

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7587688号
(P7587688)

(45)発行日 令和6年11月20日(2024.11.20)

(24)登録日 令和6年11月12日(2024.11.12)

(51)国際特許分類

F I

C 3 0 B 29/36 (2006.01)

C 3 0 B 29/36 A

C 3 0 B 1/02 (2006.01)

C 3 0 B 1/02

H 0 1 L 21/205 (2006.01)

H 0 1 L 21/205

請求項の数 6 (全19頁)

(21)出願番号	特願2023-514848(P2023-514848)	(73)特許権者	000004064
(86)(22)出願日	令和4年10月19日(2022.10.19)		日本碍子株式会社
(86)国際出願番号	PCT/JP2022/039004		愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(87)国際公開番号	WO2023/068309	(74)代理人	100113365
(87)国際公開日	令和5年4月27日(2023.4.27)		弁理士 高村 雅晴
審査請求日	令和5年3月2日(2023.3.2)	(74)代理人	100209336
(31)優先権主張番号	PCT/JP2021/039155		弁理士 長谷川 悠
(32)優先日	令和3年10月22日(2021.10.22)	(74)代理人	100218800
(33)優先権主張国・地域又は機関	日本国(JP)		弁理士 河内 亮
		(72)発明者	浦田 勇輝
			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
		(72)発明者	松島 潔
			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

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 S i C基板及びS i C複合基板

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

二軸配向S i C層を備えたS i C基板であって、前記二軸配向S i C層の表面をフォトルミネッセンス(PL)で解析して、[11-20]方向の距離(μm)を横軸とし、かつ、PL強度Iを縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、

(i) 前記グラフが極大点及び極小点を繰り返す形状を有し、ここで、極大点は、その左右における1番目に近い点、2番目に近い点及び3番目に近い点からなる合計6点のPL強度Iの各々よりも高いPL強度Iを与える点として定義され、かつ、極小点は、その左右における1番目に近い点、2番目に近い点及び3番目に近い点からなる合計6点のPL強度Iの各々よりも低いPL強度Iを与える点として定義され、

(i i) ある極大点P_MにおけるPL強度Iの極大値をMとし、該極大点P_Mよりも前記横軸方向の距離が長く、かつ、該極大点P_Mと最も近い位置にある極小点P_mにおけるPL強度Iの極小値をmとしたとき、M/mの比が1.05以上であり、

(i i i) 前記極大点P_Mと前記極小点P_mとの前記[11-20]方向の距離Lが15~150 μmであり、

前記二軸配向S i C層が、ホウ素を $1.0 \times 10^{16} \sim 1.0 \times 10^{17}$ atoms/cm³の濃度で含む、S i C基板。

【請求項2】

前記距離Lが50~150 μmである、請求項1に記載のS i C基板。

【請求項3】

二軸配向 SiC 層を備えた SiC 基板であって、前記二軸配向 SiC 層の表面をフォトルミネッセンス (PL) で解析して得られた画像において、前記画像の [11-20] 方向についてプレヴィットフィルタにより処理し、[11-20] 方向の距離 (μm) を横軸とし、かつ、PL 強度 I_F を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、

(i) 前記グラフが複数の極大点を繰り返す形状を有し、ここで、極大点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の PL 強度 I_F の各々よりも高い PL 強度 I_F を与える点として定義され、

(ii) ある極大点 P_{M1} と、該極大点 P_{M1} よりも前記横軸方向の距離が長く、かつ、該極大点 P_{M1} と最も近い位置にある極大点 P_{M2} との前記 [11-20] 方向の距離 L_F が $30 \sim 300 \mu\text{m}$ であり、

前記二軸配向 SiC 層が、ホウ素を $1.0 \times 10^{16} \sim 1.0 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ の濃度で含む、SiC 基板。

【請求項 4】

前記二軸配向 SiC 層が、c 軸方向及び a 軸方向に配向しており、前記二軸配向 SiC 層に対して、基板表面である (0001) 面から任意の (000-1) 面までの深さ (μm) を横軸とし、かつ、貫通らせん転位 (TSD) 密度 (cm^{-2}) を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、前記グラフが、前記深さが減少するにつれて一定の傾き a で前記 TSD 密度が減少し、かつ、前記傾き a の絶対値が $5.0 \text{ cm}^{-2}/\mu\text{m}$ 以上となる TSD 傾斜領域を含み、

基板表面である (0001) 面から任意の (000-1) 面までの深さとは、前記二軸配向 SiC 層表面の (0001) 面から前記二軸配向 SiC 層裏面方向への深さを意味する、請求項 1 又は 3 に記載の SiC 基板。

【請求項 5】

前記傾き a の絶対値が $5.0 \sim 25 \text{ cm}^{-2}/\mu\text{m}$ である、請求項 4 に記載の SiC 基板。

【請求項 6】

SiC 単結晶基板と、前記 SiC 単結晶基板上の請求項 1 又は 3 に記載の SiC 基板とを備えた、SiC 複合基板。

【発明の詳細な説明】

【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) が、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。

【0003】

SiC パワーデバイスを高耐圧用途で利用するには、大電流に対応するために SiC ウエハー内の欠陥を極限まで低減し、デバイス特性の低下を抑制する必要がある。この点、ウエハー内の欠陥、特に耐圧劣化の原因になるとされる貫通らせん転位 (TSD) を低減する方法として、溶液成長法が知られている。例えば、特許文献 1 (特開 2014-043369 号公報) には、SiC 種結晶の (0001) 面に、SiC 単結晶からなり高さ 70 nm を超えるマクロステップを形成し、第 2 の種結晶を得る工程と、Si 及び C を含む反応雰囲気下で第 2 の種結晶の (0001) 面に SiC 単結晶を結晶成長させ、第 2 の種結晶における貫通らせん転位上にマクロステップを進展させる工程とを備える SiC 単結晶の製造方法が開示されている。この製造方法によれば、貫通らせん転位の少ない SiC

