

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6231622号
(P6231622)

(45) 発行日 平成29年11月15日(2017.11.15)

(24) 登録日 平成29年10月27日(2017.10.27)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 17/00 (2006.01) C 3 O B 17/00
C 3 O B 29/36 (2006.01) C 3 O B 29/36 A

請求項の数 11 (全 17 頁)

(21) 出願番号	特願2016-141548 (P2016-141548)	(73) 特許権者	000006633
(22) 出願日	平成28年7月19日 (2016.7.19)		京セラ株式会社
(62) 分割の表示	特願2015-525338 (P2015-525338) 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27年1月29日 (2015.1.29)	(72) 発明者	堂本 千秋
(65) 公開番号	特開2016-179942 (P2016-179942A)		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10月13日 (2016.10.13)	(72) 発明者	京セラ株式会社内
審査請求日	平成28年7月28日 (2016.7.28)		久芳 豊
(31) 優先権主張番号	特願2014-14102 (P2014-14102)		京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
(32) 優先日	平成26年1月29日 (2014.1.29)	(72) 発明者	京セラ株式会社内
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		正木 克明
			京都府京都市伏見区竹田鳥羽殿町6番地
		(72) 発明者	京セラ株式会社内
			林 雄一郎
			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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 結晶の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭化珪素の結晶の製造方法であって、
珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、
前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、
前記溶液の温度を第1温度域まで上げる工程と、
前記溶液の温度を前記第1温度域から第2温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を成長させる第1結晶成長工程と、
前記溶液の温度を前記第2温度域から前記第1温度域まで上げる溶液昇温工程と、
前記溶液の温度を前記第1温度域から前記第2温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第2結晶成長工程と、を備え、
前記第1結晶成長工程の後、前記第2結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第2結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させ、
前記溶液昇温工程において、前記溶液の温度を段階的に上昇させる、結晶の製造方法。

【請求項2】

炭化珪素の結晶の製造方法であって、
珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、
前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、
前記溶液の温度を第1温度域まで上げる工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を成長させる第 1 結晶成長工程と、

前記溶液の温度を前記第 2 温度域から前記第 1 温度域まで上げる溶液昇温工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から前記第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第 2 結晶成長工程と、を備え、

前記第 1 結晶成長工程の後、前記第 2 結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第 2 結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させ、

前記溶液昇温工程の間に、前記溶液の温度を所定の時間一定に維持しながら前記結晶を前記溶液に再び接触させる、結晶の製造方法。

10

【請求項 3】

炭化珪素の結晶の製造方法であって、

珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、

前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、

前記溶液の温度を第 1 温度域まで上げる工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を成長させる第 1 結晶成長工程と、

前記溶液の温度を前記第 2 温度域から前記第 1 温度域まで上げる溶液昇温工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から前記第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第 2 結晶成長工程と、を備え、

20

前記第 1 結晶成長工程の後、前記第 2 結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第 2 結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させ、

前記溶液昇温工程および前記第 2 結晶成長工程をそれぞれ複数回繰り返し、

前記第 2 結晶成長工程の時間は、工程を繰り返すにつれて短くする、結晶の製造方法。

【請求項 4】

炭化珪素の結晶の製造方法であって、

珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、

前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、

前記溶液の温度を第 1 温度域まで上げる工程と、

30

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げるによって炭化珪素の結晶を成長させる第 1 結晶成長工程と、

前記溶液の温度を前記第 2 温度域から前記第 1 温度域まで上げる溶液昇温工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から前記第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げるによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第 2 結晶成長工程と、を備え、

前記第 1 結晶成長工程の後、前記第 2 結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第 2 結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させ、

前記溶液昇温工程および前記第 2 結晶成長工程をそれぞれ複数回繰り返し、

前記溶液昇温工程における前記溶液の温度は、工程を繰り返すにつれて高くする、結晶の製造方法。

40

【請求項 5】

炭化珪素の結晶の製造方法であって、

珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、

前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、

前記溶液の温度を第 1 温度域まで上げる工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げるによって炭化珪素の結晶を成長させる第 1 結晶成長工程と、

前記溶液の温度を前記第 2 温度域から前記第 1 温度域まで上げる溶液昇温工程と、

前記溶液の温度を前記第 1 温度域から前記第 2 温度域まで下げながら、前記種結晶を引

50

き上げることによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第2結晶成長工程と、を備え、

前記第1結晶成長工程の後、前記第2結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第2結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させ、

前記第1結晶成長工程において、前記種結晶の半分以上は、前記溶液の外に位置している、結晶の製造方法。

【請求項6】

炭化珪素の結晶の製造方法であって、

珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、

前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、

前記溶液の温度を第1温度域まで上げる工程と、

前記溶液の温度を前記第1温度域から第2温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を成長させる第1結晶成長工程と、

前記溶液の温度を前記第2温度域から前記第1温度域まで上げる溶液昇温工程と、

前記溶液の温度を前記第1温度域から前記第2温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第2結晶成長工程と、を備え、

前記第1結晶成長工程の後、前記第2結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第2結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させ、

前記第2結晶成長工程において、成長する前記結晶の半分以上は、前記溶液の外に位置している、結晶の製造方法。

【請求項7】

前記溶液昇温工程の時間は、前記第1結晶成長工程の時間または前記第2結晶成長工程の時間よりも短い、請求項1～6のいずれかに記載の結晶の製造方法。

【請求項8】

前記第1結晶成長工程において成長した前記結晶は、前記溶液昇温工程の前に前記溶液から引き離す、請求項1～7のいずれかに記載の結晶の製造方法。

【請求項9】

前記第1結晶成長工程において成長した前記結晶は、前記溶液から引き離された後、前記結晶の下面が前記溶液の液面近傍に位置するように保持されている、請求項1～8のいずれかに記載の結晶の製造方法。

【請求項10】

前記溶液は、坩堝に収容されており、

前記溶液昇温工程において、前記坩堝は回転している、請求項1～9のいずれかに記載の結晶の製造方法。

【請求項11】

前記第1結晶成長工程において成長した前記結晶は、前記種結晶とともに回転させながら前記結晶を前記溶液から引き離す、請求項1～10のいずれかに記載の結晶の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、炭化珪素の結晶の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

従来から、炭素(C)および珪素(Si)を含む溶液を使用した溶液法によって、炭化珪素の種結晶の下面に炭化珪素(SiC)の結晶を成長させることが知られている。例えば特開2010-184849号公報には、溶液法に使用される融液を、結晶を成長させる間に一定温度に維持することが記載されている。

【先行技術文献】

10

20

30

40

50

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開2010-184849号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

