

(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
2012 年 12 月 13 日(13.12.2012)



(10) 国際公開番号
WO 2012/169465 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) H01L 21/203 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2012/064398
- (22) 国際出願日: 2012 年 6 月 4 日(04.06.2012)
- (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 2011-125886 2011 年 6 月 5 日(05.06.2011) JP
- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社豊田中央研究所(KABUSHIKI KAISHA TOYOTA CHUO KENKYUSHO) [JP/JP]; 〒4801192 愛知県長久手市横道 4 1 番地の 1 Aichi (JP). 株式会社デンソー(DENSO CORPORATION) [JP/JP]; 〒4488661 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 Aichi (JP). 昭和電工株式会社(SHOWA DENKO K.K.) [JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人(米国についてのみ): 郡司島 造(GUNJISHIMA Itaru) [JP/JP]; 〒4801192 愛知県長久手市横道 4 1 番地の 1 株式会社豊田中央研究所内 Aichi (JP). 重藤 啓輔(SHIGETOH Keisuke) [JP/JP]; 〒4801192 愛知県長久手市横道 4 1 番地

の 1 株式会社豊田中央研究所内 Aichi (JP). 浦上 泰(URAKAMI Yasushi) [JP/JP]; 〒4488661 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会社デンソー内 Aichi (JP). 山田 正徳(YAMADA Masanori) [JP/JP]; 〒4488661 愛知県刈谷市昭和町 1 丁目 1 番地 株式会社デンソー内 Aichi (JP). 安達 歩(ADACHI Ayumu) [JP/JP]; 〒4718571 愛知県豊田市トヨタ町 1 番地 トヨタ自動車株式会社内 Aichi (JP). 小林 正和(KOBAYASHI Masakazu) [JP/JP]; 〒3691893 埼玉県秩父市下影森 1 5 0 5 番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP).

(74) 代理人: 畠山 文夫, 外(HATAKEYAMA Fumio et al.); 〒4880821 愛知県尾張旭市長坂町南山 2 8 4 7-2 5 アンダンテ特許事務所内 Aichi (JP).

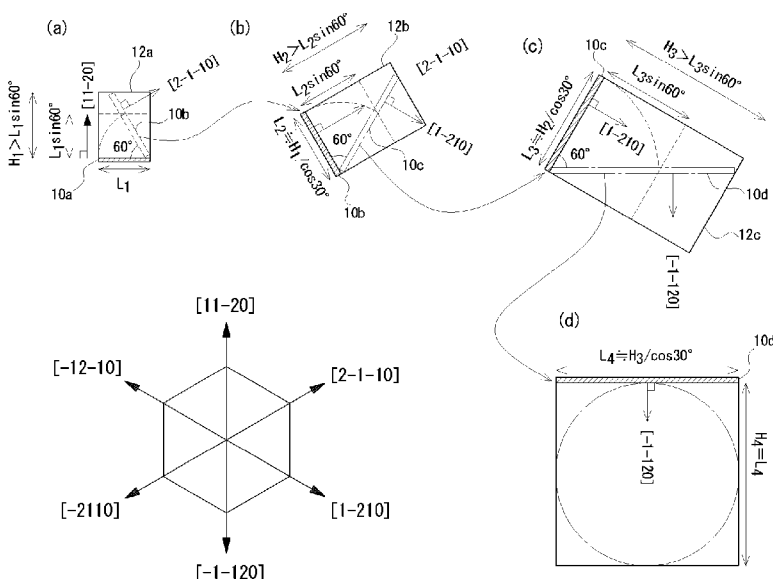
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) Title: SiC SINGLE CRYSTAL AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME, SiC WAFER, AND SEMICONDUCTOR DEVICE

(54) 発明の名称: SiC 単結晶及びその製造方法、並びに、SiC ウェハ及び半導体デバイス

[図3]



(57) Abstract: When a SiC single crystal having a large {0001} face diameter is manufactured by repeating an a-face growth, the SiC single crystal is grown on the a-face so that the ratio (S_{facet}) of the area (S_1) of a Si-face side facet region to the total area (S_2) of the growth face ($S_{facet} = S_1 \times 100/S_2$) is maintained at 20 % or less. It is preferable that the a-face growth is performed by a {11-20} face selection growth method in which the a-face growth is repeated in approximately 60° or 120° different direction with reference to the {11-20} face or an alternate growth method in which {11-20} face growth and {1-100} face growth are alternately repeated.

(57) 要約: a 面成長を繰り返して {0001} 面口径の大きい SiC 単結晶を製造する場合において、成長面の総面積 (S_2) に対する Si 面側ファセット領域の面積 (S_1) の割合 $S_{facet} (= S_1 \times 100 / S_2)$ が 20 % 以下に維持されるように、SiC 単結晶を a 面成長させる。a 面成長は、{11-20} 面を基準として約 60° 又は約 120° 異なる方向

に a 面成長を繰り返す {11-20} 面選択成長法、又は、{11-20} 面成長と {1-100} 面成長を交互に繰り返す交互成長法が好ましい。



(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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, 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, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),

OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：

S i C単結晶及びその製造方法、並びに、S i Cウェハ及び半導体デバイス

技術分野

[0001] 本発明は、S i C単結晶及びその製造方法、並びに、S i Cウェハ及び半導体デバイスに関し、さらに詳しくは、異方位結晶塊又は異種多形結晶塊の少ないS i C単結晶及びその製造方法、並びに、このようなS i C単結晶から切り出されるS i Cウェハ及び半導体デバイスに関する。

背景技術

[0002] S i C（炭化ケイ素）は、六方晶系の結晶構造を持つ高温型（ α 型）と、立方晶系の結晶構造を持つ低温型（ β 型）が知られている。S i Cは、S iに比べて、耐熱性が高いだけでなく、広いバンドギャップを持ち、絶縁破壊電界強度が大きいという特徴がある。そのため、S i C単結晶からなる半導体は、S i半導体に代わる次世代パワーデバイスの候補材料として期待されている。特に、 α 型S i Cは、 β 型S i Cよりバンドギャップが広いので、超低電力損失パワーデバイスの半導体材料として注目されている。

[0003] α 型S i Cは、その主要な結晶面として $\{0001\}$ 面（以下、これを「c面」ともいう）と、 $\{0001\}$ 面に垂直な $\{1-100\}$ 面（m面）及び $\{11-20\}$ 面（狭義のa面）とを有している。なお、本発明において「a面」というときは、広義のa面、すなわち「m面と狭義のa面の総称」を表し、m面と狭義のa面とを区別する必要があるときは、それぞれ「 $\{1-100\}$ 面」又は「 $\{11-20\}$ 面」という。

従来より、 α 型S i C単結晶を得る方法として、c面成長法が知られている。ここで、「c面成長法」とは、c面又はc面に対するオフセット角が所定の範囲にある面を成長面として露出させたS i C単結晶を種結晶に用いて、昇華再析出法などの方法により成長面上にS i C単結晶を成長させる方法

をいう。

[0004] しかしながら、c面成長法により得られる単結晶中には、 $\langle 0001 \rangle$ 方向に平行な方向にマイクロパイプ欠陥（直径数 $\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ 程度の管状の空隙）やc軸貫通型螺旋転位（以下、単に「螺旋転位」という）などの欠陥が非常に多く発生するという問題があった。

高性能なSiCパワーデバイスを実現するためには、SiC半導体に生じるリーク電流を低減することが必須条件である。SiC単結晶に生じるマイクロパイプ欠陥、螺旋転位などの欠陥は、このリーク電流を増大させる原因と考えられている。

[0005] そこでこの問題を解決するために、従来から種々の提案がなされている。

例えば、特許文献1には、c面からの傾きが約 $60^\circ \sim 120^\circ$ である面（例えば、 $\{1-100\}$ 面、 $\{11-20\}$ 面など）を成長面として露出する種結晶を用いて、SiC単結晶を成長させるSiC単結晶の成長方法（以下、このような成長方法を「a面成長法」という）が開示されている。

同文献には、

（1）c面から約 $60 \sim 120^\circ$ 傾いている結晶面上にSiCを成長させると、その結晶面上に原子積層の配列が現れているため、元の種結晶と同じ種類の多形構造を持つ結晶が容易に成長する点、

（2）このような方法を用いた場合、螺旋転位は発生しない点、及び、

（3）種結晶がc面に滑り面を有する転位を含む場合、この転位は、成長結晶に引き継がれる点、

が記載されている。

[0006] また、特許文献2には、 $\{10-10\}$ 面を成長面とする種結晶を用いてSiCを成長させ、次いで、得られた単結晶から $\{0001\}$ ウェハを取り出し、このウェハを種結晶に用いてSiCを成長させるSiC単結晶の成長方法が開示されている。

同文献には、このような方法により、

（1）マイクロパイプ欠陥の少ないSiC単結晶が得られる点、及び、

(2) アチソン結晶に比べて十分大きな $\{0001\}$ ウェハが得られるので、これを種結晶として用いることにより、容易に大型の結晶を成長させることができる点、
が記載されている。

[0007] また、特許文献3、4には、互いに直交する方向に複数回のa面成長を行った後、最後にc面成長させるSiC単結晶の製造方法が開示されている。

同文献には、

(1) a面成長の繰り返し回数が多くなるほど、成長結晶中の転位密度が指数関数的に減少する点、

(2) a面成長においては、積層欠陥の発生が避けられない点、及び、

(3) 最後にc面成長を行うと、マイクロパイプ欠陥及び螺旋転位が発生しないだけでなく、積層欠陥がほとんど存在しないSiC単結晶が得られる点、
が記載されている。

[0008] さらに、特許文献5には、昇華再析出法において、種結晶としてSiC単結晶の (0001) 基底面に垂直な面から $(000-1)$ C面方向に5～30度オフ角を付けた結晶面を使用するSiC単結晶の成長方法が開示されている。

同文献には、

(1) $(000-1)$ C面方向にオフした面を使用すると、 (0001) Si面方向にオフした面を使用した場合に比べて、結晶方位の異なる結晶は発生しにくい点、

(2) $(000-1)$ C面方向にオフした面を使用すると、 (0001) 基底面に垂直な無極性な面に比べて、このようなグレイン発生が少ない点、及び、

(3) $(000-1)$ C面方向へのオフ角が大きくなりすぎると、多形の存在が起こりやすくなる上、結晶欠陥が多数発生する点、
が記載されている。

[0009] a面成長法は、螺旋転位密度の低いS i C単結晶が得られるという利点がある。しかしながら、a面成長法は、c面にほぼ平行な高密度の積層欠陥が生成しやすいという問題がある。S i C単結晶中に積層欠陥が発生すると、積層欠陥を横切る方向の電気抵抗が増大する。そのため、このような積層欠陥を高密度に有するS i C単結晶は、パワーデバイス用の半導体として使用することができない。

[0010] 一方、a面成長を少なくとも1回以上行った後、c面成長を行うと、螺旋転位及び積層欠陥をほとんど持たないS i C単結晶を作製できると考えられている。

a面成長とc面成長とを組み合わせた方法を用いて大口径の{0001}面基板を作製するには、{11-20}面成長方向、及びこの面から90°傾いた{1-100}面成長方向のそれぞれ両方に長尺化させた結晶を成長させる必要がある。しかしながら、{11-20}面成長や{1-100}面成長においては、成長面に異方位結晶や異種多形結晶が形成されることがしばしばあった。

[0011] この問題を解決するために、特許文献5に記載されているように、基底面に垂直な面から(000-1)C面方向に5〜30度オフ角を付けた結晶面を使用することも提案されている。しかしながら、オフ角が小さくなると、異方位結晶の発生を十分に抑制することはできない。一方、オフ角を大きくすると、種結晶のC面側の端より外側に成長する異種多形層が結晶の成長に伴い成長結晶中に拡大するため、最終的に{0001}面基板を切り出す際の歩留まりが低下し、大口径基板を切り出すのが難しい。

先行技術文献

特許文献

[0012] 特許文献1：特開平05-262599号公報

特許文献2：特開平08-143396号公報

特許文献3：特開2003-119097号公報

特許文献4：特開2003-321298号公報

特許文献5：特開平07-267795号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0013] 本発明が解決しようとする課題は、異方位結晶や異種多形結晶が少なく、かつ、大口径の $\{0001\}$ 面基板を切り出すことが可能なSiC単結晶及びその製造方法、並びに、このようなSiC単結晶から切り出されるSiCウェハ及び半導体デバイスを提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0014] 上記課題を解決するために、本発明に係るSiC単結晶の製造方法は、以下の構成を備えていることを要旨とする。

(a) 前記SiC単結晶の製造方法は、 n 回($n \geq 2$)の a 面成長工程を備えている。

(b) 第1 a 面成長工程は、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある第1成長面を持つ第1種結晶を用いて、前記第1成長面上にSiC単結晶を a 面成長させる工程である。

(c) 第 k a 面成長工程($2 \leq k \leq n$)は、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程で得られた第 $(k-1)$ 成長結晶から、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程の成長方向と 45° 以上 135° 以下異なる方向に成長方向を有し、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある第 k 成長面を持つ第 k 種結晶を切り出し、前記第 k 成長面上に前記SiC単結晶を a 面成長させる工程である。

(d) 前記第 k a 面成長工程($1 \leq k \leq n$)は、それぞれ、(A)式で表されるSi面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が20%以下に維持されるように、前記第 k 成長面上に前記SiC単結晶を a 面成長させる工程である。

$$S_{\text{facet}} (\%) = S_1 \times 100 / S_2 \quad \cdots (A)$$

但し、

S_1 は、Si面側極性面ステップを第 k 成長面上に投影した面積の総面積と、前記Si面側極性面ステップで挟まれた $\{1-100\}$ 面ファセットを第

k 成長面上に投影した面積の総面積の和、

S_2 は、第 k 成長面の総面積。

[0015] 本発明に係る SiC 単結晶は、本発明に係る a 面成長法により得られ、外周から 20% の領域を除く領域内に異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まないことを要旨とする。

また、本発明に係る SiC ウェハは、本発明に係る SiC 単結晶から切り出され、最も広い面が $\{0001\}$ 面からのオフセット角の絶対値が 30° 以内である面からなることを要旨とする。

さらに、本発明に係る半導体デバイスは、本発明に係る SiC 単結晶又は SiC ウェハを用いて製造されたものからなる。

発明の効果

[0016] SiC 単結晶を a 面成長させる場合、成長面上には、 $\{1-100\}$ 面ファセット、Si 面側極性面ステップ、及び C 面側極性面ステップで構成される領域（ファセット領域）が形成される。

また、SiC 単結晶を a 面成長させる場合において、 $\{1-100\}$ 面からのオフセット角が所定の範囲にある結晶面を成長面とするときには、成長結晶の表面のほぼ中央部にファセット領域が生成する。一方、 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角が所定の範囲にある結晶面を成長面とするときには、成長結晶の表面の両端にファセット領域が生成する。この場合、異種多形結晶や異方位結晶は、主としてファセット領域の内、Si 面側極性面ステップがある領域（Si 面側ファセット領域）から発生しやすい。

そのため、(A) 式で表される Si 面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が 20% 以下に維持されるように、成長面上に SiC 単結晶を a 面成長させる工程を 2 回以上繰り返すと、異方位結晶や異種多形結晶が少なく、しかも大口径の a 面成長結晶を製造することができる。

図面の簡単な説明

[0017] [図1] SiC を $\{1-100\}$ 面成長させたときの成長結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（中下）、斜視図（右上）、及び、右側面図の

部分拡大図（右下）である。

[図2] SiCを $\{11-20\}$ 面成長させたときの成長結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（中下）、斜視図（右上）、及び、 $\{11-20\}$ 面選択成長法の概念図（右下）である。

[0018] [図3] $\langle 11-20 \rangle$ オン成長のみによる $\{0001\}$ 面の口径拡大法 ($L_k <$ 理論上の最大値) を説明するための模式図である。

[図4] $\langle 11-20 \rangle$ オン成長のみによる $\{0001\}$ 面の口径拡大法 ($L_k \doteq$ 理論上の最大値) を説明するための模式図である。

[図5] $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大法 ($L_k <$ 理論上の最大値) を説明するための模式図である。

[図6] $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大法 ($L_k \doteq$ 理論上の最大値) を説明するための模式図である。

[図7] $\{11-20\}$ 面選択成長法の一つである成長結晶残存法を説明するための工程図である。

[0019] [図8] c 軸方向に非対称成長するように $\{1-100\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）である。

[図9] Si 面寄り側の温度を低くする方法（図9（a））、成長結晶表面の一部分の SiC ガス濃度を選択的に高くする方法（図9（b））、及び、 $\{1-100\}$ 面を平坦成長させる方法（図9（c））を説明するための概念図である。

[図10] 非対称種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）である。

[図11] 種結晶素片の Si 面側を貼り合わせた種結晶を用いて $\{1-100\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（中中）、斜視図（右上）、及び右側面図の部分拡大図（右中）、並びに、種結晶素片の Si 面側を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）である。

[図12] $\{1-100\}$ 面を平坦成長させた SiC 単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）である。

[0020] [図13] $\{0001\}$ 面内方向に凸化するように、かつ、 c 面内方向中心に対して対称となるように $\{1-100\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（中下）、及び斜視図（右上）、並びに、 r と L の関係を表す模式図（右下）である。

[図14] $\{0001\}$ 面内方向に凸化するように、かつ、 c 面内方向中心に対して非対称となるように $\{1-100\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）である。

[図15] 窒素ドーピング量低減成長法を用いて $\{1-100\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）である。

[0021] [図16] 本発明に係る a 面成長法を用いて製造された SiC 単結晶の平面図（図16（a））、正面図（図16（b））、及び斜視図（図16（c））である。

[図17] a 面成長させた SiC 単結晶中に生成した $\{1-100\}$ 面ファセット痕（図17（a）、（b））、及び Si 面側極性面ステップを含む $\{1-100\}$ 面ファセット痕（縞状ファセット痕）（図17（c）、（d））の模式図である。

[図18] Si 面側ファセット領域の面積率と成長面内に占める異方位結晶や異種多形の面積率との関係を示す図である。

[図19] 種結晶素片の Si 面側を貼り合わせた種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（中中）、斜視図（右上）及び右側面図の部分拡大図（右中）、並びに、種結晶素片の Si 面側を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）である。

[図20] ダミー種結晶を配置した種結晶を用いて $\{1-100\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（右中）、斜視

図（右上）、及びダミー種結晶を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）である。

[図21]ダミー種結晶を配置した種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させた SiC 単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（右中）、斜視図（右上）、及び、ダミー種結晶を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）である。

発明を実施するための形態

[0022] 以下に、本発明の一実施の形態について詳細に説明する。

[1. 用語の定義]

[1. 1. a 面成長]

「成長面」とは、SiC からなる新たな単結晶を成長させるための種結晶の面をいう。

「a 面成長」とは、 $\{11-20\}$ 面又は $\{1-100\}$ 面からのオフセット角が所定の範囲内にある面を成長面として SiC からなる新たな単結晶を成長させることをいう。

「 $\{11-20\}$ 面成長（又は、 $\langle 11-20 \rangle$ 成長）」とは、 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角が所定の範囲内にある面を成長面として SiC からなる新たな単結晶を成長させることをいう。

「 $\{1-100\}$ 面成長（又は、 $\langle 1-100 \rangle$ 成長）」とは、 $\{1-100\}$ 面からのオフセット角が所定の範囲内にある面を成長面として SiC からなる新たな単結晶を成長させることをいう。

「成長方向」とは、SiC 単結晶のマクロな成長方向を表し、通常は、SiC 種結晶の底面又はこれを固定する種結晶台座に対して垂直な方向をいう。

[0023] [1. 2. オフセット角]

「 $\{0001\}$ 面からのオフセット角」とは、種結晶の成長面の法線ベクトルと、 $\{0001\}$ 面の法線ベクトルとのなす角をいう。

「 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角」とは、種結晶の成長面の法線ベ

クトルを $\{0001\}$ 面上に投影したベクトル b と、 $\{0001\}$ 面内にある $\langle 11-20 \rangle$ 軸の内、ベクトル b となす角が最も小さくなる $\langle 11-20 \rangle$ 軸とのなす角をいう。この場合、「正のオフセット角」とは、その $\langle 11-20 \rangle$ 軸を基準として、ベクトル b が時計周り方向にある場合をいう。

「 $\{1-100\}$ 面からのオフセット角」とは、種結晶の成長面の法線ベクトルを $\{0001\}$ 面上に投影したベクトル b' と、 $\{0001\}$ 面内にある $\langle 1-100 \rangle$ 軸の内、ベクトル b' となす角が最も小さくなる $\langle 1-100 \rangle$ 軸とのなす角をいう。この場合、「正のオフセット角」とは、その $\langle 1-100 \rangle$ 軸を基準として、ベクトル b' が時計周り方向にある場合をいう。

[0024] [1. 3. ファセット領域]

図1に、SiCを $\{1-100\}$ 面成長させたときの成長結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（中下）、斜視図（右上）、及び、右側面図の部分拡大図（右下）を示す。

α 型SiC単結晶には、 $\{0001\}$ 面（c面）に代表される極性面と、 $\{11-20\}$ 面や $\{1-100\}$ 面などの非極性面とが存在する。 $\{0001\}$ 面は、 $(000-1)$ 面で表される炭素原子を露出した面（C面）と、 (0001) 面で表されるシリコン原子を露出した面（Si面）に分けられる。 $\{11-20\}$ 面や $\{1-100\}$ 面は、炭素原子とシリコン原子の両方を露出している。

