

(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 10 月 2 日(02.10.2014)



(10) 国際公開番号
WO 2014/157332 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) *C30B 25/14* (2006.01)
C23C 16/02 (2006.01) *H01L 21/205* (2006.01)
C23C 16/42 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/058524
- (22) 国際出願日: 2014 年 3 月 26 日(26.03.2014)
- (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 2013-066491 2013 年 3 月 27 日(27.03.2013) 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: 玄番 潤(GENBA, Jun); 〒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, IR, 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, SA, 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, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

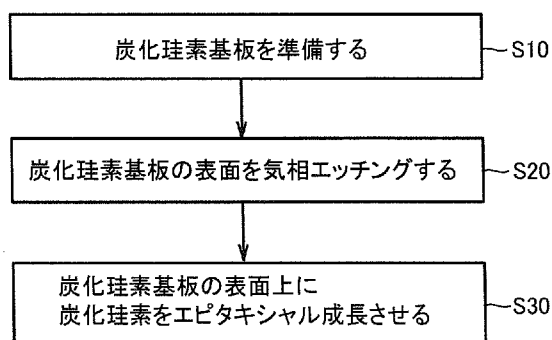
添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING SILICON CARBIDE SEMICONDUCTOR SUBSTRATE

(54) 発明の名称: 炭化珪素半導体基板の製造方法

FIG.2



- S10 Prepare silicon carbide substrate
S20 Perform gas phase etching on surface of silicon carbide substrate
S30 Cause epitaxial growth of silicon carbide on surface of silicon carbide substrate

(57) Abstract: Provided is a method for manufacturing a silicon carbide semiconductor substrate by which it is possible to obtain at a low cost a silicon carbide semiconductor substrate having a highly planarized surface. The method for manufacturing a silicon carbide semiconductor substrate includes: a step (S10) for preparing a silicon carbide substrate (1) as a seed substrate; a step (S20) for gas phase etching a main surface (1A) of the silicon carbide substrate (1); and a step (S30) for causing epitaxial growth of silicon carbide on the main surface (1A). A gas containing carbon atoms is fed to the silicon carbide substrate (1) starting from the middle of the step (S20) for gas phase etching.

(57) 要約: 表面の平坦性が高い炭化珪素半導体基板を低コストで得ることができる炭化珪素半導体基板の製造方法を提供する。種基板としての炭化珪素基板(1)を準備する工程(S10)と、炭化珪素基板(1)の主表面(1A)を気相エッチングする工程(S20)と、主表面(1A)上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる工程(S30)とを備える。気相エッチングする工程(S20)の途中から、炭素原

子含有ガスを炭化珪素基板 1 に供給する。

明 細 書

発明の名称：炭化珪素半導体基板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、炭化珪素半導体基板の製造方法に関し、特に、表面性状の優れた炭化珪素半導体基板の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、半導体装置の高耐圧化、低損失化などを可能とするため、半導体装置を構成する材料として炭化珪素（SiC）の採用が進められている。炭化珪素は、従来より半導体装置を構成する材料として広く用いられている珪素に比べてバンドギャップが大きいワイドバンドギャップ半導体である。そのため、半導体装置を構成する材料として炭化珪素を採用することにより、半導体装置の高耐圧化、オン抵抗の低減などを達成することができる。また、炭化珪素を材料として採用した半導体装置は、珪素を材料として採用した半導体装置に比べて、高温環境下で使用された場合の特性の低下が小さいという利点も有している。

[0003] 炭化珪素は、不純物の拡散係数がきわめて低いため、熱拡散処理によって不純物のドーピングを行うことは困難である。炭化珪素材料に活性領域を形成する方法として、エピタキシャル成長層にイオン注入する方法や、ドーパントガスによる不純物添加を伴ったエピタキシャル成長方法が存在する。

[0004] 炭化珪素のエピタキシャル成長は、種基板として炭化珪素単結晶基板上行われる。このとき、炭化珪素単結晶基板の表面に対して機械的研磨や化学的研磨などを施して表面処理を行った後、当該表面上にエピタキシャル膜を成長させている。そのため、上記表面処理に起因して、炭化珪素単結晶基板の表面には研磨痕や荒れが生じる場合がある。

[0005] また、炭化珪素単結晶基板の表面は平坦化されている場合でも、当該炭化珪素単結晶基板の表面上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる際に、気相エピタキシャル成長装置の反応室内の各部材上に成長または付着していた炭

化物、珪化物、および炭化珪素等の異物やパーティクル等が当該表面上に付着もしくは堆積する場合がある。この場合、炭化珪素単結晶基板の表面において均一なエピタキシャル成長が阻害されるため、得られる炭化珪素半導体基板の表面は荒れ、平坦性が損なわれるという問題があった。

[0006] 一般に、上記のような問題に対しては、エピタキシャル成長の前処理として、炭化珪素単結晶基板の表面に対し水素による気相エッチングを施すことが行われている。

[0007] 水素は、炭化珪素単結晶基板の主表面を構成する炭素および珪素と反応して、気相の炭化水素や珪化水素を生じる。そのため、当該炭化水素や珪化水素を排気することで、炭化珪素単結晶基板の主表面上に付着、堆積している炭化物や珪化物からなる異物や、炭化珪素単結晶基板の主表面上に形成されている欠陥を除去することができる。

[0008] しかしながら、このとき炭化珪素単結晶基板の表面上の清浄な領域もエッチングされる。さらにこのとき、炭素原子と珪素原子とでは水素原子との反応速度が異なるため、気相エッチング後の炭化珪素単結晶基板の主表面は荒れた状態となる場合があった。

[0009] そのため、上述のように、表面の異物や欠陥除去のために水素による気相エッチングを施した炭化珪素単結晶基板の主表面上に炭化珪素をエピタキシャル成長させた場合、得られる炭化珪素半導体基板の表面は荒れてしまい、平坦化することは困難であった。