このような製造方法では、炭化珪素の結晶の成長時において融液が一定温度に維持されていることから、炭化珪素の結晶の成長速度を向上させにくいという問題点があった。

【0005】

本発明は、このような問題点を克服しようとして案出されたものであり、溶液法による炭化珪素の結晶の成長速度を向上させ、炭化珪素の結晶の生産効率を向上させることを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明の一実施形態に係る結晶の製造方法は、炭化珪素の結晶の製造方法であって、珪素溶媒に炭素を溶解した溶液および炭化珪素の種結晶を準備する工程と、前記種結晶を前記溶液に接触させる工程と、前記溶液の温度を第1温度域まで上げる工程と、前記溶液の温度を前記第1温度域から第2温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を成長させる第1結晶成長工程と、前記溶液の温度を前記第2温度域から前記第1温度域まで上げる溶液昇温工程と、前記溶液の温度を前記第1温度域から前記第2温度域まで下げながら、前記種結晶を引き上げることによって炭化珪素の結晶を再び成長させる第2結晶成長工程と、を備え、前記第1結晶成長工程の後、前記第2結晶成長工程の前に、成長した前記結晶を前記溶液から一旦引き離し、前記第2結晶成長工程の前の工程で成長した前記結晶を再度前記溶液に接触させて前記結晶の一部を溶解させる。

【発明の効果】

【0007】

本発明の一実施形態に係る結晶の製造方法によれば、第1結晶成長工程および第2結晶成長工程において、溶液の温度を下げながら結晶を成長させるため、溶液の過飽和度を大きくして結晶の成長速度を向上させることができる。したがって、結晶の生産効率を向上させることができる。

【図面の簡単な説明】

【0008】

【図1】本発明の一実施形態に係る結晶の製造方法に使用する結晶製造装置の一例の概略を模式的に示す断面図である。

【図2】本発明の一実施形態に係る結晶の製造方法における経過時間と溶液の温度との関係の概略を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0009】

< 結晶製造装置 >

以下に、本発明の一実施形態に係る結晶の製造方法に使用する結晶製造装置の一例について図1を参照しつつ、本実施形態を説明する。図1は、結晶製造装置の一例の概略を示している。なお、本発明は本実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々の変更、改良等が可能である。

【0010】

結晶製造装置1は、半導体部品等に使用される炭化珪素の結晶2を製造する装置である。結晶製造装置1は、種結晶3の下面に結晶2を成長させることによって結晶2を製造する。結晶製造装置1は、図1に示すように、主に保持部材4および坩堝5を含んでおり、保持部材4には種結晶3が固定され、坩堝5内には溶液6が収容される。結晶製造装置1は、種結晶3の下面を溶液6に接触させて、種結晶3の下面に結晶2を成長させる。

【0011】

結晶 2 は、製造された後に加工されて例えばウェハになり、このウェハは半導体部品製造プロセスを経て半導体部品の一部となる。結晶 2 は、種結晶 3 の下面に成長した炭化珪素の結晶の塊である。結晶 2 は、断面で見たときに例えば円形状または多角形状の平面形状を有する、板状または柱状に形成される。結晶 2 は、好ましくは炭化珪素の単結晶からなる。成長させる結晶 2 の直径または幅は、例えば 25 mm 以上 200 mm 以下に設定され、高さは、例えば 30 mm 以上 300 mm 以下に設定される。

【0012】

種結晶 3 は、結晶製造装置 1 で成長させる結晶 2 の種となる。種結晶 3 は、例えば円形状または多角形状の平面形状を有する平板状に形成されている。種結晶 3 は、結晶 2 と同じ材料からなる結晶である。すなわち、本実施形態では、炭化珪素の結晶 2 を製造するため、炭化珪素の結晶からなる種結晶 3 を用いる。種結晶 3 は、単結晶または多結晶からなる。本実施形態では、種結晶 3 は単結晶からなる。

10

【0013】

種結晶 3 は、保持部材 4 の下面に固定されている。種結晶 3 は、例えば炭素を含んだ接着材（図示せず）によって、保持部材 4 に固定されている。また、種結晶 3 は、保持部材 4 によって、上下方向に移動可能となっている。

【0014】

保持部材 4 は、種結晶 3 を保持して、溶液 6 に対して種結晶 3 の搬入出を行なう。搬入出とは、具体的には、保持部材 4 が、種結晶 3 を溶液 6 に接触させたり、溶液 6 から結晶 2 を遠ざけたりする機能を有することをいう。保持部材 4 は、図 1 に示すように、移動装置 7 の移動機構（図示せず）に固定されている。移動装置 7 は、移動装置 7 に固定されている保持部材 4 を、例えばモータを利用して上下方向に移動させる移動機構を有している。その結果、移動装置 7 によって保持部材 4 は上下方向に移動し、種結晶 3 は保持部材 4 の移動に伴って上下方向に移動する。

20

【0015】

保持部材 4 は、例えば柱状に形成されている。保持部材 4 は、例えば炭素の多結晶または炭素を焼成した焼成体からなる。保持部材 4 は、保持部材 4 の平面形状の中心部を貫通して上下方向に伸びた軸の周囲に回転可能な状態で、移動装置 7 に固定されていてもよい。すなわち、保持部材 4 は、自転可能であってもよい。

【0016】

30

溶液 6 は、坩堝 5 の内部に溜められて（収容されて）おり、結晶 2 を成長させるために結晶 2 の原料を種結晶 3 に供給する機能を有する。溶液 6 は、結晶 2 と同じ材料を含む。すなわち、結晶 2 は炭化珪素の結晶であるから、溶液 6 は炭素と珪素とを含む。本実施形態において、溶液 6 は、珪素溶媒に炭素を溶質として溶解させたものである。なお、溶液 6 は、炭素の溶解度を向上させる等の理由から、例えばネオジウム（Nd）、アルミニウム（Al）、タンタル（Ta）、スカンジウム（Sc）、クロム（Cr）、ジルコニウム（Zr）、ニッケル（Ni）またはイットリウム（Y）等の金属材料を添加材として 1 種類または 2 種類以上含んでいてもよい。

【0017】

坩堝 5 は、溶液 6 を収容するものである。また、坩堝 5 は、結晶 2 の原料を内部で融解させる容器としての機能を担っている。坩堝 5 は、炭素を含有した材料で形成されている。具体的には、坩堝 5 は、例えば黒鉛で形成されている。本実施形態では、坩堝 5 の中で珪素を融解させて、融解した珪素に坩堝 5 の一部（炭素）を溶解させることによって、溶液 6 としている。坩堝 5 は、溶液 6 を貯留するために、例えば上面に開口を有する凹状に形成されている。