10

20

30

40

50

単結晶が得られることが記載されている。しかしながら、溶液成長法により SiC 基板を作製した場合、表面荒れによる溶媒インクルージョンや異種多形等のマクロ欠陥が発生しやすい等の問題がある。

【0004】

一方、溶液成長法以外の方法として、化学気相成長法により SiC エピタキシャル層を形成する手法が知られている。例えば、非特許文献 1 (Lixia Zhao et al. "Surface defects in 4H-SiC homoepitaxial layers" Nanotechnology and Precision Engineering 3 (2020) 229-234) には、化学気相成長法により SiC エピタキシャル層を得て、この表面欠陥の形態や構造を調査したことが開示されており、一般的には SiC 基板の TSD 密度が $300 \sim 500 \text{ cm}^{-2}$ となることが記載されている。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【文献】特開 2014-043369 号公報

【非特許文献】

【0006】

【文献】Lixia Zhao et al. "Surface defects in 4H-SiC homoepitaxial layers" Nanotechnology and Precision Engineering 3 (2020) 229-234

【文献】Toru Ujihara et al. "Conversion Mechanism of Threading Screw Dislocation during SiC Solution Growth" Materials Science Forum Vols. 717-720, pp. 351-354 (2012)

20

【発明の概要】

【0007】

しかしながら、非特許文献 1 の開示によれば、基板上の大部分の TSD がエピタキシャル層に伝播されるため、基板表面の TSD 密度を 300 cm^{-2} を大きく下回らせるのは難しい。したがって、SiC 基板表面における TSD 密度の更なる低減が望まれる。

【0008】

本発明者らは、今般、フォトルミネッセンス (PL) により解析した場合に所定の条件を満たす二軸配向 SiC 層が、表面の TSD 密度が非常に小さい SiC 基板をもたらしとの知見を得た。

30

【0009】

したがって、本発明の目的は、表面の TSD 密度が非常に小さい SiC 基板を提供することにある。

【0010】

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 層の表面をフォトルミネッセンス (PL) で解析して、 $[11-20]$ 方向の距離 (μm) を横軸とし、かつ、PL 強度 I を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、

(i) 前記グラフが極大点及び極小点を繰り返す形状を有し、ここで、極大点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の PL 強度 I の各々よりも高い PL 強度 I を与える点として定義され、かつ、極小点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の PL 強度 I の各々よりも低い PL 強度 I を与える点として定義され、

40

(ii) ある極大点 P_M における PL 強度 I の極大値を M とし、該極大点 P_M よりも前記横軸方向の距離が長く、かつ、該極大点 P_M と最も近い位置にある極小点 P_m における PL 強度 I の極小値を m としたとき、 M/m の比が 1.05 以上であり、

(iii) 前記極大点 P_M と前記極小点 P_m との前記 $[11-20]$ 方向の距離 L が $15 \sim 150 \mu\text{m}$ である、SiC 基板。

〔態様 2〕

50

前記距離 L が $50 \sim 150 \mu\text{m}$ である、態様 1 に記載の SiC 基板。

〔態様 3〕

二軸配向 SiC 層を備えた SiC 基板であって、前記二軸配向 SiC 層の表面をフォトルミネッセンス (PL) で解析して得られた画像において、前記画像の $[11-20]$ 方向についてプレヴィットフィルタにより処理し、 $[11-20]$ 方向の距離 (μm) を横軸とし、かつ、PL 強度 I_F を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、

(i) 前記グラフが複数の極大点を繰り返す形状を有し、ここで、極大点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の PL 強度 I_F の各々よりも高い PL 強度 I_F を与える点として定義され、

(ii) ある極大点 P_{M1} と、該極大点 P_{M1} よりも前記横軸方向の距離が長く、かつ、該極大点 P_{M1} と最も近い位置にある極大点 P_{M2} との前記 $[11-20]$ 方向の距離 L_F が $30 \sim 300 \mu\text{m}$ である、 SiC 基板。

10

〔態様 4〕

前記二軸配向 SiC 層が、 c 軸方向及び a 軸方向に配向しており、前記二軸配向 SiC 層に対して、基板表面である (0001) 面から任意の $(000-1)$ 面までの深さ (μm) を横軸とし、かつ、貫通らせん転位 (TSD) 密度 (cm^{-2}) を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、前記グラフが、前記深さが減少するにつれて一定の傾き a で前記 TSD 密度が減少し、かつ、前記傾き a の絶対値が $5.0 \text{ cm}^{-2} / \mu\text{m}$ 以上となる TSD 傾斜領域を含む、態様 1 ～ 3 のいずれか一つに記載の SiC 基板。

20

〔態様 5〕

前記二軸配向 SiC 層が、ホウ素を $1.0 \times 10^{16} \sim 1.0 \times 10^{17} \text{ atoms} / \text{cm}^3$ の濃度で含む、態様 1 ～ 4 のいずれか一つに記載の SiC 基板。

〔態様 6〕

前記傾き a の絶対値が $5.0 \sim 25 \text{ cm}^{-2} / \mu\text{m}$ である、態様 4 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】

〔0011〕

【図 1】 SiC 複合基板 10 の縦断面図である。

30

【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) 装置の構成を示す模式断面図である。

【図 4】 例 1 において得られた、二軸配向 SiC 層の (0001) 面におけるフォトルミネッセンス (PL) イメージング像である。

【図 5】 例 1 において得られた、二軸配向 SiC 層の (0001) 面における PL イメージング像をもとに作成した、 $[11-20]$ 方向の距離 (μm) を横軸、及び PL 強度 I を縦軸にプロットしたグラフである。

