

(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
2014 年 1 月 30 日(30.01.2014)



(10) 国際公開番号

WO 2014/017197 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) C30B 23/02 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2013/066083
- (22) 国際出願日: 2013 年 6 月 11 日(11.06.2013)
- (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 2012-165995 2012 年 7 月 26 日(26.07.2012) JP
- (71) 出願人: 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 藤原 伸介 (FUJIWARA, Shinsuke); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 西口 太郎 (NISHIGUCHI, Taro); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 堀 勉 (HORI, Tsutomu); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 大井 直樹 (OOI, Naoki); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号

住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 上田 俊策 (UETA, Shunsaku); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人深見特許事務所 (FUKAMI PATENT OFFICE, P.C.); 〒5300005 大阪府大阪市北区中之島二丁目 2 番 7 号 中之島セントラルタワー Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, 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, 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, PA, 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.

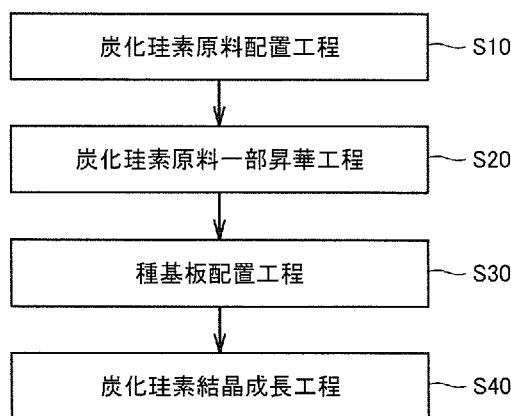
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT,

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING SILICON CARBIDE SUBSTRATE

(54) 発明の名称: 炭化珪素基板の製造方法

FIG.1



- S10 Silicon carbide raw material placement step
S20 Silicon carbide raw material partial sublimation step
S30 Seed substrate placement step
S40 Silicon carbide crystal growth step

(57) Abstract: A method for manufacturing a silicon carbide substrate according to the present invention has the following steps. A portion of a silicon carbide raw material (8) is sublimated. After the portion of the silicon carbide raw material (8) is sublimated, a seed substrate (1) having a principal surface (1A) is placed in a growth container (10). A silicon carbide crystal (11) is grown on the principal surface (1A) of the seed substrate (1) by sublimating the remainder of the silicon carbide raw material (8) in the growth container (10). It is thereby possible to provide a method for manufacturing a silicon carbide substrate having minimal dislocation, in which an increase in dislocation at the principal surface (1A) of the seed substrate (1) is suppressed.

(57) 要約: 炭化珪素基板の製造方法は以下の工程を有する。炭化珪素原料 (8) の一部が昇華される。炭化珪素原料 (8) の一部が昇華された後、主面 (1A) を有する種基板 (1) が成長容器 (10) 内に配置される。成長容器 (10) 内で炭化珪素原料 (8) の残りを昇華させることにより、種基板 (1) の主面 (1A) に炭化珪素結晶 (11) が成長する。これにより、種基板 (1) の主面 (1A) における転位の増加を抑制し、転位の少ない炭化珪素基板の製造方法を提供することができる。

WO 2014/017197 A1



NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI 添付公開書類:

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, — 国際調査報告 (条約第 21 条(3))
MR, NE, SN, TD, TG).

明 細 書

発明の名称：炭化珪素基板の製造方法

技術分野

[0001] この発明は、炭化珪素基板の製造方法に関し、より特定のには転位の少ない炭化珪素基板の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、半導体装置の製造用に炭化珪素基板が用いられ始めている。炭化珪素は珪素に比べて大きなバンドギャップを有する。そのため、炭化珪素基板を用いた半導体装置は、耐圧が高く、オン抵抗が低く、また高温環境下での特性の劣化が小さいといった利点を有する。

[0003] 炭化珪素単結晶は、たとえば昇華再結晶法により製造することが可能である。たとえば特開 2007-284306 号公報（特許文献 1）には、原料炭化珪素粉末の比表面積を $0.001 \text{ m}^2/\text{g}$ 以上 $0.05 \text{ m}^2/\text{g}$ 以下にして炭化珪素単結晶を製造する方法が記載されている。また、特開 2009-234802 号公報（特許文献 2）には、減圧雰囲気下で坩堝を炭化珪素原料が昇華しない温度以上に所定時間保持する前処理を行った後、不活性ガス雰囲気下において炭化珪素原料を昇華させて炭化珪素単結晶を製造する方法が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献 1：特開 2007-284306 号公報

特許文献 2：特開 2009-234802 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、上記いずれの方法によって炭化珪素結晶を製造する場合においても、種基板主面における転位の増加を十分に抑制することができず、転位の少ない炭化珪素基板を得ることが困難であった。

[0006] この発明は、上記のような課題を解決するために成されたものであり、その目的は、種基板主面における転位の増加を抑制し、転位の少ない炭化珪素基板の製造方法を提供することである。

課題を解決するための手段

[0007] 本発明者は、炭化珪素単結晶を昇華法によって製造する場合に種基板主面における転位が増加する原因について鋭意研究の結果、以下の知見を得て本発明に想到した。昇華法によって良好な炭化珪素単結晶を成長させるためには、昇華ガスの制御が重要である。昇華ガスは原料としての炭化珪素粉末を加熱昇華させることによって生成される。昇華ガスの組成や蒸気圧は、理想的には炭化珪素原料粉末の粒径に依存しないが、実際には粒径に依存する。そのため、炭化珪素原料粉末の粒径や比表面積を最適化することが重要である。しかしながら、炭化珪素原料粉末の粒径や比表面積を制御しても、炭化珪素原料粉末の取り扱い時に炭化珪素原料粉末の一部が砕けて微粉末が発生したり、炭化珪素原料粉末にダメージ層が発生する場合がある。この微粉末の存在やダメージ層の存在が、結晶成長初期段階において炭化珪素結晶における転位の増加を引き起こしている。