40

【0018】

本実施形態では、炭化珪素の結晶 2 を成長させる方法として溶液法を用いている。溶液法では、溶液 6 を、種結晶 3 の下面において準安定状態（熱力学的に結晶の析出と溶出とが平衡している安定状態に極めて近い状態）に保ちつつ、種結晶 3 の温度を下げることで、溶液 6 の析出が溶出よりも僅かに進行する条件に制御し、種結晶 3 の下面に結晶

50

2を成長させている。すなわち、溶液6では、珪素(溶媒)に炭素(溶質)を溶解させており、炭素の溶解度は、溶媒の温度が高くなるほど大きくなる。ここで、加熱して高温になった溶液6が種結晶3への接触で冷えると、溶解した炭素が過飽和状態となって、溶液6が種結晶3の近傍において局所的に準安定状態となる。そして、その溶液6が安定状態(熱力学的に平衡状態)に移行しようとして、種結晶3の下面に炭化珪素の結晶2として析出する。その結果、種結晶3の下面に結晶2が成長していく。

【0019】

坩堝5は、坩堝容器8の内部に配されている。坩堝容器8は、坩堝5を保持する機能を担っている。この坩堝容器8と坩堝5との間には、保温材9が配されている。この保温材9は、坩堝5の周囲を囲んでいる。保温材9は、坩堝5からの放熱を抑制し、坩堝5内の温度分布を均一に近付ける。坩堝5は、坩堝5の底面の中心部を貫通して上下方向に伸びた軸の周囲に回転可能な状態で坩堝容器8の内部に配されていてもよい。すなわち、坩堝5は、自転可能であってもよい。

10

【0020】

坩堝容器8は、チャンバー10の内部に配されている。チャンバー10は、結晶2の成長を行なう空間と外部の雰囲気とを分離するものである。チャンバー10を有することによって、結晶2に余分な不純物が混じることを低減することができる。チャンバー10の内部の雰囲気中は、不活性ガスで満たされている。これによって、チャンバー10の内部を外部から遮断することができる。なお、坩堝容器8は、チャンバー10の底面に支持されていてもよいが、坩堝容器8の底面が、この底面からチャンバー10の底部を貫通して下方に伸びる支持軸(図示せず)によって支持されていてもよい。

20

【0021】

チャンバー10は、保持部材4の通過する通過孔101と、チャンバー10内にガスを供給するための給気孔102と、チャンバー10内からガスを排出する排気孔103とを有している。そして、結晶製造装置1は、チャンバー10の内部にガスを供給するガス供給手段(不図示)を有しており、ガス供給手段を介して給気孔102からチャンバー10内にガスが供給され、排気孔103から排出される。

【0022】

チャンバー10は、例えば円筒状に形成される。チャンバー10は、例えば150mm以上1000mm以下の直径を有する円を底面とし、例えば500mm以上2000mm以下の高さに設定される。チャンバー10は、例えばステンレスまたは絶縁性の石英等の材料で形成される。チャンバー10内に供給される不活性ガスとしては、例えばアルゴン(Ar)またはヘリウム(He)等が挙げられる。

30

【0023】

坩堝5には、加熱装置11によって、熱が加えられる。本実施形態の加熱装置11は、コイル12および交流電源13を含んでおり、例えば電磁波を利用した誘導加熱方式によって坩堝5の加熱を行なう。なお、加熱装置11は、例えば、カーボン等の発熱抵抗体で生じた熱を伝熱する方式等の他の方式を採用することができる。この伝熱方式の加熱装置を採用する場合は、(坩堝5と保温材9との間に)発熱抵抗体が配されることになる。

【0024】

コイル12は、導体によって形成され、坩堝5の周囲を囲んでいる。具体的には、コイル12は、坩堝5を円筒状に囲むように、チャンバー10の周囲に配されている。コイル12を有する加熱装置11は、コイル12による円筒状の加熱領域を有している。なお、本実施形態では、チャンバー10の周囲にコイル12を配置しているが、コイル12はチャンバー10の内側に位置していてもよい。

40

【0025】

交流電源13は、コイル12に交流電流を流すためのものである。コイル12に電流が流れて電場が発生することによって、電場内に位置した坩堝容器8に誘導電流が発生する。この誘導電流のジュール熱によって坩堝容器8が加熱される。そして、坩堝容器8の熱が保温材9を介して坩堝5へ伝達されることで、坩堝5が加熱される。交流電流の周波数を

50

坩堝容器 8 に誘導電流が流れやすいように調整することで、坩堝 5 内の設定温度までの加熱時間を短縮したり、電力効率を向上させたりすることができる。

【 0 0 2 6 】

本実施形態では、交流電源 1 3 および移動装置 7 が制御装置 1 4 に接続されて制御されている。つまり、結晶製造装置 1 は、制御装置 1 4 によって、溶液 6 の加熱および温度制御と、種結晶 3 の搬入出とが連動して制御されている。制御装置 1 4 は、中央演算処理装置およびメモリ等の記憶装置を含んでおり、例えば公知のコンピュータからなる。

【 0 0 2 7 】

< 結晶の製造方法 >

以下、本発明の実施形態に係る結晶の製造方法について、図 2 を参照しつつ説明する。なお、図 2 は、本実施形態に係る結晶の製造方法を説明する図であり、具体的には経過時間を横軸にし、温度を縦軸にした場合の結晶製造時の溶液 6 の温度変化の概略を示すグラフである。

【 0 0 2 8 】

結晶の製造方法は、主に、準備工程、接触工程、結晶成長開始工程、第 1 結晶成長工程、溶液昇温工程、第 2 結晶成長工程および引き離し工程を有する。なお、本発明は本実施形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々の変更、改良等が可能である。

【 0 0 2 9 】

(準備工程)

種結晶 3 を準備する。種結晶 3 としては、例えば昇華法または溶液法等によって製造された炭化珪素の結晶の塊を平板状に形成したものをを用いる。本実施形態では、同一の製造工程を経て成長させた結晶 2 を種結晶 3 として使用している。その結果、種結晶 3 と種結晶 2 の表面に成長する結晶 2 との組成を近付けることができ、結晶 2 における組成の違いに起因した転移の発生等を低減することができる。なお、平板状への加工は、例えば機械加工によって炭化珪素の塊を切断することによって行なえばよい。

【 0 0 3 0 】

種結晶 3 とともに保持部材 4 を準備し、保持部材 4 の下面に種結晶 3 を固定する。具体的には、保持部材 4 を準備した後、保持部材 4 の下面に炭素を含有する接着材を塗布する。次いで、接着材を挟んで保持部材 4 の下面上に種結晶 3 を配して、保持部材 4 の下面に種結晶 3 を固定する。なお、本実施形態では、種結晶 3 を保持部材 4 に固定した後、保持部材 4 の上端を移動装置 7 に固定する。移動装置 7 へは、上述した通り、保持部材 4 の中心部分を貫通して上下方向に伸びた軸の周囲を保持部材 4 が回転可能となるように固定する。

