(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2024年10月3日(03.10.2024)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2024/202200 A1

(51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01)　*C30B 1/02* (2006.01)

(21) 国際出願番号：　PCT/JP2023/040962

(22) 国際出願日：　2023年11月14日(14.11.2023)

(25) 国際出願の言語：　日本語

(26) 国際公開の言語：　日本語

(30) 優先権データ：
特願 2023-052397　2023年3月28日(28.03.2023)　JP

(71) 出願人：日本碍子株式会社(**NGK INSULATORS, LTD.**) [JP/JP]；〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 Aichi (JP).

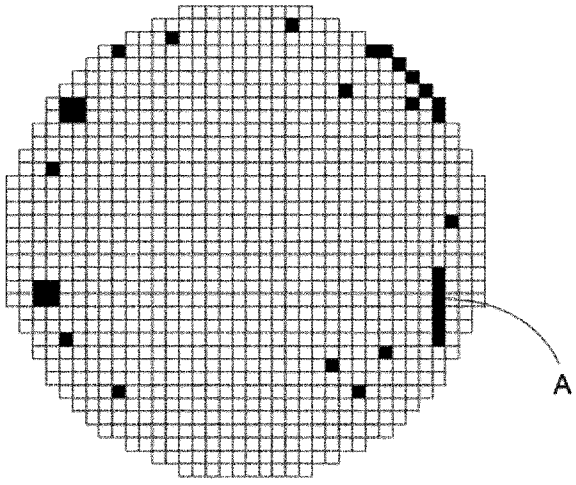
(72) 発明者：松 川　真 也 (**MATSUKAWA Shinya**)；〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 岡田 陽平(**OKADA Yohei**)；〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 松島 潔(**MATSUSHIMA Kiyoshi**)；〒4678530 愛知県名古屋市瑞穂区須田町２番５６号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP).

(74) 代理人：高村 雅晴，外(**TAKAMURA Masaharu** et al.)；〒1760001 東京都練馬区練馬１丁目４番１号 ユニティフォーラムＩＩ ６階 マクスウェル国際特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能)：AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL,

(54) **Title:** SiC SUBSTRATE AND SiC COMPOSITE SUBSTRATE

(54) 発明の名称：ＳｉＣ基板及びＳｉＣ複合基板



(57) **Abstract:** Provided is an SiC substrate which can reduce breaking and cracking in the substrate during processing. This SiC substrate is provided with a biaxially oriented SiC layer. In an XRT image obtained by x-ray topographically (XRT) measuring the biaxially oriented SiC layer, given that the entire XRT image field is partitioned into the form of a grid that yields regions of 4 mm length × 4 mm width × 28 μm depth per measure, then, letting the average value in the volume density of the basal plane dislocations (BPD) per measure be X (cm/cm^3), regions that are 5X (cm/cm^3) or greater per measure do not continue 10 measures or more along respective longitudinal and lateral straight lines.

(57) 要約：基板加工時の割れ及びクラックを低減可能なＳｉＣ基板が提供される。このＳｉＣ基板は、二軸配向ＳｉＣ層を備えており、二軸配向ＳｉＣ層をＸ線トポグラフ（ＸＲＴ）測定して得られるＸＲＴ像において、ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの基底面転位（ＢＰＤ）の体積密度における平均値をＸ（ｃｍ／ｃｍ^3）としたときに、１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しないものである。

WO 2024/202200 A1

［続葉有］

PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能):ARIPO (BW, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, ME, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

一　国際調査報告(条約第21条(3))

明　細　書

発明の名称 ： ＳｉＣ基板及びＳｉＣ複合基板

技術分野

[0001] 本発明は、ＳｉＣ基板及びＳｉＣ複合基板に関する。

背景技術

[0002] ＳｉＣ（炭化珪素）は大電圧及び大電力を低損失で制御できるワイドバンドギャップ材料として注目を集めている。特に近年、ＳｉＣ材料を用いたパワー半導体デバイス（ＳｉＣパワーデバイス）は、Ｓｉ半導体を用いたものよりも、小型化、低消費電力化及び高効率化に優れるため、様々な用途における利用が期待されている。例えば、ＳｉＣパワーデバイスを採用することで、電気自動車（ＥＶ）やプラグインハイブリッド車（ＰＨＥＶ）向けのコンバータ、インバータ、車載充電器等を小型化して効率を高めることができる。それ故に、ＳｉＣパワーデバイスの根幹を成すＳｉＣウェハの開発は非常に注目されている。

[0003] ＳｉＣパワーデバイスを作製するには、ＳｉＣ単結晶基板上にＳｉＣ単結晶をエピタキシャル成長させる必要がある。得られるＳｉＣ単結晶基板には、多くの転位が存在しており、これらは基底面転位（ＢＰＤ）、螺旋転位（ＴＳＤ）及び刃状転位（ＴＥＤ）の３種類に大別される。これらの転位の内、基底面転位はエピタキシャル成長膜へ引き継がれ、デバイスの駆動領域に存在すると、通電によって基底面転位が積層欠陥に拡張し、ＳｉＣデバイスの信頼性に悪影響を与える。これら転位に関し、特許文献１（特許第６１９２９４８号公報）には、刃状転位が偏って分布する領域、及び基底面転位が偏って分布する領域を有するＳｉＣ単結晶が開示されている。このようなＳｉＣ単結晶は特定の転位種に起因する特性劣化を抑制できることが記載されている。特許文献２（特許第５７５０３６３号公報）には、｛０００１｝面内方向のバーガースベクトルを有する転位（主として基底面転位と貫通型刃状転位）の体積密度が３７００ｃｍ／ｃｍ^{3}以下である低転位密度領域を含む

ＳｉＣ単結晶が開示されている。また、ＳｉＣ単結晶基板を加工する際に割れやクラックが発生することが知られている。これに関し、非特許文献１（Y. Qiusheng, C. Senkai and P. Jisheng, “Surface and subsurface cracks characteristics of single crystal SiC wafer in surface machining,” AIP Conference Proceedings 1653, 020091 (2015)）には、単結晶ＳｉＣウェハに様々な加工を行い、それによりウェハ表面に発生するクラック特性を分析したことが記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特許第６１９２９４８号公報

特許文献2：特許第５７５０３６３号公報

非特許文献

[0005] 非特許文献1：Y. Qiusheng, C. Senkai and P. Jisheng, “Surface and sub surface cracks characteristics of single crystal SiC wafer in surface machining,” AIP Conference Proceedings 1653, 020091 (2015)

発明の概要

[0006] 非特許文献１の開示によれば、ＳｉＣは極めて硬いために加工が難しく、ウェハの研削、研磨、切断等の際に発生する割れやクラックによる歩留まりの低下が課題となっている。その直接的な原因は明らかにされていないが、転位による塑性変形等の結晶内の歪みが関与している可能性がある。この点、特許文献１及び２に開示されるようなＳｉＣ単結晶に存在する転位は偏りをもって分布していると考えられ、その場合、ＳｉＣ基板の研削、研磨、切断等の基板加工時に割れ及びクラックが発生しやすくなる。

[0007] 本発明者らは、今般、ＳｉＣ基板が、ＢＰＤが極度に多い領域が少ない（すなわち、ＢＰＤの分布が均一な）二軸配向ＳｉＣ層を備えることにより、ＳｉＣ基板における結晶内の歪みが小さくなり、研削、研磨、切断等の基板加工時の割れ及びクラックを低減できるとの知見を得た。

[0008] したがって、本発明の目的は、基板加工時の割れ及びクラックを低減可能なＳｉＣ基板を提供することにある。

[0009] 本発明によれば、以下の態様が提供される。

［態様１］

二軸配向ＳｉＣ層を備えたＳｉＣ基板であって、

前記二軸配向ＳｉＣ層をＸ線トポグラフ（ＸＲＴ）測定して得られるＸＲＴ像において、前記ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの基底面転位（ＢＰＤ）の体積密度における平均値をＸ（ｃｍ／ｃｍ^3）としたときに、１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない、ＳｉＣ基板。

［態様２］

前記ＸＲＴ像において、１マス当たり３Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で５マス以上連続しない、態様１に記載のＳｉＣ基板。