【図 6】 例 1 において得られた、二軸配向 SiC 層の (0001) 面における PL イメージング像を、プレヴィットフィルタにより処理して得られた画像である。

【図 7】 例 1 において得られた、二軸配向 SiC 層の (0001) 面における PL イメージング像を、プレヴィットフィルタにより処理して得られた画像をもとに作成した、 $[11-20]$ 方向の距離 (μm) を横軸、及び PL 強度 I_F を縦軸にプロットしたグラフである。

40

【図 8】 例 1 において得られた、二軸配向 SiC 層の (0001) 面から任意の $(000-1)$ 面までの深さ (μm) を横軸、及び貫通らせん転位 (TSD) 密度 (cm^{-2}) を縦軸にプロットしたグラフである。

【図 9】 非特許文献 2 に掲載される、溶液成長法で得られた SiC 基板の基板表面のステップ・テラス構造を表す光学顕微鏡像である。

【発明を実施するための形態】

〔0012〕

50

S i C 基板

本発明による S i C 基板は、二軸配向 S i C 層を備えた S i C 基板である。この二軸配向 S i C 層は、その表面をフォトルミネッセンス (P L) で解析して、[1 1 - 2 0] 方向の距離 (μm) を横軸とし、かつ、P L 強度 I を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、例えば後述する図 5 に示されるように、(i) 極大点及び極小点を繰り返す特有の形状を有するものである。ここで、極大点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の P L 強度 I の各々よりも高い P L 強度 I を与える点として定義され、かつ、極小点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の P L 強度 I の各々よりも低い P L 強度 I を与える点として定義される。そして、このグラフは、以下の条件：

(i i) ある極大点 P_M における P L 強度 I の極大値を M とし、その極大点 P_M よりも横軸方向の距離が長く、かつ、その極大点 P_M と最も近い位置にある極小点 P_m における P L 強度 I の極小値を m としたとき、 M/m の比が 1.05 以上であること、及び

(i i i) 上記極大点 P_M と上記極小点 P_m との [1 1 - 2 0] 方向の距離 L が 15 ~ 150 μm であること

を満たすものである。あるいは、二軸配向 S i C 層は、その表面を P L で解析して得られた画像において、その画像の [1 1 - 2 0] 方向についてプレヴィット (Prewitt) フィルタにより処理し、[1 1 - 2 0] 方向の距離 (μm) を横軸とし、かつ、P L 強度 I_F を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、例えば後述する図 7 に示されるように、(i v) 複数の極大点を繰り返す形状を有するものである。ここで、極大点は、その左右における 1 番目に近い点、2 番目に近い点及び 3 番目に近い点からなる合計 6 点の P L 強度 I_F の各々よりも高い P L 強度 I_F を与える点として定義される。そして、このグラフは、以下の条件：

(v) ある極大点 P_{M1} と、その極大点 P_{M1} よりも横軸方向の距離が長く、かつ、その極大点 P_{M1} と最も近い位置にある極大点 P_{M2} との [1 1 - 2 0] 方向の距離 L_F が 30 ~ 300 μm であること
を満たすものである。

【0013】

このように、二軸配向 S i C 層を備えた S i C 基板を P L により解析した場合に所定の条件を満たす二軸配向 S i C 層が、表面の T S D 密度が非常に小さい S i C 基板をもたらすことができる。また、そのような S i C 基板は、溶液成長法を経ずに作製できるため、基板表面のマクロ欠陥も発生しにくい。

【0014】

前述したように、従来の S i C 基板は、例えば溶液成長法により S i C 基板を作製した場合、表面荒れによる溶媒インクルージョンや異種多形等のマクロ欠陥が発生しやすい等の問題がある。また、化学気相成長法により S i C エピタキシャル層を形成する場合であっても、基板上の大部分の T S D がエピタキシャル層に伝播されるため、基板表面の T S D 密度を 300 cm^{-2} を大きく下回らせるのは難しいと考えられていた。この点、本発明の S i C 基板によれば、上記問題を好都合に解消できる。

【0015】

本発明の S i C 基板を構成する二軸配向 S i C 層は、その二軸配向 S i C 層の表面を P L で解析して、[1 1 - 2 0] 方向の距離 (μm) を横軸とし、かつ、P L 強度 I を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、ある極大点 P_M における P L 強度 I の極大値を M とし、その極大点 P_M よりも [1 1 - 2 0] 方向の距離が長く、かつ、その極大点 P_M と最も近い位置にある極小点 P_m における P L 強度 I の極小値を m としたとき、 M/m の比が 1.05 以上である (以下、条件 (i i) という)。この M/m の比は、その上限は特に制限されるものではないが、1.05 ~ 1.80 であるのが好ましい。

【0016】

また、二軸配向 S i C 層の表面を P L で解析した上記グラフにおいて、極大点 P_M と極小点 P_m との [1 1 - 2 0] 方向の距離 L は 15 ~ 150 μm であり (以下、条件 (i i

10

20

30

40

50

i) という)、好ましくは $50 \sim 150 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $50 \sim 120 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $50 \sim 100 \mu\text{m}$ である。

【0017】

ところで、上記グラフは、例えば後述する図5に示されるように、極大点及び極小点を含む波形が一定周期で繰り返される規則的なパターンを有するのが典型的である。このため、 $[11-20]$ 方向に平行な所定の測定線分（例えば $500 \mu\text{m}$ の線分）に複数存在する極大点のうち少なくとも1つ（及びそれに対応する極小点）が上記条件(i i)及び(i i i)を満たしていれば、当該SiC基板が上記条件(i i)及び(i i i)を満たすものとする。もっとも、極大点のうち少なくとも2つ（及びそれに対応する極小点）が上記条件(i i)及び(i i i)を満たしているのがより好ましく、さらに好ましくは極大点のうち少なくとも3つである。