[0025] SiCをa面成長させると、表面エネルギーが最も小さい $\{1-100\}$ 面ファセットが成長結晶の表面に現れる。 $\{1-100\}$ 面ファセットは、 $\langle 1-100 \rangle$ 軸に対してほぼ垂直となる表面に現れる。

例えば、SiCを $\{1-100\}$ 面成長させる場合、 $\{1-100\}$ 面ファセットは、図1に示すように、成長結晶の表面のほぼ中央に現れる。一方、SiCを $\{11-20\}$ 面成長させる場合、 $\{1-100\}$ 面ファセットは、図2に示すように、成長結晶の表面の両端（ $\langle 11-20 \rangle$ 軸に対して 30° 傾いた方向）に現れる。

[0026] また、成長結晶の表面は、通常、曲面状となる。これは、成長結晶の表面

が曲面状の等温面に沿おうとするためである。一方、 $\{1-100\}$ 面ファセットは平面であるため、 $\langle 1-100 \rangle$ 軸に対してほぼ垂直な位置にある曲面状の表面のすべてを $\{1-100\}$ 面ファセットで覆うことができない。また、a 面成長では c 面成長のようにファセット面内方向にステップが広がりながら成長が進行するスパイラル成長ではなく、ファセット内の各点においてファセットに垂直方向にステップが伸展する成長様式のため、 $\{1-100\}$ 面ファセット内には、 $\{0001\}$ 面ファセットと異なり段差が生じやすい。そのため、a 面成長時の成長結晶の曲面状の表面には、 $\langle 0001 \rangle$ 方向の曲面に倣うように並んだ複数の平坦な $\{1-100\}$ 面ファセットに加えて、 $\{1-100\}$ 面ファセット間に、 $\{0001\}$ 面に対して平行な極性面ステップを生じることが多い。

極性面ステップの法線ベクトルは、 $\langle 0001 \rangle$ 軸に対して完全に平行とは限らず、 $\langle 1-100 \rangle$ 軸方向に傾いている場合が多いと考えられる。 $\{1-100\}$ 面ファセット間に形成される極性面ステップは、成長結晶の表面の頂点にある $\{1-100\}$ 面ファセットから C 面側方向と S i 面側方向とで、ステップの向きが反対になっている。

[0027] 「C 面側極性面ステップ」とは、 $\{1-100\}$ 面ファセット間に形成された極性面ステップの内、C 面側に傾いた面（すなわち、法線ベクトルが $[000-1]$ 方向成分を有する面）を持つステップをいう。

「S i 面側極性面ステップ」とは、 $\{1-100\}$ 面ファセット間に形成された極性面ステップの内、S i 面側に傾いた面（すなわち、法線ベクトルが $[0001]$ 方向成分を有する面）を持つステップをいう。

「ファセット領域」とは、 $\{1-100\}$ 面ファセットと、C 面側極性面ステップと、S i 面側極性面ステップとを含む領域をいう。

「S i 面側ファセット領域」とは、ファセット領域の内、S i 面側極性面ステップと、S i 面側極性面ステップで挟まれた $\{1-100\}$ 面ファセットとを含む領域をいう。

[0028] [2. S i C 単結晶の製造方法 (1)]

本発明の第1の実施の形態に係るSiC単結晶の製造方法は、以下の構成を備えている。

(a) 前記SiC単結晶の製造方法は、 n 回 ($n \geq 2$) のa面成長工程を備えている。

(b) 第1a面成長工程は、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある第1成長面を持つ第1種結晶を用いて、前記第1成長面上にSiC単結晶をa面成長させる工程である。

(c) 第k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第($k-1$) a面成長工程で得られた第($k-1$) 成長結晶から、前記第($k-1$) a面成長工程の成長方向と 45° 以上 135° 以下異なる方向に成長方向を有し、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある第k成長面を持つ第k種結晶を切り出し、前記第k成長面上に前記SiC単結晶をa面成長させる工程である。

(d) 前記第k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、それぞれ、(A)式で表されるSi面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が20%以下に維持されるように、前記第k成長面上に前記SiC単結晶をa面成長させる工程である。

$$S_{\text{facet}} (\%) = S_1 \times 100 / S_2 \quad \dots (A)$$

但し、

S_1 は、Si面側極性面ステップを第k成長面上に投影した面積の総面積と、前記Si面側極性面ステップで挟まれた $\{1-100\}$ 面ファセットを第k成長面上に投影した面積の総面積の和、

S_2 は、第k成長面の総面積。

[0029] [2. 1. a面成長工程]

本実施の形態に係るSiC単結晶の製造方法は、 n 回 ($n \geq 2$) のa面成長工程を備えている。2回目以降のa面成長工程においては、直前のa面成長工程で得られた成長結晶から切り出された種結晶が用いられる。

第k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) で用いられる第k種結晶は、それぞれ、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある

第 k 成長面を持つ。第 k 成長面の $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 未満である場合、及び、 100° を超える場合のいずれも、最終的に $\{0001\}$ 面基板を切り出す際の歩留まりが低下する。第 k 成長面の $\{0001\}$ 面からのオフセット角は、さらに好ましくは、 85° 超～ 95° 未満である。

[0030] 第 k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) の成長方向は、後述する S_i 面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が所定の範囲内に維持される限りにおいて、第 $(k-1)$ a面成長工程の成長方向に対して 45° 以上 135° 以下の範囲にあれば良い。

異方位結晶や異種多形結晶が少なく、かつ大口径の $\{0001\}$ 面基板を切り出すことが可能な S_iC 単結晶を得るためには、第 k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) の成長方向は、

(1) $\{11-20\}$ 面成長を行った第 $(k-1)$ a面成長工程の成長方向に対して約 60° 又は約 120° 異なる方向 ($\{11-20\}$ 面選択成長法)、又は、

(2) $\{11-20\}$ 面成長又は $\{1-100\}$ 面成長を行った第 $(k-1)$ a面成長工程の成長方向に対して約 90° 異なる方向 ($\{11-20\}$ 面及び $\{1-100\}$ 面交互成長法。以下、単に「交互成長法」ともいう。) が好ましい。

[0031] [2. 2. S_i 面側ファセット領域の面積率 S_{facet}]

S_iC 単結晶をa面成長させると、成長結晶中に異方位結晶や異種多形結晶が形成されることがしばしばあった。本発明者らが数多くの成長実験を重ね、発生箇所の統計をとった結果、異方位結晶や異種多形結晶が発生する箇所は、殆どの場合、図1に示すようにファセット領域内であることがわかった。また、ファセット領域内の中でも、特に S_i 面側ファセット領域に多いことも明らかにした。図1のような $\{1-100\}$ 面成長では、通常、成長面の形状が制御されていないため、 S_i 面側ファセット領域は、 $30 \sim 40\%$ の広い面積率を占める。その場合、異方位結晶や異種多形結晶の発生確率

は、大幅に高くなり、図18に示すように、成長面内に占める面積率も大きく上昇する。異方位結晶や異種多形結晶が一度発生すると、これらは成長の進行とともに、通常、最大でSi面側ファセット領域の大きさまで拡大することがあるので、特に大口径のa面成長基板を作製する際に、大きな問題となっていた。

[0032] 異方位結晶や異種多形結晶がファセット領域内に発生する詳細な原因は明らかではないが、以下のことが挙げられる。

すなわち、図1に示すように、SiCをa面成長させると、成長結晶の表面には極性面ステップを含むファセット領域が形成される。このように極性面ステップが生じると、結晶の主な成長面が $\langle 11-20 \rangle$ 方向又は $\langle 1-100 \rangle$ 方向であっても、極性面ステップにおいては、 $\langle 0001 \rangle$ 方向の成長成分が生じると考えられる。成長途中の結晶表面が $\{0001\}$ 面に垂直である場合、結晶多形の層を結晶表面に露出しながら成長するため、異種多形は発生しにくい。

しかし、a面成長においては、成長途中の結晶表面に $\langle 0001 \rangle$ 方向の成長成分が生じて、結晶表面には、 $\langle 0001 \rangle$ 方向に結晶の多形を伝達するステップ供給源である $\langle 0001 \rangle$ 方向螺旋転位が存在しない。そのため、極性面ステップ上に異種多形が生じ、異方位結晶として粗大化すると考えられる。

さらに、SiC単結晶の成長において、Si面を露出した種結晶上には、4H多形のSiCが成長しにくいと言われている。Si面側ファセット領域に異方位結晶や異種多形結晶の発生が多いのは、このことと関連していると考えられる。

[0033] 本発明において、第k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) においては、それぞれ、上述した(A)式で表されるSi面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が20%以下に維持されるように、第k成長面上にSiC単結晶をa面成長させる。そのため、異方位結晶や異種多形結晶の発生頻度や、図18に示すように、その大きさを著しく低減することができる。また、歩留まりが向上するた

め、得られた成長結晶から大口径の $\{0001\}$ 面基板を切り出すことができる。

異方位結晶や異種多形結晶の発生頻度や拡大の程度は、 S_{facet} が大きい程、大きくなるので、発生頻度を低減し、拡大を防ぐためには、 S_i 面側ファセット領域の面積率 S_{facet} は、小さいほど良い。 S_{facet} は、さらに好ましくは 10 % 以下、さらに好ましくは 5 % 以下である。

[0034] 異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きな a 面成長基板を歩留まりを下げずに作製するには、 a 面から $\langle 0001 \rangle$ 軸方向に大きなオフ角を付けずに、異方位結晶や異種多形結晶の発生領域となる S_i 面側ファセット領域の面積率 S_{facet} を小さく維持しながら、少なくとも異なる 2 方向で成長させ、2 次元的な拡大を行わなければならない。

このような低い S_{facet} 値を達成する方法としては、

(1) ファセット領域自体の形成面積を縮小することで、 S_i 面側ファセット領域の面積を小さくする方法、

(2) ファセット領域に占める S_i 面側ファセット領域の割合を小さくする方法、

などがある。具体的手段としては、以下のような方法が有効である。

[0035] [3. a 面成長法の具体例 (1) : $\{11\bar{2}0\}$ 面選択成長法]

[3. 1. 概要]

異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きな a 面成長基板を作製するための第 1 の具体例は、 $\{11\bar{2}0\}$ 面選択成長法である。

$\{11\bar{2}0\}$ 面選択成長法とは、 $\{11\bar{2}0\}$ 面を基準として、約 60° 又は約 120° 異なる方向に a 面成長を繰り返す方法をいう。

すなわち、 $\{11\bar{2}0\}$ 面選択成長法とは、

前記第 1 a 面成長工程は、 $\{11\bar{2}0\}$ 面からのオフセット角 θ_1 が $-15^\circ \leq \theta_1 \leq 15^\circ$ である前記第 1 成長面を持つ前記第 1 種結晶を用いて、前

記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程であり、

前記第 k a 面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程で得られた第 $(k-1)$ 成長結晶から、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程の成長方向に対して約 60° 又は約 120° 異なる方向に成長方向を有し、かつ前記 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_k が $-15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ である前記第 k 成長面を持つ前記第 k 種結晶を切り出し、切り出された前記第 k 種結晶を用いて前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

このような成長を繰り返すことで、 $\{0001\}$ 面内方向の長さがより大きな第 k 種結晶を順次作製していき、大口径化を行う。

[0036] 図 2 に、SiC を $\{11-20\}$ 面成長させたときの成長結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（中下）、斜視図（右上）、及び、 $\{11-20\}$ 面選択成長法の概念図（右下）を示す。

SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させると、図 2 左下図に示すように、ファセット領域は、成長結晶の表面の両端（すなわち、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸に対して 30° 傾いた方向）に現れる。しかも、ファセット領域自体の形成面積は、 $\{1-100\}$ 面成長の場合に比べて大幅に縮小する。その結果、Si 面側ファセット領域の面積もこれに応じて縮小し、 S_{facet} を 20% 以下に維持して成長できる。しかも、Si 面側ファセット領域は、成長結晶の端部に形成されるので、成長結晶の中央部に異方位結晶や異種多形結晶が生成する確率は極めて低い。さらに、通常、種結晶に比べて成長結晶は、拡大して成長することが多いが、 $\{11-20\}$ 面成長では成長結晶の拡大部分にファセット領域が形成される場合が多い。その場合、種結晶直上の成長結晶中の異方位結晶や異種多形結晶をほぼ完全に抑制できる。

そのため、図 2 の右下図に示すように、 $\{11-20\}$ 面成長を選択的に繰り返すと、異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きな a 面成長基板を確実に作製することができる。

[0037] [3. 2. オフセット角 θ_k]

第 k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) において、第 k 成長面の $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_k は、それぞれ、 $-15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ であれば良い。 θ_k の絶対値が 15° を超えると、成長方向が $\langle 1-100 \rangle$ 方向に近づくために、ファセット領域の形成面積が拡大する。また、これによって成長結晶の中心部に異方位結晶や異種多形結晶が発生する確率が高くなる。

[0038] オフセット角 θ_k は、ゼロでも良い。しかしながら、 $\{11-20\}$ 面選択成長法は、交互成長法に比べて、所定の $\{0001\}$ 面口径を有する a 面成長基板を製造するために要する繰り返し回数が多くなる。従って、各オフセット角 θ_k は、より少ない繰り返し回数で、より $\{0001\}$ 面口径の大きい a 面成長基板が得られるように、最適な角度を選択するのが好ましい。そのためには、第 k 成長面のオフセット角 θ_k 及び第 $(k+1)$ 成長面のオフセット角 θ_{k+1} ($1 \leq k \leq n-1$) は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに第 $(k+1)$ 種結晶の第 $(k+1)$ 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ L_{k+1} を大きくする方向とするのが好ましい。 θ_k と θ_{k+1} を僅かに大きくするだけでも、繰り返し回数を大幅に低減できる。

θ_k の絶対値は、必ずしも θ_{k-1} の絶対値と同一である必要はない。しかしながら、 $|\theta_{k-1}| = |\theta_k|$ ($2 \leq k \leq n$) とすると、一方のオフセット角が極端に大きくならないため、 $\{1-100\}$ 面ファセットが拡大しにくく、異方位結晶や異種多形結晶をより抑制できるという利点がある。

[0039] $\{0001\}$ 面口径の大きい a 面成長基板を効率よく製造するためには、前記第 k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n-1$) は、次の (1) 式の関係が成り立つように、前記第 k 成長面上に前記 SiC を $\{11-20\}$ 面成長させる工程であるのが好ましい。

$$H_k > L_k \sin(60^\circ + |\theta_k| + |\theta_{k+1}|) \quad \dots (1)$$

但し、 H_k は、第 k a面成長工程における成長高さ、

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

θ_k 及び θ_{k+1} は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに第

($k+1$) 種結晶の第 ($k+1$) 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ L_{k+1} を大きくする方向。

[0040] また、前記第 k a 面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 ($k-1$) 成長結晶から、次の (2) 式の関係が成り立つ第 k 種結晶を切り出し、前記第 k 成長面上に前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程であるものが好ましい。

$$L_k \doteq H_{k-1} / \cos(30^\circ - |\theta_{k-1}| - |\theta_k|) \quad \cdots (2)$$

但し、 H_{k-1} は、第 ($k-1$) a 面成長工程における成長高さ、

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

θ_{k-1} 及び θ_k は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_k を大きくする方向。

[0041] ここで、(1) 式は、少なくとも L_k を超える $\{0001\}$ 面内方向長さ L_{k+1} を有する第 ($k+1$) 種結晶を得るのに必要な高さ H_k まで成長させることを表す。

また、(2) 式は、得られた第 ($k-1$) 種結晶から、(2) 式の右辺にほぼ等しい L_k を有する第 k 種結晶を切り出すことを表す。なお、(2) 式において「 $\doteq$ 」は、必ずしも L_k が (2) 式の右辺に完全に一致している必要はなく、第 k 種結晶を切り出す際に種々の原因により生じる誤差（例えば、第 k 種結晶の外周部の面取り、種結晶を切り出す際の角度誤差など）があっても良いことを意味する。

なお、第 ($k-1$) 成長結晶から、 L_k が L_{k-1} より長く、かつ、(2) 式の右辺より短い第 k 種結晶を切り出しても良い。

(1) 式及び (2) 式は、必ずしも同時に満たす必要はない。しかしながら、(1) 式及び (2) 式が同時に満たされるように、種結晶の切り出し及び結晶の成長を行うと、少ない繰り返し回数で、相対的に $\{0001\}$ 面口径の大きな a 面成長基板を製造することができるという利点がある。

[0042] $\{0001\}$ 面口径の大きい a 面成長基板をさらに効率よく製造するためには、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n-1$) は、次の (3) 式を満たすように前記第 k 成長面上に前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

ものが好ましい。

$$H_k \geq L_k \tan(60^\circ + |\theta_k| + |\theta_{k+1}|) \quad \dots (3)$$

但し、 H_k は、第 k a 面成長工程における成長高さ、

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

θ_k 及び θ_{k+1} は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに第 $(k+1)$ 種結晶の第 $(k+1)$ 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ L_{k+1} を大きくする方向。

[0043] また、前記第 k a 面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、次の (4) 式を満たすように第 $(k-1)$ 成長結晶から第 k 種結晶を切り出し、第 k 成長面上に前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である
ものが好ましい。

$$L_k \div L_{k-1} / \sin(30^\circ - |\theta_{k-1}| - |\theta_k|) \quad \dots (4)$$

但し、 L_{k-1} は、第 $(k-1)$ 種結晶の第 $(k-1)$ 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

θ_{k-1} 及び θ_k は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_k を大きくする方向。

[0044] ここで、(3) 式は、少なくとも第 k 成長結晶から最大の L_{k+1} を有する第 $(k+1)$ 種結晶を切り出すのに必要な成長高さ H_k まで成長させることを表す。

また、(4) 式は、得られた第 $(k-1)$ 種結晶から、最大の L_k を有する第 k 種結晶を切り出すことを表す。なお、(4) 式において「 $\div$ 」は、必ずしも L_k が理論上の最大値に完全に一致している必要はなく、第 k 種結晶を切り出す際に種々の原因により生じる誤差（例えば、第 k 種結晶の外周部の面取り、種結晶を切り出す際の角度誤差など）があっても良いことを意味する

。

なお、第 $(k-1)$ 成長結晶から、 L_k が L_{k-1} より長く、かつ、(4) 式の右辺より短い第 k 種結晶を切り出しても良い。

(3) 式及び (4) 式は、必ずしも同時に満たす必要はない。しかしながら、(3) 式及び (4) 式が同時に満たされるように、種結晶の切り出し及び結晶の成長を行うと、少ない繰り返し回数で、相対的に $\{0001\}$ 面口径の大きな a 面成長基板を製造することができるという利点がある。また、

(3) 式及び (4) 式を用いた a 面成長法は、(1) 式及び (2) 式を用いた a 面成長法に比べて、より少ない繰り返し回数で、より $\{0001\}$ 面口径の大きな a 面成長基板を製造することができるという利点がある。

[0045] [3. 3. $\{0001\}$ 面の口径拡大の具体例]

以下に、 $\{11\bar{2}0\}$ 面選択成長法を用いた $\{0001\}$ 面の口径拡大の具体的方法について、詳細に説明する。

[0046] [3. 3. 1. $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ オン成長のみによる $\{0001\}$ 面の口径拡大 (1)]

第 1 の具体例は、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ オン成長のみにより $\{0001\}$ 面の口径を拡大する方法であって、理論的に取り出し可能な最大の種結晶より小さい種結晶を切り出して、 $\{11\bar{2}0\}$ 面成長を繰り返す方法である。「 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ オン成長」とは、 $\theta_k = 0$ の種結晶を用いて $\{11\bar{2}0\}$ 面成長させることをいう。図 3 に、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ オン成長のみによる $\{0001\}$ 面の口径拡大法 ($L_k < \text{理論上の最大値}$) の模式図を示す。

[0047] まず、図 3 (a) に示すように、第 1 成長面が $(11\bar{2}0)$ 面であり、かつ、第 1 成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが L_1 である第 1 種結晶 10a を用意する。第 1 種結晶 10a を切り出す SiC 単結晶の履歴は、特に限定されるものではなく、種々の履歴を有する SiC 単結晶を用いることができる。

次いで、この第 1 種結晶 10a を用いて、第 1 成長面上に SiC 単結晶を成長させる。このとき、 $H_1 > L_1 \sin 60^\circ$ となるまで SiC 単結晶を成長

させる。SiC単結晶の成長方法は、特に限定されるものではなく、公知の方法（例えば、昇華析出法）を用いることができる。得られた第1成長結晶12aから、第2成長面が $(2-1-10)$ 面であり、かつ、第2成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_2 (\div H_1 / \cos 30^\circ)$ である第2種結晶10bを切り出す。

[0048] 次に、図3(b)に示すように、第2種結晶10bを用いて、 $H_2 > L_2 \sin 60^\circ$ となるまで第2成長面上にSiC単結晶を成長させる。得られた第2成長結晶12bから、第3成長面が $(1-210)$ 面であり、かつ、第3成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_3 (\div H_2 / \cos 30^\circ)$ である第3種結晶10cを切り出す。

次に、図3(c)に示すように、第3種結晶10cを用いて、 $H_3 > L_3 \sin 60^\circ$ となるまで第3成長面上にSiC単結晶を成長させる。得られた第3成長結晶12cから、第4成長面が $(-1-120)$ 面であり、かつ、第4成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_4 (\div H_3 / \cos 30^\circ)$ である第4種結晶10dを切り出す。

最後に、図3(d)に示すように、第4種結晶10dを用いて、 $H_4 = L_4$ となるまで第4成長面上にSiC単結晶を成長させる。これにより、 $\{0001\}$ 面の口径が約 L_4 であるa面成長基板が得られる。