［態様３］

前記ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの螺旋転位（ＴＳＤ）の個数密度における平均値をＹ（／ｃｍ^2）としたときに、１マス当たり２Ｙ（／ｃｍ^2）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない、態様１又は２に記載のＳｉＣ基板。

［態様４］

前記ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの刃状転位（ＴＥＤ）の個数密度における平均値をＺ（／ｃｍ^2）としたときに、１マス当たり２Ｚ（／ｃｍ^2）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない、態様１～３のいずれか一つに記載のＳｉＣ基板。

［態様５］

前記Ｘが２００～５０００ｃｍ／ｃｍ^{3}である、態様１～４のいずれか一つに記載のＳｉＣ基板。

［態様６］

前記二軸配向ＳｉＣ層の希土類元素濃度が２．０×１０^{14}～５．０×１０^{15}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}である、態様１～５のいずれか一つに記載のＳｉＣ基板。

［態様７］

ＳｉＣ単結晶基板と、前記ＳｉＣ単結晶基板上の態様１～６のいずれか一つに記載のＳｉＣ基板とを備えた、ＳｉＣ複合基板。

図面の簡単な説明

[0010] [図1]ＳｉＣ複合基板１０の縦断面図である。

[図2]ＳｉＣ複合基板１０の製造工程図である。

[図3]エアロゾルデポジション（ＡＤ）装置５０の構成を示す概念図である。

[図4]例１のサンプルにおいて、ＸＲＴ像から１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域を解析し、当該領域を黒塗りのマス目で表示した模式図である。

発明を実施するための形態

[0011] ＳｉＣ基板

本発明によるＳｉＣ基板は、二軸配向ＳｉＣ層を備える。二軸配向ＳｉＣ層をＸ線トポグラフ（ＸＲＴ）測定して得られるＸＲＴ像において、ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの基底面転位（ＢＰＤ）の体積密度における平均値をＸ（ｃｍ／ｃｍ^3）とする。このとき、二軸配向ＳｉＣ層は、１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない。なお、「縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない」とは、縦一直線に連続するマス目の数と横一直線に連続するマス目の数のみをカウントし、斜め一直線に連続するマス目の数はカウントしないものである。このように、ＳｉＣ基板が、ＢＰＤが極度に多い領域が少ない（

すなわち、ＢＰＤの分布が均一な）二軸配向ＳｉＣ層を備えることにより、ＳｉＣ基板における結晶内の歪みが小さくなり、研削、研磨、切断等の基板加工時の割れ及びクラックを低減できる。

[0012] 前述したように、ＳｉＣは極めて硬いために加工が難しく、ウェハの研削、研磨、切断等に発生する割れやクラックによる歩留まりの低下が課題となっている。この点、ＳｉＣ基板に存在する転位が偏りをもって分布している場合、ＳｉＣ基板の研削、研磨、切断等の基板加工時に割れ及びクラックが発生しやすくなる。この点、本発明によれば、かかる問題が好都合に解消される。これにより、ＳｉＣ基板製造時の歩留まりを改善することができる。

[0013] 本発明のＳｉＣ基板が備える二軸配向ＳｉＣ層は、ＸＲＴ測定して得られるＸＲＴ像において、ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりのＢＰＤの体積密度における平均値をＸ（ｃｍ／ｃｍ^3）としたときに、１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続せず、好ましくは５マス以上、より好ましくは２マス以上連続しない。また、上記ＸＲＴ像において、１マス当たり３Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で５マス以上連続しないのが好ましく、より好ましくは４マス以上、さらに好ましくは３マス以上連続しない。このようにＢＰＤが極度に多い領域を少なくすることで、より効果的に基板加工時の割れ及びクラックを低減することができる。また、１マス当たりのＢＰＤの体積密度における平均値Ｘは２００～５０００ｃｍ／ｃｍ^{3}であるのが好ましい。

[0014] 二軸配向ＳｉＣ層は、ＸＲＴ測定して得られるＸＲＴ像において、ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりのＴＳＤの個数密度における平均値をＹ（／ｃｍ^2）としたときに、１マス当たり２Ｙ（／ｃｍ^2）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しないのが好ましく、より好ましくは６マス以上連続しない。このようにＴＳＤが極度に多い領域も少なくすることで、より効果的に基板加工時の割れ及びクラックを低減することができる。また、１マ

ス当たりのＴＳＤの個数密度における平均値Ｙは１００～８００／ｃｍ^{2}であるのが好ましい。

[0015] 二軸配向ＳｉＣ層は、ＸＲＴ測定して得られるＸＲＴ像において、ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりのＴＥＤの個数密度における平均値をＺ（／ｃｍ^2）としたときに、１マス当たり２Ｚ（／ｃｍ^2）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しないのが好ましく、より好ましくは４マス以上連続しない。このようにＴＥＤが極度に多い領域も少なくすることで、より効果的に基板加工時の割れ及びクラックを低減することができる。また、１マス当たりのＴＥＤの個数密度における平均値Ｚは１０００～８０００／ｃｍ^{2}であるのが好ましい。

[0016] ＳｉＣ基板ないし二軸配向ＳｉＣ層はオフ角を有していてもよく、その場合、オフ角はＳｉＣ基板ないし二軸配向ＳｉＣ層の［０００１］軸から０．１～１２°であるのが好ましく、より好ましくは１～５°である。

[0017] 二軸配向ＳｉＣ層は希土類元素を含むのが好ましく、希土類元素の例としては、Ｙ、Ｌａ、Ｃｅ、Ｐｒ、Ｎｄ、Ｐｍ、Ｓｍ、Ｅｕ、Ｇｄ、Ｔｂ、Ｄｙ、Ｈｏ、Ｅｒ、Ｔｍ、Ｙｂ、Ｌｕ、Ｓｃ及びそれらの組合せが挙げられる。割れ及びクラック低減の観点からは、希土類元素はＹであるのが好ましい。

[0018] 二軸配向ＳｉＣ層が希土類元素を含む場合、二軸配向ＳｉＣ層の希土類元素濃度は２．０×１０^{14}～５．０×１０^{15}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}であるのが好ましく、より好ましくは５．０×１０^{14}～２．０×１０^{15}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}である。希土類元素を上記範囲内の濃度とすることで、効果的にＢＰＤが極度に多い領域が少ない二軸配向ＳｉＣ層とすることができる。

[0019] 二軸配向ＳｉＣ層は、ｃ軸方向及びａ軸方向に配向しているのが好ましい。また、ＳｉＣ基板が二軸配向ＳｉＣ層で構成されるのが好ましい。二軸配向ＳｉＣ層は、ｃ軸及びａ軸の二軸方向に配向している限り、ＳｉＣ単結晶であってもよいし、ＳｉＣ多結晶であってもよいし、モザイク結晶であってもよい。モザイク結晶とは、明瞭な粒界は有しないが、結晶の配向方位がｃ

軸及びａ軸の一方又は両方がわずかに異なる結晶の集まりになっているものをいう。配向の評価方法は、特に限定されるものではないが、例えばＥＢＳＤ（Ｅｌｅｃｔｒｏｎ　Ｂａｃｋ　Ｓｃａｔｔｅｒ　Ｄｉｆｆｒａｃｔｉｏｎ　Ｐａｔｔｅｒｎｓ）法やＸ線極点図等の公知の分析手法を用いることができる。例えば、ＥＢＳＤ法を用いる場合、二軸配向ＳｉＣ層の表面（板面）又は板面と直交する断面の逆極点図マッピングを測定する。得られた逆極点図マッピングにおいて、（Ａ）板面の略法線方向の特定方位（第１軸）に配向していること、（Ｂ）第１軸に直交する、略板面内方向の特定方位（第２軸）に配向していること、（Ｃ）第１軸からの傾斜角度が±１０°以内に分布していること、及び（Ｄ）第２軸からの傾斜角度が±１０°以内に分布していること、という４つの条件を満たすときに略法線方向と略板面方向の２軸に配向していると定義できる。言い換えると、上記４つの条件を満たしている場合に、ｃ軸及びａ軸の２軸に配向していると判断する。例えば板面の略法線方向がｃ軸に配向している場合、略板面内方向がｃ軸と直交する特定方位（例えばａ軸）に配向していればよい。二軸配向ＳｉＣ層は、略法線方向と略板面内方向の２軸に配向していればよいが、略法線方向がｃ軸に配向していることが好ましい。略法線方向及び／又は略板面内方向の傾斜角度分布は小さい方が二軸配向ＳｉＣ層のモザイク性が小さくなり、ゼロに近づくほど単結晶に近くなる。このため、二軸配向ＳｉＣ層の結晶性の観点では、傾斜角度分布は略法線方向及び略板面方向共に小さい方が好ましく、例えば±５°以下がより好ましく、±３°以下がさらに好ましい。