【 0 0 3 1 】

坩堝 5 と、坩堝 5 内に収容された、珪素溶媒に炭素を溶解した溶液 6 とを準備する。具体的には、まず、坩堝 5 を準備する。次いで、坩堝 5 内に、珪素の原料となる珪素粒子を入れて、坩堝 5 を珪素の融点 (1 4 2 0) 以上に加熱する。このとき、融解して液化した珪素 (溶媒) 内に、坩堝 5 を形成している炭素 (溶質) が溶解する。その結果、珪素溶媒に炭素を溶解した溶液 6 を坩堝 5 内に準備することができる。なお、溶液 6 に炭素を含ませるには、予め原料として炭素粒子を加えることによって、珪素粒子を融解させると同時に炭素を溶解させてもよい。

【 0 0 3 2 】

次に、坩堝 5 をチャンバー 1 0 内に収容する。本実施形態では、坩堝 5 は、加熱装置 1 1 のコイル 1 2 に囲まれたチャンバー 1 0 内に、坩堝容器 8 内に保温材 9 を介して配されて収容される。なお、溶液 6 の準備は、坩堝 5 をチャンバー 1 0 に収容して、加熱装置 1 1 によって坩堝 5 を加熱することで行なってもよい。また、予め坩堝 5 を結晶製造装置 1 の外で加熱して溶液 6 を形成した後に、坩堝 5 をチャンバー 1 0 内に収容してもよい。また、溶液 6 を坩堝 5 以外の他の容器等で形成した後、チャンバー 1 0 内に設置された坩堝 5 に溶液 6 を注ぎ込んでよい。

10

20

30

40

50

【0033】

(接触工程)

種結晶3の下面を溶液6に接触させる。種結晶3は、保持部材4を下方に移動させることで、溶液6に下面を接触させる。なお、本実施形態では、種結晶3を下方向へ移動させることで種結晶3を溶液6に接触させているが、坩堝5を上方向へ移動させることで種結晶3の下面を溶液6に接触させてもよい。

【0034】

種結晶3は、種結晶3の少なくとも下面が溶液6の液面に接触していればよい。それゆえ、種結晶3を溶液6内に配して、下面とともに種結晶3の側面または上面を溶液6に接触させてもよい。

10

【0035】

(結晶成長開始工程)

溶液6の温度を所定の第1温度域T1まで上げて、種結晶3の下面に炭化珪素の結晶2の成長を開始する。第1温度域T1は、珪素溶媒が液状である温度範囲に設定される。第1温度域T1の温度範囲は、例えば1700以上2100以下に設定される。

【0036】

溶液6の温度を測定する方法としては、例えば熱電対で直接的に測定する方法または放射温度計を用いて間接的に測定する方法を用いることができる。溶液6の温度が変動する場合には、溶液6の温度として、例えば一定時間において複数回測定した温度を平均して求めた温度を用いることができる。

20

【0037】

種結晶3の溶液6への接触は、溶液6の温度を第1温度域T1まで上げた後に接触させてもよい。溶液6の温度を上昇させてから種結晶3を接触させることによって、第1結晶成長工程の前に種結晶3の溶解を低減することができ、結晶2の生産効率を向上させることができる。

【0038】

一方で、溶液6の温度を第1温度域T1まで上げる前に、溶液6に種結晶3を接触させてもよい。これによれば、例えば種結晶3の表面を溶液6によって溶解させることができ、種結晶3の表面に付着するゴミ等を除去することができる。その結果、種結晶3の表面に成長する結晶2の品質を向上させることができる。

30

【0039】

(第1結晶成長工程)

溶液6に接触した種結晶3の下面に、溶液6から結晶2を成長させる。結晶2の成長は、まず、種結晶3の下面と種結晶3の下面近傍の溶液6との間に温度差ができる。そして、種結晶3と溶液6との温度差によって、溶液6中に溶解している炭素が過飽和状態になれば、溶液6中の炭素および珪素が炭化珪素の結晶2として種結晶3の下面に析出し、結晶2は成長する。なお、結晶2は、少なくとも種結晶3の下面に成長していればよいが、種結晶3の下面および側面から成長させてもよい。

【0040】

種結晶3を引き上げることによって、結晶2を板状または柱状に成長させることができる。このとき、結晶2の平面方向および下方への成長速度を調整しながら種結晶3を上方向に少しずつ引き上げることによって、一定の幅または径を保った状態で結晶2を成長させることができる。種結晶3の引上げの速度は、例えば50 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以上2000 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以下に設定することができる。なお、第1結晶成長工程において、結晶2の成長時間は、例えば10時間以上150時間以下に設定される。

40

【0041】

種結晶3の引上げは、図2に示すように、溶液6の温度を第1温度域T1から所定の第2温度域T2まで下げながら行なう。ここで、例えば結晶2の成長時において溶液6が一定温度に維持されている場合は、溶液6中の炭素の過飽和度が大きくなりやすく、結晶2の成長速度を向上させにくいという問題点があった。これに対して、本発明では、溶液6

50

の温度を下げることによって、溶液 6 中の炭素の過飽和度を大きくすることができる。その結果、溶液 6 から結晶 2 を析出しやすくすることができるため、結晶 2 の成長速度を向上させることができる。したがって、結晶 2 の生産効率を向上させることができる。なお、図 2 においては、第 1 結晶成長工程を「A」とし、第 2 結晶成長工程を「B」とし、溶液昇温工程を「C」として示している。

【0042】

第 2 温度域 T 2 は、第 1 温度域 T 1 よりも低い。また、第 2 温度域 T 2 は、珪素溶媒が液状である温度範囲に設定される。第 2 温度域 T 2 の温度範囲は、例えば 1500 以上 2070 以下に設定される。また、第 1 温度域 T 1 から第 2 温度域 T 2 への溶液 6 の降温幅は、例えば 30 以上 200 以下に設定される。溶液 6 の降温幅を 30 以上にする

10

【0043】

溶液 6 の降温時間は、例えば 10 時間以上 150 時間以下に設定される。溶液 6 の降温時間を 10 時間以上にするによって、溶液 6 の温度を制御しやすくすることができる。一方で、溶液 6 の降温時間を 150 時間以下にするによって、溶液 6 の炭素の過飽和度が小さくなり過ぎることを低減することができ、結晶 2 の成長速度の低下を低減することができる。なお、溶液 6 の温度を低下させるには、例えば坩堝 5 を加熱している加熱装置 11 の出力を低下させればよい。