[0008] 当該炭化珪素原料粉末に含まれる微粉末を除去する方法に関して検討した結果、炭化珪素結晶を種基板の主面上に成長させる前に、微粉末またはダメージ層を昇華させて除去することが有効であることに想到した。粒径の小さい微粉末は、形状の曲率半径が小さい。そのため表面エネルギーが大きくなるので昇華しやすい。また粒径が大きい粉末であっても、表面のダメージ層は昇華しやすい。そこで、種基板を成長容器に配置する前に、炭化珪素原料の一部を昇華させることにより、転位増加の原因となる微粉末やダメージ層を優先的に除去することができる。

[0009] そこで、本発明に係る炭化珪素基板の製造方法は以下の工程を有する。炭化珪素原料の一部が昇華される。炭化珪素原料の一部が昇華された後、主面を有する種基板が成長容器内に配置される。成長容器内において炭化珪素原料の残りを昇華させることにより、種基板の主面に炭化珪素結晶が成長する

。

[0010] 本発明に係る炭化珪素基板の製造方法によれば、炭化珪素原料の一部が昇華された後、炭化珪素原料の残りを昇華させることにより、種基板の主面に炭化珪素結晶が成長する。これにより、結晶成長初期段階に転位増加の原因となる微粉末またはダメージ層を昇華させて優先的に除去した後に、種基板の主面上に炭化珪素結晶を成長させることができる。また、炭化珪素原料の一部が昇華した後に種基板が成長容器内に配置されるため、昇華した微粉末やダメージ層によって種基板が汚染されることを防止することができる。結果として、転位の少ない炭化珪素基板を得ることができる。

[0011] 上記の炭化珪素基板の製造方法において好ましくは、炭化珪素原料の一部を昇華させる工程の後、炭化珪素原料の残りに対して機械加工が行われることなく炭化珪素結晶を成長させる工程が実施される。これにより、炭化珪素原料の残りに微粉末やダメージ層が発生することを防止することができる。

[0012] 上記の炭化珪素基板の製造方法において好ましくは、種基板の主面直上における第1の転位密度から主面直下における第2の転位密度を引いた値が $1 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 以下である。これにより、効果的に転位の少ない炭化珪素基板を得ることができる。

[0013] 上記の炭化珪素基板の製造方法において好ましくは、炭化珪素原料の一部を昇華させる前に、炭化珪素原料に含まれる炭化珪素微粉末を減少させる工程をさらに備える。これにより、より効果的に転位の少ない炭化珪素基板を得ることができる。

[0014] 上記の炭化珪素基板の製造方法において好ましくは、炭化珪素微粉末を減少させる工程は、炭化珪素原料を液体に浸漬させて、液体の表面に浮上する炭化珪素微粉末を除去することにより行われる。これにより、簡易な方法により炭化珪素微粉末を炭化珪素原料から除去することができる。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、種基板主面における転位の増加を抑制し、転位の少ない炭化珪素結晶を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]本発明の一実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法を概略的に示すフロー図である。

[図2]本発明の一実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法の第1の工程を概略的に示す断面模式図である。

[図3]本発明の一実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法の第2の工程を概略的に示す断面模式図である。

[図4]本発明の一実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法の第3の工程を概略的に示す断面模式図である。

[図5]本発明の一実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法の一工程を概略的に示す断面模式図である。

[図6]種基板の主面における転位の増加量を測定する方法を説明するための図である。

[図7]種基板の主面における転位の増加量を測定する方法を説明するための図である。

[図8]種基板の主面における転位の増加量を測定する方法を説明するための図である。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、図面に基づいて本発明の実施の形態について説明する。なお、以下の図面において同一または相当する部分には同一の参照番号を付しその説明は繰返さない。また、本明細書中の結晶学的記載においては、個別方位を〔 〕、集合方位を<>、個別面を（ ）、集合面を { } でそれぞれ示している。また、負の指数については、結晶学上、“-”（バー）を数字の上に付けることになっているが、本明細書中では、数字の前に負の符号を付けている。また角度の記載には、全方位角を360度とする系を用いている。

[0018] 図3を参照して、本実施の形態に係る炭化珪素基板を製造するための装置の構成について説明する。

[0019] 図3を参照して、本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造装置は、成長容

器 10 と、断熱材 4 とを主に有している。成長容器 10 は、たとえば純化处理されたグラファイトから成る坩堝であり、種基板保持部 3 と原料収容部 7 とを有している。種基板保持部 3 はたとえば単結晶炭化珪素からなる種基板 1 を保持するためのものである。原料収容部 7 はたとえば多結晶炭化珪素からなる炭化珪素原料 8 を配置するためのものである。

[0020] 断熱材 4 は、たとえばフェルトから成り、成長容器 10 を外部から断熱するためのものである。断熱材 4 はたとえば成長容器 10 の外壁面を取り囲むように形成されている。断熱材 4 には複数の貫通孔 2 a、2 b が形成されている。種基板保持部 3 の上面の一部は、断熱材 4 に形成された貫通孔 2 a に露出している。また、原料収容部 7 の底面の一部は、断熱材 4 に形成された貫通孔 2 b に露出している。

