶媒として溶解している。溶質となる元素(炭素)の溶解度は、溶媒となる元素の温度が高くなるにつれて大きくなる。本実施形態では、融液5の温度を、1300 以上2500 以下に設定する。このような高温下の溶媒に多くの溶質を溶解させた融液5を冷却すると、熱的な平衡を境に溶質が析出する。本実施形態では、この熱的平衡からの温度のずれによる析出を利用して、種結晶4の下面4BにSiCの結晶を成長させる。なお、熱的平衡とは、厳密な熱的平衡を用いるのみでなく、実際には結晶が析出する熱的平衡に近い状態を含むものである。

#### 【0056】

具体的に説明すると、種結晶4の上面4Aを保持部材2によって保持するとともに、保持部材2をD1方向に動かすことによって、坩堝6の開口部61から内部6Aに種結晶4を入れる。この際、第1抑制板64の内側で種結晶4の下面4Bを融液5に接触させる。種結晶4を融液5に接触させる条件としては、種結晶4の下面4Bが融液5に接触可能な限り、特に限定されるものではなく、例えば種結晶4全体を融液5に浸漬してもよい。

40

#### 【0057】

融液5に種結晶4の下面4Bが接触すると、下面4B付近で融液5が冷却され、上述した通り、熱的な平衡を境に溶質が下面4Bに析出する。すなわち、熱的平衡からの温度のずれによる結晶の析出を利用して、種結晶4の下面4BにSiCの単結晶を成長させる。

#### 【0058】

50



このとき、本実施形態では、坩堝 6 の内部 6 A に、第 1 抑制板 6 4 よりも下方であって、第 1 抑制板 6 4 の下面 6 4 C から融液 5 の液面 5 A までの間の距離 L が、種結晶 4 の厚み T よりも大きくなるように、融液 5 を収容していることから、第 1 抑制板 6 4 によって、融液 5 からの蒸気の移動を抑制し、融液 5 から放射される熱の移動を抑制し、空間 S への外気の移動を抑制することができる。その結果、種結晶 4 の側面 4 C 付近を温めることができ、種結晶 4 の側面 4 C 付近に多結晶等の雑晶が成長することを抑制することができる。したがって、本実施形態によれば、種結晶 4 の下面 B に成長させる SiC 単結晶を、大型化または長尺化することが可能となる。

【 0 0 5 9 】

種結晶 4 の下面 4 B に SiC の単結晶が成長し始めた後、保持部材 2 を徐々に D 2 方向に動かすことによって種結晶 4 を引き上げる。これにより、連続して種結晶 4 の下面 4 B に SiC の単結晶を成長させることができる。

【 0 0 6 0 】

このとき、種結晶 4 は、少なくとも下面 4 B が融液 5 に接触している必要がある。ここで、本実施形態において、種結晶 4 の下面 4 B とは、種結晶 4 の下面 4 B に成長した SiC の単結晶の最下端をも含む概念である。したがって、種結晶 4 を引き上げる際には、種結晶 4 の下面 4 B に成長し続けている SiC の単結晶の最下端を融液 5 に接触させる必要がある。なお、保持部材 2 を D 2 方向に動かす速度としては、特に限定されるものではなく、種結晶 4 の下面 4 B に成長する SiC の単結晶の成長速度に応じて適宜設定すればよい。

【 0 0 6 1 】

以上のような各工程を経て、大型化または長尺化された SiC の単結晶が製造される。なお、上述した保持部材 2 を D 1 方向に動かす工程では、種結晶 4 の下面 4 B と融液 5 とが相対的に近づけばよく、例えば融液 5 を下面 4 B に近づけてもよい。これと同様に、保持部材 2 を D 2 方向に動かす工程では、種結晶 4 の下面 4 B と融液 5 とが相対的に遠ざかればよく、例えば融液 5 を種結晶 4 の下面 4 B から遠ざけてもよい。

【 0 0 6 2 】

以上、本発明に係るいくつかの実施形態について説明したが、本発明は上述の実施形態に限定されるものではなく、本発明の範囲内で多くの修正および変更を加えることができるのは言うまでもない。