[0020] ＳｉＣ複合基板

本発明のＳｉＣ基板はＳｉＣ複合基板の形態であるのが好ましい。すなわち、本発明の好ましい態様によれば、ＳｉＣ単結晶基板と、ＳｉＣ単結晶基板上の上述したＳｉＣ基板とを備えた、ＳｉＣ複合基板が提供される。このように、ＢＰＤが極度に多い領域が少ない（すなわち、ＢＰＤの分布が均一な）二軸配向ＳｉＣ層を備えたＳｉＣ基板をＳｉＣ複合基板が備えることで、基板加工時の割れ及びクラックを低減することができる。

[0021] ＳｉＣ単結晶基板は、典型的にはＳｉＣ単結晶で構成される層であり、結晶成長面を有する。ＳｉＣ単結晶基板は、オフ角を有するのが好ましい。ＳｉＣ単結晶のポリタイプ、オフ角及び極性は特に限定されるものではないが、ポリタイプは４Ｈ又は６Ｈが好ましく、オフ角は単結晶ＳｉＣの［０００１］軸から０．１～１２°であることが好ましく、極性はＳｉ面でもＣ面でもよい。ポリタイプは４Ｈ、オフ角は単結晶ＳｉＣの［０００１］軸から１～５°であることがより好ましく、極性はＳｉ面でもＣ面でもよい。

[0022] 本発明のＳｉＣ基板は、二軸配向ＳｉＣ層単独の自立基板の形態であってもよいし、ＳｉＣ単結晶基板を伴ったＳｉＣ複合基板の形態であってもよい。したがって、必要に応じて、二軸配向ＳｉＣ層は最終的にＳｉＣ単結晶基板から分離されてもよい。ＳｉＣ単結晶基板の分離は、公知の手法により行えばよく、特に限定されない。例えば、ワイヤーソーによって二軸配向ＳｉＣ層を分離する手法、放電加工によって二軸配向ＳｉＣ層を分離する手法、レーザーを利用して二軸配向ＳｉＣ層を分離する手法等が挙げられる。また、ＳｉＣ単結晶基板上に二軸配向ＳｉＣ層をエピタキシャル成長させる形態の場合、ＳｉＣ単結晶基板を分離後、二軸配向ＳｉＣ層を別の支持基板に設置してもよい。別の支持基板の材質は特に限定はないが、材料物性の観点から好適なものを選択すればよい。例えば熱伝導率の観点では、Ｃｕ等の金属基板、ＳｉＣ、ＡｌＮ等のセラミックス基板等が挙げられる。

[0023] ＳｉＣ複合基板の製造方法

本発明のＳｉＣ基板を備えるＳｉＣ複合基板は、（ａ）ＳｉＣ単結晶基板上に所定の配向前駆体層を形成し、（ｂ）ＳｉＣ単結晶基板上で配向前駆体層を熱処理してその少なくともＳｉＣ単結晶基板近くの部分をＳｉＣ基板（二軸配向ＳｉＣ層）に変換し、所望により（ｃ）研削や研磨等の加工を施して二軸配向ＳｉＣ層の表面を露出させることにより好ましく製造することができる。しかしながら、ＳｉＣ複合基板の製造方法には限定がなく、上述したような、ＢＰＤが極度に多い領域が少ない二軸配向ＳｉＣ層を備えるＳｉＣ基板を得ることができればよい。例えば、ＣＶＤや昇華法のような気相法

でもよいし、溶液法のような液相法でもよい。転位の分布が均一に制御された二軸配向ＳｉＣ層を得るためには、後述するように、配向前駆体層形成時の希土類元素の添加量、配向前駆体層形成時の成膜条件（キャリアガス流量やノズルサイズ）、配向前駆体層の熱処理条件等を制御するのが好ましい。このような製造方法によれば、ＢＰＤが極度に多い領域が少ない二軸配向ＳｉＣ層を備えるＳｉＣ基板を好ましく作製することができ、ＳｉＣ基板ないしそれを用いたＳｉＣ複合基板加工時の割れ及びクラックを効果的に低減することができる。

[0024] 以下、ＳｉＣ複合基板の好ましい製造方法を説明する。図１はＳｉＣ複合基板１０の縦断面図（ＳｉＣ複合基板１０の中心軸を含む面でＳｉＣ複合基板１０を縦に切断したときの断面図）であり、図２はＳｉＣ複合基板１０の製造工程図である。

[0025] 図１に示すように、本実施形態のＳｉＣ複合基板１０は、ＳｉＣ単結晶基板２０と、ＳｉＣ単結晶基板上のＳｉＣ基板３０（本発明のＳｉＣ基板に相当）とを備えている。

[0026] （ａ）配向前駆体層の形成工程

図２（ａ）に示すように、配向前駆体層４０は、後述の熱処理によりＳｉＣ基板（二軸配向ＳｉＣ層）３０となるものである。配向前駆体層４０の形成工程では、ＳｉＣ単結晶基板２０の結晶成長面に配向前駆体層４０を形成する。

[0027] 配向前駆体層４０の形成方法は、公知の手法が採用可能である。配向前駆体層４０の形成方法は、例えば、ＡＤ（エアロゾルデポジション）法、ＨＰＰＤ（超音速プラズマ粒子堆積法）法等の固相成膜法、スパッタリング法、蒸着法、昇華法、各種ＣＶＤ（化学気相成長）法等の気相成膜法、溶液成長法等の液相成膜法が挙げられ、配向前駆体層４０を直接ＳｉＣ単結晶基板２０上に形成する手法が使用可能である。ＣＶＤ法としては、例えば熱ＣＶＤ法、プラズマＣＶＤ法、ミストＣＶＤ法、ＭＯ（有機金属）ＣＶＤ法等を用いることができる。また、配向前駆体層４０として、予め昇華法や各種ＣＶ

Ｄ法、焼結等で作製した多結晶体を使用し、ＳｉＣ単結晶基板２０上に載置する方法も用いることができる。あるいは、配向前駆体層４０の成形体を予め作製し、この成形体をＳｉＣ単結晶基板２０上に載置する手法であってもよい。このような配向前駆体層４０は、テープ成形により作製されたテープ成形体でもよいし、一軸プレス等の加圧成形により作製された圧粉体でもよい。

[0028] これらの配向前駆体層４０を形成するにあたり、配向前駆体層４０の原料に希土類化合物が含まれるようにするのが好ましい。こうすることで、二軸配向ＳｉＣ層中の希土類化合物の濃度を制御し、二軸配向ＳｉＣ層における転位の分布を効果的に制御することができる。希土類化合物としては、特に限定されるものではないが、上述した１７種類の希土類元素のうちの少なくとも１種類の元素の酸化物、窒化物、炭化物、及びフッ化物等が挙げられる。希土類化合物として希土類元素の酸化物が好ましく、より好ましくはＹの酸化物（酸化イットリウム）である。また、配向前駆体層４０形成時に使用するキャリアガス（例えばN_2）の流量により、二軸配向ＳｉＣ層における転位の分布を効果的に制御することができる。

[0029] なお、ＳｉＣ単結晶基板２０上に直接配向前駆体層４０を形成する手法において、各種ＣＶＤ法や昇華法、溶液成長法等を用いる場合、後述する熱処理工程を経ることなくＳｉＣ単結晶基板２０上にエピタキシャル成長を生じ、ＳｉＣ基板３０が成膜される場合がある。しかし、配向前駆体層４０は、形成時には配向していない状態、即ち非晶質や無配向の多結晶であり、後段の熱処理工程でＳｉＣ単結晶を種として配向させることが好ましい。このようにすることで、ＳｉＣ基板３０の表面に到達する結晶欠陥を効果的に低減することができる。この理由は定かではないが、一旦成膜された固相の配向前駆体層がＳｉＣ単結晶を種として結晶構造の再配列を生じることも結晶欠陥の消滅に効果があるのではないかと考えている。従って、各種ＣＶＤ法や昇華法、溶液成長法等を用いる場合は、配向前駆体層４０の形成工程においてエピタキシャル成長が生じない条件を選択することが好ましい。