[0021] 図 1 ～図 5 を参照して、本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法について説明する。

[0022] まず、たとえば炭化珪素単結晶からなる種基板 1 が準備される。種基板 1 のポリタイプはたとえば 4 H である。種基板 1 の直径はたとえば 6 インチであり、好ましくは 4 インチ (100 mm) 以上である。種基板 1 の主面 1 A はたとえば 4° 程度オフした (0001) C 面である。種基板 1 の主面 1 A における貫通転位密度はたとえば 1000 個 cm^{-2} 程度である。種基板 1 の両面は CMP (Chemical Mechanical Polishing) 研磨が施されている。種基板 1 の反りはたとえば 10 μm より小さい。

[0023] 本実施の形態において、種基板 1 の主面 1 A が珪素ガス雰囲気下においてエッチングされる。具体的には、グラファイトからなるエッチング用坩堝を加熱炉に設置する。加熱炉を真空排気後、加熱炉にたとえばアルゴン (Ar) が 70 kPa 程度充填される。エッチング用坩堝内の上部には種基板 1 が配置されている。当該坩堝内には珪素が配置されており、炭化珪素原料粉末は配置されていない。なお、坩堝内に配置される珪素はたとえば高純度シリコン (9N) である。エッチング用坩堝の上部を 1700℃ 程度に維持し、下部を 1600℃ 程度に維持した状態で 1 時間程度保持される。これにより、

単結晶炭化珪素からなる種基板 1 の主面 1 A が珪素ガス雰囲気下でエッチングされる。エッチングの厚みはたとえば $0.2\ \mu\text{m}$ 以上 $0.5\ \mu\text{m}$ 以下程度である。当該エッチングにより、種基板 1 の主面 1 A のダメージ層（欠陥や転位を含む層）が除去される。

[0024] 次に、炭化珪素原料 8 が準備される。炭化珪素原料 8 は、たとえば多結晶炭化珪素粉末からなる。炭化珪素原料 8 として、たとえば高純度 α -炭化珪素粉末を使用することができる。当該炭化珪素粉末は、たとえば平均粒径が $100\ \mu\text{m}$ 程度であり、最大粒径が $200\ \mu\text{m}$ 程度である。また、当該炭化珪素粉末は、たとえば $2\sim 3\ \mu\text{m}$ 程度の炭化珪素微粉末を含んでいる。本実施の形態における微粉末とは、たとえば粒径が $30\ \mu\text{m}$ 以下の炭化珪素粉末のことであり、好ましくは、粒径が $10\ \mu\text{m}$ 以下の炭化珪素粉末のことである。

[0025] 次に、炭化珪素原料に含まれる微粉末を除去する工程が実施される。具体的には、図 5 を参照して、炭化珪素原料 8 を液体 13 によって洗浄する。液体 13 としては、たとえば濃度 35% の塩酸を使用することができる。炭化珪素は塩酸よりも比重が大きいため基本的には塩酸に沈む。しかしながら、炭化珪素の微粉末 8 a は、塩酸（液体）の表面張力によって液面に浮かぶ。液面に浮かんだ微粉末 8 a だけをすくいとることで、炭化珪素原料 8 から微粉末 8 a が分離除去される。以上のように、炭化珪素原料 8 に含まれる炭化珪素微粉末 8 a が減少する。なお、炭化珪素原料 8 に含まれる微粉末 8 a を減少させる工程は、後述する炭化珪素原料一部昇華工程の前に行われることが好ましい。

[0026] 次に、炭化珪素原料 8 は王水（濃度 35% の塩酸と濃度 60% の硫酸を体積比 $3:1$ で混合した液体）により洗浄される。その後、炭化珪素原料 8 が純水により洗浄される。好ましくは、炭化珪素原料 8 の塩酸、王水および純水による洗浄は複数回行われる。好ましくは、目に見える程度のサイズの微粉末 8 a がなくなるまで洗浄は繰り返される。以上のように、炭化珪素原料 8 を塩酸や王水などの酸性の液体に浸漬させて、当該液体の表面に浮上する

炭化珪素からなる微粉末 8 a を除去される。その後、炭化珪素原料 8 をピーカー 12 から取り出し乾燥させる。

[0027] 次に、炭化珪素原料配置工程（S10：図1）が実施される。図2を参照して、炭化珪素原料配置工程では、炭化珪素原料 8 が成長容器 10 の原料収容部 7 に収容される。好ましくは、上記洗浄工程によって炭化珪素からなる微粉末が取り除かれた炭化珪素原料が使用される。

[0028] 次に、炭化珪素原料一部昇華工程（S20：図1）が実施される。具体的には、図2を参照して、炭化珪素原料 8 が配置された成長容器 10 が高周波加熱炉内に設置される。高周波加熱炉を真空排気した後、アルゴンガスなどの不活性ガスを導入しながら圧力をたとえば 800 kPa に保つ。圧力をたとえば 800 kPa に保った状態を維持しながら、成長容器 10 の下部（つまり原料収容部 7 の底部）の温度をたとえば 2400℃とし、成長容器 10 の上部（つまり種基板保持部 3）の温度をたとえば 2200℃とする。その後、高周波加熱炉の圧力がたとえば 4 kPa に減圧され、この状態が 24 時間程度保持される。これにより、炭化珪素原料 8 に含まれる微粉末や炭化珪素原料 8 のダメージ層が優先的に昇華する。その後、高周波加熱炉の圧力をたとえば 800 kPa に戻した後、成長容器 10 を室温まで冷却する。なお、炭化珪素原料一部昇華工程において、成長容器 10 の種基板保持部 3 には種基板 1 が配置されていない。