[0010] 表面の平坦性の高い炭化珪素単結晶基板を作製する方法として、特開 2005-64383 号公報には、表面の平坦性の高い炭化珪素のエピタキシャルウエハを作製する方法として、基板表面を 1400℃～1600℃の水素ガスとプロパンガスの混合ガスにより清浄化する方法が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0011] 特許文献1：特開 2005-64383 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0012] しかしながら、炭化珪素からなる種基板の基板温度を1400℃以上として、当該表面を水素とプロパンとの混合ガスにより気相エッチングして、当該表面上の異物や欠陥を除去する場合、異物や欠陥の種類によっては気相エッチングによる除去効果が低下する可能性があると考えられる。
- [0013] これは以下の理由による。上述のように、気相エッチングにおける水素は、炭化珪素を構成する炭素原子および珪素原子とそれぞれ反応して、気相の炭化水素および珪化水素を生じる。このとき、炭素原子の供給源となるプロパンがエッチング雰囲気中に供給されていると、炭素原子を含む異物等に対する除去効果が低下する可能性が考えられるためである。
- [0014] また、プロパンの使用量が増加することにより、炭化珪素半導体基板の製造コストが高くなる。
- [0015] 本発明は、上記のような課題を解決するためになされたものである。本発明の主たる目的は、表面の平坦性が高い炭化珪素半導体基板を低コストで得ることができる炭化珪素半導体基板の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

- [0016] 本発明者らは、上記課題を解決するため鋭意研究を重ねた結果、種基板の表面に対して水素のみを用いた気相エッチングを実施するとともに、その途中から炭素原子を含有するガスをさらに供給した場合において、当該表面上に炭化珪素をエピタキシャル成長させて得られた炭化珪素半導体基板は平坦性の高い表面を有することを見出した。
- [0017] 本発明の炭化珪素半導体基板の製造方法は、種基板を準備する工程と、種基板の表面を気相エッチングする工程と、表面上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる工程とを備え、気相エッチングする工程の途中から、炭素原子含有ガスを種基板に供給する。気相エッチングする工程では、水素原子を含むガスを用いることが好ましい。
- [0018] これにより、気相エッチング工程により、炭化珪素基板1の主表面に付着、堆積した異物等を確実に除去することができるとともに、当該気相エッチ

ング工程の途中から炭素原子含有ガスを炭化珪素基板 1 の主表面に供給することができる。

[0019] このとき、主表面を構成する炭素原子は、水素原子を含むガスを用いて気相エッチングされることにより、珪素原子よりも高い確率で水素原子と反応して炭化水素として除去される。そのため、主表面において炭素原子は不足し、炭素原子と珪素原子との組成比は種基板として最適な値から乖離していると考えられる。実際、この状態の主表面上にエピタキシャル成長して得られる炭化珪素半導体基板の主表面は、荒れてしまい、平坦性が悪くなることを発明者らは確認している。

[0020] そのため、十分な気相エッチングを行った上で、さらに主表面に炭素原子を供給した状態で気相エッチングすることにより、気相エッチングを炭素原子を含む雰囲気下で実施する。このようにすれば、主表面上近傍で炭素原子の分圧が上がり、主表面の炭化珪素を構成する炭素原子に対する、気相エッチングによる除去効果が抑えられる。その結果、当該主表面の炭素原子と珪素原子の組成比や表面性状をエピタキシャル成長にとり好適な状態とすることができる。そのため、当該主表面上に炭化珪素をエピタキシャル成長させることで、表面の荒れの少ない平坦な主表面を有する炭化珪素半導体基板を得ることができる。

発明の効果

[0021] 本発明によれば、表面が平坦な炭化珪素半導体基板を低コストで作製することができる。

図面の簡単な説明

[0022] [図1]本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の側面図である。

[図2]本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法を示すフローチャートである。

[図3]本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法に用いる気相エピタキシャル成長装置の概略図である。

[図4]本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法を説明するためのグ

ラフである。

発明を実施するための形態

[0023] 以下、本発明の実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法について説明する。まず、図1を参照して、本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板10について説明する。本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板10は、種基板としての炭化珪素基板1と、炭化珪素基板1上にエピタキシャル成長された炭化珪素からなるエピタキシャル層2を備える。

[0024] 炭化珪素基板1は、たとえば単結晶炭化珪素からなる。単結晶炭化珪素は、たとえば六方晶の結晶構造を有している。炭化珪素基板1は主表面1Aを含んでいる。炭化珪素基板1の主表面1Aは平坦化されており、原子間力顕微鏡（AFM）を用いて測定した二乗平均面粗さ（RMS値）は0.2nm以下である。

[0025] エピタキシャル層2は、炭化珪素基板1の主表面1A上に形成されている。エピタキシャル層2は、たとえば、導電型がn型である。エピタキシャル層2におけるn型の不純物濃度は、 $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上 $3 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以下程度である。エピタキシャル層2は主表面2Aを含んでいる。

[0026] 次に、図1および図2を参照して、上記の炭化珪素半導体基板10を製造するための、本実施の形態の炭化珪素半導体基板の製造方法を説明する。本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法は、種基板としての炭化珪素基板1を準備する工程（S10）と、炭化珪素基板1の主表面1Aを気相エッチングする工程（S20）と、当該主表面1A上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる工程（S30）とを備える。

[0027] まず、工程（S10）では、種基板として炭化珪素基板1を準備する。炭化珪素基板1は、単結晶炭化珪素からなる。炭化珪素基板1は、外径が4インチの円板形状である。なお、炭化珪素基板1の外径は、4インチ以上、たとえば、5インチ以上、もしくは6インチ以上であってもよい。