[0049] 以上のように、 $\langle 11-20 \rangle$ オン成長を繰り返すと、繰り返し毎に $\{0001\}$ 面の口径が拡大する。しかも、Si面側ファセット領域は、常に成長結晶の端部に形成される。そのため、異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きなa面成長基板を作製することができる。

なお、図3に示す例においては、合計4回の $\{11-20\}$ 面成長を行っているが、 $\{11-20\}$ 面成長の繰り返し回数は4回に限定されるものではなく、要求される $\{0001\}$ 面の口径に応じて最適な回数を選択することができる。

[0050] [3. 3. 2. $\langle 11-20 \rangle$ オン成長のみによる $\{0001\}$ 面の口径

拡大（２）]

第２の具体例は、 $\langle 11-20 \rangle$ オン成長のみにより $\{0001\}$ 面の口径を拡大する方法であって、理論的に取り出し可能な最大の種結晶を切り出して、 $\{11-20\}$ 面成長を繰り返す方法である。図４に、 $\langle 11-20 \rangle$ オン成長のみによる $\{0001\}$ 面の口径拡大法（ $L_k \doteq$ 理論上の最大値）の模式図を示す。

[0051] まず、図４（ａ）に示すように、第１成長面が $(11-20)$ 面であり、かつ、第１成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが L_1 である第１種結晶 10a を用意する。第１種結晶 10a を切り出す SiC 単結晶の履歴は、特に限定されるものではなく、種々の履歴を有する SiC 単結晶を用いることができる。

次いで、この第１種結晶 10a を用いて、第１成長面上に SiC 単結晶を成長させる。このとき、 $H_1 \geq L_1 \tan 60^\circ$ となるまで SiC 単結晶を成長させる。SiC 単結晶の成長方法は、特に限定されるものではなく、公知の方法（例えば、昇華析出法）を用いることができる。得られた第１成長結晶 12a から、第２成長面が $(2-1-10)$ 面であり、かつ、第２成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_2 (\doteq L_1 / \sin 30^\circ)$ である第２種結晶 10b を切り出す。

[0052] 次に、図４（ｂ）に示すように、第２種結晶 10b を用いて、 $H_2 \geq L_2 \tan 60^\circ$ となるまで第２成長面上に SiC 単結晶を成長させる。得られた第２成長結晶 12b から、第３成長面が $(1-210)$ 面であり、かつ、第３成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_3 (\doteq L_2 / \sin 30^\circ)$ である第３種結晶 10c を切り出す。

次に、図４（ｃ）に示すように、第３種結晶 10c を用いて、 $H_3 \geq L_3 \tan 60^\circ$ となるまで第３成長面上に SiC 単結晶を成長させる。得られた第３成長結晶 12c から、第４成長面が $(-1-120)$ 面であり、かつ、第４成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_4 (\doteq L_3 / \sin 30^\circ)$ である第４種結晶 10d を切り出す。

最後に、図4（d）に示すように、第4種結晶10dを用いて、 $H_4=L_4$ となるまで第4成長面上にSiC単結晶を成長させる。これにより、 $\{0001\}$ 面の口径が約 L_4 であるa面成長基板が得られる。

[0053] 以上のように、 $\langle 11-20 \rangle$ オン成長を繰り返すと、繰り返し毎に $\{0001\}$ 面の口径が拡大する。しかも、Si面側ファセット領域は、常に成長結晶の端部に形成される。そのため、異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きなa面成長基板を作製することができる。また、 L_k が理論上の最大値となるまで、SiC単結晶を成長させると、より少ない繰り返し回数で、より $\{0001\}$ 面の口径が大きいa面成長基板を作製することができる。

なお、図4に示す例においては、合計4回の $\{11-20\}$ 面成長を行っているが、 $\{11-20\}$ 面成長の繰り返し回数は4回に限定されるものではなく、要求される $\{0001\}$ 面の口径に応じて最適な回数を選択することができる。

[0054] [3. 3. 3. $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大(3)]

第3の具体例は、 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長により $\{0001\}$ 面の口径を拡大する方法であって、理論的に取り出し可能な最大の種結晶より小さな種結晶を切り出して、 $\{11-20\}$ 面成長を繰り返す方法である。「 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長」とは、 $\theta_k \neq 0$ の種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させることをいう。図5に、 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大法（ $L_k < \text{理論上の最大値}$ ）の模式図を示す。

[0055] まず、図5（a）に示すように、成長方向が $[11-20]$ 方向であり、第1成長面のオフセット角が θ_1 であり、かつ、第1成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが L_1 である第1種結晶10aを用意する。第1種結晶10aを切り出すSiC単結晶の履歴は、特に限定されるものではなく、種々の履歴を有するSiC単結晶を用いることができる。

次いで、この第1種結晶10aを用いて、第1成長面上にSiC単結晶を

成長させる。このとき、 $H_1 > L_1 \sin(60^\circ + |\theta_1| + |\theta_2|)$ となるまで SiC 単結晶を成長させる。SiC 単結晶の成長方法は、特に限定されるものではなく、公知の方法（例えば、昇華析出法）を用いることができる。得られた第 1 成長結晶 12a から、成長方向が $[2-1-10]$ であり、第 2 成長面のオフセット角が θ_2 であり、かつ、第 2 成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_2 (\equiv H_1 / \cos(30^\circ - |\theta_1| - |\theta_2|))$ である第 2 種結晶 10b を切り出す。この場合、 θ_1 及び θ_2 は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_2 を大きくする方向となるように選択する。

[0056] 次に、図 5 (b) に示すように、第 2 種結晶 10b を用いて、 $H_2 > L_2 \sin(60^\circ + |\theta_2| + |\theta_3|)$ となるまで第 2 成長面上に SiC 単結晶を成長させる。得られた第 2 成長結晶 12b から、成長方向が $[11-20]$ 方向であり、第 3 成長面のオフセット角が θ_3 であり、かつ、第 3 成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_3 (\equiv H_2 / \cos(30^\circ - |\theta_2| - |\theta_3|))$ である第 3 種結晶 10c を切り出す。この場合、 θ_2 及び θ_3 は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_3 を大きくする方向となるように選択する。

最後に、図 5 (c) に示すように、第 3 種結晶 10c を用いて、 $H_3 = L_3$ となるまで第 3 成長面上に SiC 単結晶を成長させる。これにより、 $\{0001\}$ 面の口径が約 L_3 である a 面成長基板が得られる。

[0057] 以上のように、 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長を繰り返すと、繰り返し毎に $\{0001\}$ 面の口径が拡大する。しかも、Si 面側ファセット領域は、常に成長結晶の端部に形成される。そのため、異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きな a 面成長基板を作製することができる。また、オフ成長を繰り返すと、オン成長を繰り返す場合に比べて、より少ない繰り返し回数で、より $\{0001\}$ 面の口径が大きい a 面成長基板を作製することができる。

なお、図 5 に示す例においては、合計 3 回の $\{11-20\}$ 面成長を行っているが、 $\{11-20\}$ 面成長の繰り返し回数は 3 回に限定されるものではなく、要求される $\{0001\}$ 面の口径に応じて最適な回数を選択するこ

とができる。

[0058] [3. 3. 4. $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大 (4)]

第4の具体例は、 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長により $\{0001\}$ 面の口径を拡大する方法であって、理論的に取り出し可能な最大の種結晶を切り出して、 $\{11-20\}$ 面成長を繰り返す方法である。図6に、 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大法 ($L_k \div$ 理論上の最大値) の模式図を示す。

[0059] まず、図6 (a) に示すように、成長方向が $[11-20]$ 方向であり、第1成長面のオフセット角が θ_1 であり、かつ、第1成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが L_1 である第1種結晶10aを用意する。第1種結晶10aを切り出すSiC単結晶の履歴は、特に限定されるものではなく、種々の履歴を有するSiC単結晶を用いることができる。

次いで、この第1種結晶10aを用いて、第1成長面上にSiC単結晶を成長させる。このとき、 $H_1 \geq L_1 \tan(60^\circ + |\theta_1| + |\theta_2|)$ となるまでSiC単結晶を成長させる。SiC単結晶の成長方法は、特に限定されるものではなく、公知の方法 (例えば、昇華析出法) を用いることができる。得られた第1成長結晶12aから、成長方向が $[2-1-10]$ であり、第2成長面のオフセット角が θ_2 であり、かつ、第2成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_2 (\div L_1 / \sin(30^\circ - |\theta_1| - |\theta_2|))$ である第2種結晶10bを切り出す。この場合、 θ_1 及び θ_2 は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_2 を大きくする方向となるように選択する。

[0060] 次に、図6 (b) に示すように、第2種結晶10bを用いて、 $H_2 \geq L_2 \tan(60^\circ + |\theta_2| + |\theta_3|)$ となるまで第2成長面上にSiC単結晶を成長させる。得られた第2成長結晶12bから、成長方向が $[11-20]$ 方向であり、第3成長面のオフセット角が θ_3 であり、かつ、第3成長面の $\{0001\}$ 面内方向の長さが $L_3 (\div L_2 / \sin(30^\circ - |\theta_2| - |\theta_3|))$ である第3種結晶10cを切り出す。この場合、 θ_2 及び θ_3 は、符号が互いに反対であ

り、かつ、回転方向がともに L_3 を大きくする方向となるように選択する。

最後に、図6(c)に示すように、第3種結晶10cを用いて、 $H_3=L_3$ となるまで第3成長面上にSiC単結晶を成長させる。これにより、 $\{0001\}$ 面の口径が約 L_3 であるa面成長基板が得られる。

[0061] 以上のように、 $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長を繰り返すと、繰り返し毎に $\{0001\}$ 面の口径が拡大する。しかも、Si面側ファセット領域は、常に成長結晶の端部に形成される。そのため、異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制しながら、 $\{0001\}$ 面の口径が大きなa面成長基板を作製することができる。また、 L_k が理論上の最大値となるまで、SiC単結晶をオフ成長させると、より少ない繰り返し回数で、より $\{0001\}$ 面の口径が大きいa面成長基板を作製することができる。

なお、図6に示す例においては、合計3回の $\{11-20\}$ 面成長を行っているが、 $\{11-20\}$ 面成長の繰り返し回数は3回に限定されるものではなく、要求される $\{0001\}$ 面の口径に応じて最適な回数を選択することができる。

[0062] [3. 3. 5. $\langle 11-20 \rangle$ オン成長又は $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径拡大(5) : 成長結晶残存法]

第5の具体例は、 $\langle 11-20 \rangle$ オン成長又は $\langle 11-20 \rangle$ オフ成長による $\{0001\}$ 面の口径を拡大する方法であって、成長結晶の大半をそのまま種結晶に用いる方法(成長結晶残存法)である。

成長結晶残存法とは、具体的には、

前記第k a面成長工程($2 \leq k \leq n$)は、前記第(k-1) a面成長工程で得られた第(k-1)成長結晶を、前記第(k-1) a面成長工程の成長方向に対して約 60° 又は約 120° 異なる方向に成長方向を有し、かつ前記 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_k が $-15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ である前記第k成長面に沿って切断するとともに、前記第(k-1)成長結晶の大部分を残存させ、前記第k成長面を露出させた前記第(k-1)成長結晶を前記第k種結晶としてそのまま用いて、前記SiC単結晶を $\{11-20\}$ 面

成長させる工程である
方法をいう。

[0063] 図7に、 $\{11-20\}$ 面選択成長法的一种である成長結晶残存法の工程図を示す。

まず、図7(a)に示すように、第1種結晶10aを用意する。第1種結晶10aは、 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_1 が $-15^\circ \leq \theta_1 \leq 15^\circ$ である第1成長面を持つものであれば良い。図7(a)に示す例において、第1種結晶10aは、 $\theta_1=0$ であるオンセット基板である。また、第1種結晶10aは、第1成長面が露出するようにインゴットから薄くスライスした基板であっても良く、あるいは、第1成長面が露出するように表面を加工したインゴットをそのまま用いても良い。

このような第1種結晶10aを用いて、 $[11-20]$ 方向にSiC単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる(第1a面成長工程)。これにより、図7(b)に示すように、第1成長結晶12aが得られる。この場合、第1成長結晶12aの両端に、異方位結晶又は異種多形結晶14a、16aが成長する場合がある。

[0064] 次に、図7(b)に示すように、第1種結晶10aを含む第1成長結晶12aを、第1a面成長工程の成長方向に対して約 60° 又は約 120° 異なる方向に成長方向を有し、かつ、 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_2 が $-15^\circ \leq \theta_2 \leq 15^\circ$ である第2成長面(M_2 線)に沿って切断する。 M_2 線的位置は、第2成長面上に異方位結晶又は異種多形14a、16aが露出せず、かつ、第1成長結晶12a(+第1種結晶10a)の大部分が残存するように選択するのが好ましい。

また、第1成長結晶12a(+第1種結晶10a)は、
(1) 口径拡大後の形状を、目的とする最終形状(図7に示す例においては、円形)に近づけるための輪郭線(N_2 線)、及び/又は、
(2) 第3成長面となる線(M_3 線)、
に沿ってさらに切断しても良い。

[0065] 次に、 M_2 線、並びに、必要に応じて N_2 線及び M_3 線に沿って第1成長結晶12a（＋第1種結晶10a）を切断した後、図7（d）に示すように、これを第2種結晶10bとしてそのまま用いて、 $[2-1-10]$ 方向にSiC単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる（第2a面成長工程）。これにより、図7（d）に示すように、第2成長結晶12bが得られる。この場合も、第2成長結晶12bの両端に、異方位結晶又は異種多形結晶14b、16bが成長する場合がある。

[0066] 以下、同様にして、

（1）第2成長結晶12b（＋第2種結晶10b）の大部分が残存するように、第3成長面（ M_3 線）、並びに、必要に応じて輪郭線（ N_3 線、 N'_3 線）に沿って第2成長結晶12b（＋第2種結晶10b）を切断する工程（図7（e））、

（2）第2成長結晶12b（＋第2種結晶10b）を第3種結晶10cとしてそのまま用いて、 $[1-210]$ 方向にSiCを $\{11-20\}$ 面成長させる工程（図7（f））、

（3）第3成長結晶12c（＋第3種結晶10c）の大部分が残存するように、第4成長面（ M_4 線）、並びに、必要に応じて輪郭線（ N_4 線）に沿って第3成長結晶12c（＋第3種結晶10c）を切断する工程（図7（g））、

（4）第3成長結晶12c（＋第3種結晶10c）を第4種結晶10dとしてそのまま用いて、 $[-1-120]$ 方向にSiCを $\{11-20\}$ 面成長させる工程（図7（h））、

（5）第4成長結晶12d（＋第4種結晶10d）の大部分が残存するように、第5成長面（ M_5 線）、並びに、必要に応じて輪郭線（ N_5 線）に沿って第4成長結晶12d（＋第4種結晶10d）を切断する工程（図7（i））、及び、

（6）第4成長結晶12d（＋第4種結晶10d）を第5種結晶10eとしてそのまま用いて、 $[-2110]$ 方向にSiCを $\{11-20\}$ 面成長させる工程（図7（j））、

を繰り返す。

[0067] さらに、

(7) 第5成長結晶12e (+第4種結晶10e)の大部分が残存するように、第6成長面(M_6 線)、並びに、必要に応じて輪郭線(N_6 線)に沿って第5成長結晶12e (+第5種結晶10e)を切断する工程(図7(k))、及び、

(6) 第5成長結晶12e (+第5種結晶10e)を第6種結晶10fとしてそのまま用いて、 $[-12-10]$ 方向にSiCを $\{11-20\}$ 面成長させる工程(図7(l))、
を行う。

最後に、第6成長結晶12fの外形を整えると、図7(m)に示すように、円形のSiC単結晶12gが得られる。

[0068] 成長結晶残存法は、大口径の $\{0001\}$ 面を作製するまでの成長回数を低減することができる。

また、一般に、成長面内における $\{0001\}$ 面内方向の長さLが大きい種結晶を用いて結晶を成長させると、応力が高くなり、成長結晶が割れやすくなる。これに対し、成長結晶残存法では、Lが相対的に大きい種結晶を用いた成長回数が少なくなるので、クラックの発生確率を低減できる。

[0069] [3. 4. その他の異種多形結晶・異方位結晶の低減方法]

$\{11-20\}$ 面選択成長法は、成長結晶の端部にSi面側ファセット領域が形成されるため、それのみによっても良質の単結晶が得られる。また、 $\{11-20\}$ 面選択成長法に加えて、後述する方法の内、 $\{11-20\}$ 面成長にも適用可能な1種又は2種以上の方法を組み合わせると、異種多形結晶や異方位結晶の生成確率をさらに低減することができる。

[0070] [4. a面成長法の具体例(2): 交互成長法]

[4. 1. 概要]

交互成長法とは、成長方向が約 90° 異なる $\{11-20\}$ 面成長と $\{1-100\}$ 面成長とを交互に繰り返す方法をいう。

すなわち、交互成長法とは、

前記第1 a面成長工程は、 $\{1-100\}$ 面又は $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_1 が $-15^\circ \leq \theta_1 \leq 15^\circ$ である第1成長面を持つ第1種結晶を用いて、前記SiC単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程であり、

前記第k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 $(k-1)$ a面成長工程で得られた第 $(k-1)$ 成長結晶から、前記第 $(k-1)$ a面成長工程の成長方向に対して約 90° 異なる方向に成長方向を有し、かつ前記 $\{11-20\}$ 面又は $\{1-100\}$ 面からのオフセット角 θ_k が $-15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ である前記第k成長面を持つ前記第k種結晶を切り出し、切り出された前記第k種結晶を用いて前記SiC単結晶を $\{11-20\}$ 面成長又は $\{1-100\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

このような成長を繰り返すことで、 $\{0001\}$ 面内方向の長さがより大きな第k種結晶を順次作製していき、大口径化を行う。

[0071] オフセット角 θ_k の詳細については、上述した通りであるので、説明を省略する。

$\{1-100\}$ 面成長を行う場合、ファセット領域は、成長結晶の表面のほぼ中央部に発生する。そのため、良質の結晶を得るためには、 $\{1-100\}$ 面成長時に、Si面側ファセット面積率 S_{facet} を所定の範囲内に維持するための追加の手段を講じる必要がある。

一方、 $\{11-20\}$ 面成長を行う場合、ファセット領域は、成長結晶の表面の端部に発生し、 S_{facet} は、自然と小さくなり、所定の範囲内に維持できる。そのため、良質の結晶を得るためには、必ずしもSi面側ファセット面積率 S_{facet} を所定の範囲内に維持するための追加の手段を講じる必要はない。しかしながら、このような手段をさらに講じると、異方位結晶や異種多形結晶の発生頻度をさらに低減することができる。

このような手段としては、具体的には、以下のようなものがある。なお、

以下に説明する各種の手段は、それぞれ、単独で用いても良く、あるいは、物理的に可能な限りにおいて、２種以上を組み合わせ用いても良い。

[0072] [4. 2. Si面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段]

[4. 2. 1. c軸方向の非対称成長法]

Si面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段の第１の具体例は、c軸方向の非対称成長法である。

c軸方向の非対称成長法とは、すなわち、

前記第k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、 $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部が前記第k成長面のc軸方向中心に対してSi面寄り側に来るように、前記SiC単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

ここで、「c軸方向中心」とは、 $\{0001\}$ 面に対して垂直な線と成長結晶との交点の中心をいう。

[0073] 図8に、c軸方向に非対称成長するように $\{1-100\}$ 面成長させたSiC単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）を示す。

図8に示すように、 $\{1-100\}$ 面成長時において、 $\{0001\}$ 面ファセットの最頂部をc軸方向中心に対してSi面寄り側にすることで、Si面側ファセット領域の面積を縮小することができる。その結果、異方位結晶や異種多形結晶の発生による品質低下を抑制することができる。

なお、図示はしないが、 $\{11-20\}$ 面成長時においても、 $\{0001\}$ 面ファセットの最頂部をSi面寄り側にすることで、Si面側ファセット領域の面積をさらに縮小することができる。また、c軸方向の非対称成長は、 $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長のいずれか一方に適用しても良く、あるいは、双方に適用しても良い。

[0074] c軸方向に非対称成長させる方法には、種々の方法がある。第１の方法は、 $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長時に、c軸方向中心より

も S_i 面側の温度を低くする方法である。

S_i 面側の温度を低くする方法とは、すなわち、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、前記第 k 成長面の c 軸方向中心に対して S_i 面寄り側の温度が前記 c 軸方向中心より低くなるように、前記 $S_i C$ 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法という。

[0075] S_i 面寄り側の温度を低くする方法としては、例えば、図 9 (a) に示す方法がある。すなわち、坩堝 22 内に原料 24 を充填し、坩堝 22 上部には、種結晶 26 を固定する。 $S_i C$ 単結晶を成長させる際には、成長面をある程度凸形状に維持しなければならないことが知られている。そのために、坩堝構造に工夫が施されたり、炉体内における坩堝の位置などが調整され、一般的には、坩堝内の単結晶付近においては、坩堝の中心付近の温度が最も低くなっている。図中に詳細な坩堝構造は示さないが、同様に坩堝中心付近の温度が最も低くなるような構造となっていることを前提とする。そのため、種結晶 26 の中心を坩堝 22 中心から偏倚させ、 S_i 面側を坩堝 22 中心に近づけると、 S_i 面寄り側の温度が低くなる。その結果、成長結晶 30 の $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部が S_i 面寄り側に偏倚する。また、これによって S_i 面側ファセット領域の面積が縮小する。