20

【0044】

溶液 6 の温度変化の傾きは、経過時間に対して一定であってもよい。言い換えれば、溶液 6 の温度を単調に低下させてもよい。溶液 6 の温度を単調に低下させることによって、溶液 6 の温度を制御しやすくなり、作業効率を向上させることができる。この場合、溶液 6 の温度変化の速度は、例えば 1 / h 以上 15 / h 以下に設定される。溶液 6 の温度変化の速度を 1 / h 以上にするによって、結晶 2 を成長しやすくなる。また、溶液 6 の温度変化の速度を 15 / h 以下にするによって、結晶 2 の表面での 2 次元核の発生を低減することができ、結晶 2 の品質を維持しやすくなる。

【0045】

一方で、溶液 6 の温度は、経過時間に対して段階的に低下させてもよい。すなわち、第 1 結晶成長工程中に、温度を一定に保つ工程を少なくとも 1 回は行なうとよい。これによって、例えば結晶 2 に取り込まれる不純物の量を温度の変化に合わせて変化させることができる。その結果、例えば、結晶 2 内に導電層を形成して後の半導体部品の製造効率を向上させたり、または結晶 2 のウェハへの加工時に切断箇所を目印を形成したりすることができる。

30

【0046】

溶液 6 の温度は、溶液 6 の炭素の過飽和度が一定になるように低下させてもよい。その結果、結晶 2 の品質を保ちやすく、結晶 2 の品質低下を低減することができる。このとき、温度が高いほど溶液 6 の炭素の飽和濃度は大きくなり、炭素の過飽和度は小さくなりやすい。また、温度が低いほど溶液 6 の炭素の飽和濃度は小さくなり、炭素の過飽和度は大きくなりやすい。したがって、溶液 6 の炭素の過飽和度が一定になるようにするためには、溶液 6 の降温幅は、第 1 温度域 T 1 の近くで大きくなり、第 2 温度域 T 2 に向かうにつれて小さくなる。

40

【0047】

なお、具体的には、無添加の珪素溶媒に炭素を飽和させた溶液 6 について、例えば 2000 の溶液 6 から 1 低下した際の珪素溶媒に対する炭素の過飽和度は、熱力学的計算から 0.00623 となる。また、例えば 1940 の溶液 6 について、過飽和度を 0.00623 とするには 0.97 の温度低下が必要になる。すなわち、過飽和度を一定にするには、第 1 温度域 T 1 の近くでの溶液 6 の降温幅は、第 2 温度域 T 2 の近くでの溶液 6 の降温幅よりも大きくすることが必要になる。

50

【 0 0 4 8 】

溶液 6 の温度は、溶液 6 の炭素の過飽和量が一定になるように低下させてもよい。その結果、結晶 2 の成長速度を一定に保ちやすく、生産性を維持しやすくなる。このとき、温度が高いほど溶液 6 の炭素の飽和濃度は大きくなり、溶液 6 に溶解している炭素の量が大きくなるため、炭素の過飽和量は大きくなりやすい。また、温度が低いほど溶液 6 の炭素の飽和濃度は小さくなり、溶液 6 に溶解している炭素の量が小さくなるため、炭素の過飽和量は小さくなりやすい。したがって、溶液 6 の炭素の過飽和量が一定になるようにするには、溶液 6 の降温幅は、第 1 温度域 T 1 の近くで小さくし、第 2 温度域 T 2 に向かうにつれて大きくすることが必要になる。なお、具体的には、無添加の珪素溶媒に炭素を飽和させた溶液 6 について、例えば 2 0 0 0 の溶液 6 から 1 度低下した際の珪素溶媒に対する炭素の過飽和量は、熱力学的計算から 0 . 0 0 1 9 5 1 となる。また、例えば 1 9 4 0 の溶液 6 について、過飽和度を 0 . 0 0 1 9 5 1 とするには 1 . 4 2 の温度低下が必要になる。すなわち、過飽和量を一定にするには、第 1 温度域 T 1 の近くでの溶液 6 の降温幅は、第 2 温度域 T 2 の近くでの溶液 6 の降温幅よりも小さくすることが必要になる。

10

【 0 0 4 9 】

第 1 結晶成長工程において、種結晶 3 または成長する結晶 2 の半分以上は、溶液 6 の外に位置していてもよい。これにより、種結晶 3 等の溶液 6 の外に位置している部分から種結晶 3 等を放熱させることができ、種結晶 3 等と溶液 6 との温度差を大きく確保することができる。その結果、結晶 2 の成長速度を向上させることができる。

20

【 0 0 5 0 】

第 1 結晶成長工程において、種結晶 3 の下面または成長する結晶 2 の下面と溶液 6 の液面とが接している状態を維持しつつ結晶 2 を成長させてもよい。これにより、種結晶 3 または結晶 2 と溶液 6 との温度差を大きく確保しやすくなる。ことができる。

【 0 0 5 1 】

一方で、第 1 結晶成長工程において、種結晶 3 の下面または結晶 2 の下面を溶液 6 中に沈めた状態を維持しつつ結晶 2 を溶液 6 中で成長させてもよい。前述の通り結晶 2 を溶液 6 中で成長させる場合には、結晶 2 と溶液 6 との温度差が大きくなり過ぎることを低減し、結晶 2 が急成長することによる結晶 2 の品質低下を低減することができる。

【 0 0 5 2 】

溶液 6 の降温は、溶液 6 の下部の温度が溶液 6 の上部の温度よりも小さくなるように行なってもよい。すなわち、例えば、溶液 6 の降温を、坩堝 5 の底部の温度を坩堝 5 の壁部の温度よりも下げるようにして行なってもよい。これによって、種結晶 3 と溶液 6 との接触部における温度差を大きくすることができ、結晶 2 の成長速度を向上させることができる。

30

【 0 0 5 3 】

なお、坩堝 5 を加熱装置 1 1 のコイル 1 2 に対して下方に位置させることによって、坩堝 5 の底部の温度を坩堝 5 の壁部の温度よりも小さくすることができる。また、坩堝 5 と坩堝容器 8 との間に配された保温部材 9 の位置を移動させることによって、坩堝 5 の底部の温度を坩堝 5 の壁部の温度よりも小さくすることができる。また、保持部材 4 を冷却して種結晶 3 から保持部材 4 へ移動する熱量を増加させることによって、溶液 6 の上部の温度を低減してもよい。また、溶液 6 よりも温度の低い冷却部材を溶液 6 に入れることによって溶液 6 を降温させてもよい。