[0028] 次に、工程（S11）では、気相エピタキシャル成長装置内に炭化珪素基板1を配置する。本実施の形態においては、一例として、CVD（Chem

ical Vapor Deposition) 装置100を用いている。

[0029] 図3を参照して、本実施の形態では、気相エピタキシャル成長装置として、CVD (Chemical Vapor Deposition) 装置100を用いる。CVD装置100において、基板ホルダ11は、その周囲を誘導加熱用コイル12と、石英管13と、断熱材14と、発熱体15とによって囲まれている。具体的には、発熱体15は中空構造であって、内部に反応室を形成している。基板ホルダ11は、発熱体15の内部に設けられ、たとえば、炭化珪素基板1を載置したときに、炭化珪素基板1の主表面1A (図1参照) が反応室の内周表面と同一平面となるように形成されている。基板ホルダ11は、たとえば発熱体15の内周表面に形成された凹部内に配置されている。断熱材14は、発熱体15の外周囲を囲うように配置されている。石英管13は、断熱材14の外周側を囲うように配置されている。誘導加熱用コイル12は、複数のコイル部材を含み、たとえば、石英管13の外周側を巻回するように設けられている。誘導加熱用コイル12を高周波コイルとしてこれに高周波電流を流すと、電磁誘導作用により、発熱体15は誘導加熱される。これにより、炭化珪素基板1および炭化珪素基板1に供給される原料ガス等を所定の温度に加熱することができる。

[0030] このとき、CVD装置100の反応室 (あるいは発熱体15) を構成する部材は、不純物としての N_2 含有量の低い高純度のカーボン部材であり、TaCコートやSiCコートが施されていなくてもよい。

[0031] 次に、図4を参照して、CVD装置内において実施される工程(S12) ~ 工程(S30) について説明する。図4(a) ~ 図4(d) は、横軸を時間として、縦軸をそれぞれ次のように規定したグラフである。図4(a) の縦軸は反応室内の温度とし、図4(b) の縦軸は反応室内に導入した水素の流量とし、図4(c) の縦軸は反応室内に導入したプロパンの流量とし、図4(d) の縦軸は反応室内に導入したシランおよびドーパントガスの流量とした。

[0032] 工程(S12) として、炭化珪素基板1を配置した反応室内を真空ベーク

する（図4中の期間I）。具体的には、図4（a）を参照して、反応室内を排気して反応室内の雰囲気圧力を 5×10^{-14} Paとし、さらに発熱体15によって反応室内の温度を1100℃まで昇温させる（図4中の期間I）。排気および昇温後、時点 t_{p1} から真空ベークとして当該状態を時点 t_{p2} まで（たとえば10分間）維持する（図4中の期間II）。

[0033] 次に、工程（S20）では、先の工程（S10）で準備した炭化珪素基板1の主表面1Aを気相エッチングする。気相エッチングは、炭化珪素基板1の主表面1A上に炭化珪素をエピタキシャル成長する前に（次工程（S30）の前に）、当該主表面1A上に付着、堆積した異物を除去するために行われる。ここで、炭化珪素基板1の主表面1A上に付着、堆積した異物とは、たとえば、気相エピタキシャル成長装置内部に付着していた反応生成物である。炭化珪素基板1の主表面1A上に炭化珪素をエピタキシャル成長する前に、当該主表面1A上に付着、堆積した異物を除去するため、本工程（S20）は、次工程（S30）において用いる気相エピタキシャル成長装置を用いて、先の工程（S12）に続いて実施される。

[0034] 具体的に、本工程（S20）では、まず、炭化珪素基板1の主表面1Aを水素（ H_2 ）によってエッチングする（工程（S21）、図4中の期間III、IV）。具体的には、図4（b）を参照して、CVD装置100内に配管16（図3参照）を介して、時点 t_{p2} から反応室内に水素を導入する。このとき、本工程（S21）に用いる水素は、エピタキシャル成長においてキャリアガスとして用いられる水素と同一の成分、濃度とする。さらに、本工程（S21）に用いる水素ガスの流量は、時点 t_{p2} から時点 t_{p3} まで増やすことで、最終的には次工程（S30）においてキャリアガスとして用いられるときの水素ガスの流量と等しくする。

[0035] また、反応室内の温度を、時点 t_{p2} から時点 t_{p3} にかけて、1100℃から次工程（S30）における成長温度1580℃までさらに昇温する。

[0036] これにより、炭化珪素基板1の主表面1A上に供給された水素は、炭化珪素基板1の主表面1Aを構成する炭素および珪素と反応して、気相の炭化水

素や珪化水素を生じる。そして、当該炭化水素や珪化水素を排気することで、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に付着、堆積している炭化物や珪化物からなる異物や、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に形成されている欠陥を確実に除去することができる。なお、本工程（S 2 1）は、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に付着、堆積している炭化物や珪化物からなる異物や、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に形成されている欠陥を確実に除去するまで実施する。このとき、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上の清浄な領域も水素によりエッチングされるため、主表面 1 A における当該領域も荒れてしまう。これは、上述のように、炭化珪素を構成する炭素原子と珪素原子のうち、炭素原子は珪素原子より高い確率で水素原子と反応して炭化水素として除去されるため、気相エッチング後の炭化珪素基板 1 の主表面 1 A における炭素原子と珪素原子の組成比が 1 : 1 ではなくなっているためと考えられる。

[0037] なお、図 4 中の期間 I I I（時点 t_{p3} から時点 t_{p4} の間の期間）に示す反応室内の温度の昇温段階においても炭化珪素基板 1 の主表面 1 A に対する気相エッチングは進行するが、図 4 中の期間 I V（時点 t_{p4} から時点 t_{p5} の間の期間）に示すエピタキシャル成長温度（1580℃）に昇温後には、気相エッチングの効果は高まる。本実施の形態においては、昇温後からエピタキシャル成長を開始するまでの間（時点 t_{p3} から時点 t_{p5} までの時間）に気相エッチングを施す時間 t_1 、つまり、後述する工程（S 2 2）を含めた、気相エッチングする工程（S 2 0）の処理時間 t_1 は、主表面 1 A 上の異物、欠陥を確実に除去するのに必要な時間以上であればよく、より好ましくは、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A の荒れが許容できない程度となる時間以下となるように設定する。本実施の形態における気相エッチングする工程（S 2 0）の処理時間 t_1 は、一例として 10 分とする。

[0038] 次に、反応室内に、時点 t_{p4} から炭素原子を含有するガスとしてプロパン（ C_3H_8 ）をさらに導入する（工程（S 2 2）、図 4 中の期間 V）。具体的には、図 4（b）を参照して、CVD 装置 100 内に配管 16 を介して、水素に加えてプロパンを反応室内に導入する。このとき、本工程（S 2 2）