[0030] しかしながら、ＡＤ法や、各種ＣＶＤ法でＳｉＣ単結晶基板２０上に直接配向前駆体層４０を形成する手法、又は昇華法、各種ＣＶＤ法、焼結等で別途作製した多結晶体をＳｉＣ単結晶基板２０上に載置する手法が好ましい。これらの方法を用いることで配向前駆体層４０を比較的短時間で形成することが可能となる。ＡＤ法は高真空のプロセスを必要とせず、成膜速度も相対的に速いため、特に好ましい。配向前駆体層４０として、予め作製した多結晶体を用いる手法では、多結晶体とＳｉＣ単結晶基板２０の密着性を高めるため、多結晶体の表面を十分に平滑にしておく等の工夫が必要である。このため、コスト的な観点では配向前駆体層４０を直接形成する手法が好ましい。また、予め作製した成形体をＳｉＣ単結晶基板２０上に載置する手法も簡易な手法として好ましいが、配向前駆体層４０が粉末で構成されているため、後述する熱処理工程において焼結させるプロセスを必要とする。いずれの手法も公知の条件を用いることができるが、以下ではＡＤ法又は熱ＣＶＤ法によりＳｉＣ単結晶基板２０上に直接配向前駆体層４０を形成する方法及び予め作製した成形体をＳｉＣ単結晶基板２０上に載置する手法について述べる。

[0031] ＡＤ法は、微粒子や微粒子原料をガスと混合してエアロゾル化し、このエアロゾルをノズルから高速噴射して基板に衝突させ、被膜を形成する技術であり、常温で被膜を形成できるという特徴を有している。このようなＡＤ法で用いられる成膜装置（ＡＤ装置）の一例を図３に示す。図３に示されるＡＤ装置５０は、大気圧より低い気圧の雰囲気下で原料粉末を基板上に噴射するＡＤ法に用いられる装置として構成されている。このＡＤ装置５０は、原料成分を含む原料粉末のエアロゾルを生成するエアロゾル生成部５２と、原料粉末をＳｉＣ単結晶基板２０に噴射して原料成分を含む膜を形成する成膜部６０とを備えている。エアロゾル生成部５２は、原料粉末を収容し図示しないガスボンベからのキャリアガスの供給を受けてエアロゾルを生成するエアロゾル生成室５３と、生成したエアロゾルを成膜部６０へ供給する原料供給管５４と、エアロゾル生成室５３及びその中のエアロゾルに１０～１００

Ｈｚの振動数で振動が付与する加振器５５とを備えている。キャリアガスとしては、例えば、N_2等が挙げられる。また、二軸配向ＳｉＣ層における転位密度の分布を効果的に制御するために、キャリアガスの流量を制御することも好ましく、その流量は２．０～６．５Ｌ／ｍｉｎであるのが好ましく、４．０～６．５Ｌ／ｍｉｎであってもよい。成膜部６０は、ＳｉＣ単結晶基板２０にエアロゾルを噴射する成膜チャンバ６２と、成膜チャンバ６２の内部に配設されＳｉＣ単結晶基板２０を固定する基板ホルダ６４と、基板ホルダ６４をＸ軸－Ｙ軸方向に移動するＸ－Ｙステージ６３とを備えている。また、成膜部６０は、先端にスリット６７が形成されエアロゾルをＳｉＣ単結晶基板２０へ噴射する噴射ノズル６６と、成膜チャンバ６２を減圧する真空ポンプ６８とを備えている。噴射ノズル６６は、原料供給管５４の先端に取り付けられている。

[0032] ＡＤ法は、成膜条件によって膜中に気孔を生じる場合や、膜が圧粉体となることが知られている。例えば、原料粉末の基板への衝突速度や原料粉末の粒径、エアロゾル中の原料粉末の凝集状態、単位時間当たりの噴射量等に影響を受けやすい。原料粉末の基板への衝突速度に関しては、成膜チャンバ６２と噴射ノズル６６内の差圧や、噴射ノズルの開口面積等に影響を受ける。このため、緻密な配向前駆体層を得るには、これらのファクターを適切に制御することが必要である。特に、二軸配向ＳｉＣ層における転位密度の分布を効果的に制御するためには、例えば、噴射ノズルの開口面積（ノズルサイズ）を制御するのが好ましい。

[0033] 熱ＣＶＤ法では、成膜装置は市販のもの等公知のものを利用することができる。原料ガスは特に限定されるものではないが、Ｓｉの供給源としては四塩化ケイ素（$SiCl_4$）ガスやシラン（SiH_4）ガス、Ｃの供給源としてはメタン（CH_4）ガスやプロパン（C_3H_8）ガス等を用いることができる。成膜温度は１０００～２２００℃が好ましく、１１００～２０００℃がより好ましく、１２００～１９００℃がさらに好ましい。

[0034] 熱ＣＶＤ法を用いてＳｉＣ単結晶基板２０上に成膜する場合、ＳｉＣ単結

晶基板２０上にエピタキシャル成長を生じ、ＳｉＣ基板３０を形成する場合があることが知られている。しかし、配向前駆体層４０は、その作製時には配向していない状態、即ち非晶質や無配向の多結晶であり、熱処理工程時にＳｉＣ単結晶を種結晶として結晶の再配列を生じさせることが好ましい。熱ＣＶＤ法を用いてＳｉＣ単結晶上に非晶質や多結晶の層を形成するには、成膜温度やＳｉ源、Ｃ源のガス流量及びそれらの比率、成膜圧力等が影響することが知られている。成膜温度の影響は大きく、非晶質又は多結晶層を形成する観点では成膜温度は低い方が好ましく、１７００℃未満が好ましく、１５００℃以下がより好ましく、１４００℃以下がさらに好ましい。しかし、成膜温度が低すぎると成膜レート自体も低下するため、成膜レートの観点では成膜温度は高い方が好ましい。

[0035] 配向前駆体層４０として予め作製した成形体を用いる場合、配向前駆体の原料粉末を成形して作製することができる。例えば、プレス成形を用いる場合、配向前駆体層４０は、プレス成形体である。プレス成形体は、配向前駆体の原料粉末を公知の手法に基づきプレス成形することで作製可能であり、例えば、原料粉末を金型に入れ、好ましくは１００～４００ｋｇｆ／ｃｍ^2、より好ましくは１５０～３００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}の圧力でプレスすることにより作製すればよい。また、成形方法に特に限定はなく、プレス成形の他、テープ成形、押出し成形、鋳込み成形、ドクターブレード法及びこれらの任意の組合せを用いることができる。例えば、テープ成形を用いる場合、原料粉末にバインダー、可塑剤、分散剤、分散媒等の添加物を適宜加えてスラリー化し、このスラリーをスリット状の細い吐出口を通過させることにより、シート状に吐出及び成形するのが好ましい。シート状に成形した成形体の厚さに限定はないが、ハンドリングの観点では５～５００μｍであるのが好ましい。また、厚い配向前駆体層が必要な場合はこのシート成形体を多数枚積み重ねて、所望の厚さとして使用すればよい。これらの成形体はその後のＳｉＣ単結晶基板２０上での熱処理によりＳｉＣ単結晶基板２０近くの部分が、ＳｉＣ基板３０となるものである。このような手法では、後述する熱処理工程

において成形体を焼結させる必要がある。成形体が焼結し、多結晶体としてＳｉＣ単結晶基板２０と一体となる工程を経たのちに、ＳｉＣ基板３０を形成することが好ましい。成形体が焼結した状態を経ない場合、ＳｉＣ単結晶を種としたエピタキシャル成長が十分に生じない場合がある。このため、成形体はＳｉＣ原料の他に、焼結助剤等の添加物を含んでいてもよい。