10

【0018】

あるいは、本発明のSiC基板を構成する二軸配向SiC層は、その二軸配向SiC層の表面をPLで解析して得られた画像において、その画像の $[11-20]$ 方向についてプレヴィットフィルタにより処理し、 $[11-20]$ 方向の距離(μm)を横軸とし、かつ、PL強度 I_F を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、ある極大点 P_{M1} と、その極大点 P_{M1} よりも $[11-20]$ 方向の距離が長く、かつ、その極大点 P_{M1} と最も近い位置にある極大点 P_{M2} との $[11-20]$ 方向の距離 L_F が $30 \sim 300 \mu\text{m}$ であり（以下、条件(v)という）、好ましくは $100 \sim 300 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $100 \sim 240 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $100 \sim 200 \mu\text{m}$ である。

20

【0019】

ところで、プレヴィットフィルタにより処理して得られた上記グラフは、例えば後述する図7に示されるように、複数の極大点を繰り返す。このため、 $[11-20]$ 方向に平行な所定の測定線分（例えば $500 \mu\text{m}$ の線分）に複数存在する極大点のうち、上記条件(v)を満たす極大点の組合せ(P_{M1} 及び P_{M2})が少なくとも1つあれば、当該SiC基板が上記条件(v)を満たすものとする。もっとも、この組合せが少なくとも2つあるのがより好ましく、さらに好ましくは3つである。

【0020】

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、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 $\pm 10^\circ$ 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 $\pm 10^\circ$ 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 $\pm 5^\circ$ 以下がより好ましく、 $\pm 3^\circ$ 以下がさらに好ましい。

30

40

50

【0021】

c軸方向及びa軸方向に配向した二軸配向SiC層は、例えば後述する図8に示されるように、基板表面である(0001)面から任意の(000-1)面までの深さ(μm)を横軸とし、かつ、TSD密度(cm^{-2})を縦軸としてプロットしたグラフを得た場合に、そのグラフがTSD傾斜領域を少なくとも一部含むのが好ましい。このTSD傾斜領域が、表面のTSD密度が非常に小さいSiC基板の実現に効果的に寄与する。このTSD傾斜領域は、上記深さが減少するにつれて一定の傾きaでTSD密度が減少する領域である。傾きaの絶対値は $5.0 \text{ cm}^{-2} / \mu\text{m}$ 以上であり、好ましくは $5.0 \sim 25 \text{ cm}^{-2} / \mu\text{m}$ 、より好ましくは $10 \sim 25 \text{ cm}^{-2} / \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは、 $15 \sim 25 \text{ cm}^{-2} / \mu\text{m}$ である。この傾きaは、例えば、上記グラフのTSD傾斜領域において、最小二乗法で近似直線を求めることで算出できる。「基板表面である(0001)面から任意の(000-1)面までの深さ」とは、SiC単結晶基板上の二軸配向SiC層において、二軸配向SiC層表面の(0001)面からSiC単結晶基板側の二軸配向SiC層裏面方向への深さを意味する。

10

【0022】

二軸配向SiC層は、ホウ素を $1.0 \times 10^{16} \sim 1.0 \times 10^{17} \text{ atoms} / \text{cm}^3$ の濃度で含むのが好ましく、より好ましくは $1.0 \times 10^{16} \sim 9.5 \times 10^{16} \text{ atoms} / \text{cm}^3$ 。このように、ホウ素含有量を制御することで、上述したPLで得られるグラフにおいて、PL強度の分布を好ましく制御することができ、基板表面のTSD密度が低減したSiC基板を効果的に得ることができる。

20

【0023】

SiC複合基板

本発明のSiC基板は、SiC基板のみからなる自立基板であってもよいし、SiC複合基板の形態であってもよい。SiC複合基板は、SiC単結晶基板と、SiC単結晶基板上の上述したSiC基板とを備えたものでありうる。

【0024】

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 $0.1 \sim 12^\circ$ であることが好ましく、極性はSi面であることが好ましい。ポリタイプは4H、オフ角は単結晶SiCの[0001]軸から $1 \sim 5^\circ$ 、極性はSi面であることがより好ましい。

30

【0025】

上述のとおり、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。

40

【0026】

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

50

ましく製造することができる。しかしながら、S i C複合基板の製造方法には限定がなく、二軸配向S i C層を備えたS i C基板をP Lにより解析した場合に、上述したような特定の解析結果となるS i C基板を得ることができればよい。例えば、製造方法としては、C V D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し、粒成長を利用した固相法でもよい。P Lにより得られたグラフにおけるP L強度の分布は、上記（b）の熱処理条件を制御することや、上記（a）の配向前駆体層形成の際に、ホウ素又はホウ素化合物（例えば炭化ホウ素等）の添加量を制御すること等により、制御することができる。このような製造方法によれば、二軸配向S i C層を備えたS i C基板をP Lにより解析した場合に、上述したような特定の解析結果となるS i C基板を作製することができ、S i C基板ないしそれを用いたS i C複合基板の表面のT S D密度を有意に低減することができる。

10

【0027】

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

【0028】

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

【0029】

（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S i C基板（二軸配向S i C層）30となるものである。配向前駆体層40の形成工程では、S i C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。

20

【0030】

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、A D（エアロゾルデポジション）法、H P P D（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C V D（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S i C単結晶基板20上に形成する手法が使用可能である。C V D法としては、例えば熱C V D法、プラズマC V D法、ミストC V D法、M O（有機金属）C V D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C V D法、焼結等で作製した多結晶体を使用し、S i C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S i C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。