[0029] なお、炭化珪素原料一部昇華工程後に、種基板保持部 3 を観察すると、種基板保持部 3 に直径数ミリの炭化珪素の結晶核が多数点在している。つまり、種基板保持部 3 に種基板 1 を保持したまま炭化珪素原料の一部昇華を行うと、種基板 1 がに結晶核が付着する。そのため、炭化珪素原料一部昇華工程においては、種基板を配置しないことが好ましい。

[0030] また、炭化珪素原料一部昇華工程後における原料収容部 7 に残っている炭化珪素原料 8 は全体が一体化して軽石状（多孔質の焼結体状）になっている。焼結体状の炭化珪素原料 8 に対して粉碎などの機械加工を施すと再び微粉末が発生する。そのため、炭化珪素原料 8 の一部を昇華させた後は、炭化珪

素原料 8 の残りに対して機械加工が行われることなく、後述する炭化珪素結晶の成長を行うことが好ましい。

[0031] また、炭化珪素原料一部昇華工程は、真空中で実施されても構わないし、炭化珪素単結晶成長に悪影響を及ぼさない不純物を含んでいても構わない。たとえば雰囲気ガスに水素やハロゲンを含ませることで、微粉末 8 a の消滅を促進させても構わない。水素やハロゲンはエッチングガスとして機能するので、炭化珪素原料の昇華に加えて、化学的なエッチングより微粉末 8 a の消滅が促進される。

[0032] 次に、種基板配置工程（S 3 0：図 1）が実施される。具体的には、図 3 を参照して、炭化珪素原料一部昇華工程で使した成長容器 1 0 の種基板保持部 3 が、種基板 1 が配置された別の種基板保持部 3 に交換される。以上のように、炭化珪素原料 8 の一部を昇華させた後、主面 1 A を有する種基板 1 が成長容器 1 0 内に配置される。

[0033] 次に、炭化珪素結晶成長工程（S 4 0：図 1）が実施される。具体的には、図 3 を参照して種基板 1 および炭化珪素原料 8 が配置された成長容器 1 0 が再び高周波加熱炉内に設置される。その後、高周波加熱炉の真空排気を行い、アルゴンガスと窒素ガス（1%）との混合ガスを導入しながら圧力をたとえば 8 0 0 k P a に保つ。圧力をたとえば 8 0 0 k P a に保った状態を維持しながら、成長容器 1 0 の下部（つまり原料収容部 7 の底部）の温度をたとえば 2 4 0 0 °C とし、成長容器 1 0 の上部（つまり種基板保持部 3）の温度をたとえば 2 2 0 0 °C とする。その後、高周波加熱炉の圧力がたとえば 2 k P a になるまで 1 時間かけて減圧する。図 4 を参照して、炭化珪素原料 8 が昇華して種基板 1 の主面 1 A 上に再結晶することにより、炭化珪素単結晶 1 1 が種基板 1 の主面 1 A 上に成長する。炭化珪素単結晶 1 1 をたとえば 1 0 0 時間成長させた後、再び高周波加熱炉の圧力をたとえば 8 0 0 k P a にする。その後、成長容器 1 0 の温度を室温に戻す。以上のように、炭化珪素原料 8 の残りを昇華させることにより、種基板 1 の主面 1 A に炭化珪素単結晶 1 1 を成長させる。

[0034] 好ましくは、炭化珪素原料の一部を昇華させた後、炭化珪素原料の残りに対して機械加工が行われることなく炭化珪素単結晶 11 を成長させる。たとえば、炭化珪素原料に対して粉碎などの機械加工が行われると、炭化珪素原料に微粉末が発生してしまう。好ましくは、炭化珪素原料 8 の一部を昇華させた後、炭化珪素単結晶 11 を成長させる前は、炭化珪素原料 8 に対して衝撃を与えない。

[0035] 次に、炭化珪素単結晶 11 が成長容器 10 から取り出される。その後、炭化珪素単結晶 11 をたとえばワイヤーソーによってスライスすることにより、炭化珪素基板が得られる。

[0036] なお本実施の形態において、炭化珪素原料 8 を成長容器 10 内で一部昇華させる方法について説明したが本発明は当該方法に限定されない。たとえば、炭化珪素原料 8 を成長容器 10 とは異なる容器内において一部昇華させた後、残りの炭化珪素原料 8 に対して機械加工を施さず、残りの炭化珪素原料 8 を成長容器 10 に移し替え、その後残りの炭化珪素原料 8 を昇華させることにより種基板 1 の主面 1A 上に炭化珪素単結晶 11 を成長させても構わない。

[0037] 次に、本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法の作用効果について説明する。

本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法によれば、炭化珪素原料 8 の一部が昇華された後、炭化珪素原料 8 の残りを昇華させることにより、種基板 1 の主面 1A に炭化珪素単結晶 11 が成長する。これにより、結晶成長初期段階に転位増加の原因となる微粉末またはダメージ層を昇華させて優先的に除去した後に、種基板 1 の主面 1A 上に炭化珪素単結晶 11 を成長させることができる。また、炭化珪素原料 8 の一部が昇華した後に種基板 1 が成長容器 10 内に配置されるため、昇華した微粉末やダメージ層によって種基板 1 が汚染されることを防止することができる。結果として、転位の少ない炭化珪素基板を得ることができる。