[0036]（ｂ）熱処理工程

図２（ｂ）に示すように、熱処理工程では、ＳｉＣ単結晶基板２０上に配向前駆体層４０が積層又は載置された積層体を熱処理することによりＳｉＣ基板３０を生成させる。熱処理方法は、ＳｉＣ単結晶基板２０を種としたエピタキシャル成長が生じるかぎり特に限定されず、管状炉やホットプレート等、公知の熱処理炉で実施することができる。また、これらの常圧（プレスレス）での熱処理だけでなく、ホットプレスやＨＩＰなどの加圧熱処理や、常圧熱処理と加圧熱処理の組み合わせも用いることができる。熱処理の雰囲気は真空、窒素、不活性ガス、及びそれらの組合せの雰囲気から選択することができる。熱処理温度は、好ましくは１７００～２７００℃である。温度を高くすることで、ＳｉＣ単結晶基板２０を種結晶として配向前駆体層４０がｃ軸及びａ軸に配向しながら成長しやすくなる。したがって、熱処理温度は、好ましくは１７００℃以上、より好ましくは１８００℃以上、さらに好ましくは１９００℃以上、特に好ましくは２２００℃以上である。一方、温度が過度に高いと、ＳｉＣの一部が昇華により失われたり、ＳｉＣが塑性変形して反り等の不具合が生じたりする可能性がある。したがって、熱処理温度は、好ましくは２７００℃以下、より好ましくは２５００℃以下である。しかしながら、熱処理条件は、二軸配向ＳｉＣ層中の希土類元素の濃度、及び二軸配向ＳｉＣ層における転位密度の分布に影響を与えるため、その条件（例えば熱処理温度）を適宜制御するのが好ましい。このような観点から、熱処理温度は、好ましくは２２００～２６００℃、より好ましくは２３９０～２５００℃、さらに好ましくは２４００～２５００℃、特に好ましくは２４００～２４５０℃である。また、その保持時間は２～３０時間が好ましく

、より好ましくは４～２０時間である。また、熱処理は複数の段階に分けて行ってもよい。このような場合であっても、熱処理温度及び合計保持時間は、上記範囲内であることが好ましい。さらに、熱処理温度や保持時間はエピタキシャル成長で生じるＳｉＣ基板３０の厚さにも関係しており、適宜調整することができる。

[0037] 但し、配向前駆体層４０として予め作製した成形体を用いる場合、熱処理中に焼結させる必要があり、高温での常圧焼成やホットプレスやＨＩＰ又はそれらの組み合わせが好適である。例えば、ホットプレスを用いる場合、面圧は５０ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上が好ましく、より好ましくは１００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上、さらに好ましくは２００ｋｇｆ／ｃｍ^{2}以上であり、特に上限はない。また、焼成温度も焼結とエピタキシャル成長が生じる限り、特に限定はない。しかしながら、焼成条件は、二軸配向ＳｉＣ層中の希土類元素の濃度、及び二軸配向ＳｉＣ層における転位の分布に影響を与えるため、その条件（例えば焼成温度や保持時間）を適宜制御するのが好ましい。このような観点から、焼成温度は、好ましくは１７００～２７００℃である。また、その保持時間は２～１８時間が好ましい。焼成時の雰囲気は真空、窒素、不活性ガス雰囲気又は窒素と不活性ガスの混合ガスから選択することができる。また、上記同様、焼成は複数の段階に分けて行ってもよく、焼成温度及び合計保持時間は、上記範囲内であることが好ましい。原料となるＳｉＣ粉末は、α－ＳｉＣ及びβ－ＳｉＣの少なくとも一方で構成されていてもよいが、β－ＳｉＣで構成されるのが好ましい。ＳｉＣ粉末は、好ましくは０．０１～１００μｍの体積基準Ｄ５０粒径を有するＳｉＣ粒子で構成される。

[0038] 熱処理工程では、配向前駆体層４０内の結晶は好ましくはＳｉＣ単結晶基板２０の結晶成長面からｃ軸及びａ軸に配向しながら成長していくため、配向前駆体層４０は、結晶成長面から徐々にＳｉＣ基板３０に変わっていく。生成したＳｉＣ基板３０を備えるＳｉＣ複合基板は、基板加工時の割れ及びクラックが低減されたものになる。

[0039] （ｃ）研削及び／又は研磨工程

図２（ｃ）に示すように、研削工程では、熱処理工程後にＳｉＣ基板３０上に残った配向前駆体層４０を研削除去して、ＳｉＣ基板３０の表面を露出させ、露出した表面を研削及び／又は研磨する。こうすることにより、ＳｉＣ複合基板１０を得る。

[0040] なお、本発明は上述した実施形態に何ら限定されることはなく、本発明の技術的範囲に属する限り種々の態様で実施し得ることはいうまでもない。例えば、上述した実施形態では、ＳｉＣ単結晶基板２０上にＳｉＣ基板３０を１層のみ設けたが、２層以上設けてもよい。具体的には、ＳｉＣ複合基板１０のＳｉＣ基板３０に配向前駆体層４０を積層し、熱処理した後に、研削及び／又は研磨をこの順に行うことにより、ＳｉＣ基板３０の上に２層目のＳｉＣ基板３０を設けることができる。

実施例

[0041] 本発明を以下の例によってさらに具体的に説明する。なお、以下の例は本発明を何ら限定するものではない。

[0042] 例１

（１）配向前駆体層の作製

市販の微細β－ＳｉＣ粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．７μｍ）９０．８重量％、酸化イットリウム粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．１μｍ）９．２重量％を含む原料粉末を用意した。これらの原料粉末を、ＳｉＣボールを使用してエタノール中で２４時間ボールミル混合し、乾燥することで混合粉末を得た。ＳｉＣ単結晶層として市販のＳｉＣ単結晶基板（ｎ型４Ｈ－ＳｉＣ、直径約１５０ｍｍ（６インチ）、Ｓｉ面、（０００１）面、オフ角４°、厚さ０．３５ｍｍ、オリフラ（Ｏｒｉｅｎｔａｔｉｏｎ　Ｆｌａｔ）なし）を用意し、図３に示すＡＤ装置５０において、ＳｉＣ単結晶基板上に混合粉末を噴射してＡＤ膜（配向前駆体層）を形成した。

[0043] ＡＤ成膜条件は以下のとおりとした。まずキャリアガスはN_2とし、流量は４．０Ｌ／ｍｉｎとした。長辺５ｍｍ×短辺０．４ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜した。ノズルのスキャン条件は、

０．５ｍｍ／ｓのスキャン速度で、スリットの長辺に対して垂直且つ進む方向に１５５ｍｍ移動、スリットの長辺方向に５ｍｍ移動、スリットの長辺に対して垂直且つ戻る方向に１５５ｍｍ移動、スリットの長辺方向且つ初期位置とは反対方向に５ｍｍ移動、とのスキャンを繰り返し、スリットの長辺方向に初期位置から１５５ｍｍ移動した時点で、それまでとは逆方向にスキャンを行い、初期位置まで戻るサイクルを１サイクルとし、これを４０００サイクル繰り返した。このようにして形成したＡＤ膜の厚さは約４００μｍであった。

[0044] （２）配向前駆体層の熱処理

配向前駆体層であるＡＤ膜を形成したＳｉＣ単結晶基板をＡＤ装置から取り出し、アルゴン雰囲気中で、２４００℃にて１０時間アニールした。すなわち、配向前駆体層を熱処理して熱処理層とした。

[0045] （３）研削

（３－１）表面研削

熱処理層を形成したＳｉＣ単結晶基板の（０００１）面を、グラインダ（１０００～６０００番手のダイヤモンドホイール）で所定の厚さまで平面研削し、目標の厚さ及び面状態にした。

[0046] （３－２）裏面研削

熱処理層を形成したＳｉＣ単結晶基板の（０００－１）面を、グラインダ（１０００～６０００番手のダイヤモンドホイール）で所定の厚さまで平面研削し、目標の厚さ及び面状態にした。このようにしてＳｉＣ基板を得た。

[0047] （４）加工後の割れ及びクラックの発生抑制に関する評価

工業用顕微鏡（ニコン製、ＥＣＬＩＰＳＥ　ＬＶ１５０Ｎ）を用いて、接眼レンズの倍率を１０倍、対物レンズの倍率を５倍とした。偏光モード及び微分干渉モードにて上記（３）で得られたＳｉＣ基板の表面全体を観察し、割れやクラックが確認された場合は割れやクラックが存在する基板とみなした。このとき、割れ及びクラックの長さが１００μｍ以上のもののみを、割れ及びクラックとしてカウントした。上記のように作製したＳｉＣ基板と同