に用いるプロパンは、次工程（Ｓ３０）のエピタキシャル成長において原料ガスとして用いられるプロパンと同一の成分、濃度とする。さらに、本工程（Ｓ２２）に用いるプロパンの流量は、次工程（Ｓ３０）において原料ガスとして用いられるときのプロパンの流量と等しくする。また、本工程（Ｓ２２）において反応室に導入される水素は先の工程（Ｓ２１）と同一条件である。

[0039] また、本工程（Ｓ２２）における反応室内の温度は、先の工程（Ｓ２１）と同様に、炭化珪素のエピタキシャル成長が可能な温度である１５８０℃のまま維持しておく。このとき、本工程（Ｓ２２）を実施する時間 t_2 （時点 t_{p4} から時点 t_{p5} までの時間）は、たとえば１０秒とする。

[0040] これにより、本工程（Ｓ２２）において反応室内に導入されたプロパンは熱分解されて、炭素原子を生じる。当該炭素原子は、先の工程（Ｓ２１）から連続して供給され続けている水素原子とともに、１５８０℃程度に加熱された炭化珪素基板１の主表面１Ａに供給される。供給された炭素原子のうち一部は水素原子と反応して炭化水素となり排気されるが、残りの一部は炭化珪素基板１の主表面１Ａの珪素原子と結合すると考えられる。この結果、本工程（Ｓ２２）においては、先の工程（Ｓ２１）と比べて炭化珪素基板１の主表面１Ａに供給されて気相エッチングに寄与する水素の量が減少することにより、炭化珪素基板１の主表面１Ａをエッチングする効果は低下する。さらに、本工程（Ｓ２２）において、炭化珪素のエピタキシャル成長が可能な温度条件下で炭化珪素基板１の主表面１Ａに炭素原子が供給されるため、先の工程（Ｓ２１）によって炭素原子がより多く除去された主表面１Ａに、炭素原子を導入でき、結果的にエピタキシャル成長により適した状態の主表面１Ａを得ることができると考えられる。

[0041] 次に、工程（Ｓ２２）と連続して、時点 t_{p5} から工程（Ｓ３０）として炭化珪素基板１の主表面１Ａ上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる。具体的には、先の工程（Ｓ２２）を１０秒間実施した後、工程（Ｓ２２）における水素およびプロパンの各条件、ならびに反応室内の温度条件は維持しな

がら、時点 t_{p5} より炭化珪素のエピタキシャル成長に用いる他の原料ガスとしてのモノシラン (SiH_4) と、アンモニア (NH_3) および／または窒素 (N_2) を含むドーパントガスを反応室内にさらに導入する。これにより、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に、炭化珪素からなるエピタキシャル層 2 を成長させる。

[0042] このように、工程 (S 2 2) と工程 (S 3 0) とを連続して実施することで、工程 (S 2 2) において炭化珪素基板 1 の主表面 1 A に対して炭素原子を導入して、主表面 1 A の炭素原子と珪素原子の組成比の偏りを緩和した状態で、当該主表面 1 A 上に炭化珪素からなるエピタキシャル層 2 を成長させることができると考えられる。この結果、本実施の形態に係る炭化珪素搬送体の製造方法により得られた炭化珪素半導体基板 1 0 の主表面 2 A は、荒れの少ない平坦な面とすることができる。

[0043] 以上のように、本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法は、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A を気相エッチングする工程 (S 2 0) において、主表面 1 A を水素のみにより気相エッチングして、主表面 1 A 上に付着、堆積している炭化物や珪化物からなる異物や、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に形成されている欠陥を確実に除去することができる。さらに、図 4 の期間 I I I、I V のように確実に除去することができるまで水素のみによる気相エッチング工程を実施した後、時点 t_{p4} から反応室内に水素に加えてプロパンを供給することにより、主表面 1 A に炭素原子を導入することができる。その結果、当該主表面 1 A 上に炭化珪素をエピタキシャル成長させて得られる本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板 1 0 は、水素とプロパンとの混合ガスによる気相エッチング後にエピタキシャル成長する従来の炭化珪素半導体基板の製造方法で得られる炭化珪素半導体基板と比べて、エピタキシャル成長前に主表面 1 A 上の異物や欠陥が確実に除去できているため、主表面 2 A は荒れの少ない平坦な面とすることができる。さらに、本実施の形態に係る炭化珪素半導体基板の製造方法は、水素のみによる気相エッチング後にエピタキシャル成長する従来の他の炭化珪素半導体基板の製造方法で得られ

る炭化珪素半導体基板と比べても、エピタキシャル成長前に主表面 1 A に炭素原子を導入することができるため、成長後の主表面 2 A は荒れの少ない平坦な面とすることができる。

[0044] 本実施の形態においては、工程 (S 2 2) の処理時間 t_2 は 10 秒であったが、これに限られるものではない。処理時間 t_2 の下限値については、後述する実施例より、たとえば 5 秒以上とすればよい。また、工程 (S 2 2) の処理時間 t_2 の上限値は、水素のみにより炭化珪素基板 1 の主表面 1 A を気相エッチングする工程 (S 2 1) を備えており、かつ工程 (S 2 0) 全体の処理時間 t_1 が 300 秒程度である限りにおいて、処理時間 t_1 以下の任意の時間として設定してもよい。好ましくは、処理時間 t_2 の上限値は 20 秒である。このようにしても、得られる炭化珪素半導体基板 10 の主表面 2 A を荒れの少ない平坦な面とすることができる。一方で、炭化珪素半導体基板 10 の製造コストを抑えるという観点から、工程 (S 2 2) の処理時間 t_2 を上述のような必要十分な時間としてプロパンの使用量を抑え、荒れの少ない平坦な主表面 2 A を有する炭化珪素半導体基板 10 を実現するのが好ましい。