[0076] c 軸方向に非対称成長させるための第 2 の方法は、 $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長時に、 c 軸方向中心よりも S_i 面側の $S_i C$ ガス濃度を高くする方法である。

S_i 面側の $S_i C$ ガス濃度を高くする方法とは、すなわち、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、前記第 k 成長面の c 軸方向中心に対して S_i 面寄り側の $S_i C$ ガス濃度が前記 c 軸方向中心より高くなるように、前記 $S_i C$ 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法という。

[0077] S i 面側の S i C ガス濃度を高くする方法としては、例えば、図 9 (b) に示す方法がある。すなわち、坩堝 22 内に原料 24 を充填し、坩堝 22 上部には、種結晶 26 を固定する。さらに、原料 24 の上部には、S i C ガスを成長結晶表面の特定部位に優先的に供給するための昇華ガスガイド 28 を設ける。この時、S i C ガスが S i 面寄り側に優先的に供給されるように昇華ガスガイド 28 の先端を配置すると、昇華ガスガイド 28 の先端付近の S i C ガス濃度が最も高くなる。その結果、成長結晶 30 の $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部が S i 面寄り側に偏倚する。また、これによって、S i 面側ファセット領域の面積が縮小する。

[0078] c 軸方向に非対称成長させるための第 3 の方法は、 $\{11-20\}$ 面成長時の種結晶として、S i 面側の長さが長い非対称種結晶を用いる方法である。

非対称種結晶を用いる方法とは、すなわち、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) が、前記 S i C 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である場合において、

前記第 k a 面成長工程は、c 軸方向中心に対して S i 面寄り側の長さが C 面寄り側の長さより長い前記第 k 種結晶を用いて前記 S i C を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

方法をいう。

[0079] 図 10 に、非対称種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させた S i C 単結晶の平面図 (左下)、正面図 (左上)、右側面図 (右下)、及び斜視図 (右上) を示す。

上述したように、 $\{11-20\}$ 面成長時には、ファセット領域は、成長結晶の両端に形成される。この時、図 10 に示すように、種結晶の S i 面寄り側の長さを長くすると、ファセット領域が S i 面寄り側に偏って形成され、これと同時に、 $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部が S i 面寄り側に偏倚する。そのため、対称な種結晶を用いた場合に比べて、S i 面側ファセット領域の面積が縮小する。

[0080] [4. 2. 2. S i 面側極性面ステップ消滅法（貼り合わせ種結晶）]

S i 面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段の第2の具体例は、S i 面側極性面ステップそのものを消滅させる方法である。

S i 面側極性面ステップ消滅法とは、すなわち、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、少なくとも2個の種結晶素片の S i 面が向かい合わせになるように前記種結晶素片を貼り合わせて前記第 k 種結晶とし、前記第 k 種結晶を用いて前記 S i C を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

S i 面を介して向かい合う各種結晶素片は、それぞれ、一体の種結晶素片であっても良く、あるいは、S i 面が同一方向を向くように貼り合わされた複数個の種結晶素片の集合体であっても良い。

[0081] 図11に、種結晶素片の S i 面側を貼り合わせた種結晶を用いて $\{1-100\}$ 面成長させた S i C 単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（中中）、斜視図（右上）、及び右側面図の部分拡大図（右中）、並びに、種結晶素片の S i 面側を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）を示す。

S i 面が向かい合うように2つの種結晶素片を貼り合わせて種結晶とすると、種結晶の c 軸方向の端面は、ともに C 面となる。このような種結晶を用いて $\{1-100\}$ 面成長させると、 $\{1-100\}$ 面ファセット間に形成されるステップは、いずれも C 面側極性面ステップとなる。すなわち、この方法によれば、実質的に S i 面側ファセット領域が消滅する。その結果、異方位結晶や異種多形結晶の発生確率が著しく低下する。

[0082] 図19に、種結晶素片の S i 面側を貼り合わせた種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させた S i C 単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（中中）、斜視図（右上）、及び右側面図の部分拡大図（右中）、並びに、種結晶素片の S i 面側を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）を示す。

通常、 $\{11-20\}$ 面成長では、図2に示したように、ファセットは成長結晶の表面の両端に現れ、S i 面側には S i 面側ファセット領域が形成される。そこで、種結晶上のファセットが形成される種結晶の両端部分に、S

i 面側を向かい合わせるようにして種結晶素片を配置する。

ここで、種結晶の中央部分は、

(a) 成長結晶は一体的である方が低品質な接合界面を含まないため、成長結晶から取り出す $\{0001\}$ 面ウェハの歩留まりが高くなるという点、また、

(b) 中央部分はファセットが形成されないという理由から、

S i 面側の貼り合わせは行わない一体的な種結晶とする。

[0083] このように配置した種結晶では、種結晶の両端部分の c 軸方向の端面は、ともに C 面となる。この種結晶を用いて $\{11\bar{2}0\}$ 面成長させると、成長結晶の両端の $\{1\bar{1}00\}$ 面ファセット間に形成されるステップは、いずれも C 面側極性面ステップとなる。すなわち、この方法によれば、 $\{11\bar{2}0\}$ 面成長においても、S i 面側ファセット領域を実質的に消滅させることができる。その結果、異方位結晶や異種多形の発生確率が著しく低下する。また、 $\{1\bar{1}00\}$ 面成長での S i 面側の貼り合わせにおいて生じる成長結晶中の接合界面が、成長結晶の中央部にないため、取り出される $\{0001\}$ 面ウェハの歩留まりも高くなる。

上記 S i 面側極性面ステップ消滅法は、 $\{1\bar{1}00\}$ 面成長又は $\{11\bar{2}0\}$ 面成長のいずれか一方に適用しても良く、あるいは、双方に適用しても良い。

[0084] [4. 2. 3. $\{1\bar{1}00\}$ 面平坦成長法]

S i 面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段の第 3 の具体例は、 $\{1\bar{1}00\}$ 面成長時に最頂部近傍の $\{1\bar{1}00\}$ 面を平坦に成長させる方法である。

$\{1\bar{1}00\}$ 面平坦成長法とは、具体的には、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) が、前記 S i C 単結晶を $\{1\bar{1}00\}$ 面成長させる工程である場合において、

前記第 k a 面成長工程は、ファセット領域内の高低差が 1 mm 以下である領域の面積がファセット領域の総面積の 90% 以上となるように、前記 S i

C単結晶を $\{1-100\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

「高低差が1mm以下である領域」とは、 $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部及びこれに隣接する $\{1-100\}$ 面ファセットを含む領域であって、 $\{1-100\}$ 面ファセット最頂部から1mm以内にある領域（すなわち、極性面ステップが相対的に少ない領域）をいう。

[0085] 図12に、 $\{1-100\}$ 面平坦成長させたSiC単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）を示す。

図12に示すように、 $\{1-100\}$ 面成長させる場合において、成長開始から成長終了まで成長面を平坦に維持すると、 $\{1-100\}$ 面ファセット最頂部が広くなり、「高低差が1mm以下である領域」が拡大する。その結果、Si面側ファセット領域の面積が縮小する。また、これによって異方位結晶や異種多形結晶の発生確率が著しく低下する。

[0086] $\{1-100\}$ 面を平坦に成長させる方法としては、例えば、図9（c）に示す方法がある。すなわち、坩堝22内に原料24を充填し、坩堝22上部には、種結晶26を固定する。さらに、成長結晶30の表面に対向する位置に均熱板32を配置する。均熱板32を配置すると、成長結晶30の表面近傍において、水平面内の温度差が小さくなる。その結果、成長結晶30の表面が平坦化する。また、これによってSi面側ファセット領域の面積が縮小する。

[0087] [4. 2. 4. $\{0001\}$ 面内方向の凸化成長法]

Si面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段の第4の具体例は、 $\{1-100\}$ 面成長時に $\{1-100\}$ 面を $\{0001\}$ 面内方向に凸化成長させる方法である。

凸化成長法とは、具体的には、

前記第ka面成長工程（ $1 \leq k \leq n$ ）が、前記SiC単結晶を $\{1-100\}$ 面成長させる工程である場合において、

前記第ka面成長工程は、前記第k成長結晶の表面が $\{0001\}$ 面内方

向に凸型となるように、すなわち、前記第 k 成長結晶の $\{0001\}$ 面内方向長さを L 、前記第 k 成長結晶の表面の $\{0001\}$ 面内方向の曲率を r とするときに $r < L$ を満たすように、前記 S_iC 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

[0088] また、凸化成長させる場合、成長結晶の表面は、 c 面内方向中心に対して、対称となるように成長させても良く、あるいは、非対称となるように成長させても良い。

すなわち、凸化成長させる場合において、

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、 $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部が前記第 k 成長面の c 面内方向中心に対して端部側に来るように、前記 S_iC 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長させる工程であっても良い。

「 c 面内方向中心」とは、 $\{0001\}$ 面に対して平行な線と成長結晶との交点の中心をいう。

「凸化」とは、成長結晶の $\{0001\}$ 面内方向の長さを L 、成長結晶の表面の $\{0001\}$ 面内方向の曲率 r (成長面の中心を通る、成長面に垂直な平面が、成長結晶の表面と交わる線分の曲率) とする時、 $r < L$ を満たす場合とする。

[0089] 図 13 に、 $\{0001\}$ 面内方向に凸化するように、かつ、 c 面内方向中心に対して対称となるように $\{1-100\}$ 面成長させた S_iC 単結晶の平面図 (左下)、正面図 (左上)、右側面図 (中下)、及び斜視図 (右上)、並びに、 r と L の関係を表す模式図 (右下) を示す。

図 13 に示すように、 $\{1-100\}$ 成長させる場合において、 $\{0001\}$ 面内方向に凸化するように結晶を成長させると、ファセット領域の $\{0001\}$ 面内方向の幅が狭くなる。その結果、ファセット領域の面積自体が縮小する。また、これによって S_i 面側ファセット領域の面積も縮小する。

[0090] 図 14 に、 $\{0001\}$ 面内方向に凸化するように、かつ、 c 面内方向中心に対して非対称となるように $\{1-100\}$ 面成長させた S_iC 単結晶の

平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）を示す。

図14に示すように、 $\{0001\}$ 面内方向に凸化するように、かつ、 c 面内方向中心に対して非対称となるように $\{1-100\}$ 面成長させると、縮小された S_i 面側ファセット領域が成長結晶の端部側に移動する。そのため、成長結晶の中央付近での異方位結晶や異種多形結晶の発生を抑制することができる。

[0091] 結晶を凸化成長させる方法としては、具体的には、図9（b）に示すように、昇華ガスガイド28を用いて、成長結晶30の表面の特定部位の S_iC ガス濃度を高くする方法などがある。

[0092] [4. 2. 5. 窒素ドーピング量低減成長法]

S_i 面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段の第5の具体例は、 $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長時に窒素ドーピング量を低減する方法である。

窒素ドーピング量低減成長法とは、具体的には、

前記第 k 面成長工程（ $1 \leq k \leq n$ ）は、窒素ガス分圧が5%以下である雰囲気下において、前記 S_iC を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

[0093] 一般的に、 S_iC 単結晶の成長では、基板上に作製するデバイスの抵抗を低減するために成長雰囲気に窒素を導入しながら成長することが多い。窒素ドーピングは、ウェハを切り出す c 面成長時には必須となるが、高品質化工程である a 面成長時には必須ではない。

逆に、窒素ドーピングをしながら a 面成長させる場合において、窒素ドーピングが多いと、異方位結晶や異種多形の発生頻度が高くなる。従って、窒素ガス分圧は、5%以下が好ましい。窒素ガス分圧は、さらに好ましくは、1%以下である。

[0094] 図15に、窒素ドーピング量低減成長法を用いて $\{1-100\}$ 面成長させた

S i C単結晶の平面図（左下）、正面図（左上）、右側面図（右下）、及び斜視図（右上）を示す。

窒素をドーピングしながらa面成長させる場合において、窒素ドーピング量を低減すると、S i面側ファセット領域における異方位結晶や異種多形結晶の発生頻度が低下する。

これは、

（１）窒素ドーピング量を低減すると、図１５に示すように、ファセット領域の $\{0001\}$ 面内方向の幅が若干狭くなり、これに応じてS i面側ファセット領域の面積も縮小するため、及び、

（２）詳細な理由は不明であるが、窒素ドーピング量が少ない条件下で $\{1-100\}$ 面成長させると、異方位結晶や異種多形結晶の発生頻度そのものが低下するため、

と考えられる。

[0095] [4. 2. 6. ダミー種結晶配置法]

S i面側ファセット面積率 S_{facet} の低減手段の第６の具体例は、 $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長時にダミー種結晶を配置する方法である。

ダミー種結晶配置法とは、具体的には、

前記第k a面成長工程（ $1 \leq k \leq n$ ）は、主種結晶にダミー種結晶を隣接させてこれを前記第k種結晶とし、前記第k種結晶を用いて前記S i Cを $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である方法をいう。

[0096] 主種結晶は、成長の繰り返しとともに厚みが大きいブロック体になる。

一方、ダミー種結晶は、薄い通常の種結晶であっても良い点、最終的に成長結晶から切除するため表面を研磨する必要もない点、及び、結晶方位が限定されない点で、前述のS i面側極性面ステップ消滅法と異なる。また、ダミー種結晶は、一体の種結晶素片であっても良く、あるいは、貼り合わされた複数個の種結晶素片の集合体であっても良い。

[0097] 図20に、ダミー種結晶を配置した種結晶を用いて $\{1-100\}$ 面成長させたSiC単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（右中）、斜視図（右上）、及びダミー種結晶を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）を示す。

主種結晶のSi面側に、ダミー種結晶を配置して成長させると、主種結晶上に成長する結晶上においては、表面の $\langle 0001 \rangle$ 方向の曲率が小さくなり、ダミー種結晶上に選択的にSi面側極性面ステップが形成される。すなわち、この方法によれば、Si面側ファセット領域に、異方位結晶や異種多形結晶が発生したとしても、主種結晶上の成長結晶はその影響を受けにくくなる。

[0098] 図21に、ダミー種結晶を配置した種結晶を用いて $\{11-20\}$ 面成長させたSiC単結晶の平面図（左中）、正面図（左上）、右側面図（右中）、斜視図（右上）、及び、ダミー種結晶を貼り合わせた種結晶の平面図（左下）を示す。

主種結晶の $\{0001\}$ 面内方向の両端部に、ダミー種結晶を配置して成長させると、主種結晶上に成長する結晶上においては、表面の $\{0001\}$ 面内方向の曲率が小さくなり、ダミー種結晶上に選択的にファセットが形成されやすくなる。すなわち、この方法によれば、Si面側ファセット領域に、異方位結晶や異種多形結晶が発生したとしても、主種結晶上の成長結晶は、その影響を受けにくくなる。

上記ダミー種結晶配置法は、 $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長のいずれか一方に適用しても良く、あるいは、双方に適用しても良い。

[0099] [5. SiC単結晶の製造方法（2）]

本発明の第2の実施の形態に係るSiC単結晶の製造方法は、a面成長工程と、c面成長工程とを備えている。

[5. 1. a面成長工程]

a面成長工程は、Si面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が所定の値以下に維持されるように、a面成長を2回以上繰り返す工程である。

a面成長工程の詳細については、第1の実施の形態と同様であるので説明を省略する。

[0100] [5. 2. c面成長工程]

c面成長工程は、第n a面成長工程で得られた前記第n成長結晶から、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角の絶対値が 30° 以内である第(n+1)成長面を持つ第(n+1)種結晶を切り出し、前記第(n+1)成長面上に前記SiC単結晶をc面成長させる工程である。

c面成長時のオフセット角の絶対値が大きすぎると、第n種結晶から成長結晶に引き継がれた積層欠陥を成長結晶外に排出するために、より高い成長高さが必要となる。また、オフセット角の絶対値が大きくなりすぎると、成長結晶中に新たな積層欠陥が発生する場合がある。従って、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角の絶対値は、 30° 以内が好ましい。

[0101] 第1の実施の形態に係る方法を用いて得られたa面成長結晶は、 $\{0001\}$ 面口径が大きく、かつ、異方位結晶や異種多形結晶が少ない。そのため、このようなa面成長結晶からc面成長用の種結晶を切り出してc面成長させると、 $\{0001\}$ 面口径が大きく、かつ、欠陥の少ないc面成長結晶を製造することができる。

[0102] [6. SiC単結晶： a面成長結晶]

第1の実施の形態に係る方法を用いると、欠陥の少ないa面成長結晶が得られる。具体的には、外周から20%の領域を除く領域内に異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まないSiC単結晶が得られる。

[0103] [6. 1. 異方位結晶塊及び異種多形結晶塊]

図16に、本発明に係るa面成長法を用いて製造されたSiC単結晶の平面図(図16(a))、正面図(図16(b))、及び斜視図(図16(c))を示す。

本発明に係るa面成長法を用いて $\{0001\}$ 面口径の大きいa面成長結晶を製造する場合において、製造条件を最適化したときには、Si面側ファセット領域は、専ら成長結晶の外周部に形成される。そのため、Si面側フ

ァセット領域内に異方位結晶や異種多形結晶の核が生成し、S i Cの成長に伴ってこれらが塊状に成長したとしても、これらは専ら成長結晶の外周部に存在する。

ここで、「外周から20%の領域」とは、図16に示すように、成長結晶の表面から0.2xに相当する距離までの領域をいう。「x」とは、成長結晶の中心から表面までの距離をいう。

「異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まない」とは、体積が1mm³を超える塊状の異方位結晶や異種多形結晶を含まないことをいう。

製造条件をさらに最適化すると、外周部から10%の領域を除く領域内に異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まないS i C結晶、あるいは、実質的に異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まないS i C単結晶が得られる。

[0104] [6. 2. 口径]

本発明に係るa面成長法は、{0001}面口径の大きいa面成長結晶を効率よく製造することができる。具体的には、製造条件を最適化すると、{0001}面の口径が100mm以上、あるいは、150mm以上であるS i C単結晶が得られる。

[0105] [6. 3. ファセット痕]

図17に、a面成長させたS i C単結晶中に生成した{1-100}面ファセット痕(図17(a)、(b))、及びS i面側極性面ステップを含む{1-100}面ファセット痕(図17(c)、(d))の模式図を示す。

{11-20}面成長させる場合、ファセット領域は、成長結晶の端部に形成される。そのため、図17(a)に示すように、{1-100}面ファセット痕(ハッチングを施した領域)は、成長結晶の端部に現れる。

一方、{1-100}面成長させる場合、図17(b)に示すように、{1-100}面ファセット痕は、成長結晶の中央部に現れる。{1-100}面ファセット痕は、S i面側極性ステップを含み、異方位結晶や異種多形結晶が発生しやすい領域であるので、その体積率は、低いほど良い。

[0106] 上述したa面成長法において、ファセット領域の面積そのものを縮小させ

る手段を講じると、 $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積率（＝成長結晶の体積に占める $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積の割合）を小さくすることができる。具体的には、製造条件を最適化することによって、 $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積率が40%以下、あるいは、20%以下であるSiC単結晶が得られる。

[0107] また、a面成長させる場合、通常、ファセット領域内にSi面側極性面ステップが形成される。ファセット領域内にSi面側極性面ステップが形成されると、縞状のファセット痕となる。

$\{11-20\}$ 面成長させる場合、図17(c)に示すように、Si面側極性面ステップを含む $\{1-100\}$ 面ファセット痕（以下、これを「縞状ファセット痕」ともいう。）は、両端に形成されたファセット痕の内、Si面寄り側（太い破線で囲った領域）を占める。

同様に、 $\{1-100\}$ 面成長させる場合、縞状ファセット痕は、中央に形成されたファセット痕の内、Si面寄り側を占める。縞状ファセット痕は、異方位結晶や異種多形結晶が発生しやすい領域であるので、その体積率は、低いほどよい。

[0108] 上述したa面成長法において、ファセット領域の面積そのものを縮小させる手段、あるいは、Si面側ファセット領域を縮小させる手段を講じると、縞状ファセット痕の体積率（＝成長結晶の体積に占める縞状ファセット痕の体積の割合）を小さくすることができる。具体的には、製造条件を最適化することによって、縞状ファセット痕の体積率が20%以下、あるいは、10%以下であるSiC単結晶が得られる。

[0109] [7. SiCウェハ、SiC単結晶（c面成長結晶）]

本発明の第1の実施の形態に係るSiCウェハは、a面成長法を用いて得られたSiC単結晶（a面成長結晶）から切り出され、最も広い面が略 $\{0001\}$ 面（すなわち、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角の絶対値が30°以内である面）からなる。

得られたSiCウェハは、そのまま各種の用途に用いることができる。あ

るいは、得られたS i Cウェハを種結晶に用いて、S i C単結晶（c面成長結晶）を製造することができる。

さらに、本発明の第2の実施の形態に係るS i Cウェハは、このようにして得られたS i C単結晶（c面成長結晶）から切り出されたものからなる。得られたS i Cウェハは、各種の用途に用いることができる。

[0110] [8. 半導体デバイス]

本発明に係る半導体デバイスは、本発明に係るS i C単結晶又はS i Cウェハを用いて製造されたものからなる。半導体デバイスとしては、具体的には、

- (a) L E D、
 - (b) パワーデバイス用のダイオードやトランジスタ、
- などがある。

[0111] 以上、本発明の実施の形態について詳細に説明したが、本発明は上記実施の形態に何ら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で種々の改変が可能である。

産業上の利用可能性

[0112] 本発明に係るS i C単結晶の製造方法は、超低電力損失パワーデバイスの半導体材料として使用することが可能なS i C単結晶の製造方法として用いることができる。