[0038] また本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法によれば、炭化珪素原料

8の一部を昇華させる工程の後、炭化珪素原料8の残りに対して機械加工が行われることなく炭化珪素単結晶11を成長させる工程が実施される。これにより、炭化珪素原料8の残りに微粉末やダメージ層が発生することを防止することができる。

[0039] さらに本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法によれば、種基板1の主面1A直上における第1の転位密度から主面1A直下における第2の転位密度を引いた値が $1 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 以下である。これにより、効果的に転位の少ない炭化珪素基板を得ることができる。

[0040] さらに本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法によれば、炭化珪素原料8の一部を昇華させる前に、炭化珪素原料8に含まれる炭化珪素微粉末8aを減少させる工程をさらに備える。これにより、より効果的に転位の少ない炭化珪素基板を得ることができる。

[0041] さらに本実施の形態に係る炭化珪素基板の製造方法によれば、炭化珪素微粉末8aを減少させる工程は、炭化珪素原料8を塩酸および王水に浸漬させて、塩酸および王水の表面に浮上する炭化珪素微粉末8aを除去することにより行われる。これにより、簡易な方法により炭化珪素微粉末8aを炭化珪素原料8から除去することができる。

実施例

[0042] 本実施例では、以下に説明する3種類の方法で炭化珪素単結晶を成長させて、種基板1の主面1Aにおける転位密度の増加率を調査した。本発明例、比較例1および比較例2の炭化珪素結晶を、以下で説明する相違点を除き、実施の形態で説明した方法と同じ方法によって作製した。比較例1の炭化珪素単結晶11の製造方法は、市販の炭化珪素原料8をそのまま使用し、炭化珪素原料一部昇華工程を有していない点および昇華前に酸洗浄によって微粉末を取り除く工程を有していない点において本発明例の製造方法と異なっており、その他の点において本発明例の製造方法と同様である。比較例2の炭化珪素単結晶11の製造方法は、炭化珪素原料一部昇華工程を有していない点において本発明例の製造方法と異なっており、その他の点において本発明例の

製造方法と同様である。

[0043] 次に、種基板 1 の主面 1 A における転位密度の増加率を求める方法について説明する。まず、図 6 を参照して、種基板 1 の主面 1 A 上に成長した炭化珪素単結晶 1 1 を取り出し、炭化珪素単結晶 1 1 を種基板 1 の主面 1 A と平行な面でスライスすることにより、種基板 1 と炭化珪素単結晶 1 1 とを有する基板が準備される。次に、図 7 を参照し、当該基板をシリコン面 1 B 側から研磨を開始し、主面 1 A（つまり成長界面）からの種基板 1 の厚みが厚み T_1 になるように種基板 1 が研磨される。残った種基板 1 の厚み T_1 を $100\ \mu\text{m}$ 程度とした。種基板 1 の表面 1 C の貫通転位密度を KOH（水酸化カリウム）エッチングを用いて評価した。

[0044] その後、図 8 を参照し、基板をさらに研磨し、種基板 1 を全て研磨した後に、炭化珪素単結晶 1 1 を厚み T_2 だけ研磨した。研磨された炭化珪素単結晶 1 1 の厚み T_2 を $100\ \mu\text{m}$ 程度とした。これにより、表面 1 1 A が露出した炭化珪素単結晶 1 1 が得られた。炭化珪素単結晶 1 1 の表面 1 1 A の貫通転位密度を KOH エッチングを用いて評価した。

[0045] 貫通転位密度の測定は、表面 1 C および表面 1 1 A における 177 箇所（ピッチ $10\ \text{mm}$ ）おいて行われた。各測定箇所の面積を $2\ \text{mm} \times 2\ \text{mm}$ とした。炭化珪素単結晶 1 1 の表面 1 1 A（つまり主面 1 A 直上）における貫通転位密度（第 1 の転位密度）から種基板 1 の表面 1 C（つまり主面 1 A 直下）における貫通転位密度（第 2 の転位密度）を差し引いた値を貫通転位密度の増加率とした。なお、主面直上および主面直下において主面 1 A と垂直な方向における同じ位置で測定するために、レーザ加工で位置決めのマーキングを施した。

[0046] [表 1]

	結晶成長前に 原料一部昇華	酸洗浄	貫通転位密度の 増加率
本発明例	あり	あり	1×10^3 個 cm^{-2} 以下
比較例 1	なし	あり	3.7×10^3 個 cm^{-2}
比較例 2	なし	なし	8.5×10^4 個 cm^{-2}

[0047] 表 1 を参照して、貫通転位密度の増加率の結果を説明する。本発明例における貫通転位密度の増加率は、最大で $+30 \text{ 個 cm}^{-2}$ (測定面積内 $+3 \text{ 個}$) であり、最小で -175 個 cm^{-2} (測定面積内 -7 個) であり、平均で -30 個 cm^{-2} (測定面積内 -1.2 個) であった。ここで、「 $+$ 」とは貫通転位密度が増加したことを意味し、「 $-$ 」とは貫通転位密度が減少したことを意味する。また、主面直上および主面直下における主面 1 A と垂直な方向における位置のずれや、転位位置の移動の可能性があるので転位密度の増減を正確に評価することは困難であるが、本発明例の貫通転位密度の増加率は少なくとも $1 \times 10^3 \text{ 個 cm}^{-2}$ 以下である。なお、本発明例において、貫通転位密度は若干低減している。この理由は、成長初期に反対のバーガスベクトルを有する転位同士が合体して消滅したためと推定される。また、比較例 1 の貫通転位密度の増加率は $3.7 \times 10^3 \text{ 個 cm}^{-2}$ 程度であり、比較例 2 の貫通転位密度の増加率は $8.5 \times 10^4 \text{ 個 cm}^{-2}$ 程度であった。