[0045] また、本実施の形態において、工程 (S 2 0) は、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A を気相エッチングする際に、エッチングガスとして H_2 を用いているが、これに限られるものではない。たとえば、塩化水素 (HCl) や塩素 (Cl_2) を用いて気相エッチングを行っても良い。このようにしても、主表面 1 A 上に付着、堆積している炭化物や珪化物からなる異物や、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A 上に形成されている欠陥を確実に除去することができる。

[0046] また、本実施の形態において、工程 (S 2 2) における炭素原子を含有するガスとしてプロパンを用いているが、これに限られるものではない。たとえば、炭素原子を含有するガスとしてブタン (C_4H_{10}) やメタン (CH_4) を用いてもよい。このようにしても、工程 (S 2 2) において、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A に炭素原子を導入することができる。

[0047] また、本実施の形態において、工程 (S 2 1) から工程 (S 3 0) にか

て、水素の流量は工程（S 3 0）におけるキャリアガスとしての流量と同一に設定されていたが、これに限られるものではない。また、工程（S 2 2）から工程（S 3 0）にかけて、プロパンの流量は工程（S 3 0）における原料ガスとしての流量と同一に設定されていたが、これに限られるものではない。また、工程（S 2 1）から工程（S 3 0）にかけて、反応室内の温度は工程（S 3 0）における成長温度と同一に設定されていたが、これに限られるものではない。各条件ともに適宜変更することは可能である。しかし、図 4 に示すように、工程（S 2 1）から工程（S 3 0）にかけて温度条件やガスの流量などの条件をあまり変動させることなく連続処理するのが好ましい。このようにすれば、安定した条件下で気相エッチング工程およびエピタキシャル成長工程を実施することができる。

[0048] ここで、上述した実施の形態と一部重複する部分もあるが、本発明の特徴的な構成を列挙する。

[0049] この発明に従った炭化珪素半導体基板の製造方法は、種基板（炭化珪素基板 1）を準備する工程（工程（S 1 0））と、種基板（炭化珪素基板 1）の表面（主表面 1 A）を気相エッチングする工程（工程（S 2 0））と、表面（主表面 1 A）上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる工程（工程（S 3 0））とを備える。気相エッチングする工程（工程（S 2 0））の途中から、炭素原子含有ガスを種基板（炭化珪素基板 1）に供給する。

[0050] これにより、気相エッチングする工程（工程（S 2 0））により、炭化珪素基板 1 の主表面 1 A に付着、堆積した異物等を確実に除去することができるとともに、当該気相エッチング工程の途中から炭素原子含有ガスを炭化珪素基板 1 の主表面 1 A に供給することができる。このとき、主表面 1 A を構成する炭素原子は、気相エッチングされることにより、珪素原子よりも高い確率で水素原子と反応して炭化水素として除去される。このため、主表面 1 A において炭素原子は不足し、炭素原子と珪素原子との組成比は種基板として最適な値から乖離していると考えられる。具体的には、この状態の主表面 1 A 上にエピタキシャル成長して得られる炭化珪素半導体基板 1 0 の主表面

2 Aは、荒れてしまい、平坦性が悪くなる場合がある。そのため、十分な気相エッチングを行った上で、さらに主表面1 Aに炭素原子を供給した状態で気相エッチングすることにより、気相エッチングを炭素原子を含む雰囲気下で実施することができる。このとき、炭素原子を含む雰囲気下で主表面1 Aを気相エッチングすることで、主表面1 A上近傍で炭素原子の分圧が上がり、主表面1 Aの炭化珪素を構成する炭素原子に対する気相エッチングの除去効果が抑えられる。その結果、当該主表面1 A上に炭化珪素をエピタキシャル成長させることで、表面の荒れの少ない平坦な主表面を有する炭化珪素半導体基板1 0を得ることができる。

[0051] 上記エピタキシャル成長させる工程（工程（S 3 0））に先立って、炭素原子含有ガス中の炭素原子が種基板（炭化珪素基板1）の表面（主表面1 A）に導入されていてもよい。

[0052] 上述のように、炭素原子が不足していると考えられる気相エッチングする工程（工程（S 2 0））における主表面1 Aに対して工程（S 2 2）において炭素原子を供給することで、主表面1 Aの炭化珪素を構成する炭素原子に対する気相エッチングの除去効果を抑制できるだけでなく、気相エッチングの当該炭素原子を主表面1 Aに導入することができると考えられる。

[0053] 上記炭素原子含有ガスは、エピタキシャル成長させる工程（工程（S 3 0））で用いる原料ガスの一つであってもよい。

[0054] このようにすることで、気相エッチングする工程（工程（S 2 0））と炭化珪素をエピタキシャル成長する工程（工程（S 3 0））とを容易に連続して実施することができる。連続して実施することにより、より効果的に、エピタキシャル成長により得られる炭化珪素半導体基板1 0の主表面2 Aの荒れを抑制できる。

[0055] 上記気相エッチングする工程（工程（S 2 0））における炭素原子含有ガスの流量は、エピタキシャル成長させる工程（工程（S 3 0））での炭素原子含有ガスの流量と等しくてもよい。

[0056] このようにすることで、気相エッチングする工程（工程（S 2 0））と炭

化珪素をエピタキシャル成長する工程（工程（S 3 0））とをさらに容易に連続して実施することができる。

[0057] 上記気相エッチングする工程（工程（S 2 0））において、工程（S 2 2）に示すように炭素原子含有ガスを種基板（炭化珪素基板 1）に 1 0 秒以上供給した後、続けてエピタキシャル成長させる工程（工程（S 3 0））を実施してもよい。

[0058] このようにすれば、後述する実施例より、炭化珪素半導体基板 1 0 の主表面 2 A を荒れの少ない、平坦な面とすることができる。

実施例

[0059] 以下、本発明の実施例について説明する。

（実施例 1）

本実施例 1 に係る炭化珪素半導体基板を以下の方法で作製した。

[0060] まず、外径が 4 インチで厚みが 3 5 0 μm の炭化珪素基板を準備した。

次に、当該炭化珪素基板を C V D 装置の基板ホルダに配置して、反応室内の温度を 1 1 0 0 $^{\circ}\text{C}$ とする真空ベークを約 1 0 分実施した。その後、反応室内に水素を流量 5 0 s c c m 導入するとともに、反応室内の温度を 1 5 8 0 $^{\circ}\text{C}$ まで昇温させた。1 5 8 0 $^{\circ}\text{C}$ に到達してから、9 分 5 0 秒後に反応室内にプロパンの供給を開始した。プロパンの流量は、3 0 s c c m とした。プロパンの供給開始から 1 0 秒後に、シランおよび NH_3 を含むドーパントガスの供給を開始して、当該炭化珪素基板の主表面上に炭化珪素のエピタキシャル成長を開始した。