【 0 0 6 3 】

例えば、上述の一実施形態に係る結晶成長装置 1 では、第 2 抑制板 2 1 は第 1 抑制板 6 4 よりも上方に位置しているが、第 2 抑制板 2 1 による効果が得られる限り、第 2 抑制板 2 1 を第 1 抑制板 6 4 と同じ高さに位置させてもよいし、第 1 抑制板 6 4 よりも下方に位置させてもよい。

【 符号の説明 】

【 0 0 6 4 】

- 1 結晶成長装置
- 2 保持部材
- 2 A 下端面
- 2 B 外周面
- 2 1 第 2 抑制板
- 2 1 A 外側の縁
- 3 接着材
- 4 種結晶
- 4 A 上面
- 4 B 下面
- 4 C 側面
- 5 融液
- 5 A 液面

10

20

30

40

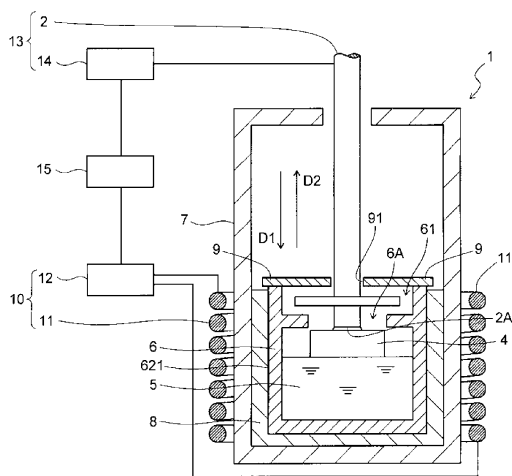
50

- 6 坩堝
- 6 1 開口部
- 6 1 A 縁部
- 6 2 壁面
- 6 2 1 外壁面
- 6 2 2 内壁面
- 6 3 底部
- 6 4 第1抑制板
- 6 4 A 内側の縁
- 6 4 B 基端部
- 6 4 C 下面
- 6 A 内部
- 7 坩堝容器
- 8 保温材
- 9 蓋部材
- 9 1 貫通孔
- 10 加熱機構
- 11 コイル
- 12 交流電源
- 13 搬入出機構
- 14 動力源
- 15 制御部

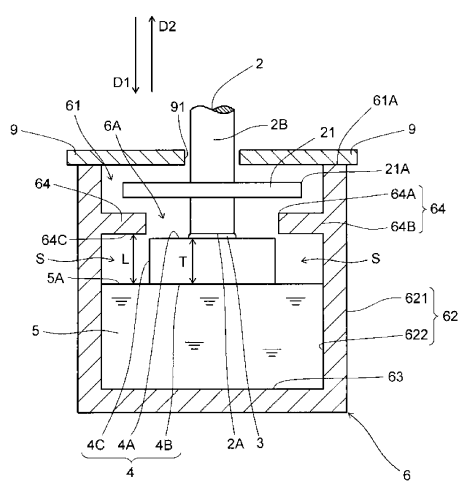
10

20

【図1】

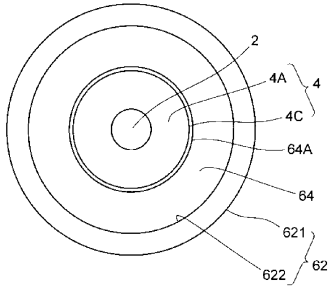


【図2】

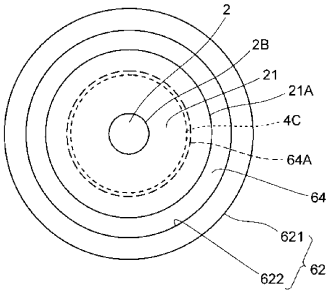


【 図 3 】

(a)



(b)



---

フロントページの続き

(56)参考文献 特開2011-168447(JP,A)  
特開2013-001619(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
C30B1/00 - 35/00