30

【0031】

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の原料にホウ素化合物が含まれるようにするのが好ましい。ホウ素化合物としては、特に限定されるものではないが、炭化ホウ素等が挙げられる。前述したように、最終的に得られる二軸配向S i C層中のホウ素の濃度は、ホウ素化合物の添加量を制御すること等により、制御することができる。

40

【0032】

なお、S i C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C V D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S i C単結晶基板20上にエピタキシャル成長を生じ、S i C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S i C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、S i C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S i C

50

単結晶を種として結晶構造の再配列を生じることに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。しかしながら、これだけではTSD密度を十分に低減するのは難しいため、焼成温度等の熱処理条件やホウ素添加量等を制御するのが好ましい。

【0033】

しかしながら、AD法、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。

【0034】

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10～100Hzの振動数で振動が付与する加振器55とを備えている。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。

【0035】

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。

【0036】

熱CVD法では、成膜装置は市販品等の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。

【0037】

熱CVD法を用いてSiC単結晶基板20上に配向前駆体層40を成膜する場合、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。

10

【0038】

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/cm²、より好ましくは150～300kgf/cm²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。

20

30

【0039】

(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等の加圧熱処理や、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、及び不活性ガス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1850℃以上、さらに好ましくは2000℃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層表面のPLにより得られたグラフにおけるPL強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、熱処理温度は、好ましくは2000～2700℃、より好ましくは2200～2600℃、さらに好

40

50

ましくは $2400\sim2500^{\circ}\text{C}$ である。また、その保持時間は $2\sim30$ 時間が好ましく、より好ましくは $4\sim20$ 時間である。また、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、適宜調整できる。

【0040】

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 $50\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上が好ましく、より好ましくは $100\text{kgf}/\text{cm}^2$ 以上、さらに好ましくは $200\text{kgf}/\text{cm}^2$ 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層表面のPLにより得られたグラフにおけるPL強度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 $1700\sim2700^{\circ}\text{C}$ である。また、その保持時間は $2\sim18$ 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。原料となるSiC粉末は、 α -SiC粉末及び β -SiC粉末のいずれでもよいが、好ましくは β -SiC粉末である。SiC粉末は、好ましくは $0.01\sim100\mu\text{m}$ の平均粒径を有するSiC粒子で構成される。なお、平均粒径は走査型電子顕微鏡にて粉末を観察し、1次粒子100個分の定方向最大径を計測した平均値を指す。

【0041】

熱処理工程では、配向前駆体層40内の結晶は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、基板表面のTSD密度が低減されたものになる。この理由は不明だが、PL強度の分布が結晶成長時に発生するステップテラス構造を反映しており、TSDが結晶成長とともに積層欠陥に変換されたためと考えられる。

【0042】

(c) 研削及び研磨工程

図2(c)に示すように、研削及び研磨工程では、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、露出した表面をダイヤモンド砥粒を用いて研磨加工し、所望によりCMP（化学機械研磨）仕上げを行う。こうすることにより、SiC複合基板10を得る。なお、SiC複合基板10のSiC単結晶基板20を除去したい場合は、例えばグラインダで所定の厚さまで平面研削し、次いでダイヤモンド砥粒を用いて研磨加工してもよい。

【0043】

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、熱処理及び研削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】

【0044】

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、以下の例のみにより本発明が限定されるものではない。

【0045】

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： $0.7\mu\text{m}$ ）を90.8重量%、酸化イットリウム粉末（体積基準D50粒径： $0.1\mu\text{m}$ ）8.1重量%、二酸化ケイ素粉末（体積基準D50粒径： $0.7\mu\text{m}$ ）1.1重量%を含む原料粉体を、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。市販のSiC単結晶基板（n型4H-SiC、直径100mm（4インチ）、Si面、（0001）面、オフ角4°、厚み0.35mm、オリフラなし）を用意し、図3に示すAD装置50により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。

【0046】

AD成膜条件は以下のとおりとした。まずキャリアガスはN₂とし、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105mm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105mm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105mm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。

【0047】

（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。こうして、SiC単結晶基板上に熱処理層を形成したSiC複合基板を作製した。

【0048】

（3）研削及び研磨

（3-1）表面研磨

SiC単結晶基板上に熱処理層を形成したSiC複合基板の（0001）面（すなわち、熱処理層表面）を、ダイヤモンド砥粒（粒度3.0μm、1.0μm、0.5μm及び0.1μmのもの）を粒度が大きい順に用いて研磨加工し、目標の厚さ及び面状態にした。

【0049】

（3-2）裏面研磨

上記（3-1）の後、SiC単結晶基板上に熱処理層を形成したSiC複合基板の（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た。続いてダイヤモンド砥粒（粒度3.0μm、1.0μm、0.5μm及び0.1μmのもの）を粒度が大きい順に用いて研磨加工した。これにより、SiC単結晶基板を全て研削し、熱処理層のみから成る基板（SiC基板）を得た。

【0050】

（4）試料の切断加工

試料として、上記（3-1）又は（3-2）で得た、SiC複合基板又はSiC基板をダイヤモンドカッターで切断し、5mm×6mmのチップ状に加工した。

【0051】

（5）評価

（5-1）熱処理層の二軸配向性

EBS D（Electron Back Scatter Diffraction Patterns）法を用いて、以下に示す条件により、上記（3-1）及び（3-2）にて作製した熱処理層の表面（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。

【0052】

<EBS D測定条件>

- ・加速電圧：15kV
- ・スポット強度：70

10

20

30

40

50

- ・ワーキングディスタンス：22.5 mm
 - ・ステップサイズ：0.5 μm
 - ・試料傾斜角：70°
 - ・測定プログラム：Aztec (version 3.3)
- 【0053】