[0061] このようにして、不純物濃度が $1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 、厚さ 0.5 μm の炭化珪素のエピタキシャル層を形成した。なお、 NH_3 の流量は 0.05 s c c m とした。炭化珪素のエピタキシャル成長は、反応室内の圧力を $8 \times 10^3 \text{ Pa}$ 以上 $12 \times 10^3 \text{ Pa}$ 以下として実施した。

[0062] （実施例 2）

実施例 2 に係る炭化珪素半導体基板は、反応室内の温度が 1 5 8 0 $^{\circ}\text{C}$ に到達してから、反応室内にプロパンを供給するまでの時間を 9 分 4 5 秒とし、

プロパンの供給開始から15秒後に、シランおよび NH_3 を含むドーパントガスの供給を開始した。それ以外の条件は実施例1と同条件として作製した。

[0063] (比較例1)

比較例1に係る炭化珪素半導体基板を以下の方法で作製した。まず、外径が4インチで厚みが $350\mu\text{m}$ の炭化珪素基板を準備した。

[0064] 次に、当該炭化珪素基板をCVD装置の基板ホルダに配置して、反応室内の温度を 1100°C とする真空ベークを約10分実施した。その後、反応室内に水素を流量 50 sccm 導入するとともに、反応室内の温度を 1580°C まで昇温させた。 1580°C に到達してから、6分50秒後に反応室内にプロパンの供給を開始した。プロパンの流量は、 30 sccm とした。プロパンの供給開始から190秒後に、シランおよび NH_3 を含むドーパントガスの供給を開始して、当該炭化珪素基板の主表面上に炭化珪素のエピタキシャル成長を開始した。

[0065] 不純物濃度が $1.0 \times 10^{18}\text{ cm}^{-3}$ 、厚さ $0.5\mu\text{m}$ の炭化珪素のエピタキシャル層を形成した。 NH_3 の流量は 0.05 sccm とした。炭化珪素のエピタキシャル成長は、反応室内の圧力を $8 \times 10^3\text{ Pa}$ 以上 $12 \times 10^3\text{ Pa}$ 以下として実施した。

[0066] (比較例2)

比較例2に係る炭化珪素半導体基板は、反応室内にプロパンを供給するタイミングはシランを供給するタイミングと同時とし、それ以外の条件は実施例1と同条件として作製した。つまり、比較例2においては、水素のみによる気相エッチングを10分間実施した後、炭化珪素のエピタキシャル成長を開始した。

[0067] (評価)

実施例1、2および比較例1、2に係る炭化珪素半導体基板の主表面に対し、AFM(NanoScopeIII)を用いて二乗平均面粗さ(RMS値)を測定した。

[0068] (結果)

実施例 1、2 に係る炭化珪素半導体基板の主表面の R M S 値は 0. 8 n m 以下であった。一方、比較例 1 に係る炭化珪素半導体基板の主表面の R M S 値は 1. 8 n m であった。比較例 2 に係る炭化珪素半導体基板の主表面の R M S 値は 2. 6 n m であった。

[0069] つまり、実施例 1、2 に係る炭化珪素半導体基板の主表面は、荒れが少なく、平坦性を有していた。一方、比較例 1、2 に係る炭化珪素半導体基板の主表面は、R M S 値が高く、荒れていた。

[0070] 以上のように本発明の実施の形態および実施例について説明を行なったが、上述の実施の形態および実施例を様々に変形することも可能である。また、本発明の範囲は上述の実施の形態および実施例に限定されるものではない。本発明の範囲は、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を含むことが意図される。

符号の説明

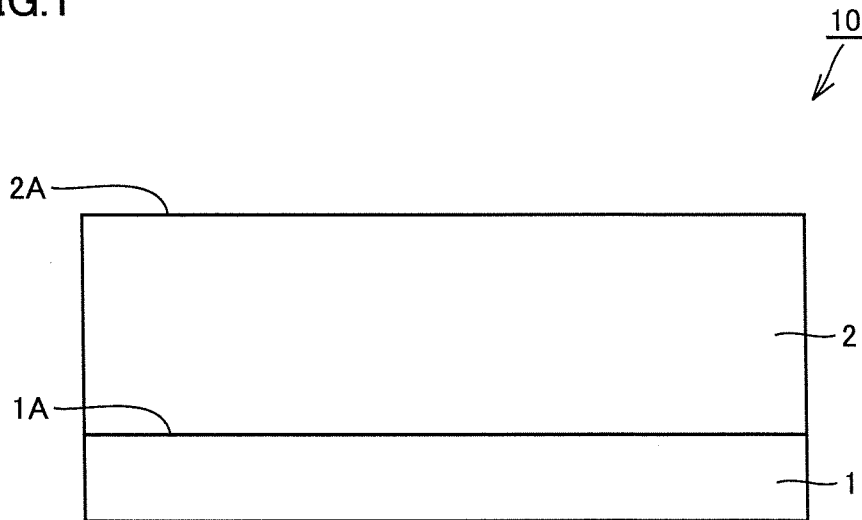
[0071] 1 炭化珪素基板、1 A, 2 A 主表面、2 エピタキシャル層、1 0 炭化珪素半導体基板、1 1 基板ホルダ、1 2 誘導加熱用コイル、1 3 石英管、1 4 断熱材、1 5 発熱体、1 6 配管、1 0 0 C V D 装置。