請求の範囲

[請求項1]

以下の構成を備えたS i C単結晶の製造方法。

(a) 前記S i C単結晶の製造方法は、 n 回 ($n \geq 2$) のa面成長工程を備えている。

(b) 第1 a面成長工程は、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある第1成長面を持つ第1種結晶を用いて、前記第1成長面上にS i C単結晶をa面成長させる工程である。

(c) 第k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第($k-1$) a面成長工程で得られた第($k-1$) 成長結晶から、前記第($k-1$) a面成長工程の成長方向と 45° 以上 135° 以下異なる方向に成長方向を有し、 $\{0001\}$ 面からのオフセット角が 80° 以上 100° 以下の範囲にある第k成長面を持つ第k種結晶を切り出し、前記第k成長面上に前記S i C単結晶をa面成長させる工程である。

(d) 前記第k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、それぞれ、(A)式で表されるS i面側ファセット領域の面積率 S_{facet} が20%以下に維持されるように、前記第k成長面上に前記S i C単結晶をa面成長させる工程である。

$$S_{\text{facet}} (\%) = S_1 \times 100 / S_2 \quad \cdots (A)$$

但し、

S_1 は、S i面側極性面ステップを第k成長面上に投影した面積の総面積と、前記S i面側極性面ステップで挟まれた $\{1-100\}$ 面ファセットを第k成長面上に投影した面積の総面積の和、

S_2 は、第k成長面の総面積。

[請求項2]

前記第1 a面成長工程は、 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_1 が $-15^\circ \leq \theta_1 \leq 15^\circ$ である前記第1成長面を持つ前記第1種結晶を用いて、前記S i C単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程であり、

前記第 k a 面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程で得られた第 $(k-1)$ 成長結晶から、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程の成長方向に対して約 60° 又は約 120° 異なる方向に成長方向を有し、かつ前記 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_k が $-15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ である前記第 k 成長面を持つ前記第 k 種結晶を切り出し、切り出された前記第 k 種結晶を用いて前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

[請求項 3]

前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n-1$) は、次の (1) 式の関係が成り立つように、前記第 k 成長面上に前記 SiC を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 2 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

$$H_k > L_k \sin(60^\circ + |\theta_k| + |\theta_{k+1}|) \quad \dots (1)$$

但し、 H_k は、第 k a 面成長工程における成長高さ、

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ

。

θ_k 及び θ_{k+1} は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに第 $(k+1)$ 種結晶の第 $(k+1)$ 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ L_{k+1} を大きくする方向。

[請求項 4]

前記第 k a 面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 $(k-1)$ 成長結晶から、次の (2) 式の関係が成り立つ第 k 種結晶を切り出し、前記第 k 成長面上に前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 2 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

$$L_k \div H_{k-1} / \cos(30^\circ - |\theta_{k-1}| - |\theta_k|) \quad \dots (2)$$

但し、 H_{k-1} は、第 $(k-1)$ a 面成長工程における成長高さ、

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ

。

θ_{k-1} 及び θ_k は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_k を大きくする方向。

[請求項5] 前記第 k a面成長工程 ($1 \leq k \leq n-1$) は、次の(3)式を満たすように前記第 k 成長面上に前記S i C単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項2に記載のS i C単結晶の製造方法。

$$H_k \geq L_k \tan(60^\circ + |\theta_k| + |\theta_{k+1}|) \quad \dots (3)$$

但し、 H_k は、第 k a面成長工程における成長高さ、

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

θ_k 及び θ_{k+1} は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに第 $(k+1)$ 種結晶の第 $(k+1)$ 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ L_{k+1} を大きくする方向。

[請求項6] 前記第 k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、次の(4)式を満たすように第 $(k-1)$ 成長結晶から第 k 種結晶を切り出し、第 k 成長面上に前記S i C単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項2に記載のS i C単結晶の製造方法。

$$L_k \leq L_{k-1} / \sin(30^\circ - |\theta_{k-1}| - |\theta_k|) \quad \dots (4)$$

但し、 L_{k-1} は、第 $(k-1)$ 種結晶の第 $(k-1)$ 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

L_k は、第 k 種結晶の第 k 成長面の $\{0001\}$ 面内方向長さ。

θ_{k-1} 及び θ_k は、符号が互いに反対であり、かつ、回転方向がともに L_k を大きくする方向。

[請求項7] 前記第 k a面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 $(k-1)$ a面成長工程で得られた第 $(k-1)$ 成長結晶を、前記第 $(k-1)$ a面成長工程の成長方向に対して約 60° 又は約 120° 異なる方向に成長方向を有し、かつ前記 $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_k がー

$15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ である前記第 k 成長面に沿って切断するとともに、前記第 $(k-1)$ 成長結晶の大部分を残存させ、前記第 k 成長面を露出させた前記第 $(k-1)$ 成長結晶を前記第 k 種結晶としてそのまま用いて、前記 $S i C$ 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 2 に記載の $S i C$ 単結晶の製造方法。

[請求項 8] $|\theta_{k-1}| = |\theta_k|$ ($2 \leq k \leq n$) である

請求項 2 に記載の $S i C$ 単結晶の製造方法。

[請求項 9] 前記第 1 a 面成長工程は、 $\{1-100\}$ 面又は $\{11-20\}$ 面からのオフセット角 θ_1 が $-15^\circ \leq \theta_1 \leq 15^\circ$ である第 1 成長面を持つ第 1 種結晶を用いて、前記 $S i C$ 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程であり、

前記第 k a 面成長工程 ($2 \leq k \leq n$) は、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程で得られた第 $(k-1)$ 成長結晶から、前記第 $(k-1)$ a 面成長工程の成長方向に対して約 90° 異なる方向に成長方向を有し、かつ前記 $\{11-20\}$ 面又は $\{1-100\}$ 面からのオフセット角 θ_k が $-15^\circ \leq \theta_k \leq 15^\circ$ である前記第 k 成長面を持つ前記第 k 種結晶を切り出し、切り出された前記第 k 種結晶を用いて前記 $S i C$ 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長又は $\{1-100\}$ 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の $S i C$ 単結晶の製造方法。

[請求項 10] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、 $\{1-100\}$ 面ファセットの最頂部が前記第 k 成長面の c 軸方向中心に対して $S i$ 面寄り側に来るように、前記 $S i C$ 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の $S i C$ 単結晶の製造方法。

[請求項 11] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、前記第 k 成長面の c 軸方向中心に対して $S i$ 面寄り側の温度が前記 c 軸方向中心より低くなる

ように、前記 SiC 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 10 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

[請求項 12] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、前記第 k 成長面の c 軸方向中心に対して Si 面寄り側の SiC ガス濃度が前記 c 軸方向中心より高くなるように、前記 SiC 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 10 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

[請求項 13] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) が、前記 SiC 単結晶を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である場合において、

前記第 k a 面成長工程は、 c 軸方向中心に対して Si 面寄り側の長さが C 面寄り側の長さより長い前記第 k 種結晶を用いて前記 SiC を $\{11-20\}$ 面成長させる工程である

請求項 10 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

[請求項 14] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、少なくとも 2 個の種結晶素片の Si 面が向かい合わせになるように前記種結晶素片を貼り合わせて前記第 k 種結晶とし、前記第 k 種結晶を用いて前記 SiC を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程である請求項 1 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

[請求項 15] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) が、前記 SiC 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長させる工程である場合において、

前記第 k a 面成長工程は、ファセット領域内の高低差が 1 mm 以下である領域の面積がファセット領域の総面積の 90% 以上となるように、前記 SiC 単結晶を $\{1-100\}$ 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の SiC 単結晶の製造方法。

[請求項 16] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、主種結晶にダミー種結晶を隣接させてこれを第 k 種結晶とし、前記第 k 種結晶を用いて前記 SiC を $\{1-100\}$ 面成長又は $\{11-20\}$ 面成長させる工程で

ある

請求項 1 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

[請求項17] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) が、前記 S i C 単結晶を {1 - 1 0 0} 面成長させる工程である場合において、

前記第 k a 面成長工程は、前記第 k 成長結晶の表面が {0 0 0 1} 面内方向に凸型となるように、すなわち、前記第 k 成長結晶の {0 0 0 1} 面内方向長さを L、前記第 k 成長結晶の表面の {0 0 0 1} 面内方向の曲率を r とするときに $r < L$ を満たすように、前記 S i C 単結晶を {1 - 1 0 0} 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

[請求項18] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、{1 - 1 0 0} 面ファセットの最頂部が前記第 k 成長面の c 面内方向中心に対して端部側に来るように、前記 S i C 単結晶を {1 - 1 0 0} 面成長させる工程である

請求項 1 7 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

[請求項19] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、窒素ガス分圧が 5 % 以下である雰囲気下において、前記 S i C を {1 - 1 0 0} 面成長又は {1 1 - 2 0} 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

[請求項20] 前記第 k a 面成長工程 ($1 \leq k \leq n$) は、{0 0 0 1} 面からのオフセット角が 85° 超 95° 未満の範囲にある前記第 k 成長面を持つ前記第 k 種結晶を用いて、前記第 k 成長面上に S i C 単結晶を a 面成長させる工程である

請求項 1 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

[請求項21] 以下の構成をさらに備えた請求項 1 に記載の S i C 単結晶の製造方法。

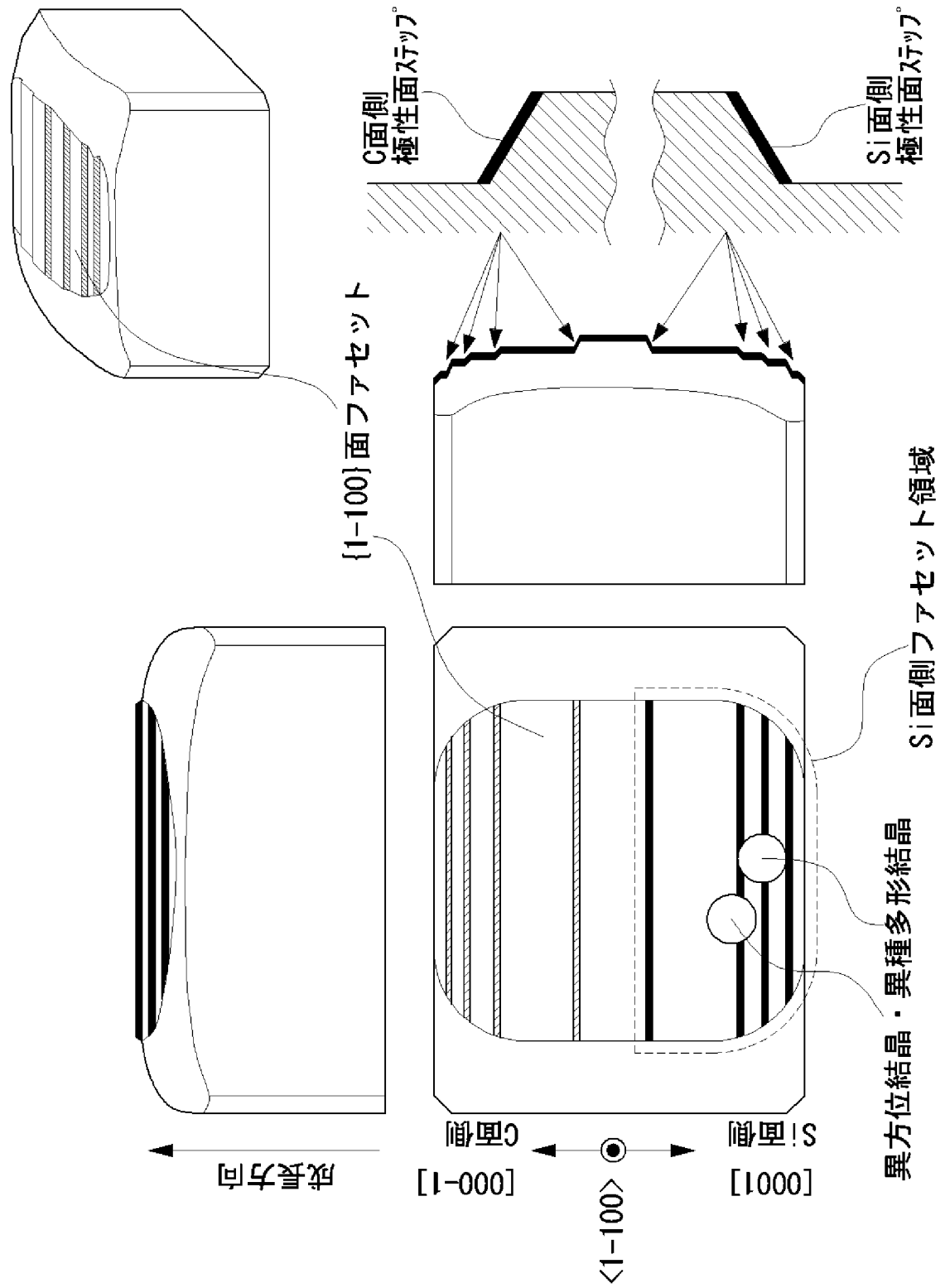
(e) 前記 S i C 単結晶の製造方法は、前記第 n 成長結晶から、{0 0 0 1} 面からのオフセット角の絶対値が 30° 以内である第 (n +

1) 成長面を持つ第 $(n+1)$ 種結晶を切り出し、前記第 $(n+1)$ 成長面上に前記 SiC 単結晶を c 面成長させる c 面成長工程を備えている。

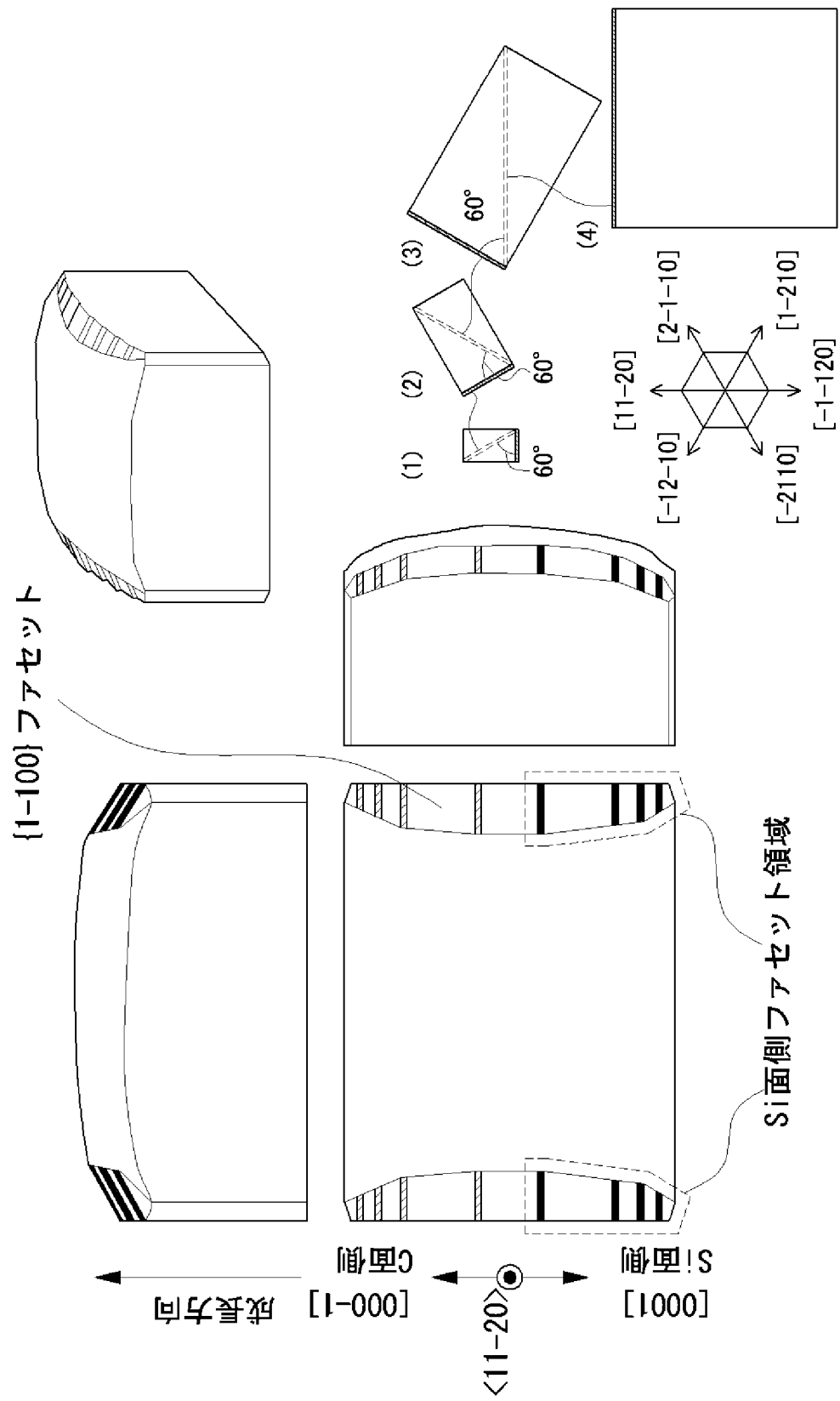
- [請求項22] 請求項1に記載の方法により得られ、
外周から20%の領域を除く領域内に異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まない SiC 単結晶。
- [請求項23] 前記外周から10%の領域を除く領域内において、前記異方位結晶塊又は異種多形結晶塊を含まない請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項24] $\{0001\}$ 面の口径が100mm以上である請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項25] $\{0001\}$ 面の口径が150mm以上である請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項26] $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積率が40%以下である請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項27] $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積率が20%以下である請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項28] Si 面側極性面ステップを含む $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積率が20%以下である請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項29] Si 面側極性面ステップを含む $\{1-100\}$ 面ファセット痕の体積率が10%以下である請求項22に記載の SiC 単結晶。
- [請求項30] 請求項22に記載の SiC 単結晶から切り出され、
最も広い面が $\{0001\}$ 面からのオフセット角の絶対値が 30° 以内である面からなる SiC ウェハ。
- [請求項31] 請求項30に記載の SiC ウェハを用いて c 面成長させることにより得られる SiC 単結晶。
- [請求項32] 請求項31に記載の SiC 単結晶から切り出される SiC ウェハ。
- [請求項33] 請求項22に記載の SiC 単結晶を用いて製造される半導体デバイス。

[請求項34] 前記半導体デバイスは、ダイオード、トランジスタ、又は、LED
である請求項33に記載の半導体デバイス。

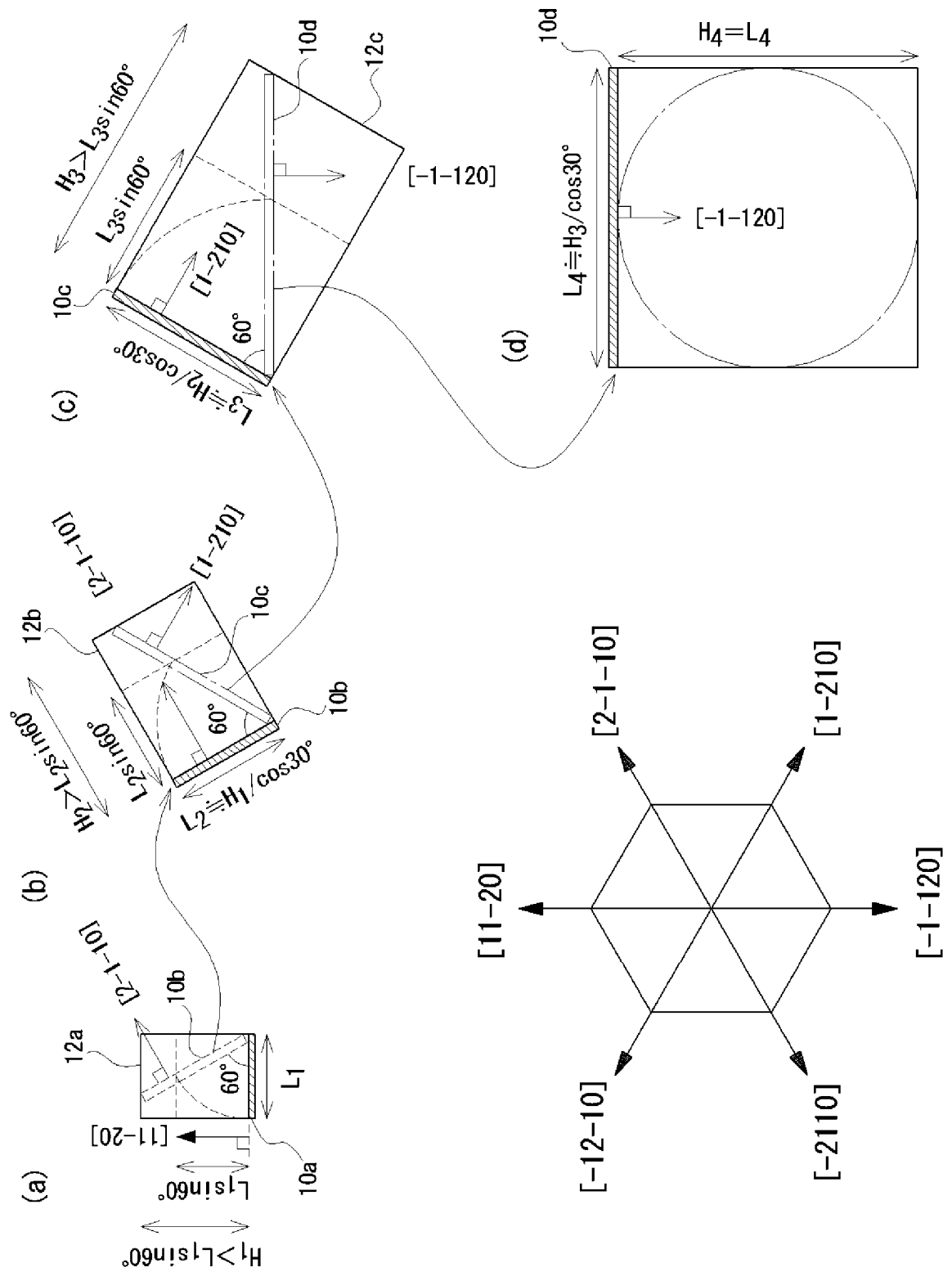
[図1]