40

【 0 0 5 4 】

一方で、溶液 6 の降温は、溶液 6 の上部の温度が溶液 6 の下部の温度よりも小さくなるように行なってもよい。このようにして溶液 6 の温度を下げることで、結晶 2 の成長によって消費される炭素を坩堝 5 の底部から溶液 6 に供給しやすくなる。その結果、坩堝 5 の側部から炭素が供給されることによって坩堝 5 の開口幅が拡大して溶液 6 内の対流等の条件が変化することを低減することができる。

【 0 0 5 5 】

溶液 6 の降温は、溶液 6 内の温度が均一になるように行なってもよい。その結果、溶液

50

6内の熱勾配を小さくすることができるため、溶液6の過飽和度を均一にしやすい、結晶2が平坦に成長しやすくなる。なお、溶液6内の温度が均一とは、本実施形態においては、例えば溶液6内の最大温度と最小温度との差が10 未満の状態をいう。また、坩堝5における上方への熱の移動量と下方への熱の移動量を調整することによって、溶液6内の温度分布を均一にしやすいことができる。なお、例えば保持部材4および支持軸（図示せず）の温度を調整することによって、坩堝5における上方および下方への熱の移動量を調整することができる。

【0056】

溶液6の降温は、溶液6内の温度が均一になるように一定時間行なった後、溶液6の下部の温度が溶液6の上部の温度よりも小さくなるように行なってもよい。この場合には、坩堝5の底部が冷えていることから、例えば坩堝5の底部に溶液6中に発生する雑晶を固着させやすくなる。その結果、結晶2に雑晶が取り込まれることを低減することができる、結晶2の品質を向上させることができる。

10

【0057】

また、第1結晶成長工程において結晶2を回転させてもよい。結晶2を回転させることによって、溶液6中に発生する雑晶の結晶2への付着を防止することができる。その結果、結晶2の品質を向上させることができる。結晶2の回転は、例えば50rpm以上1000rpm以下に設定するとよい。なお、結晶2は保持部材4を回転させることによって回転させることができる。

【0058】

20

また、第1結晶成長工程において坩堝5を回転させてもよい。坩堝5を回転させることによって、坩堝5内に溶液6に流れを発生させることができ、溶液6内の温度分布を小さくすることができる。

【0059】

（溶液昇温工程）

溶液6の温度を、図2に示すように、第2温度域T2から第1温度域T1まで上げる。これによって、後述する第2結晶成長工程を行なうことが可能になり、結晶2を長尺化することができる。

【0060】

本実施形態では、溶液6の温度の昇温は、例えば加熱装置11の出力を第1結晶成長工程の終了時と比較して増加させることによって行なう。また、溶液6の昇温時間は、例えば0.5時間以上3時間以下に設定される。溶液昇温工程において溶液6の温度変化の速度は、例えば10 / h以上600 / h以下に設定される。

30

【0061】

溶液昇温工程は、第1結晶成長工程および後述する第2結晶成長工程よりも短時間でなってもよい。すなわち、溶液昇温工程において溶液6の温度を第2温度域T2から第1温度域T1まで上げる時間を、第1結晶成長工程および第2結晶成長工程において溶液6の温度を第1温度域T1から第2温度域T2まで下げる時間よりも短くしてもよい。その結果、結晶2の全体の製造時間を短縮することができ、生産効率を向上させることができる。

40

【0062】

第1結晶成長工程と溶液昇温工程との間において結晶2を溶液6から引き離し、後述する第2結晶成長工程の前に結晶2を溶液6に接触させてもよい。このように結晶2を溶液6から一旦引き離して溶液6の温度を上げることによって、成長した結晶2の溶液6への溶解を低減することができ、結晶2の生産効率を向上させることができる。

【0063】

結晶2を溶液6から引き離すのは、溶液昇温工程の開始後、第2結晶成長工程の開始前であってもよい。ここで、第1結晶成長工程において、溶液6の温度を下げながら結晶2を成長させることによって、結晶2の成長速度が向上する。このとき、結晶2の表面のうち成長しやすい部分が大きく成長して、結晶2の表面が粗くなりやすい傾向がある。この

50

ような状態で結晶2の成長を継続すると、成長した結晶2に溝が形成される等の不具合が生じやすくなる。これに対して、結晶2を溶液昇温工程の後に溶液6から引き離すことによって、結晶2の表面を溶液6に溶解させることができ、結晶2の表面を平坦に近付けることができる。その結果、後の結晶成長において、第1結晶成長工程で成長した結晶の表面状態の影響を小さくすることができ、成長した結晶2に溝が形成される等の不具合の発生を低減することができる。したがって、結晶2の品質を向上させることができる。

【0064】

結晶2の溶液6への溶解は、成長した結晶2の下面を溶液6内に沈めた状態で行なってもよい。結晶2の下面が溶液6内に沈んでいる場合には、結晶2の平面方向における放熱を均一にやすく、結晶2の下面を平坦に近付けることができる。

10

【0065】

一方で、結晶2の溶液6への溶解は、成長した結晶2の下面と溶液6の液面とが接している状態で行なってもよい。この場合は、結晶2の下面に比較して結晶2の側面が冷えやすくなるため、結晶2の下面の中央部が僅かに凹むように結晶2を溶解させることができる。したがって、例えば結晶2の下面の中央部に溶液6の流れを当てながら結晶2を成長させることによって、中央部の凹みを埋めるように結晶2を平面方向に成長させることができ、結晶2の品質を向上させることができる。

【0066】

結晶2を引き離す場合に、結晶2を種結晶3とともに保持部材4で回転させながら、結晶2を溶液6から離してもよい。これによって、結晶2の表面に溶液6が付着することを低減することができる。その結果、例えば、溶液6が固化することによって結晶2にひびが発生することを低減することができる。

20

【0067】

結晶2を溶液6から引き離した場合に、溶液昇温工程の間に結晶2を溶液6に接触させてもよい。この場合は、結晶2の表面を溶液6に溶解させることができ、結晶2の表面を平坦に近付けることができる。また、溶液昇温工程の間に結晶2を溶液6に接触させることで、例えば結晶2の表面の溶解量を調整することができる。

【0068】

結晶2を溶液6から引き離した場合に、結晶2の下面が溶液6の液面近傍に位置するように結晶2を保持してもよい。その結果、結晶2の下面を溶液6からの輻射熱で温めることが可能になり、結晶2を溶液6から引き離す際に下面に付着する溶液6が固化することを低減することができる。

30

【0069】

溶液昇温工程は、結晶2が溶液6に接触した状態のままで行なってもよい。この場合は、例えば表面状態が著しく悪いときでも溶液6によって結晶2を十分に溶解することができる。また、例えば結晶2を回転させることによって、溶液6を昇温中も攪拌できるため、溶液6内の温度分布を小さくすることができる。結晶2の下面を平坦に近付けることができる。