(5-2) 二軸配向SiC層のフォトルミネッセンス(PL)測定

上記(1)～(4)にて作製した熱処理層(二軸配向SiC層)をチップ状に加工した試料を評価サンプルとし、評価サンプル表面のPLイメージング像を取得した。このとき、図4に示すように、取得したPLイメージング像において任意の3.0 mm×2.2 mmの領域を切り出した。この領域の任意の位置に、[11-20]方向に平行な500 μm の線分(図4では左下の線分で示した部分)を引いた。図5に示すように、その線分領域において、[11-20]方向の距離(μm)を横軸に、PL強度Iを縦軸にプロットしたグラフを作成した。このグラフは極大点及び極小点を繰り返す形状を有していた。そして、極大点は、その左右における1番目に近い点、2番目に近い点及び3番目に近い点からなる合計6点のPL強度Iの各々よりも高いPL強度Iを与える点であり、かつ、極小点は、その左右における1番目に近い点、2番目に近い点及び3番目に近い点からなる合計6点のPL強度Iの各々よりも低いPL強度Iを与える点であることを確認した。また、この図5より、ある極大点 P_M におけるPL強度Iの極大値をMとし、この極大点 P_M よりも横軸方向の距離が長く、この極大点 P_M と最も近い位置にある極小点 P_m におけるPL強度Iの極小値をmとしたときの、 M/m を算出した。さらに、極大点 P_M と極小点 P_m との[11-20]方向の距離Lを測定した。結果は表1に示されるとおりであった。このときの測定条件は以下に示すとおりであった。なお、図4より、熱処理層表面のステップテラス構造はステップ幅が100～200 μm 程度と広いことが分かった。

【0054】

<PL測定条件>

- ・励起波長：313 nm
- ・検出波長：750 nm以上
- ・測定温度：室温
- ・検出器：CCDカメラ(Roper Scientific)

【0055】

また、上記PLイメージング像における任意の3.0 mm×2.2 mmの領域を切り出して得られた画像において、画像処理ソフト(製品名：WinROOF 2015)を用いて、[11-20]方向について5×5のカーネルを用いたプレヴィットフィルタにより処理した。その結果を図6に示す。フィルタ処理後の画像の任意の位置に、[11-20]方向に平行な500 μm の線分(図6では左下の線分で示した部分)を引いた。その線分領域において、[11-20]方向の距離(μm)を横軸に、PL強度 I_F を縦軸にプロットしたグラフを作成した。そのグラフを図7に示す。このグラフは複数の極大点を繰り返す形状を有していた。そして、極大点は、その左右における1番目に近い点、2番目に近い点及び3番目に近い点からなる合計6点のPL強度 I_F の各々よりも高いPL強度 I_F を与える点であることを確認した。また、この画像より、ある極大点 P_{M1} と、この極大点 P_{M1} よりも横軸方向の距離が長く、かつ、この極大点 P_{M1} と最も近い位置にある極大点 P_{M2} との[11-20]方向の距離 L_F を測定した。結果は表1に示されるとおりであった。

【0056】

(5-3) 二軸配向SiC層のホウ素濃度

上記(1)～(4)にて作製した熱処理層(二軸配向SiC層)をチップ状に加工した試料を評価サンプルとし、二次イオン質量分析法(SIMS)により二軸配向SiC層内部のホウ素濃度の定量を行った。評価サンプルの基板表面である(0001)面から10 μm の深さまでのホウ素濃度を測定したところ、ホウ素濃度は二軸配向SiC層の深さによらずほぼ一定であり、そのホウ素濃度は表1に示されるとおりであった。なお、本例に

においては、ホウ素化合物を添加していないにも関わらず二軸配向SiC層にホウ素が検出されているが、これは不可避不純物としてのホウ素が検出されているに過ぎない。このときの分析条件は以下に示すとおりであった。

【0057】

＜SIMS分析条件＞

- ・一次イオン種： O_2^+
- ・一次加速電圧：11.0 kV
- ・検出領域：直径30 μm
- ・検出深さ：10 μm

【0058】

(5-4) 熱処理層（二軸配向SiC層）の貫通せん転位（TSD）密度

上記(1)～(3-1)により得られたSiC複合基板を上記(4)によりチップ状に加工した試料を評価サンプルとして、二軸配向SiC層のTSD密度(cm^{-2})を測定した。ニッケル製のるつぼに、評価サンプルをKOH結晶と共に入れ、500℃で10分間、電気炉でエッチング処理を行った。エッチング処理後の評価サンプルを洗浄し、その表面を光学顕微鏡にて観察し、ピットの形状から転位の種類を判断した。ここでは、貝殻型ピットを基底面転位、小型の六角形ピットを貫通刃状転位、中型ないし大型の六角形ピットをTSDとして、TSD密度を計測した。次いで、この評価サンプルの表面に対し、上記(3-1)と同様の手順で研磨し、上記同様にエッチング処理とTSD密度の計測を複数回繰り返し行い、複数の深さでのTSD密度を取得した。こうして、図8に示すように、評価サンプルの基板表面である(0001)面から任意の(000-1)面までの深さ(研磨厚み)(μm)を横軸とし、かつ、TSD密度(cm^{-2})を縦軸としてプロットしたグラフを取得した。図8において(0001)面から(000-1)面にかけてTSD密度が増大している領域(研磨厚みが約380～400 μm までの領域)、すなわち、(0001)面から任意の(000-1)面までの深さが減少するにつれて一定の傾きaでTSD密度が減少している領域をTSD傾斜領域とした。このTSD傾斜領域のグラフにおいて、最小二乗法で近似直線を求め、研磨厚みに対するTSD密度の傾きaの絶対値を求めた。また、研磨厚み50 μm での評価サンプルの(0001)面のTSD密度を、SiC基板表面のTSD密度とみなして測定した。結果は表1に示されるとおりであった。