一条件で作製したＳｉＣ基板１００枚のうち、長さが１００μｍ以上の割れ及びクラックがあるＳｉＣ基板の数を求めることで、割れ及びクラックの発生率P_C（％）を算出した。このP_Cを求めることで基板の歩留まりを評価した。結果を表１に示す。

[0048] （５）研磨

（５－１）表面研磨

上記（３）で得られたＳｉＣ基板の（０００１）面をダイヤモンド砥粒で研磨加工した後、化学機械研磨（ＣＭＰ）仕上げをし、目標の厚さ及び面状態とした。

[0049] （５－２）裏面研磨

上記（３）で得られたＳｉＣ基板の（０００－１）面をダイヤモンド砥粒で研磨加工し、目標の厚さ及び面状態とした。

[0050] （６）熱処理層の二軸配向性評価

ＥＢＳＤ（Ｅｌｅｃｔｒｏｎ Ｂａｃｋ Ｓｃａｔｔｅｒ Ｄｉｆｆｒａｃｔｉｏｎ Ｐａｔｔｅｒｎｓ）法を用いて、以下に示す条件により、上記（３）で得られた熱処理層の表面（板面）及び板面と直交する断面の逆極点図マッピングを測定したところ、傾斜角度分布は略法線方向及び略板面方向ともに０．０１°以下であったため、熱処理層はｃ軸とａ軸に配向した二軸配向ＳｉＣ層であると判断した。

[0051] ＜ＥＢＳＤ測定条件＞

・測定装置：電子線後方散乱回折装置（ＥＢＳＤ）（オックスフォード・インストゥルメンツ社製Ｎｏｒｄｌｙｓ Ｎａｎｏ）を取り付けたＳＥＭ（日立ハイテクノロジーズ社製、ＳＵ－５０００）

・加速電圧：１５ｋＶ

・スポット強度：７０

・ワーキングディスタンス：２２．５ｍｍ

・ステップサイズ：０．５μｍ

・試料傾斜角：７０°

・測定プログラム：Ａｚｔｅｃ（ｖｅｒｓｉｏｎ　３．３）

[0052] （７）熱処理層のＸ線トポグラフ（ＸＲＴ）測定

上記（５）により作製したＳｉＣ基板を評価サンプルとして、以下に示す条件により、評価サンプルのＸＲＴ像を取得した。

[0053] ＜ＸＲＴ測定条件＞

・測定装置：Ｘ線トポグラフイメージングシステム（株式会社リガク製、ＸＲＴｍｉｃｒｏｎ）

・観察モード：反射

・回折面：（１１－２８）面

・Ｘ線源：Ｃｕ、Ｋα

・管電圧／管電流：４０ｋＶ／３０ｍＡ

・検出器：ＸＴＯＰ　ＣＣＤカメラ

・撮影エリア：サンプル全面

[0054] まず、基底面転位（ＢＰＤ）に関する評価を行った。得られたサンプル全面のＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した。なお、「深さ」とはＸ線の侵入深さを表す。区画した各領域において、画像処理ソフト（株式会社リガク製）を用いてＢＰＤの全長をそれぞれ測定し、１マス当たりのＢＰＤの体積密度（ｃｍ／ｃｍ^3）を求めた。そして、ＸＲＴ像全領域における上記体積密度の平均値を算出することで、１マス当たりのＢＰＤの体積密度における平均値Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）を求めた。また、１マス当たり５Ｘ以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で連続しているマス数の最大値C_{5X}（マス）、及び１マス当たり３Ｘ以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で連続しているマス数の最大値C_{3X}（マス）も確認した。このとき、C_{5X}及びC_{3X}には、縦一直線に連続するマス目の数と横一直線に連続するマス目の数のみをカウントし、斜め一直線に連続するマス目の数はカウントしない。結果を表１に示す。なお、例１のサンプルにおいて、ＸＲＴ像から１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域を解析し、当該領域を黒塗りのマス目で表示した模式図を図４に示す。こ

の図４においてＣ$_{5X}$に相当する箇所Ａも示す。

[0055] 螺旋転位（ＴＳＤ）に関する評価も行った。得られたサンプル全面のＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した。区画した各領域において、画像処理ソフト（株式会社リガク製）を用いてＴＳＤの個数をそれぞれ測定し、１マス当たりのＴＳＤの個数密度（／ｃｍ^2）を求めた。そして、ＸＲＴ像全領域における上記個数密度の平均値を算出することで、１マス当たりのＴＳＤの個数密度における平均値Ｙ（／ｃｍ^2）を求めた。また、１マス当たり２Ｙ以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で連続しているマス数の最大値Ｃ$_{2Y}$（マス）も確認した。このとき、Ｃ$_{2Y}$には、縦一直線に連続するマス目の数と横一直線に連続するマス目の数のみをカウントし、斜め一直線に連続するマス目の数はカウントしない。結果を表１に示す。

[0056] 刃状転位（ＴＥＤ）に関する評価も行った。得られたサンプル全面のＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した。区画した各領域において、画像処理ソフト（株式会社リガク製）を用いてＴＥＤの個数をそれぞれ測定し、１マス当たりのＴＥＤの個数密度（／ｃｍ^2）を求めた。そして、ＸＲＴ像全領域における上記個数密度の平均値を算出することで、１マス当たりのＴＥＤの個数密度における平均値Ｚ（／ｃｍ^2）を求めた。また、１マス当たり２Ｚ以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で連続しているマス数の最大値Ｃ$_{2Z}$（マス）も確認した。このとき、Ｃ$_{2Z}$には、縦一直線に連続するマス目の数と横一直線に連続するマス目の数のみをカウントし、斜め一直線に連続するマス目の数はカウントしない。結果を表１に示す。

[0057]（８）熱処理層内の希土類元素濃度

上記（１）及び（２）と同様にして作製した基板を上記（３－１）と同様に研磨後、縦５ｍｍ×横６ｍｍ程度のチップ状に切断し、これを評価サンプルとした。この評価サンプルの研磨面である（０００１）面に対してダイナミック二次イオン質量分析（Ｄ－ＳＩＭＳ）を行った。希土類元素（本例で

はＹ）の分析装置はＣＡＭＥＣＡ社製ＩＭＳ－７ｆを用い、一次イオン種O_2^+、及び加速電圧１１．０ｋＶにて測定を実施した。こうして、希土類元素（Ｙ）濃度C_{RE}（ａｔｏｍｓ／ｃｍ^3）を測定した。結果を表１に示す。

[0058] 例２

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を５．５Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0059] 例３（比較）

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を３．５Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0060] 例４

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を６．５Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0061] 例５

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を６．０Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0062] 例６（比較）

上記（１）において、微細β－ＳｉＣ粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．７μｍ）８０．８重量％、酸化イットリウム粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．１μｍ）１９．２重量％を含む原料粉体を使用し、キャリアガスであるN_2の流量を２．０Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の

作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0063] 例７

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を４．５Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0064] 例８

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を５．０Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0065] 例９（比較）

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を３．０Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0066] 例１０（比較）

上記（１）において、キャリアガスであるN_2の流量を２．５Ｌ／ｍｉｎとしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0067] 例１１

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．５ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0068] 例１２

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．６ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0069] 例１３（比較）

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．９ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0070] 例１４

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．２ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0071] 例１５

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．３ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0072] 例１６（比較）

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺１．０ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0073] 例１７

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．８ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層

であることが確認された。結果を表１に示す。

[0074] 例１８

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺０．７ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0075] 例１９（比較）

上記（１）において、長辺５ｍｍ×短辺１．１ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0076] 例２０（比較）

上記（１）において、微細β－ＳｉＣ粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．７μｍ）８０．８重量％、酸化イットリウム粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．１μｍ）１９．２重量％を含む原料粉体を使用し、長辺５ｍｍ×短辺１．２ｍｍのスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜したこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0077] 例２１

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４１０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0078] 例２２

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４２０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0079] 例２３（比較）

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２３７０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0080] 例２４

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４３０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0081] 例２５

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４４０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0082] 例２６（比較）

上記（１）において、微細β－ＳｉＣ粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．７μｍ）９４．９重量％、酸化イットリウム粉末（体積基準Ｄ５０粒径：０．１μｍ）５．１重量％を含む原料粉体を使用し、上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４６０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0083] 例２７

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４５０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0084] 例２８

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２３９０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0085] 例２９（比較）

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４７０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0086] 例３０（比較）