請求の範囲

- [請求項1] 種基板を準備する工程と、
前記種基板の表面を気相エッチングする工程と、
前記表面上に炭化珪素をエピタキシャル成長させる工程とを備え、
前記気相エッチングする工程の途中から、炭素原子含有ガスを前記種基板に供給する、炭化珪素半導体基板の製造方法。
- [請求項2] 前記エピタキシャル成長させる工程に先立って、前記炭素原子含有ガス中の炭素原子が前記種基板の前記表面に導入されている、請求項1に記載の炭化珪素半導体基板の製造方法。
- [請求項3] 前記炭素原子含有ガスは、前記エピタキシャル成長させる工程で用いる原料ガスの一つである、請求項1または請求項2に記載の炭化珪素半導体基板の製造方法。
- [請求項4] 前記気相エッチングする工程における前記炭素原子含有ガスの流量は、前記エピタキシャル成長させる工程での前記炭素原子含有ガスの流量と等しい、請求項3に記載の炭化珪素半導体基板の製造方法。
- [請求項5] 前記気相エッチングする工程において、前記炭素原子含有ガスを前記種基板に10秒以上供給した後、続けて前記エピタキシャル成長させる工程を実施する、請求項1～請求項4のいずれか1項に記載の炭化珪素半導体基板の製造方法。

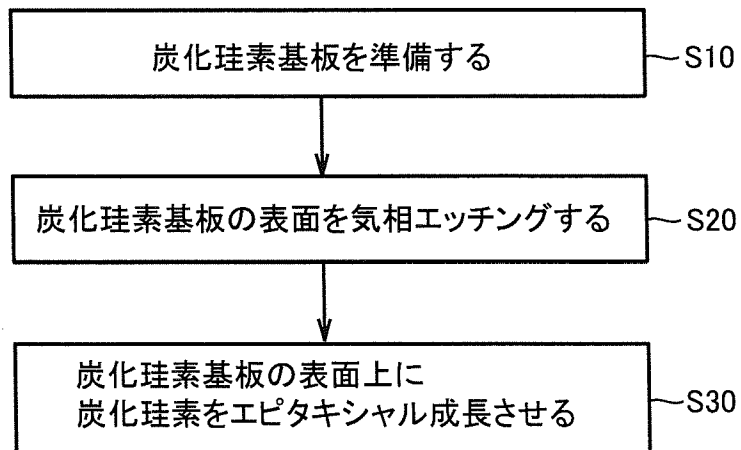
[図1]

FIG.1



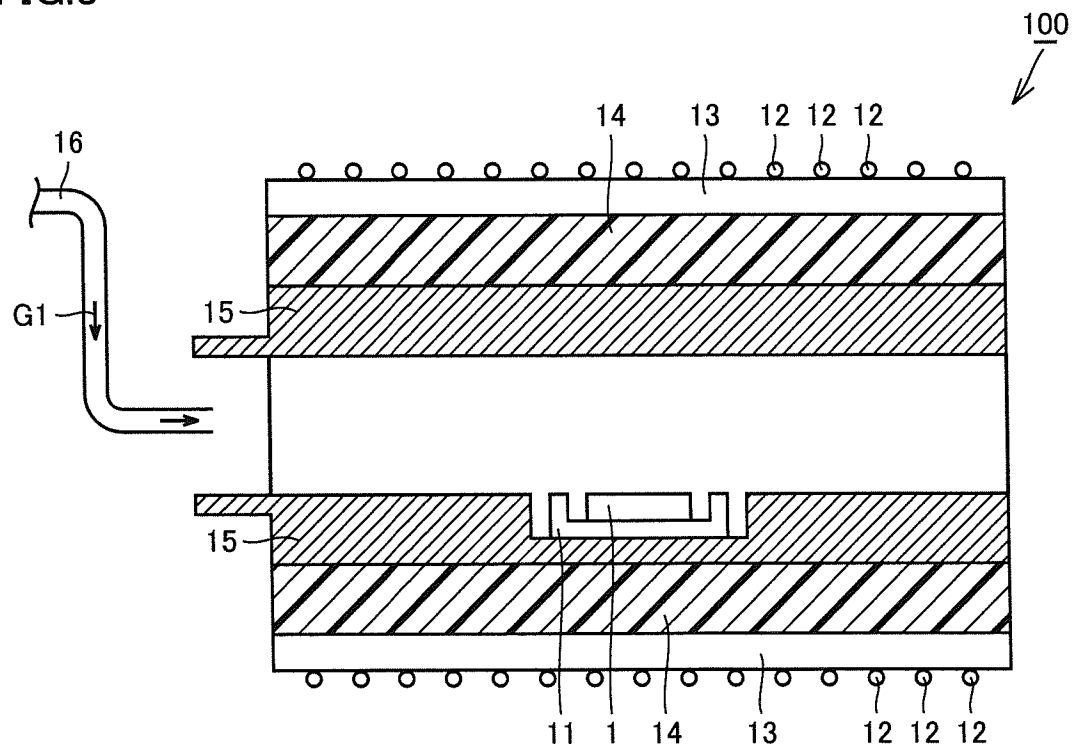
[図2]