[0048] 以上の結果より、炭化珪素の結晶成長前に炭化珪素原料の一部を昇華させることにより転位密度の小さい炭化珪素結晶が得られることが確認された。また、炭化珪素原料を一部昇華させる前に、炭化珪素原料を酸洗浄することにより、炭化珪素微粒子を除去することにより、さらに転位密度の小さい炭化珪素結晶が得られることが確認された。

[0049] 今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって、制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味、および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

符号の説明

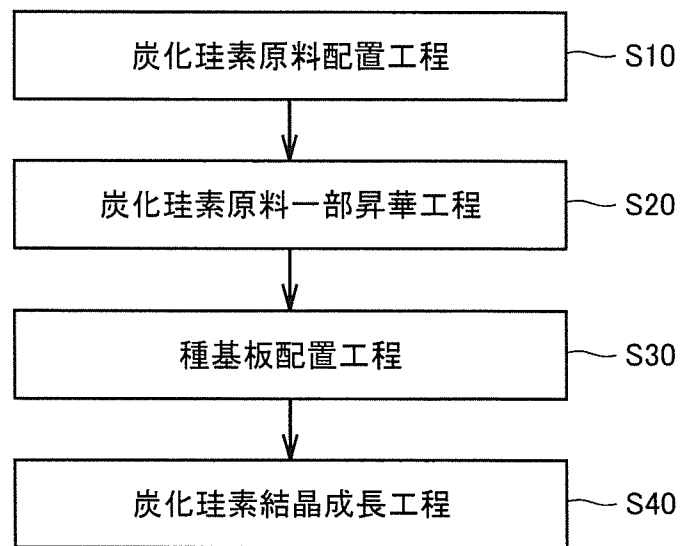
[0050] 1 種基板、1 A 主面、1 B シリコン面、1 C 表面、2 a, 2 b 貫通孔、3 種基板保持部、4 断熱材、7 原料収容部、8 炭化珪素原料、8 a 微粒子、10 成長容器、11 炭化珪素単結晶、11 A 表面、12 ビーカー、13 液体。

請求の範囲

- [請求項1] 炭化珪素原料の一部を昇華させる工程と、
前記炭化珪素原料の一部を昇華させる工程の後、主面を有する種基板を成長容器内に配置する工程と、
前記成長容器内において前記炭化珪素原料の残りを昇華させることにより、前記種基板の前記主面に炭化珪素結晶を成長させる工程とを備えた、炭化珪素基板の製造方法。
- [請求項2] 前記炭化珪素原料の一部を昇華させる工程の後、前記炭化珪素原料の残りに対して機械加工が行われることなく前記炭化珪素結晶を成長させる工程が実施される、請求項1に記載の炭化珪素基板の製造方法。
- [請求項3] 前記種基板の前記主面直上における第1の転位密度から前記主面直下における第2の転位密度を引いた値が $1 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ 以下である、請求項1または2に記載の炭化珪素基板の製造方法。
- [請求項4] 前記炭化珪素原料の一部を昇華させる前に、前記炭化珪素原料に含まれる炭化珪素微粉末を減少させる工程をさらに備える、請求項1～3のいずれか1項に記載の炭化珪素基板の製造方法。
- [請求項5] 前記炭化珪素微粉末を減少させる工程は、前記炭化珪素原料を液体に浸漬させて、前記液体の表面に浮上する前記炭化珪素微粉末を除去することにより行われる、請求項1～4のいずれか1項に記載の炭化珪素基板の製造方法。

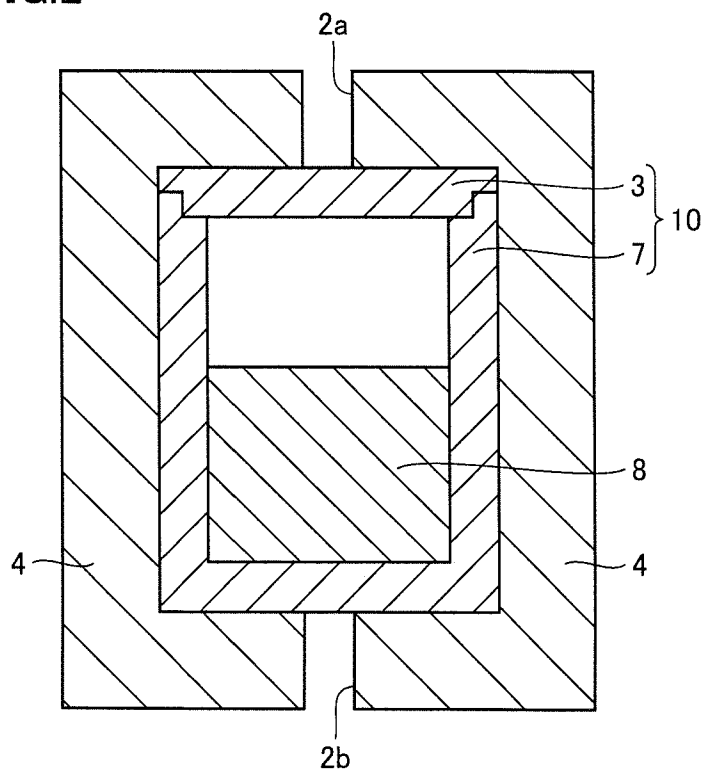
[図1]