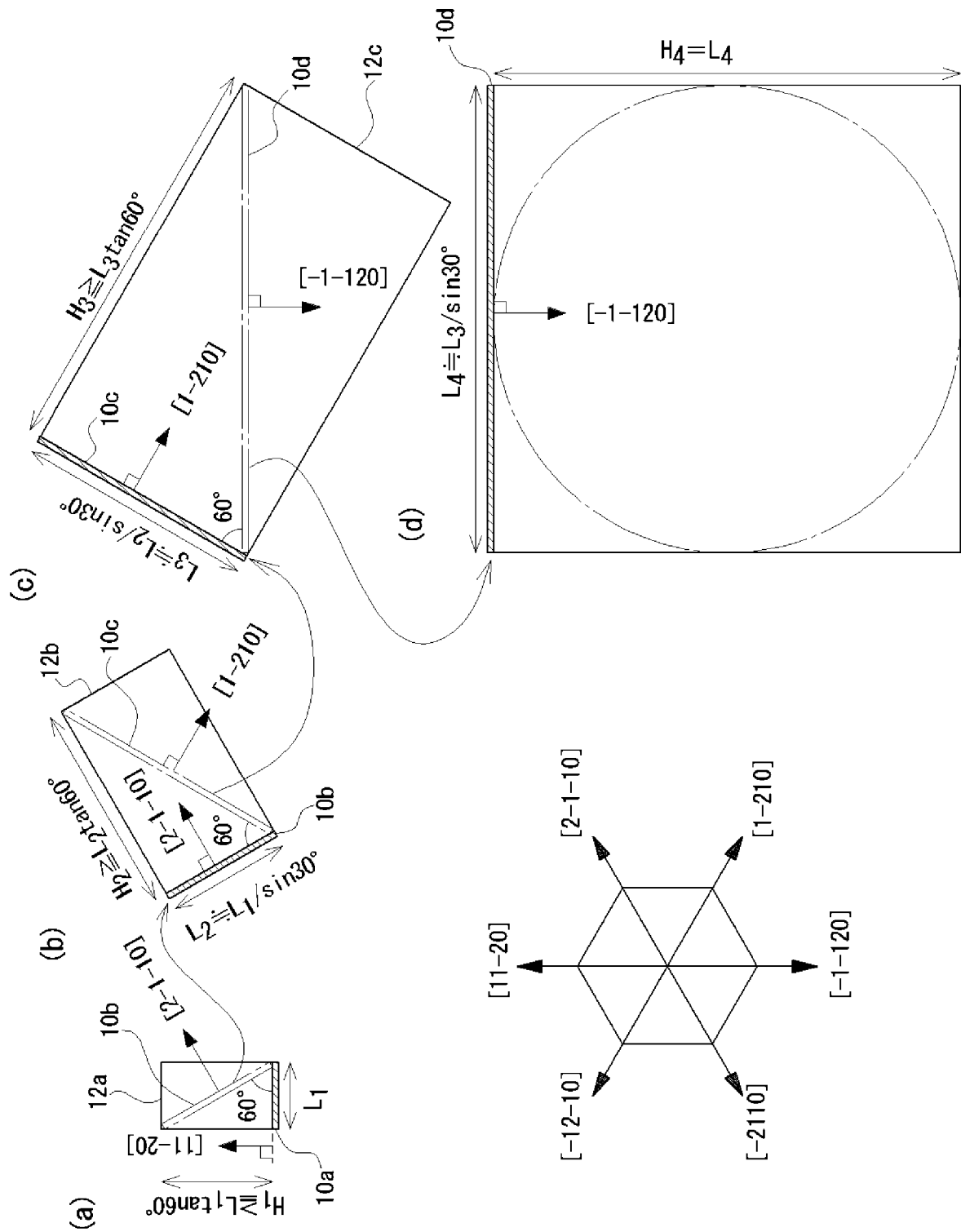
[図2]



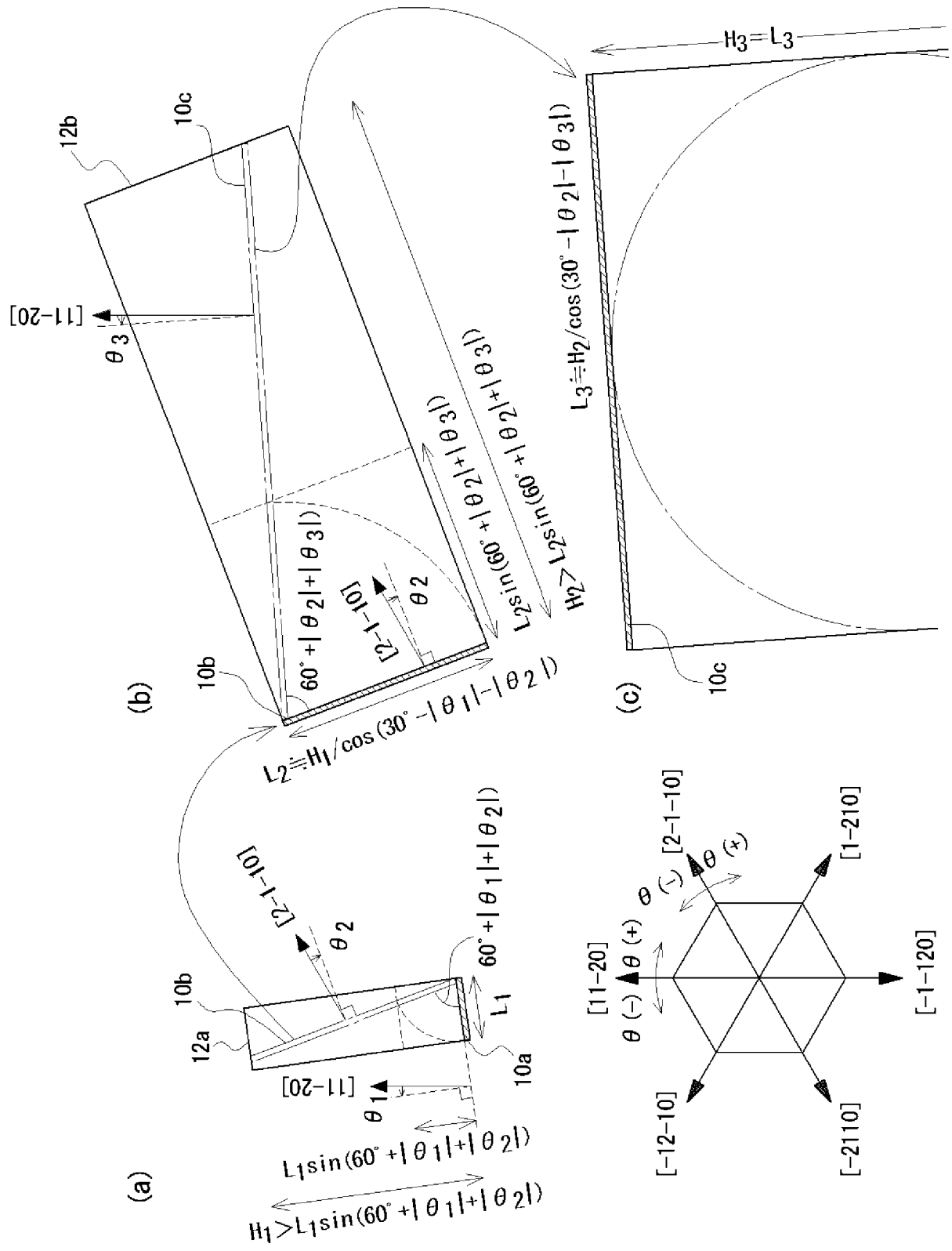
[図3]



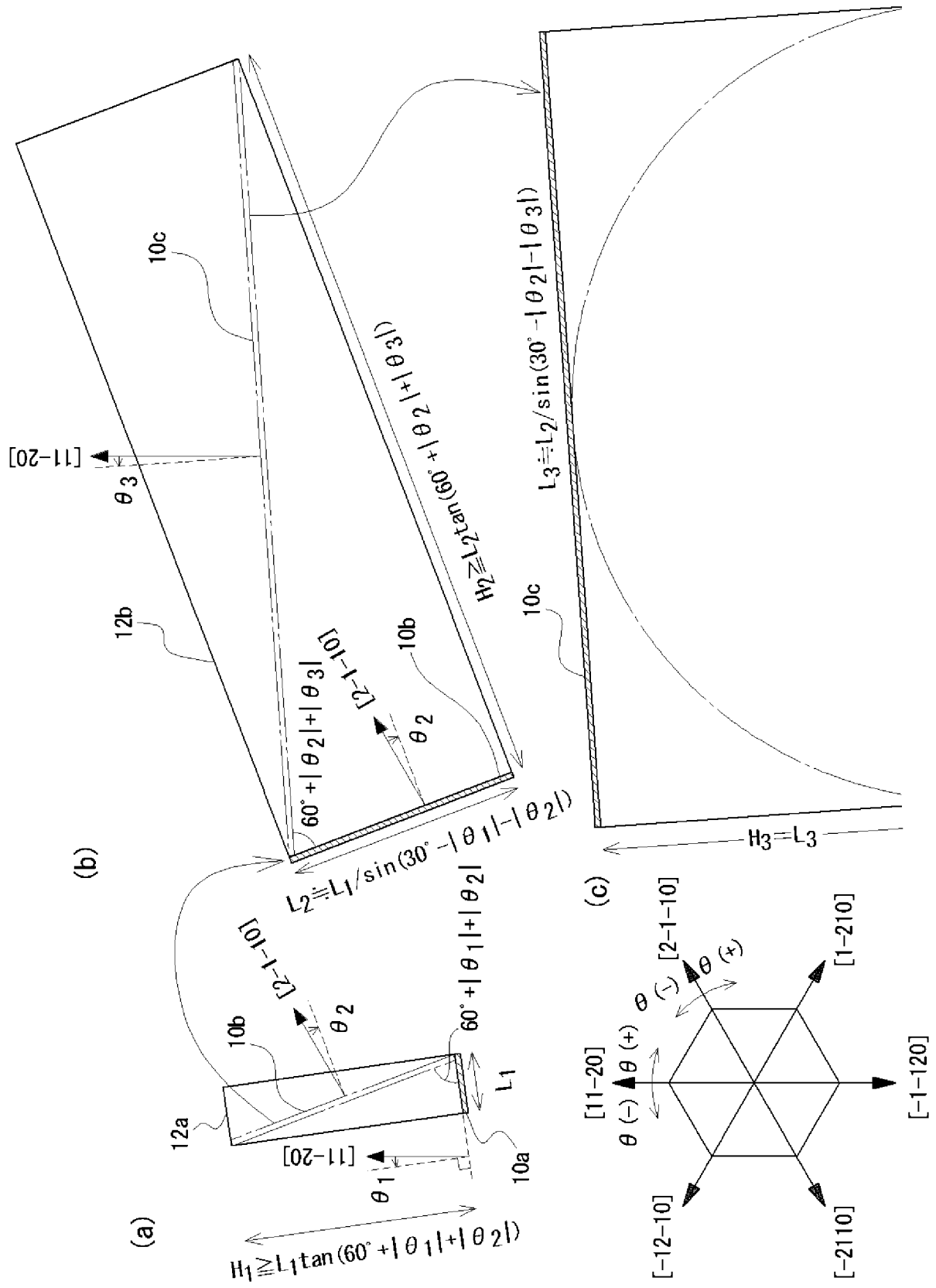
[図4]



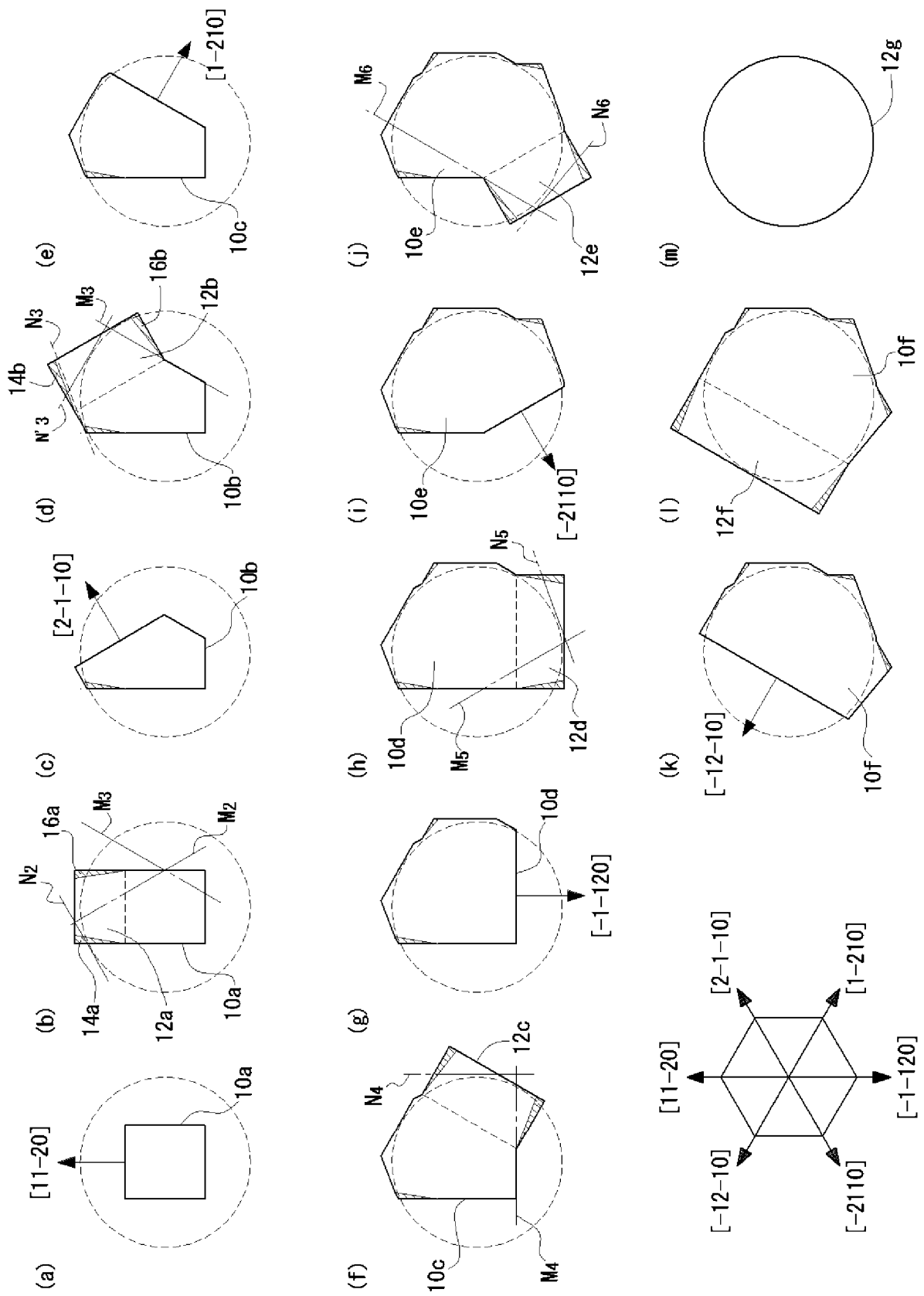
[図5]



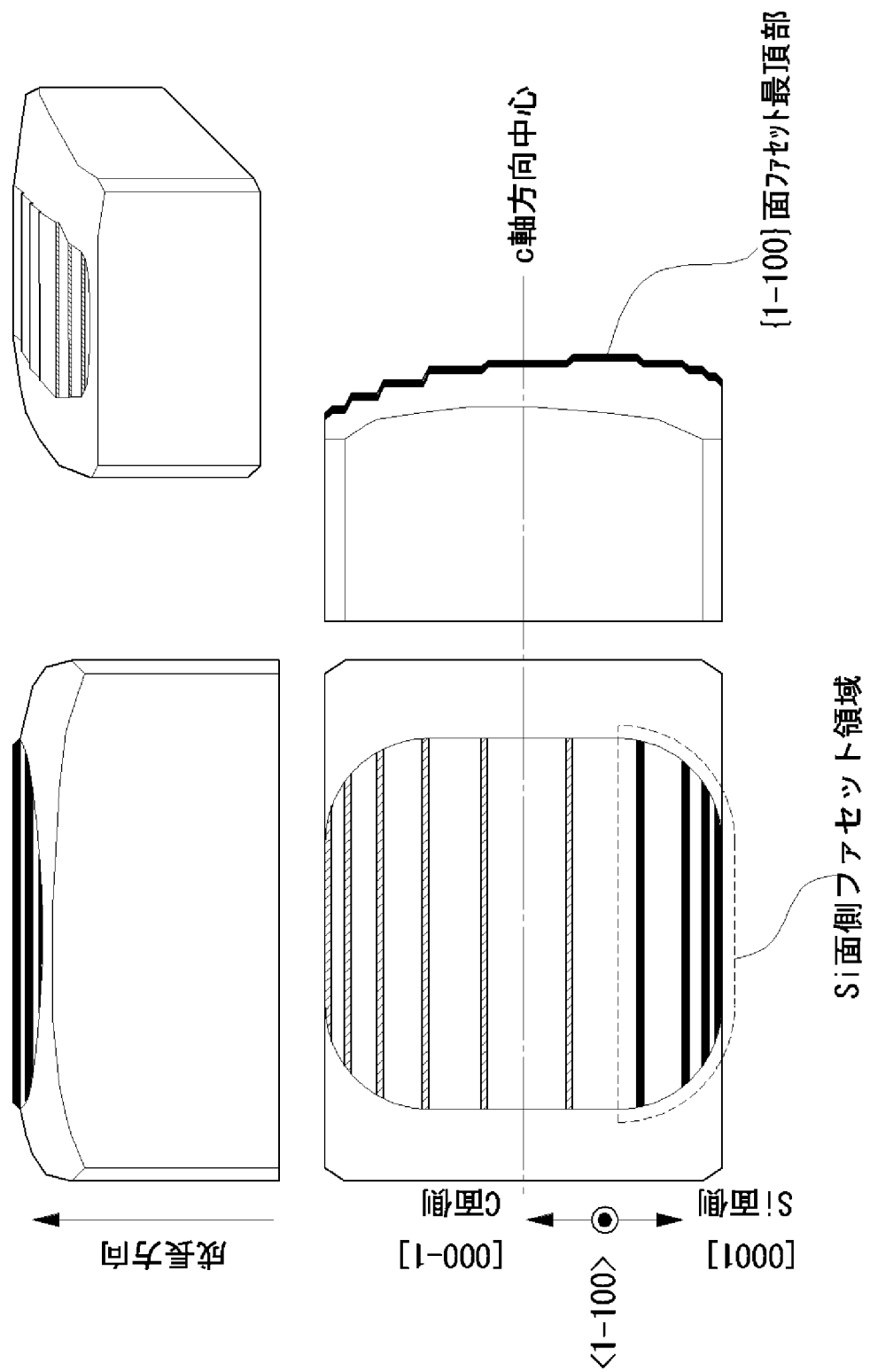
[図6]



[図7]

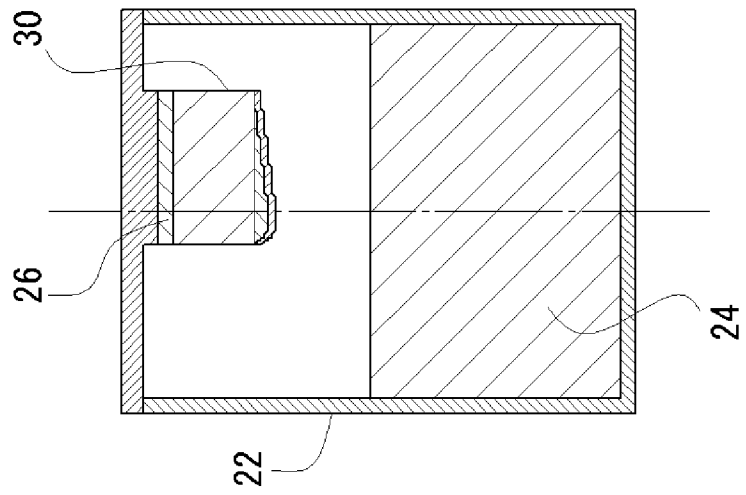


[図8]

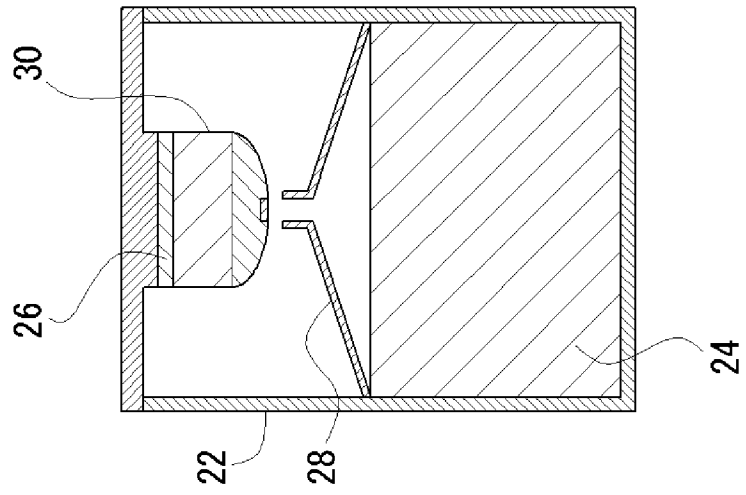


[図9]