【0070】

溶液昇温工程において第1温度域T1における溶液6の温度を、結晶成長開始工程時または第1結晶成長工程の第1温度域T1における溶液6の温度以上に上げてよい。ここで、例えば結晶2の成長を長時間行なうと、溶液6中の珪素溶媒の量が少なくなると溶解している炭素量が少なくなり、溶液昇温工程の後の結晶2の成長速度が遅くなりやすい。これに対して、本発明によれば、溶液6の温度を第1結晶成長工程の第1温度域T1における溶液6の温度以上に上げることによって炭素の濃度を上げて、溶液昇温工程の後の結晶2の成長速度を向上させることができる。

40

【0071】

溶液昇温工程において溶液6に珪素原料を追加してもよい。これにより、結晶成長または蒸発等によって消費された珪素を補給することができ、溶液6の組成を所望の組成に維持しやすくなる。その結果、結晶2の品質を向上させることができる。

50

【 0 0 7 2 】

溶液 6 に追加する珪素原料は、粉末状であってもよい。粉末状の珪素原料を溶液 6 に追加することによって、珪素原料が溶けやすくなるため、溶液 6 の昇温の効率を向上させることができる。

【 0 0 7 3 】

溶液 6 に追加する珪素原料は、塊状であってもよい。この場合は、例えば粉末状の珪素に比較して質量が大きいことから、チャンパー 1 0 内のガス対流等で舞い上がることを低減することができる。その結果、原料追加の作業を効率的に行なうことができる。

【 0 0 7 4 】

溶液 6 に珪素原料を追加する場合には、珪素原料を追加した後に溶液 6 の昇温を開始してもよい。これによって、成長開始までに十分な時間を確保することができ、溶液 6 中の組成を安定させることができる。したがって、後に成長させる結晶 2 の品質を維持しやすくすることができる。

10

【 0 0 7 5 】

一方で、溶液 6 に珪素原料を追加する場合に、溶液 6 を昇温した後に珪素原料を追加してもよい。この場合には、溶液 6 の温度を下げやすくなり、第 2 結晶成長工程を開始しやすくなり、結晶 2 の生産効率を向上させることができる。

【 0 0 7 6 】

溶液昇温工程において結晶 2 または坩堝 5、あるいは結晶 2 および坩堝 5 を回転させてもよい。これにより、溶液 6 が坩堝 5 内で循環するようになることから、結晶 2 と溶液 6 との接触部近傍の溶液 6 も循環することになり、常に温度の高い溶液 6 を結晶 2 に供給することができる。したがって、結晶 2 が温まりやすくなり、結晶 2 を容易に溶液 6 に溶解させることができる。

20

【 0 0 7 7 】

一方で、溶液昇温工程において、坩堝 5 を回転させなくてもよい。この場合は、例えば結晶 2 を回転させる場合とは異なる溶液 6 の流れを坩堝 5 内で発生させることができる。その結果、例えば第 1 結晶成長工程とは異なる溶液 6 の流れを発生させて、坩堝 5 内で溶液 6 を攪拌することができる。

【 0 0 7 8 】

溶液 6 の温度変化の傾きは、経過時間に対して一定であってもよい。言い換えれば、溶液 6 の温度を単調に上昇させてもよい。溶液 6 の温度を単調に上昇させることによって、溶液 6 の温度を制御しやすくなり、作業効率を向上させることができる。この場合の溶液 6 の温度変化の速度は、例えば 5 0 / h 以上 5 0 0 / h 以下に設定される。

30

【 0 0 7 9 】

溶液昇温工程において、経過時間に対して溶液 6 の温度を段階的に上昇させてもよい。すなわち、溶液昇温工程中に温度を一定に保つ工程を少なくとも 1 回は行なうとよい。また、溶液昇温工程中に結晶 2 を溶液 6 から一度引き離す場合には、溶液 6 の温度を段階的に上昇させた後、溶液 6 の温度を一定に保ちながら結晶 2 を溶液 6 に再度接触させてもよい。これによって、溶液 6 内の組成を安定させることができるため、結晶 2 を溶液 6 に接触させたときの結晶 2 の溶解量を調整しやすくすることができる。

40

【 0 0 8 0 】

溶液 6 の昇温は、溶液 6 の上部の温度が溶液 6 の下部の温度よりも高くなるように行なってもよい。すなわち、溶液 6 の昇温を、例えば坩堝 5 の壁部が坩堝 5 の底部よりも温度が高くなるようにして行なってもよい。これによって、例えば坩堝 5 の底部に雑晶を固着させた場合に、坩堝 5 が溶液 6 内に溶け出すことによって坩堝 5 の底部から雑晶が離れて結晶 2 に取り込まれることを低減することができる。

【 0 0 8 1 】

(第 2 結晶成長工程)

溶液昇温工程の後、図 2 に示すように、溶液 6 の温度を第 1 温度域 T 1 から第 2 温度域 T 2 まで下げながら、種結晶 3 を引き上げることによって、結晶 2 を引き続き成長させる

50

。これによって、結晶 2 を長尺化することができる。

【 0 0 8 2 】

第 2 結晶成長工程において、種結晶 3 の引上げの速度は、例えば 5 0 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以上 2 0 0 0 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以下に設定することができる。結晶 2 の成長は、例えば 1 0 時間以上 1 5 0 時間以下行なう。溶液 6 の温度は、例えば 1 5 0 0 以上 2 1 0 0 以下となるように設定される。

【 0 0 8 3 】

(引き離し工程)

第 2 結晶成長工程の後、成長させた結晶 2 を溶液 6 から引き離し、結晶成長を終了する。

10

【 0 0 8 4 】

本発明は上述の形態に限定されるものではなく、本発明の要旨を逸脱しない範囲において種々の変更、改良等が可能である。

【 0 0 8 5 】

本発明においては、溶液昇温工程および第 2 結晶成長工程をそれぞれ複数回繰り返してもよい。ここで、例えば結晶 2 を長時間させると溶液 6 の炭素濃度が小さくなるために、成長速度が遅くなりやすい。これに対して、溶液昇温工程および第 2 結晶成長工程を繰り返すことによって、溶液昇温工程によって溶液 6 の炭素の過飽和度を上げることで第 2 結晶成長工程における結晶 2 の成長速度を維持しやすくすることができる。なお、溶液昇温工程と第 2 結晶成長工程とは、例えば 4 0 回以上 1 0 0 回以下の回数で繰り返される。