【0059】

例2（比較）

上記(2)において、アニール温度を2200℃にしたこと以外は、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SiC基板の熱処理層は二軸配向SiC層であることが確認された。結果は表1に示されるとおりであった。

【0060】

例3

上記(1)において、原料粉体として、微細 β -SiC粉末（体積基準D50粒径：0.7 μm ）を85.8重量%、酸化イットリウム粉末（体積基準D50粒径：0.1 μm ）8.1重量%、二酸化ケイ素粉末（体積基準D50粒径：0.7 μm ）1.1重量%、炭化ホウ素粉末（体積基準D50粒径：0.5 μm ）5.0重量%を含む粉体を使用したこと以外は、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SiC基板の熱処理層は二軸配向SiC層であることが確認された。結果は表1に示されるとおりであった。

【0061】

例4

上記(1)において、原料粉体として、微細 β -SiC粉末（体積基準D50粒径：0.7 μm ）を80.8重量%、酸化イットリウム粉末（体積基準D50粒径：0.1 μm ）8.1重量%、二酸化ケイ素粉末（体積基準D50粒径：0.7 μm ）1.1重量%、炭化ホウ素粉末（体積基準D50粒径：0.5 μm ）10.0重量%を含む粉体を使用し

たこと以外は、例 1 と同様にして S i C 基板の作製及び評価を行った。得られた S i C 基板の熱処理層は二軸配向 S i C 層であることが確認された。結果は表 1 に示されるとおりであった。

【0062】

例 5

上記（1）において、原料粉体として、微細 β -S i C 粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 7 μ m）を 7 0 . 8 重量%、酸化イットリウム粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 1 μ m）8 . 1 重量%、二酸化ケイ素粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 7 μ m）1 . 1 重量%、炭化ホウ素粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 5 μ m）2 0 . 0 重量%を含む粉体を使用したこと以外は、例 1 と同様にして S i C 基板の作製及び評価を行った。得られた S i C 基板の熱処理層は二軸配向 S i C 層であることが確認された。結果は表 1 に示されるとおりであった。

10

【0063】

例 6（比較）

上記（1）において、原料粉体として、微細 β -S i C 粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 7 μ m）を 6 0 . 8 重量%、酸化イットリウム粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 1 μ m）8 . 1 重量%、二酸化ケイ素粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 7 μ m）1 . 1 重量%、炭化ホウ素粉末（体積基準 D 5 0 粒径：0 . 5 μ m）3 0 . 0 重量%を含む粉体を使用したこと以外は、例 1 と同様にして S i C 基板の作製及び評価を行った。得られた S i C 基板の熱処理層は二軸配向 S i C 層であることが確認された。結果は表 1 に示されるとおりであった。

20

【0064】

例 7

上記（2）において、アニール温度を 2 3 5 0 $^{\circ}$ C にしたこと以外は、例 1 と同様にして S i C 基板の作製及び評価を行った。得られた S i C 基板の熱処理層は二軸配向 S i C 層であることが確認された。結果は表 1 に示されるとおりであった。

【0065】

30

40

50

【表 1】

表 1

	T (°C)	C _{BT} (重量%)	C _B ($\times 10^{16}$ atoms/cm ³)	M/m	L (μ m)	L _F (μ m)	a の絶対値 (cm ⁻² / μ m)	D _{TSD} (cm ⁻²)
例 1	2400	0	1.1	1.56	70.2	144	14	20
例 2*	2200	0	1.0	1.03	42.1	86.1	0.041	290
例 3	2400	5	3.3	1.12	85.7	152	7.1	30
例 4	2400	10	5.1	1.58	114	224	16	10
例 5	2400	20	9.3	1.45	144	293	20	20
例 6*	2400	30	13	1.39	180	349	0.082	320
例 7	2350	0	1.1	1.22	19.1	35.4	15	10

T:熱処理温度
C_{BT}:原料粉末中のホウ素化合物の含有量
C_B:二軸配向 SiC 層中のホウ素濃度
M/m:極大値 M の極小値 m に対する比
L:極大点 P_Mと極小点 P_mの[11-20]方向の距離
L_F:プレヴィットフィルタ処理後のグラフでの PL 強度における極大点同士の距離
a:研磨厚みに対する TSD 密度の傾き
D_{TSD}:研磨厚み 50 μ m での(0001)面の TSD 密度
* は比較例を示す。

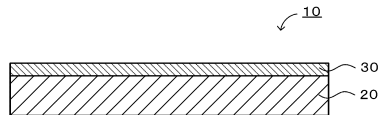
【 0 0 6 6 】

例 1～7 より、原因は定かでないが、P L 強度の [1 1 - 2 0] 方向の距離に対する分布は、アニール温度及びホウ素含有量で制御できることが分かった。また、例 1、3～5 及び 7 に示されるように、P L により得られたグラフにおいて、M / m の比が 1 . 0 5 以上であり距離 L が 1 5 ～ 1 5 0 μ m であること、又は P L により得られた画像をプレヴィットフィルタで処理して得られたグラフにおいて、距離 L_F が 3 0 ～ 3 0 0 μ m であることで、研磨厚み 5 0 μ m での評価サンプルの (0 0 0 1) 面の T S D 密度、すなわち、二軸配向 S i C 層表面の T S D 密度を低減できることが分かった。また、基板表面である (0 0 0 1) 面から任意の (0 0 0 - 1) 面までの深さを横軸とし、かつ、T S D 密度を縦軸としてプロットしたグラフにおいて、深さが減少するにつれて一定の傾き a で T S D 密度が減少し、かつ、傾き a の絶対値が 5 . 0 cm⁻² / μ m 以上となる T S D 傾斜領域があるような二軸配向 S i C 層を備えた S i C 基板は、二軸配向 S i C 層表面の T S D 密度を効果的に低減できることが分かった。これは、P L 強度の [1 1 - 2 0] 方向の距離に対する分布が、結晶成長時に発生するステップテラス構造を反映しており、T S D が結晶成長とともに積層欠陥に変換されたためと考えられる。一方、例 2 及び 6 のように、焼成温度が低く M / m の比が 1 . 0 5 を下回った場合、距離 L が 1 5 0 μ m を上回った場合、又は距離 L_F が 3 0 0 μ m を上回った場合、T S D 密度の傾き a の絶対値は著しく減少