FIG.1



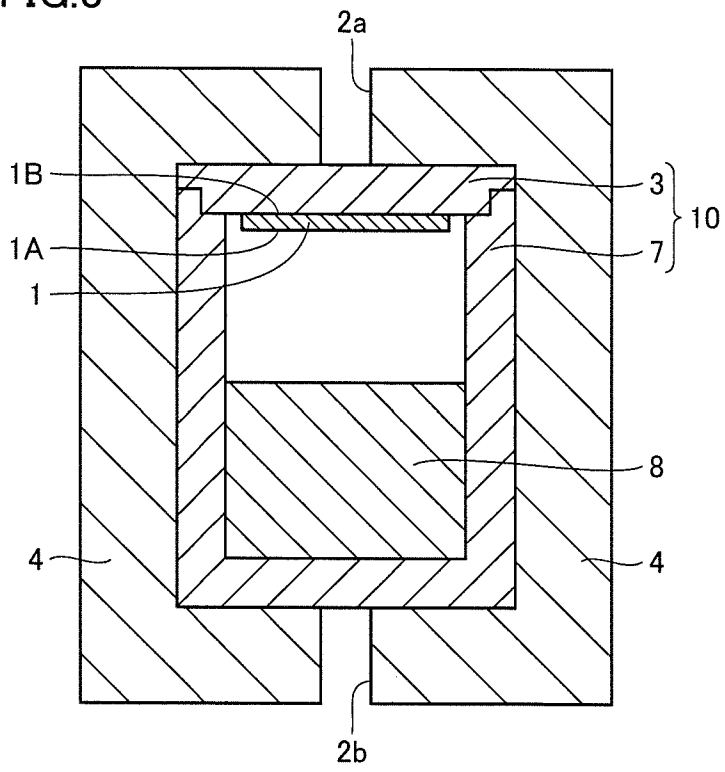
[図2]

FIG.2



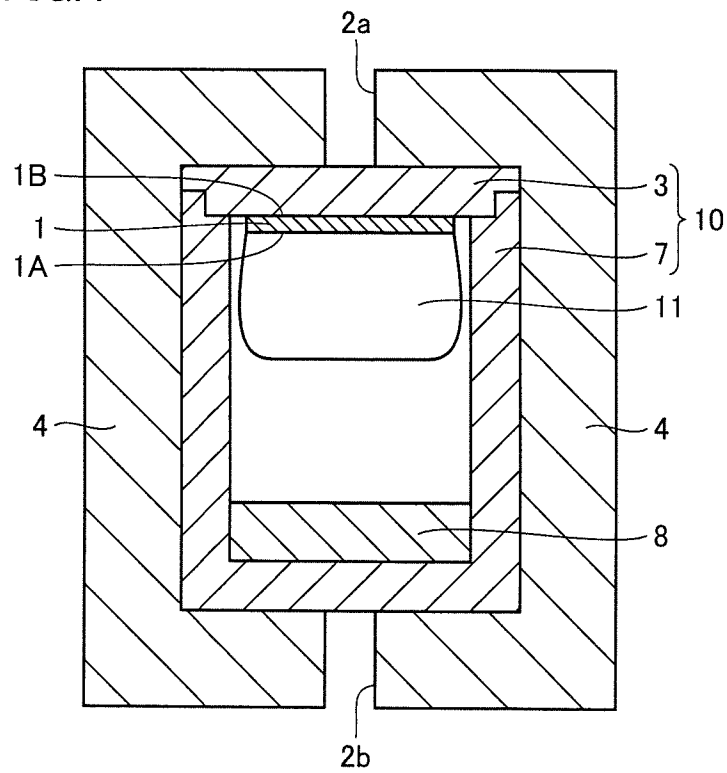
[図3]

FIG.3



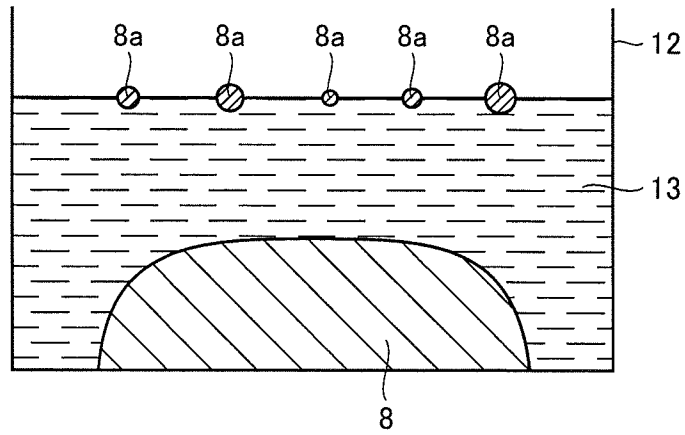
[図4]

FIG.4



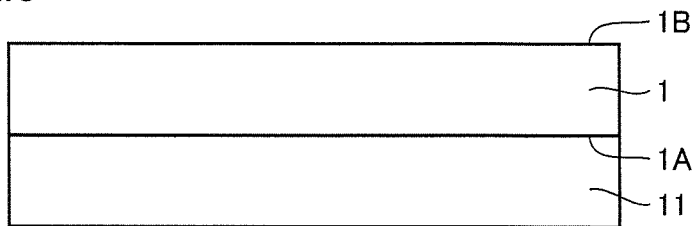
[図5]