20

【 0 0 8 6 】

第 2 結晶成長工程の時間は、工程を繰り返すにつれて短くしてもよい。例えば結晶 2 を長時間成長させると、結晶 2 の厚膜化または長尺化によって結晶 2 の下面からの放熱が低下して成長速度が遅くなりやすい。これに対して、第 2 結晶成長工程の時間を次第に短くすることによって、溶液 6 中の炭素の過飽和度を上げて、結晶 2 の成長速度を維持しやすくすることができる。

【 0 0 8 7 】

繰り返して行なう第 2 結晶成長工程において、溶液 6 の降温を坩堝 5 を降温させて行なう場合には、前の第 2 結晶成長工程とは坩堝 5 の異なる部分を降温させてもよい。この場合は、第 2 結晶成長工程において雑晶が発生するときには雑晶は坩堝 5 の温度が小さい部分に固着しやすいが、坩堝 5 の降温部分を変化させることによって、坩堝 5 の一部分に雑晶が堆積することを抑制することができる。

30

【 0 0 8 8 】

第 1 結晶成長工程および第 2 結晶成長工程の後、溶液昇温工程の前に、結晶 2 を溶液 6 から引き離して溶液 6 の温度をさらに低下させてもよい。この場合は、溶液 6 の不純物濃度を制御することができる。すなわち、例えば不純物として窒素を考慮した場合には、溶液 6 の温度が低いほど窒素の飽和濃度は高くなり、例えば雰囲気的气体中から溶液 6 に窒素が溶けやすくなる。そして、溶液 6 に溶けた窒素は結晶 2 に取り込まれることになる。それにより、取り込まれた窒素がドーパントとなり、結晶 2 を n 型の半導体にすることができる。

40

【 0 0 8 9 】

溶液昇温工程における溶液 6 の温度は、工程を繰り返すにつれて高くしてもよい。例えば結晶 2 を長時間成長させると、結晶 2 の厚膜化または長尺化によって結晶 2 の下面からの放熱が低下して成長速度が遅くなりやすい。これに対して、溶液昇温工程における溶液 6 の温度を次第に高くすることで、溶液 6 の炭素の飽和濃度を上げて、結晶 2 の成長速度を維持しやすくすることができる。

【 0 0 9 0 】

結晶成長開始工程の前に、溶液 6 の温度を第 1 温度域 T 1 に所定の時間維持する溶液温度維持工程をさらに備えてもよい。その結果、第 1 結晶成長工程を始める前に、溶液 6 内の組成を安定させやすくなり、結晶 2 の品質を向上させることができる。

50

【 0 0 9 1 】

また、溶液昇温工程と第 2 結晶成長工程との間に、溶液温度維持工程を備えてもよい。その結果、第 2 結晶成長工程を始める前に、溶液 6 内の組成を安定させやすくなり、結晶 2 の品質を向上させることができる。

【 0 0 9 2 】

溶液昇温工程において、結晶 2 の成長雰囲気へのガス供給量を増加させてもよい。これによって、結晶製造装置 1 内に内在する不純物をガスで除去しやすくなり、結晶 2 内に不純物が取り込まれることを低減することができる。

【 0 0 9 3 】

溶液昇温工程において、ガス供給量を増加させた場合は、第 2 結晶成長工程の開始前にガス供給量を低下させた方がよい。これにより、結晶 2 の成長中の雰囲気の状態が一定になるため、結晶 2 の品質を維持しやすくなる。10

【 0 0 9 4 】

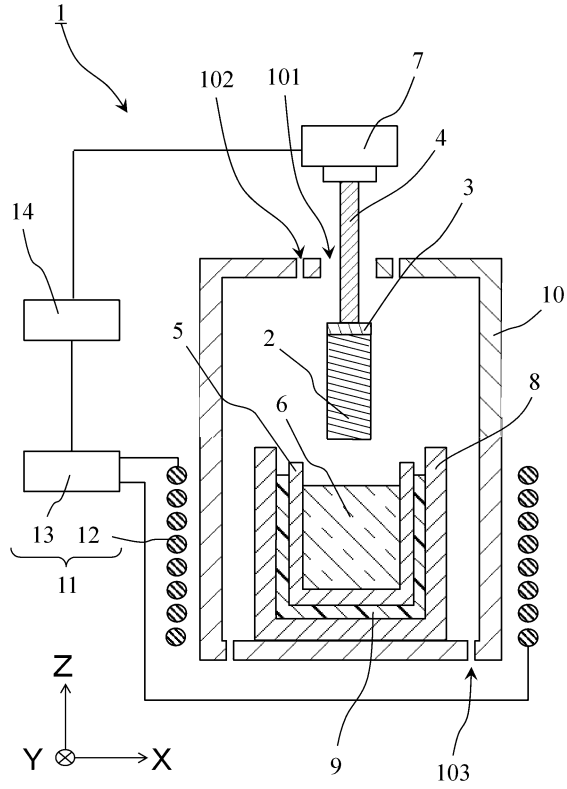
第 1 結晶成長工程および第 2 結晶成長工程において、結晶 2 の成長中の雰囲気にガスを一定の供給量で供給してもよい。これにより、結晶 2 の成長中の雰囲気の状態等を制御しやすくなる。

【 符号の説明 】

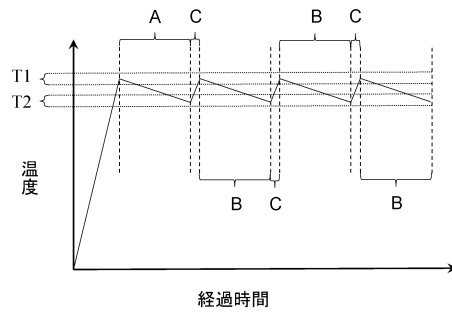
【 0 0 9 5 】

1	結晶製造装置	
2	結晶	20
3	種結晶	
4	保持部材	
5	坩堝	
6	溶液	
7	移動装置	
8	坩堝容器	
9	保温材	
1 0	チャンバー	
1 0 1	通過孔	
1 0 2	給気孔	30
1 0 3	排気孔	
1 1	加熱装置	
1 2	コイル	
1 3	交流電源	
1 4	制御装置	
T 1	第 1 温度域	
T 2	第 2 温度域	
A	第 1 結晶成長工程	
B	第 2 結晶成長工程	
C	溶液昇温工程	40

【図1】



【図2】



フロントページの続き

審査官 山田 頼通

- (56)参考文献 特開2009-091222(JP,A)
特開平07-172998(JP,A)
特表2013-540094(JP,A)
特開2007-076986(JP,A)
特開2004-002173(JP,A)
特開2013-075771(JP,A)
国際公開第2013/062130(WO,A1)
特開2011-251881(JP,A)
特開2012-162439(JP,A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 1/00-35/00