上記（２）において、アルゴン雰囲気中で、２４８０℃にて１０時間アニールしたこと以外は、例１と同様にしてＳｉＣ基板の作製及び評価を行った。得られた熱処理層は二軸配向ＳｉＣ層であることが確認された。結果を表１に示す。

[0087]

[表1]

表　1

	X (cm/cm^3)	Y ($/cm^2$)	Z ($/cm^2$)	C_{3X} (マス)	C_{5X} (マス)	C_{2Y} (マス)	C_{2Z} (マス)	C_{RE} ($\times10^{15}atoms/cm^3$)	P_C (%)
例 1	3510	221	2323	8	6	8	5	0.5	7
例 2	732	562	4253	3	2	5	3	0.6	1
例 3*	645	341	3021	18	10	10	11	0.2	43
例 4	250	565	3321	2	1	3	3	0.8	0
例 5	3033	450	2254	4	3	4	2	2.0	1
例 6*	721	120	3465	23	15	13	10	5.5	51
例 7	350	672	6543	14	7	7	9	1.8	8
例 8	1850	540	6684	16	9	6	7	1.0	9
例 9*	846	695	5987	21	12	16	13	0.4	43
例 10*	2253	335	4652	24	21	17	23	0.3	48
例 11	3650	123	6325	16	8	8	6	0.8	8
例 12	1021	625	4577	9	6	7	8	0.6	7
例 13*	465	310	2598	18	11	11	25	0.4	48
例 14	355	213	3993	9	7	7	4	1.2	6
例 15	2890	523	2456	4	2	9	2	4.5	1
例 16*	671	653	3584	16	14	18	15	2.1	43
例 17	384	462	6878	11	8	6	7	1.8	7
例 18	2160	452	6902	10	7	6	8	1.1	6
例 19*	4210	662	6007	19	17	19	21	2.8	44
例 20*	3320	550	4893	14	13	22	17	5.1	51
例 21	1226	321	2312	16	9	8	9	1.2	5
例 22	1096	532	4562	10	8	9	4	0.9	4
例 23*	564	352	2009	23	19	12	12	2.2	42
例 24	421	503	3201	11	8	9	8	1.1	6
例 25	2654	403	2161	3	1	4	4	1.3	0
例 26*	354	210	3137	25	24	10	10	0.1	52
例 27	644	453	2310	9	7	6	5	1.4	8
例 28	2230	446	6152	9	8	6	6	2.1	7
例 29*	3456	633	5510	16	14	13	18	3.3	45
例 30*	1863	375	4252	24	19	12	24	4.1	43

*は比較例を示す。
X:1 マス当たりの BPD の体積密度における平均値(cm/cm^3)
Y:1 マス当たりの TSD の個数密度における平均値($/cm^2$)
Z:1 マス当たりの TED の個数密度における平均値($/cm^2$)
C_{3X}:1 マス当たり 3X 以上となる領域が連続する最大のマス数(マス)
C_{5X}:1 マス当たり 5X 以上となる領域が連続する最大のマス数(マス)
C_{2Y}:1 マス当たり 2Y 以上となる領域が連続する最大のマス数(マス)
C_{2Z}:1 マス当たり 2Z 以上となる領域が連続する最大のマス数(マス)
C_{RE}:希土類元素濃度($\times10^{15}atoms/cm^3$)
P_C:割れ及びクラックの発生割合(%)

[0088] 原因は定かでないが、ＡＤ法における成膜条件（キャリアガス流量等）やＳｉＣ基板内の希土類元素濃度等により、ＢＰＤ等の分布を制御できることが分かった。具体的には、二軸配向ＳｉＣ層のＸＲＴ像全域を１マス当たり

縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりのＢＰＤの体積密度における平均値をＸ（ｃｍ／ｃｍ^3）としたときに、１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しないＳｉＣ基板では、加工時の割れやクラックを低減できることが分かった。特に、１マス当たり３Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で５マス以上連続しない基板では、効果的に加工時の割れやクラックを低減できることが分かった。

請求の範囲

[請求項1] 二軸配向ＳｉＣ層を備えたＳｉＣ基板であって、

前記二軸配向ＳｉＣ層をＸ線トポグラフ（ＸＲＴ）測定して得られるＸＲＴ像において、前記ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍ×深さ２８μｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの基底面転位（ＢＰＤ）の体積密度における平均値をＸ（ｃｍ／ｃｍ^3）としたときに、１マス当たり５Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない、ＳｉＣ基板。

[請求項2] 前記ＸＲＴ像において、１マス当たり３Ｘ（ｃｍ／ｃｍ^3）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で５マス以上連続しない、請求項１に記載のＳｉＣ基板。

[請求項3] 前記ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの螺旋転位（ＴＳＤ）の個数密度における平均値をＹ（／ｃｍ^2）としたときに、１マス当たり２Ｙ（／ｃｍ^2）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない、請求項１又は２に記載のＳｉＣ基板。

[請求項4] 前記ＸＲＴ像全域を１マス当たり縦４ｍｍ×横４ｍｍの領域を与える格子状に区画した場合、１マス当たりの刃状転位（ＴＥＤ）の個数密度における平均値をＺ（／ｃｍ^2）としたときに、１マス当たり２Ｚ（／ｃｍ^2）以上となる領域が、縦横それぞれ一直線で１０マス以上連続しない、請求項１又は２に記載のＳｉＣ基板。

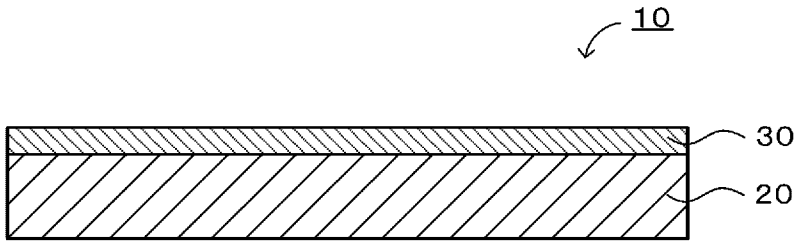
[請求項5] 前記Ｘが２００～５０００ｃｍ／ｃｍ^{3}である、請求項１又は２に記載のＳｉＣ基板。

[請求項6] 前記二軸配向ＳｉＣ層の希土類元素濃度が２．０×１０^{14}～５．０×１０^{15}ａｔｏｍｓ／ｃｍ^{3}である、請求項１又は２に記載のＳｉＣ基板。