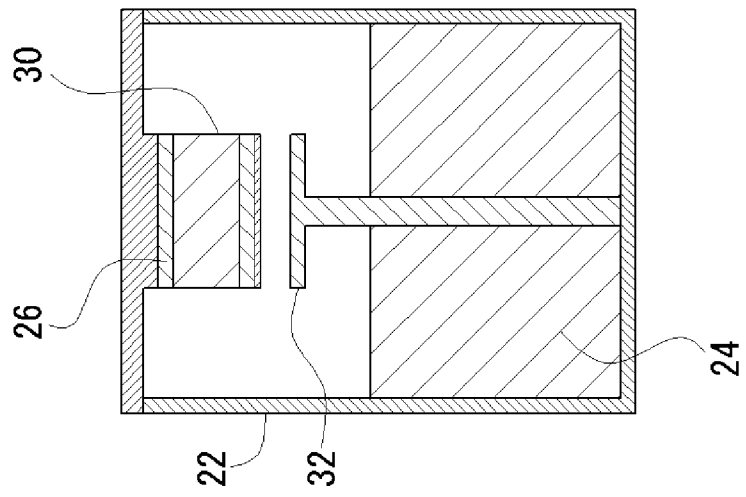
(a)



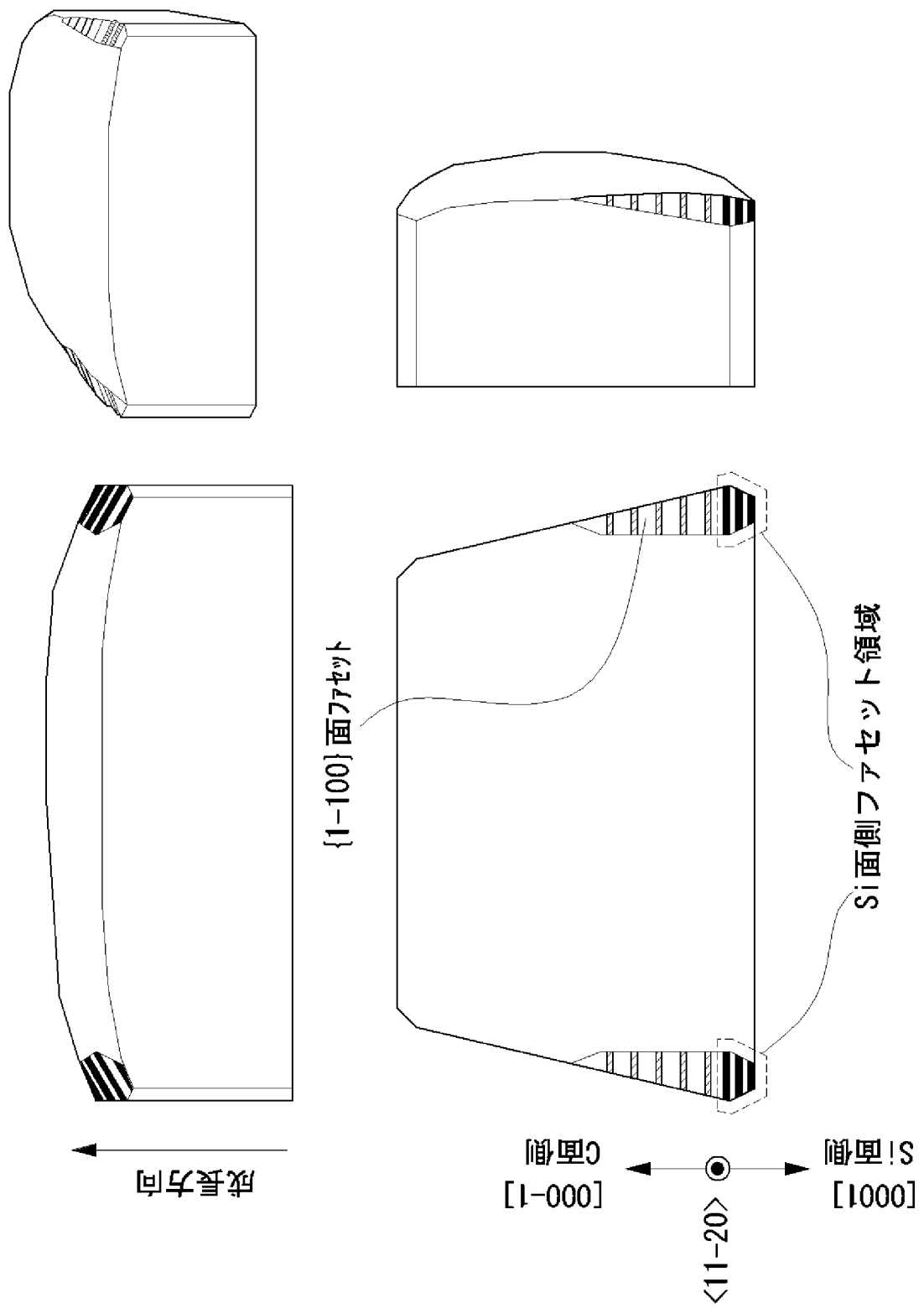
(b)



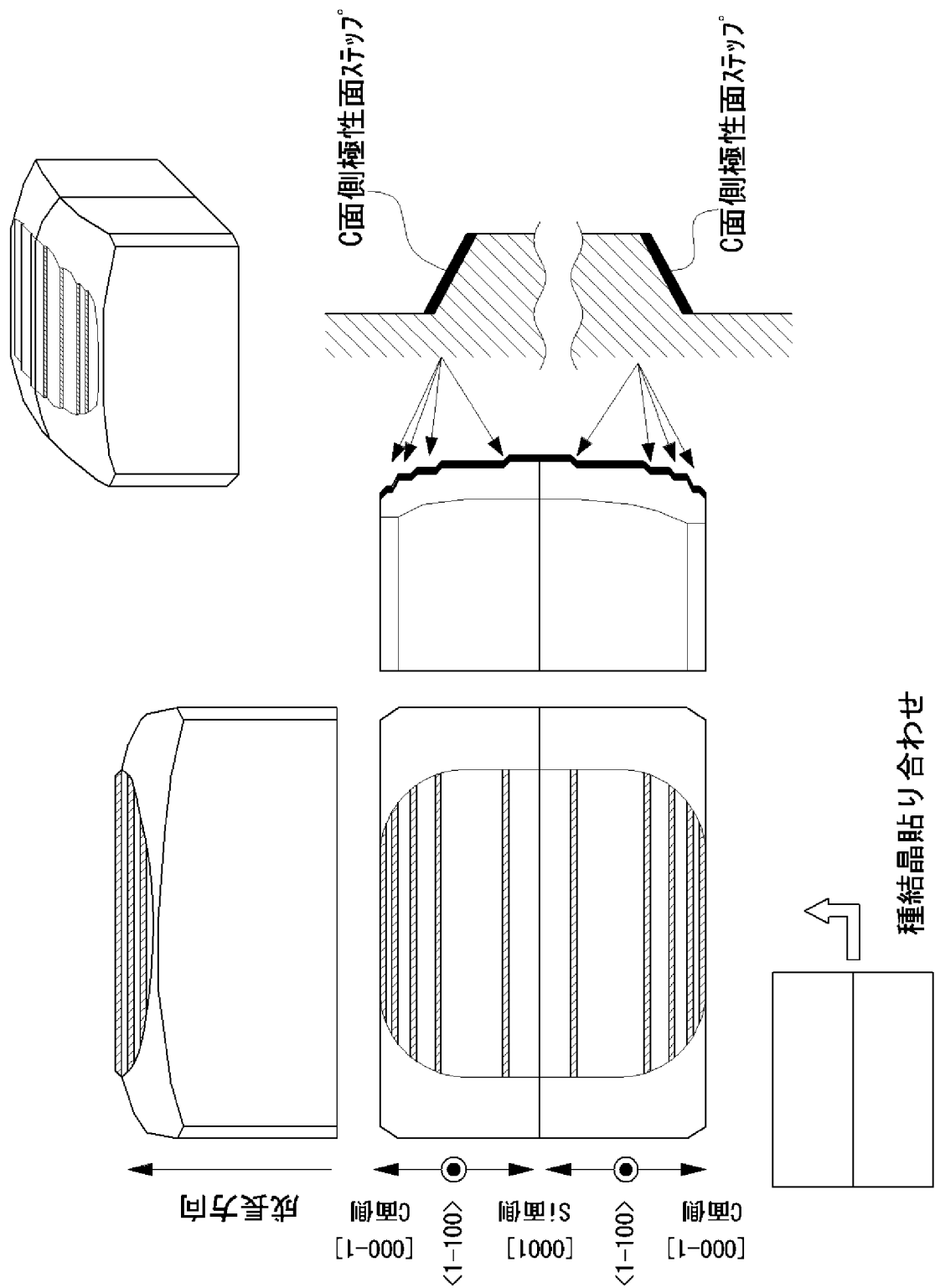
(c)



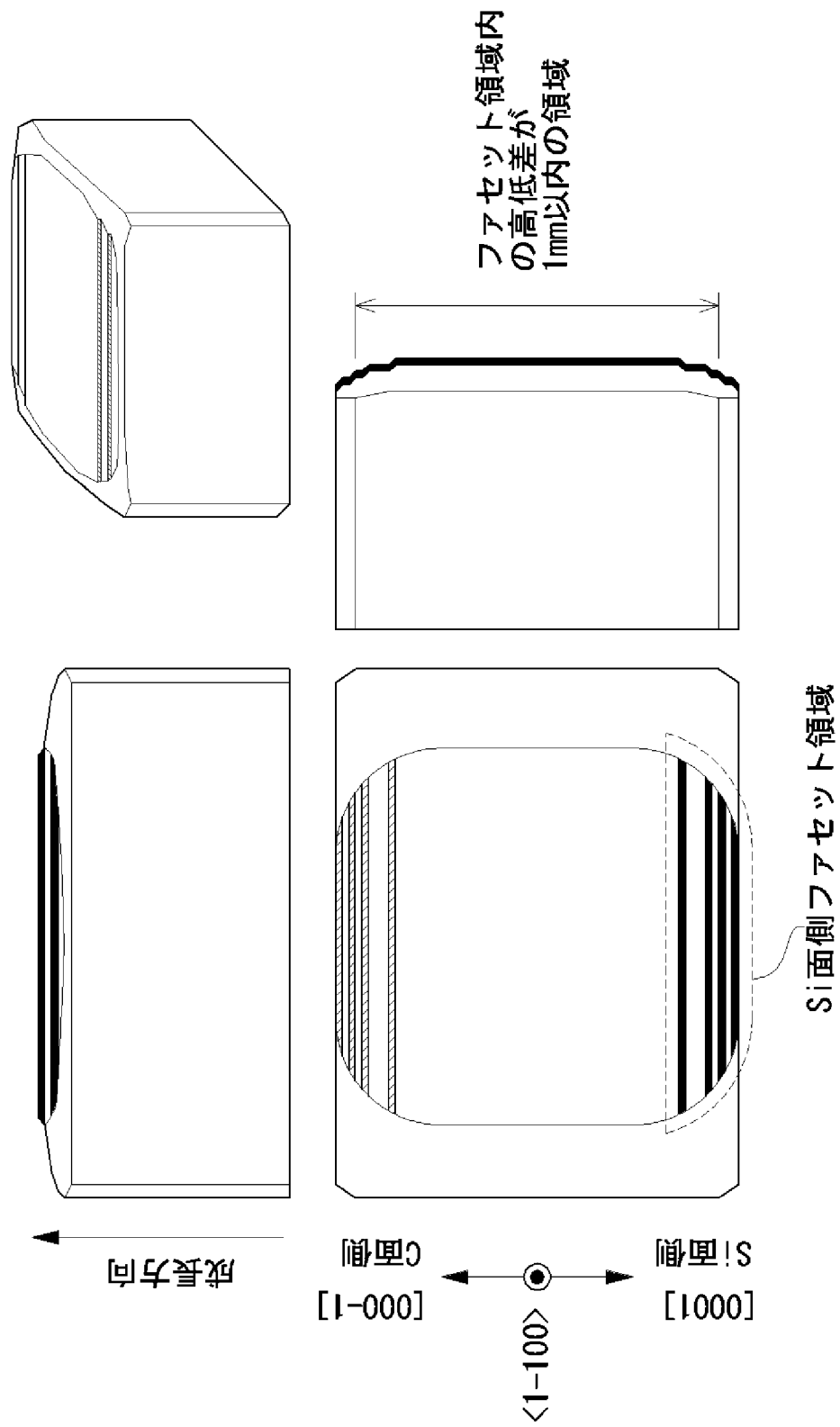
[図10]



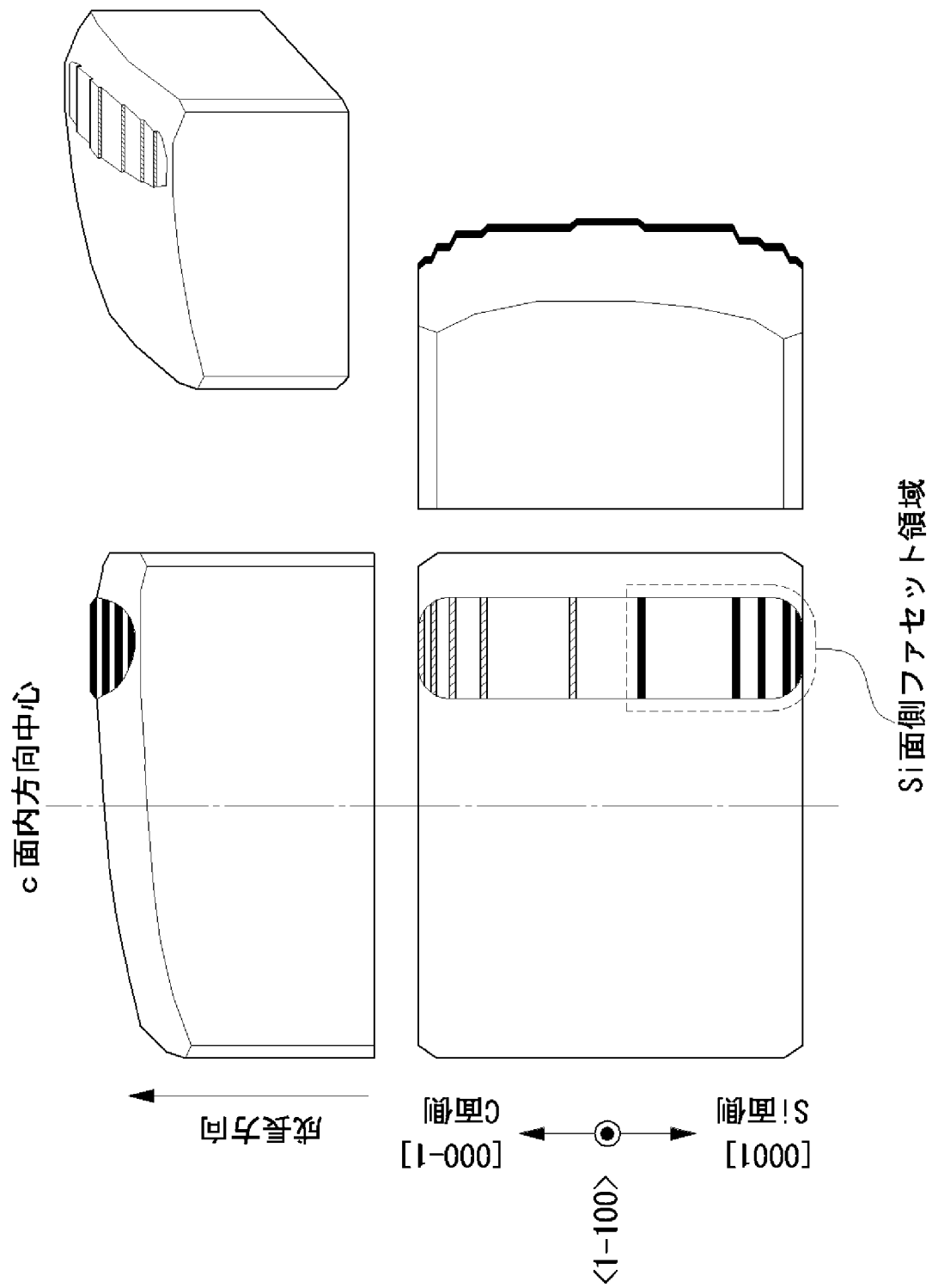
[図11]



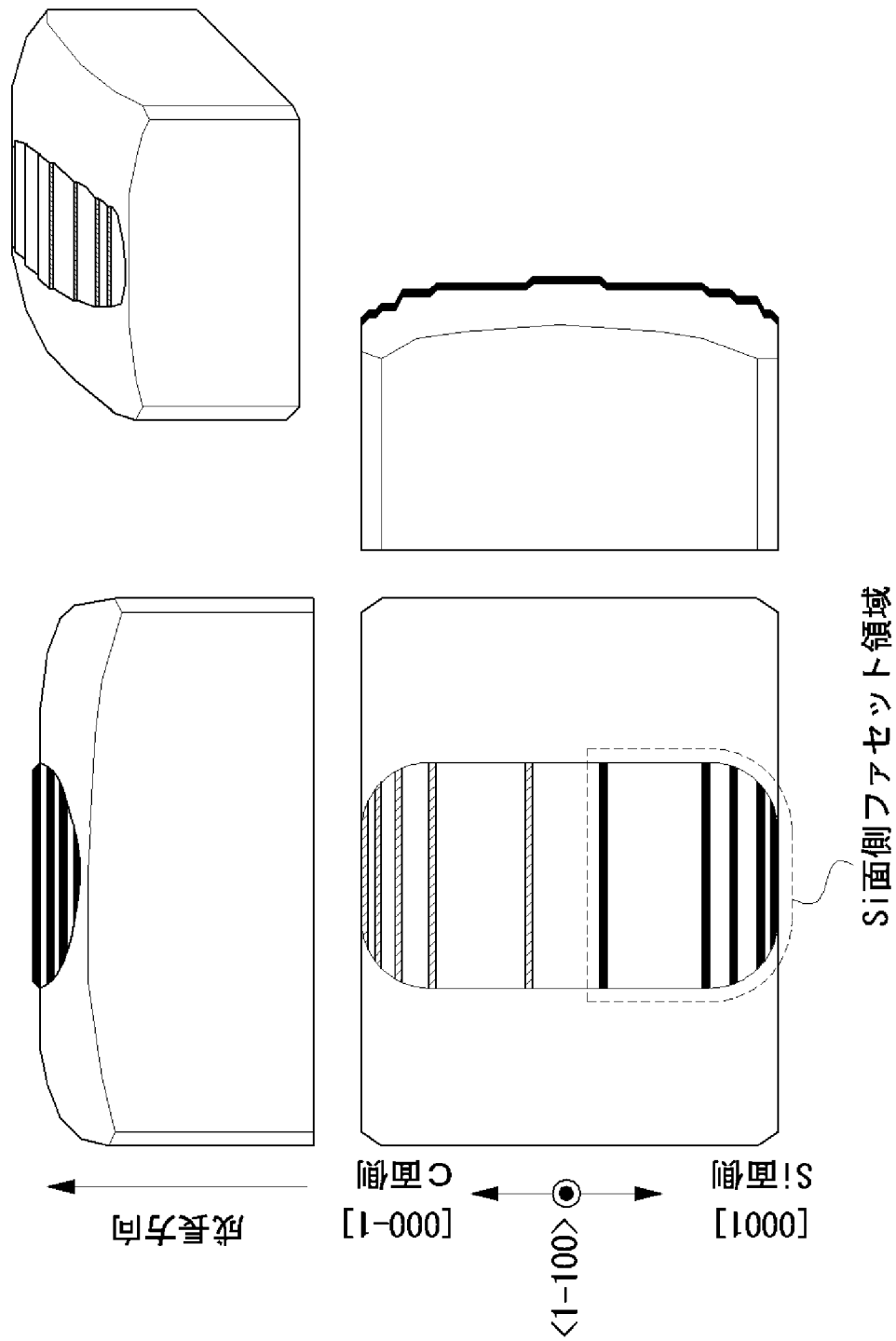
[図12]



[図14]



[図15]



[図16]