FIG.2



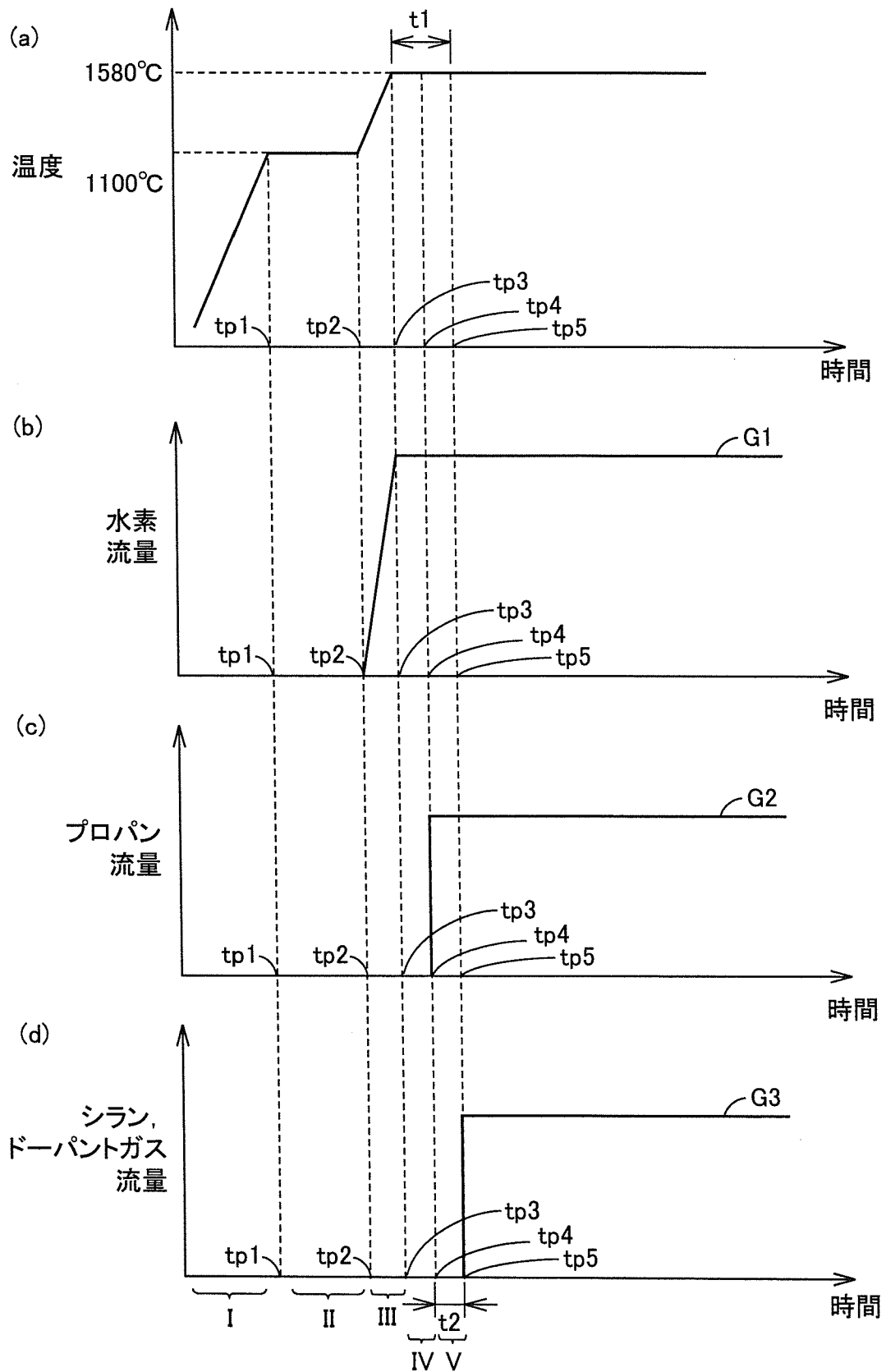
[図3]

FIG.3



[図4]

FIG.4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/058524

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01)i, C23C16/02(2006.01)i, C23C16/42(2006.01)i, C30B25/14(2006.01)i, H01L21/205(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, C23C16/00-16/56, H01L21/205

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 2006/022282 A1 (Bridgestone Corp.), 02 March 2006 (02.03.2006), paragraphs [0035], [0036], [0038], [0039], [0041], [0042] & US 2008/0213536 A1 & EP 1785512 A1 & WO 2006/022282 A1	1-5
X	JP 2010-095431 A (Toyota Motor Corp.), 30 April 2010 (30.04.2010), paragraphs [0043], [0044]; fig. 5 (Family: none)	1, 2, 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
17 June, 2014 (17.06.14)

Date of mailing of the international search report
01 July, 2014 (01.07.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/058524

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2010/087518 A1 (Nippon Steel Corp.), 05 August 2010 (05.08.2010), entire text & US 2011/0278596 A1 & EP 2395133 A1 & WO 2010/087518 A1 & CN 102301043 A & KR 10-2011-0093892 A	1-5
A	WO 2012/067112 A1 (Nippon Steel & Sumitomo Metal Corp.), 24 May 2012 (24.05.2012), entire text & US 2013/0217213 A1 & EP 2642001 A1 & WO 2012/067112 A & WO 2012/067112 A1 & CN 103228827 A & KR 10-2013-0076872 A	1-5
A	JP 2008-222509 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 25 September 2008 (25.09.2008), entire text (Family: none)	1-5
A	JP 2009-274899 A (Toyota Motor Corp.), 26 November 2009 (26.11.2009), entire text (Family: none)	1-5

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, C23C16/02(2006.01)i, C23C16/42(2006.01)i, C30B25/14(2006.01)i, H01L21/205(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, C23C16/00-16/56, H01L21/205

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

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

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	WO 2006/022282 A1 (株式会社ブリヂストン) 2006.03.02, 段落[0035], [0036], [0038], [0039], [0041], [0042] & US 2008/0213536 A1 & EP 1785512 A1 & WO 2006/022282 A1	1-5
X	JP 2010-095431 A (トヨタ自動車株式会社) 2010.04.30, 段落[0043], [0044], 図 5 (ファミリーなし)	1,2,5

☒ 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

「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

1 7 . 0 6 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

0 1 . 0 7 . 2 0 1 4

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）

若土 雅之

4 G

3 7 7 4

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

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	WO 2010/087518 A1 (新日本製鐵株式会社) 2010.08.05, 全文 & US 2011/0278596 A1 & EP 2395133 A1 & WO 2010/087518 A1 & CN 102301043 A & KR 10-2011-0093892 A	1-5
A	WO 2012/067112 A1 (新日鐵住金株式会社) 2012.05.24, 全文 & US 2013/0217213 A1 & EP 2642001 A1 & WO 2012/067112 A & WO 2012/067112 A1 & CN 103228827 A & KR 10-2013-0076872 A	1-5
A	JP 2008-222509 A (松下電器産業株式会社) 2008.09.25, 全文 (ファミリーなし)	1-5
A	JP 2009-274899 A (トヨタ自動車株式会社) 2009.11.26, 全文 (ファミリーなし)	1-5