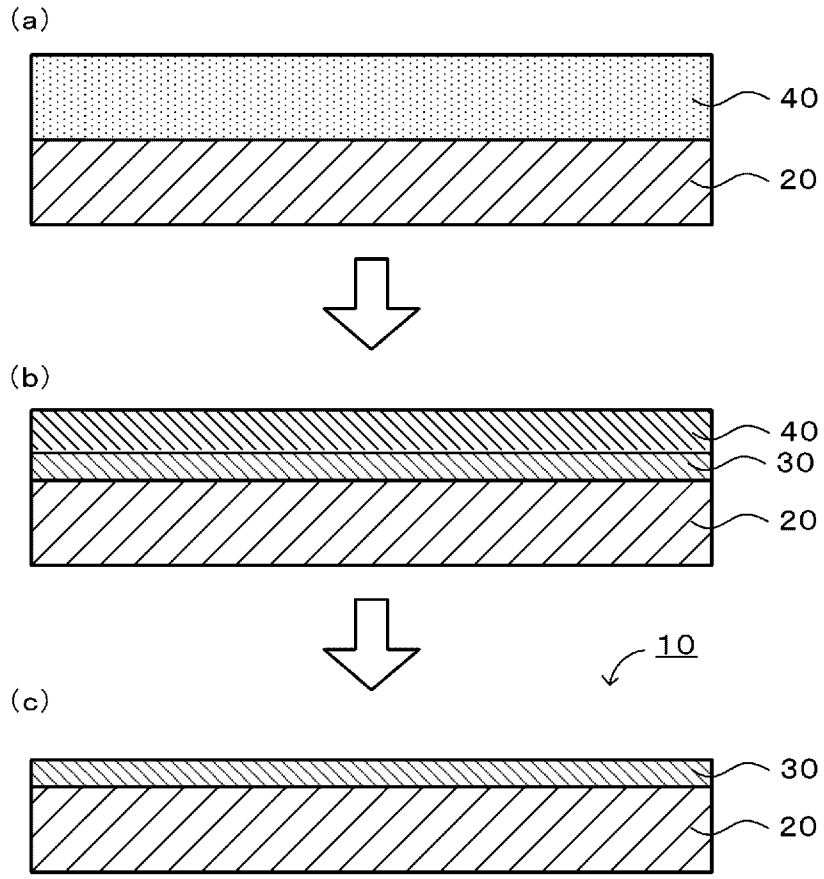
[請求項7] ＳｉＣ単結晶基板と、前記ＳｉＣ単結晶基板上の請求項１又は２に

記載のＳｉＣ基板とを備えた、ＳｉＣ複合基板。

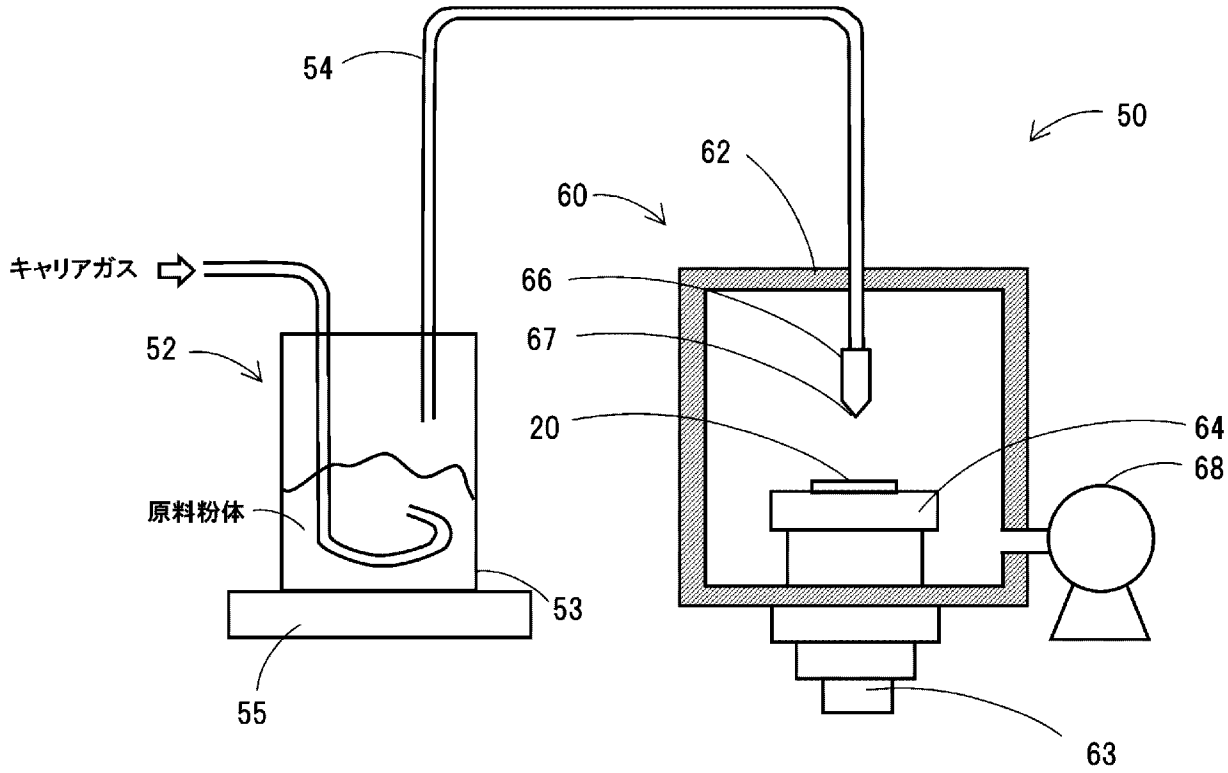
[図1]



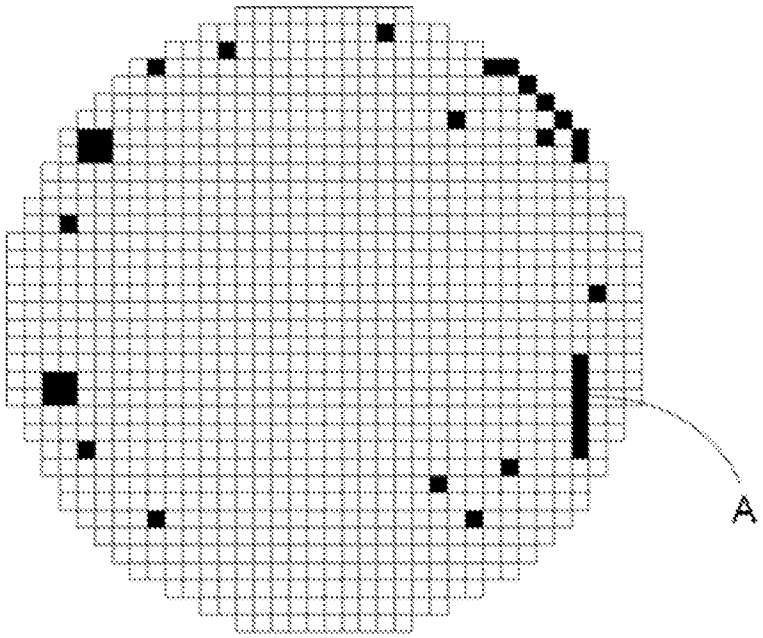
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2023/040962

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B 29/36(2006.01)i; ***C30B 1/02***(2006.01)i
FI: C30B29/36 A; C30B1/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B; C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024
Registered utility model specifications of Japan 1996-2024
Published registered utility model applications of Japan 1994-2024

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2021/149598 A1 (NGK INSULATORS, LTD.) 29 July 2021 (2021-07-29) entire text	1-7
A	WO 2021/149235 A1 (NGK INSULATORS, LTD.) 29 July 2021 (2021-07-29) entire text	1-7
A	WO 2022/168372 A1 (NGK INSULATORS, LTD.) 11 August 2022 (2022-08-11) entire text	1-7
A	JP 2022-131919 A (NGK INSULATORS, LTD.) 07 September 2022 (2022-09-07) entire text	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☑ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"D" document cited by the applicant in the international application
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
15 January 2024	**30 January 2024**

Name and mailing address of the ISA/JP	Authorized officer
Japan Patent Office (ISA/JP) **3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915** **Japan**	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2023/040962

Patent document cited in search report	Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
WO 2021/149598 A1	29 July 2021	US 2022/0278206 A1 whole document CN 114761629 A	
WO 2021/149235 A1	29 July 2021	US 2022/0328310 A1 whole document CN 114901875 A	
WO 2022/168372 A1	11 August 2022	(Family: none)	
JP 2022-131919 A	07 September 2022	(Family: none)	

国際調査報告

国際出願番号
PCT/JP2023/040962

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

C30B 29/36(2006.01)i; C30B 1/02(2006.01)i
FI: C30B29/36 A; C30B1/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

C30B; C04B

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０２４年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０２４年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０２４年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

C. 関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー*	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	WO 2021/149598 A1 (日本碍子株式会社) 29.07.2021 (2021-07-29) 全文	1-7
A	WO 2021/149235 A1 (日本碍子株式会社) 29.07.2021 (2021-07-29) 全文	1-7
A	WO 2022/168372 A1 (日本碍子株式会社) 11.08.2022 (2022-08-11) 全文	1-7
A	JP 2022-131919 A (日本碍子株式会社) 07.09.2022 (2022-09-07) 全文	1-7

☐ Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☑ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献
“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
“&” 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
15.01.2024	30.01.2024

名称及びあて先
日本国特許庁(ISA/JP)
〒100-8915
日本国
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

権限のある職員（特許庁審査官）
山本　吾一 4G 3128
電話番号 03-3581-1101 内線 3731

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号
PCT/JP2023/040962

引用文献	公表日	パテントファミリー文献	公表日
WO 2021/149598 A1	29.07.2021	US 2022/0278206 A1 whole document CN 114761629 A	
WO 2021/149235 A1	29.07.2021	US 2022/0328310 A1 whole document CN 114901875 A	
WO 2022/168372 A1	11.08.2022	（ファミリーなし）	
JP 2022-131919 A	07.09.2022	（ファミリーなし）	