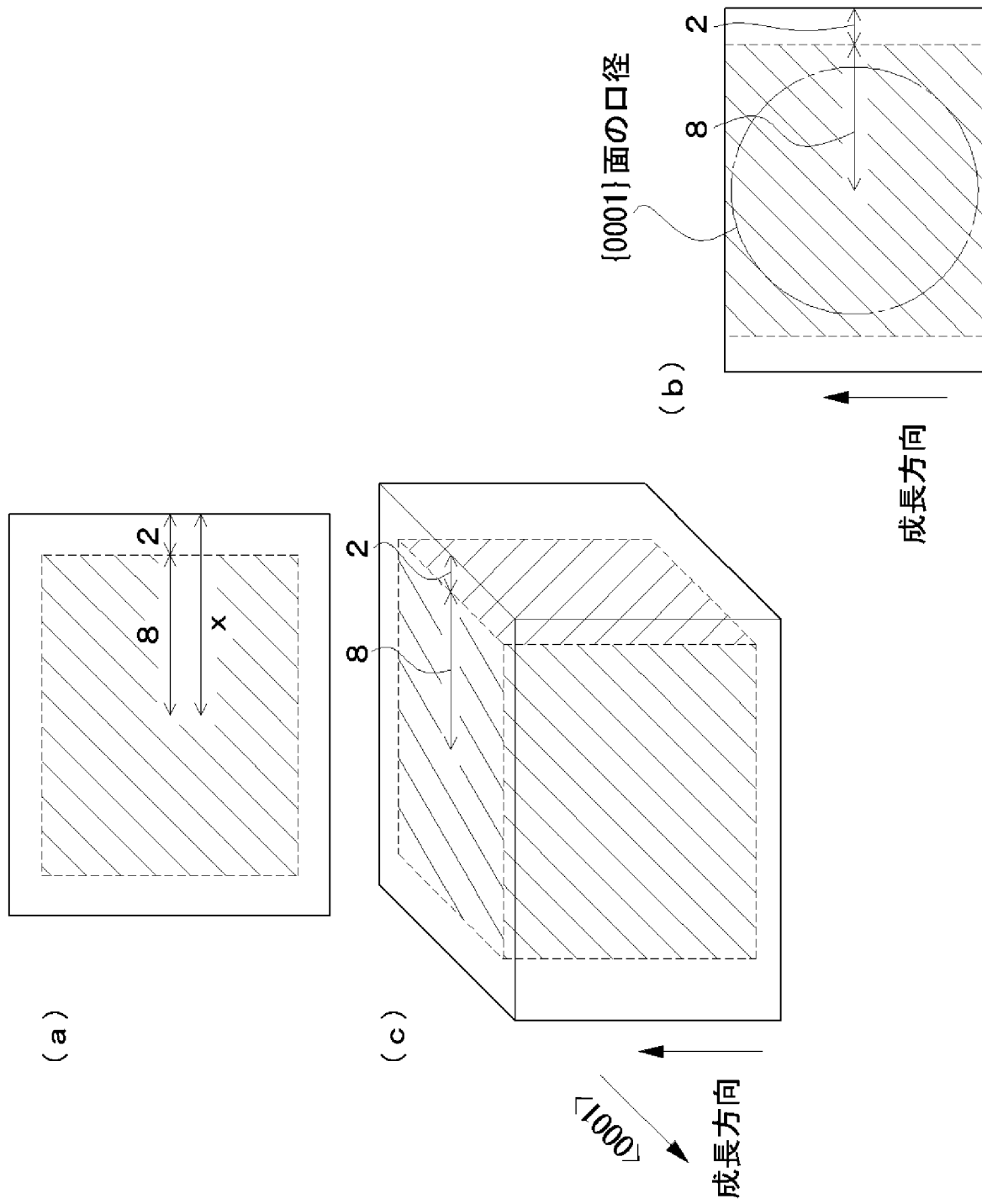
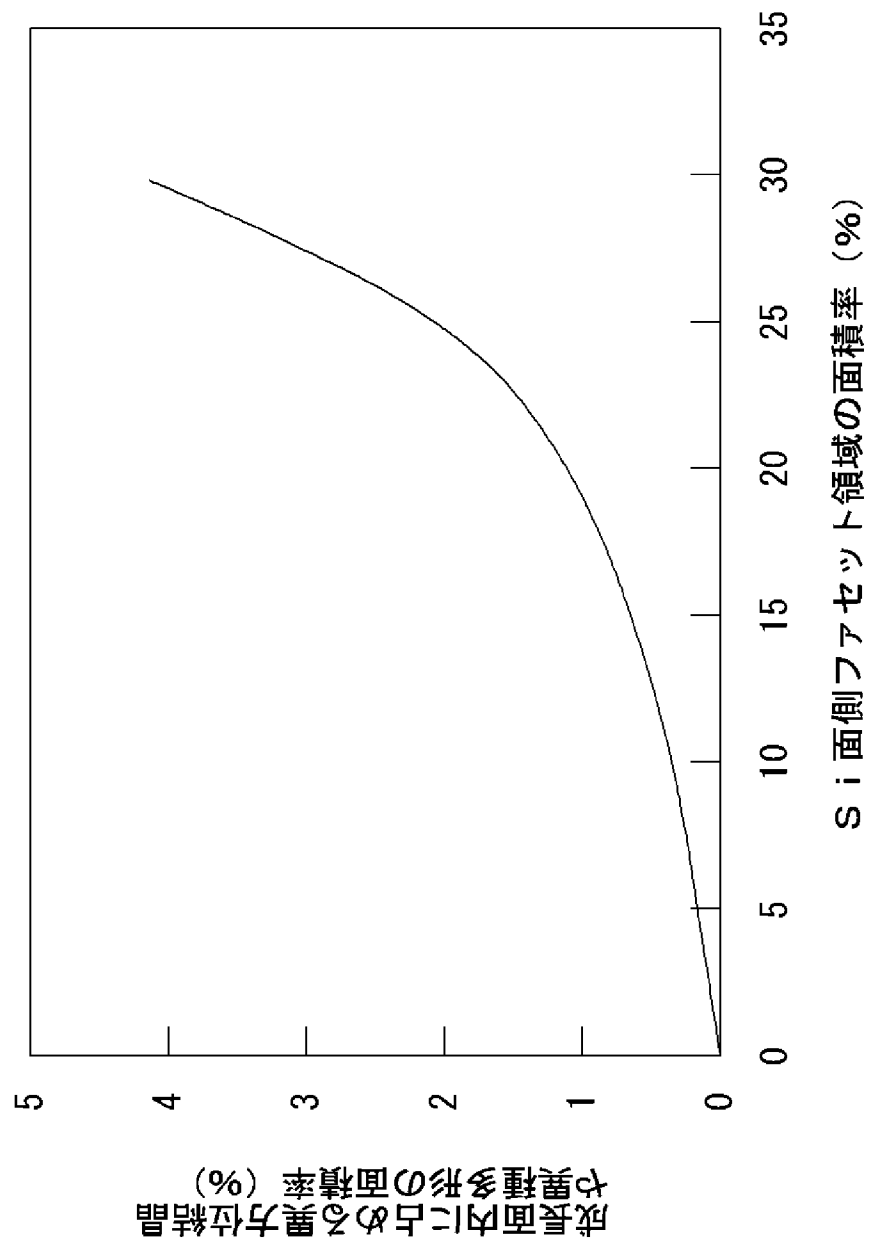


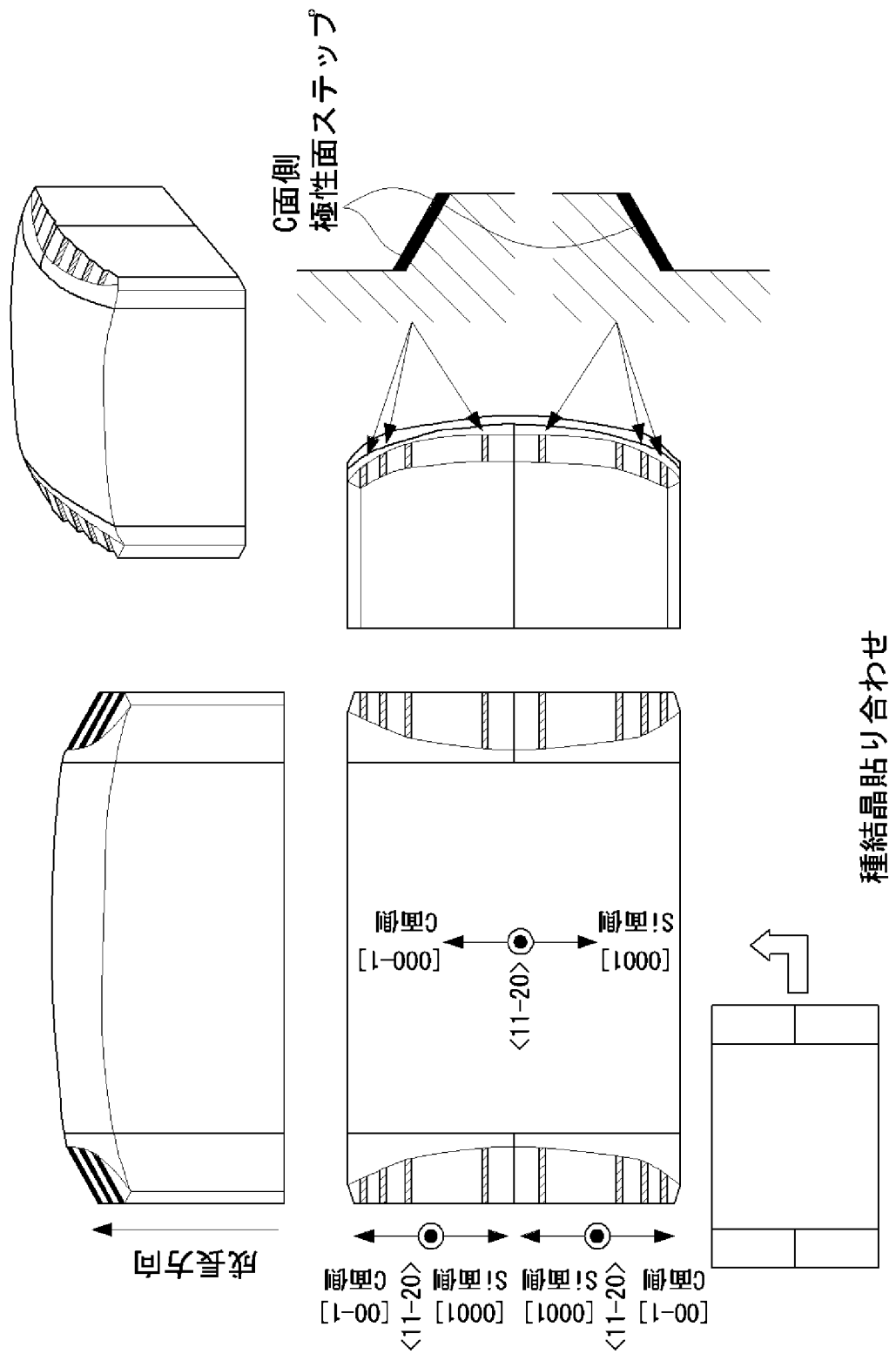
Figure 1 consists of four 3D schematic diagrams labeled (a) through (d), illustrating crystal growth and etching processes. Each diagram shows a rectangular prism with different faces highlighted by dashed lines and hatching patterns.

- (a)** Labeled with $\langle 11-20 \rangle$ 成長 (growth) and $[1001]$ (direction). It shows the growth of {11-20} planes, with facet traces (ファセット痕) indicated on the side faces.
- (b)** Labeled with $\langle 1-100 \rangle$ 成長 (growth). It shows the growth of {1-100} planes, with facet traces (ファセット痕) indicated on the side faces.
- (c)** Labeled with $\langle 11-20 \rangle$ 成長 (growth) and $[1001]$ (direction). It shows the etching of {11-20} planes, revealing {100} faces (Si面側極性面ステップを含むファセット痕) on the side faces.
- (d)** Labeled with $\langle 1-100 \rangle$ 成長 (growth). It shows the etching of {1-100} planes, revealing {100} faces (Si面側極性面ステップを含むファセット痕) on the side faces.

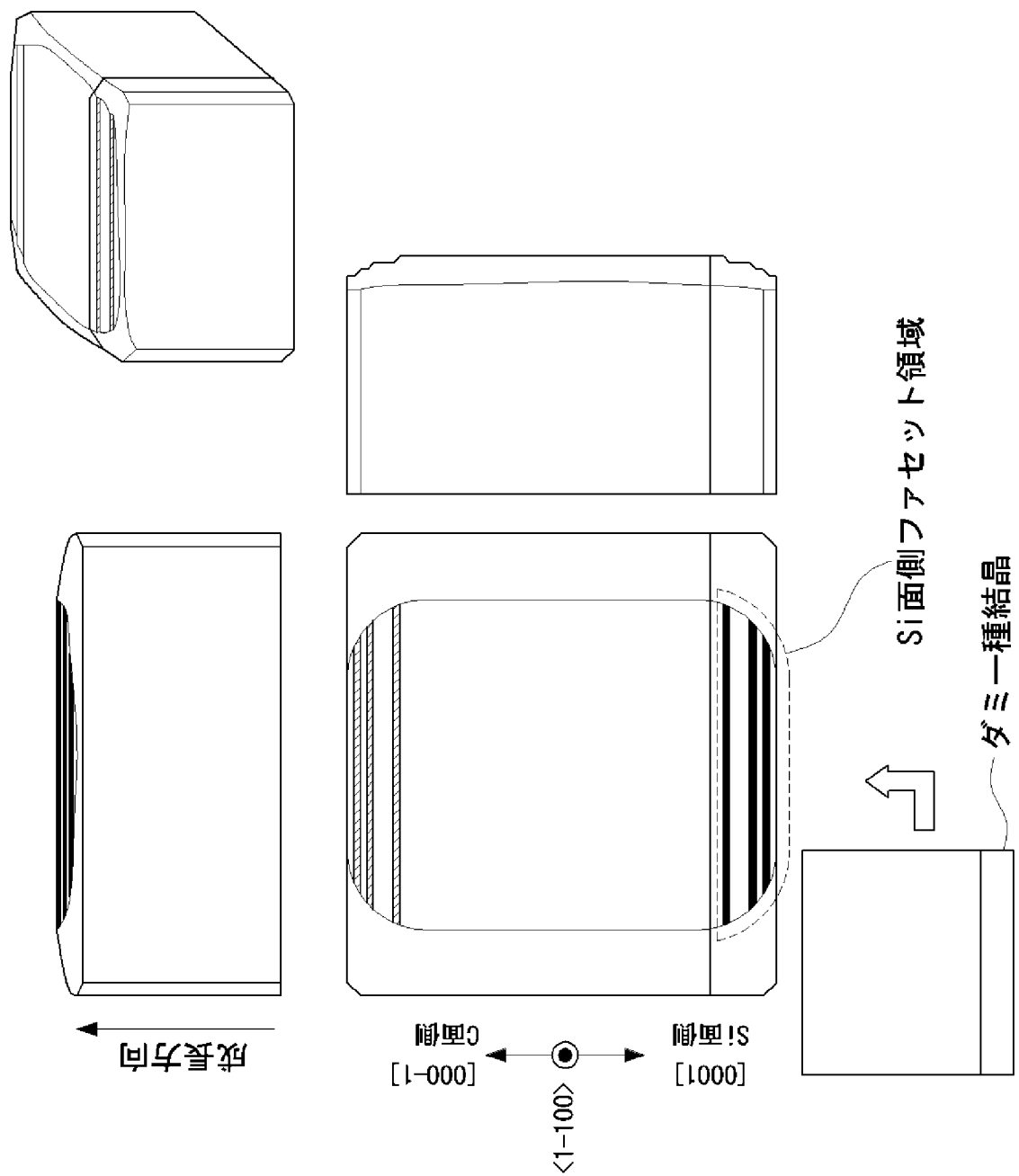
[図18]



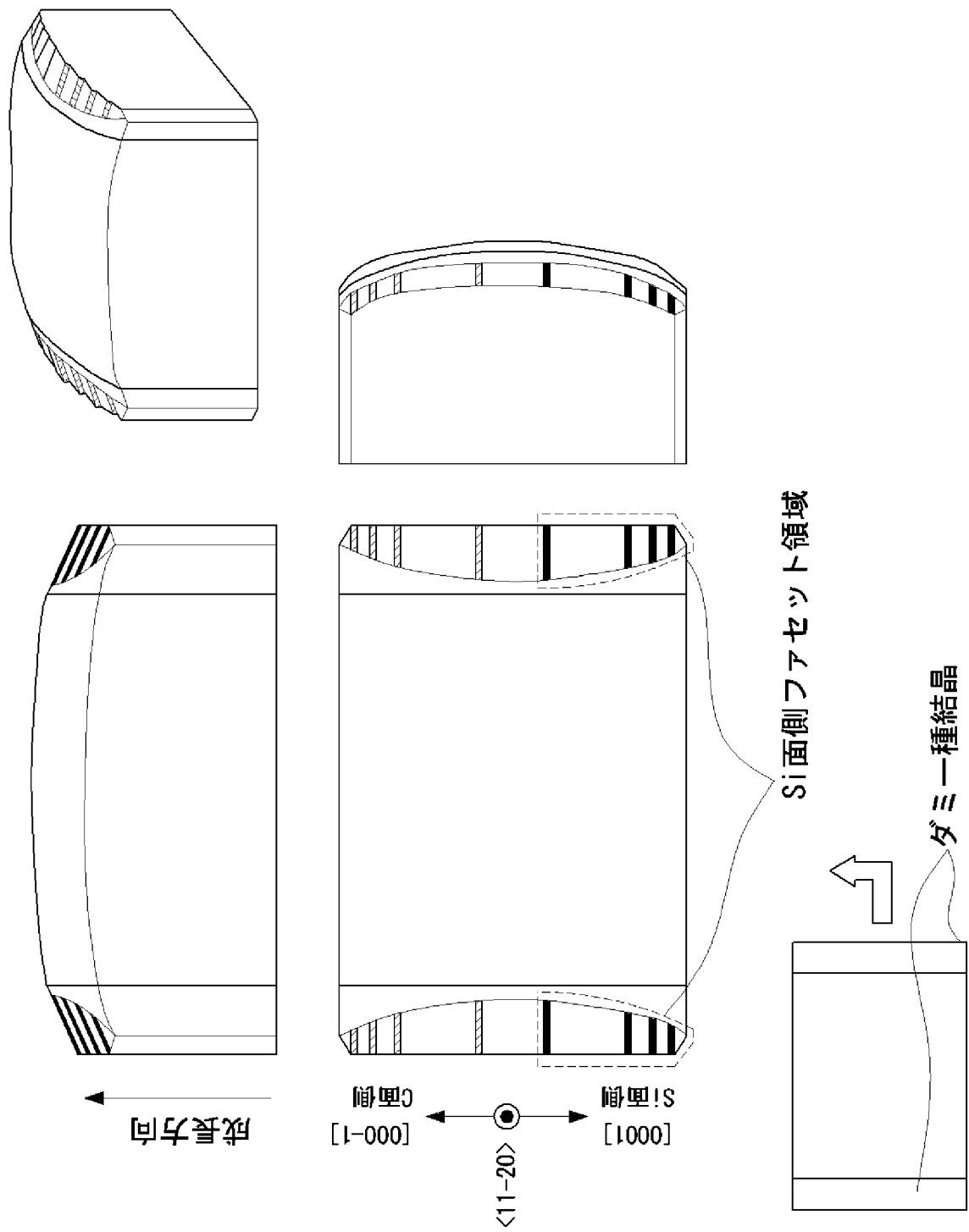
[図19]



[図20]



[図21]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/064398

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01) i, H01L21/203(2006.01) i

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)

C30B1/00-35/00, H01L21/203

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

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2012

Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2012 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2012

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

Science Direct, JSTPlus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	Daisuke NAKAMURA, et al., Ultrahigh-quality silicon carbide single crystals, Nature, 2004. 08.26, Volume 430, Pages 1009-1012	30-34 1-29
X A	JP 2003-119097 A (Toyota Central Research and Development Laboratories, Inc.), 23 April 2003 (23.04.2003), claims; examples & US 2003/0070611 A1 & DE 10247017 A & SE 202992 A	30-34 1-29
A	JP 2003-321298 A (Toyota Central Research and Development Laboratories, Inc.), 11 November 2003 (11.11.2003), claims & US 2003/0070611 A1 & DE 10247017 A & SE 202992 A	1-34

☒ 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

"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
22 August, 2012 (22.08.12)Date of mailing of the international search report
11 September, 2012 (11.09.12)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2012/064398

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2002-029897 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 29 January 2002 (29.01.2002), paragraphs [0005] to [0007], [0072] to [0077], [0092] to [0093] & US 2002/0028564 A1 & EP 1172464 A1 & TW 543207 B & KR 10-2002-0005974 A & CA 2352132 A1	1-34

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））
Int.Cl. C30B29/36(2006.01)i, H01L21/203(2006.01)i

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（I P C））

Int.Cl. C30B1/00-35/00, H01L21/203

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 2 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 2 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 2 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）

Science Direct, JSTPlus(JDreamII)

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
X A	Daisuke NAKAMURA, et al., Ultrahigh-quality silicon carbide single crystals, Nature, 2004.08.26, Volume 430, Pages 1009-1012	30-34 1-29
X A	JP 2003-119097 A（株式会社豊田中央研究所）2003.04.23, 特許請求の範囲, 実施例 & US 2003/0070611 A1 & DE 10247017 A & SE 202992 A	30-34 1-29

☒ 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

「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矛盾するものではなく、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

2 2 . 0 8 . 2 0 1 2

国際調査報告の発送日

1 1 . 0 9 . 2 0 1 2

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

吉田 直裕

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

4 G

3 0 2 8

C (続き) . 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	JP 2003-321298 A (株式会社豊田中央研究所) 2003. 11. 11, 特許請求の範囲 & US 2003/0070611 A1 & DE 10247017 A & SE 202992 A	1-34
A	JP 2002-029897 A (住友電気工業株式会社) 2002. 01. 29, [0005]-[0007], [0072]-[0077], [0092]-[0093] & US 2002/0028564 A1 & EP 1172464 A1 & TW 543207 B & KR 10-2002-0005974 A & CA 2352132 A1	1-34