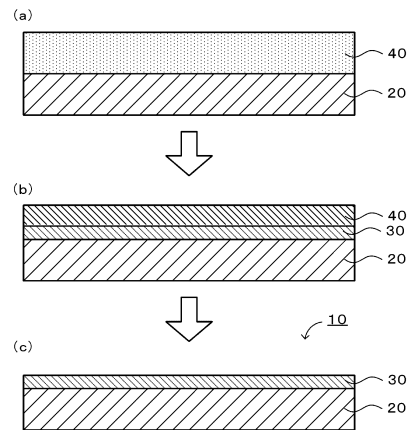
し、二軸配向SiC層表面のTSD密度が増大した。これは、ステップーテラス構造が崩れ、TSDが積層欠陥に変換されなくなったためと考えられる。この点、図4に示すように、本発明の一例を示すSiC基板の二軸配向SiC層表面におけるステップーテラス構造はステップ幅が100～200 μm 程度と広いことが分かった。一方で、非特許文献2 (Toru Ujihara et al. “Conversion Mechanism of Threading Screw Dislocation during SiC Solution Growth” Materials Science Forum Vols. 717-720, pp. 351-354 (2012)) によると、図9に示すように、溶液成長法により作製したSiC基板表面のステップ幅は20 μm 以下と非常に狭い。このようなステップーテラス構造の違いが、SiC基板表面のTSD密度に影響すると考えられる。

【図面】

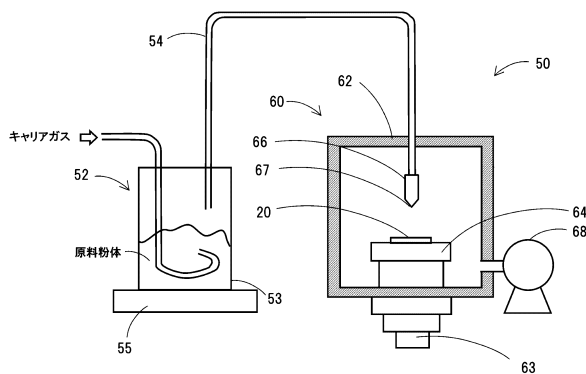
【図1】



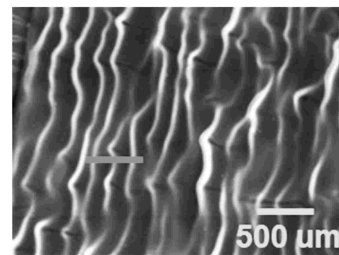
【図2】



【図3】



【図4】



10

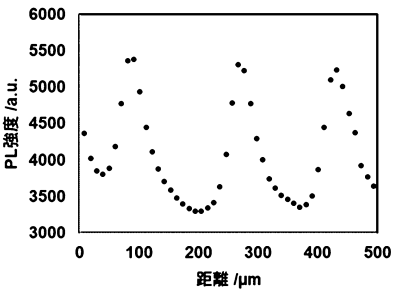
20

30

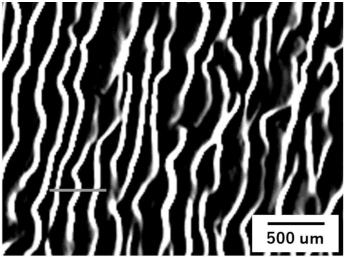
40

50

【図 5】

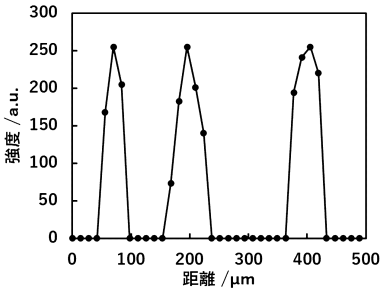


【図 6】

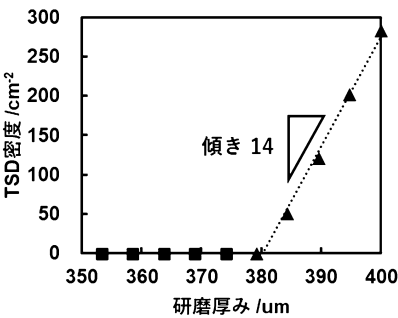


10

【図 7】

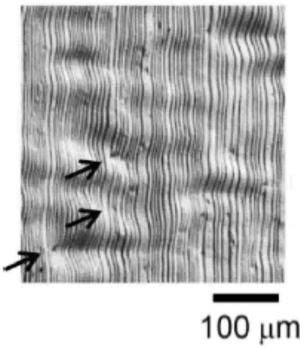


【図 8】



20

【図 9】



30

40

50

フロントページの続き

(72)発明者 吉川 潤
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
審査官 今井 淳一
(56)参考文献 特開平11-228295 (JP, A)
特表2004-533720 (JP, A)
(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C30B 29/36
C30B 1/02
H01L 21/205