FIG.5



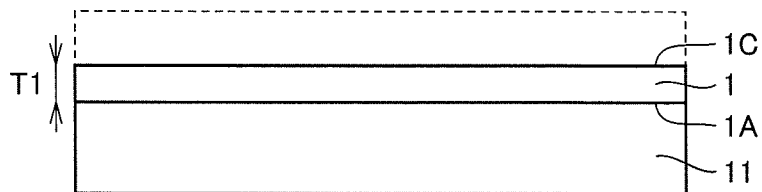
[図6]

FIG.6



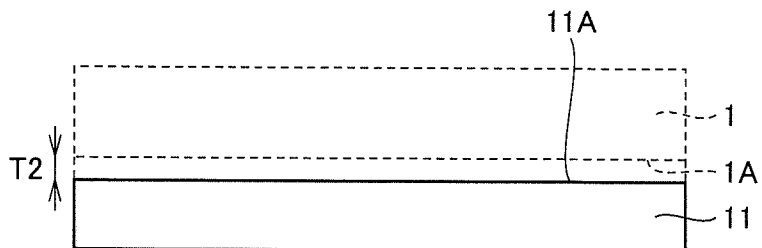
[図7]

FIG.7



[図8]

FIG.8



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/066083

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01) i, C30B23/02(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)

C30B29/36, C30B23/02

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	1996-2013
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2013	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2013

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

JSTPlus (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 9-48605 A (Bridgestone Corp.), 18 February 1997 (18.02.1997), claims 1, 9; paragraphs [0001], [0015], [0027] to [0033], [0037], [0042] to [0044], [0062] & US 5863325 A & GB 2301349 A & GB 9520185 A0 & DE 19537430 A	1-3 4, 5
X Y	JP 2009-173501 A (Bridgestone Corp.), 06 August 2009 (06.08.2009), claims 1, 7; paragraphs [0005], [0025] to [0028], [0031] to [0032], [0038] to [0042] (Family: none)	1-3 4, 5

☒ 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
02 August, 2013 (02.08.13)

Date of mailing of the international search report
13 August, 2013 (13.08.13)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2013/066083

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 11-79885 A (Denso Corp.), 23 March 1999 (23.03.1999), claims 1, 2, 4; paragraphs [0016] to [0038]; fig. 1 to 4 (Family: none)	1-3 4, 5
Y	WO 2012/067011 A1 (National Institute of Advanced Industrial Science and Technology), 24 May 2012 (24.05.2012), paragraphs [0046] to [0047] & JP 2012-101996 A	4, 5
Y	Edited by Koichi IINOYA, Funtai Kogaku Handbook, Asakura Shoten, 05 March 1965 (05.03.1965), pages 380 to 382	5
A	JP 2011-168425 A (Bridgestone Corp.), 01 September 2011 (01.09.2011), claims (Family: none)	1-5
P, X	JP 2013-95632 A (Toyota Central Research and Development Laboratories, Inc.), 20 May 2013 (20.05.2013), claims 6, 7; paragraphs [0040] to [0045], [0052] to [0057], [0066] to [0073] (Family: none)	1-4
P, X	JP 2013-103848 A (Mitsubishi Electric Corp.), 30 May 2013 (30.05.2013), claim 5; paragraphs [0033] to [0045] (Family: none)	1-3

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, C30B23/02 (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. C30B29/36, C30B23/02

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 3 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 3 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 3 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)

JSTPlus (JDreamIII)

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 Y	JP 9-48605 A (株式会社ブリヂストン) 1997.02.18, 請求項 1, 9, 【0001】, 【0015】, 【0027】 - 【0033】, 【0037】, 【0042】 - 【0044】, 【0062】 & US 5863325 A & GB 2301349 A & GB 9520185 A0 & DE 19537430 A	1-3 4, 5
X Y	JP 2009-173501 A (株式会社ブリヂストン) 2009.08.06, 請求項 1, 7, 【0005】, 【0025】 - 【0028】, 【0031】 - 【0032】, 【0038】 - 【0042】 (ファミリーなし)	1-3 4, 5

☒ 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	の日の後に公表された文献
「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	「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
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日

0 2 . 0 8 . 2 0 1 3

国際調査報告の発送日

1 3 . 0 8 . 2 0 1 3

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)

安齋 美佐子

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

4 G

9 4 3 9

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
X Y	JP 11-79885 A (株式会社デンソー) 1999. 03. 23, 請求項 1, 2, 4, 【0016】－【0038】, 図1－4 (ファミリーなし)	1-3 4, 5
Y	W0 2012/067011 A1 (独立行政法人産業技術総合研究所) 2012. 05. 24, 【0046】－【0047】 & JP 2012-101996 A	4, 5
Y	井伊谷鋼一編, 粉体工学ハンドブック, 朝倉書店, 1965. 03. 05, p. 380-382	5
A	JP 2011-168425 A (株式会社ブリヂストン) 2011. 09. 01, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-5
P, X	JP 2013-95632 A (株式会社豊田中央研究所) 2013. 05. 20, 請求項 6, 7, 【0040】－【0045】, 【0052】－【0057】, 【0066】－【0073】 (ファミリーなし)	1-4
P, X	JP 2013-103848 A (三菱電機株式会社) 2013. 05. 30, 請求項 5, 【0033】－【0045】 (ファミリーなし)	1-3