

(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
2015年3月12日(12.03.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/033752 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/205 (2006.01) C30B 25/20 (2006.01)
C23C 16/42 (2006.01) C30B 29/36 (2006.01)
C23C 16/44 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/071380
- (22) 国際出願日: 2014年8月13日(13.08.2014)
- (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 2013-183373 2013年9月4日(04.09.2013) JP
- (71) 出願人: 昭和電工株式会社(SHOWA DENKO K.K.)
[JP/JP]; 〒1058518 東京都港区芝大門一丁目13番9号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 小田原 道哉(ODAWARA Michiya); 〒3691893 埼玉県秩父市下影森1505番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP). 田島 裕(TAJIMA Yutaka); 〒3691893 埼玉県秩父市下影森1505番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP). 武藤大祐(MUTO Daisuke); 〒3691893 埼玉県秩父市下

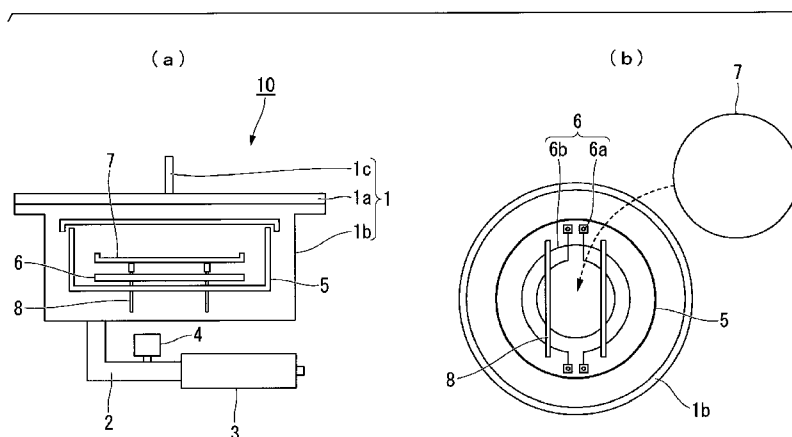
影森1505番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP). 百瀬 賢治(MOMOSE Kenji); 〒3691893 埼玉県秩父市下影森1505番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP).

- (74) 代理人: 志賀 正武, 外(SHIGA Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目9番2号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, 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

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING SiC EPITAXIAL WAFER

(54) 発明の名称: SiCエピタキシャルウェハの製造方法



(57) Abstract: This method for producing an SiC epitaxial wafer comprises: a step for vacuum baking a coated carbon material member at a vacuum degree of 2.0×10^{-3} Pa or less in a vacuum baking furnace for exclusive use; a step for placing the coated carbon material member in an epitaxial wafer production apparatus; and a step for disposing an SiC substrate in the epitaxial wafer production apparatus and epitaxially growing an SiC epitaxial film on the SiC substrate.

(57) 要約: 本発明のSiCエピタキシャルウェハの製造方法は、コーティングされた炭素系材料部材を、専用の真空バーク炉において 2.0×10^{-3} Pa以下の真空度で真空バークする工程と、前記コーティングされた炭素系材料部材を、エピタキシャルウェハ製造装置に設置する工程と、前記エピタキシャルウェハ製造装置内にSiC基板を配置し、そのSiC基板上にSiCエピタキシャル膜をエピタキシャル成長させる工程と、を有する。



WO 2015/033752 A1



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))

明 細 書

発明の名称： S i Cエピタキシャルウェハの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、S i Cエピタキシャルウェハの製造方法に関する。本願は、2013年9月4日に、日本に出願された特願2013-183373に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 一般に半導体や半導体素子の製造工程などの、基板上に薄膜を形成する工業的手法として化学的気相成長法が用いられている。この化学的気相成長法を用いて、作製された半導体は産業上多くの分野で利用されている。

例えば、炭化珪素（S i C）は、シリコン（S i）に対して、バンドギャップが約3倍、絶縁破壊電界強度が約10倍、熱伝導度が約3倍という優れた物性を有しており、パワーデバイス、高周波デバイス、高温動作デバイス等への応用が期待されている。

[0003] このようなS i Cデバイスの製造には、通常、S i Cエピタキシャルウェハが用いられる。このS i Cエピタキシャルウェハは、昇華再結晶法等を用いて作製されたS i C単結晶基板（S i Cウェハ）の面上に、S i C半導体デバイスの活性領域となるS i C単結晶薄膜（S i Cエピタキシャル層）をエピタキシャル成長させることで作製される。

[0004] エピタキシャルウェハの製造装置としては、チャンバー内に原料ガスを供給しながら、加熱されたS i Cウェハの面上にS i Cエピタキシャル層を堆積成長させる化学的気相成長（CVD）装置が用いられる。

S i Cのエピタキシャル成長は、1500℃以上の高温で行われる。そのため、エピタキシャルウェハの製造装置の部材としては、耐熱性に優れ、なおかつ熱伝導率の良いグラファイト（カーボン）材料や、グラファイト基材の表面をT a C等でコーティングされたものが一般に使用されている。

[0005] しかしながら、これらの炭素系材料の部材は、通常一定量の窒素を内包し

ている。窒素は、S i C等の化合物半導体に取り込まれるとドーパントになってしまう。そのため、炭素系材料の部材を有する製造装置で製造されたエピタキシャルウェハを用いて半導体デバイスを製造すると、その特性が劣化する。

特許文献1には、S i Cエピタキシャルウェハの製造装置内において、エピタキシャル成長前にグラファイトサセプタを真空ベークすることで、グラファイトサセプタ内に内包する窒素を低減すること、及び、内包する窒素低減後のグラファイトサセプタの表面にS i及びS i Cの少なくとも一方の被膜をコートすることが開示されている。特許文献2には、ハロゲンガス雰囲気下で炭素系材料を圧力1 0 0 P a以下、1 8 0 0℃以上で熱処理し、炭素系材料中の窒素を放出させた後、希ガス雰囲気下で室温まで冷却する低窒素濃度炭素系材料の製造方法が開示されている。特許文献3には、ウェハを載置する部分の少なくとも一部が炭化タンタル又は炭化タンタル被覆黒鉛材であるサセプタが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2 0 0 3－0 8 6 5 1 8号公報

特許文献2：特開2 0 0 2－2 4 9 3 7 6号公報

特許文献3：特開2 0 0 6－0 6 0 1 9 5号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] しかし、特許文献2に開示されているようにコーティングされていない無垢の炭素系材料部材に対して低窒素濃度処理を施しても、大気中に暴露すると、炭素系材料部材が大気中の窒素を吸収してしまう。そのため、窒素を含有する雰囲気（大気等）から遮断した状態で、部材を取り扱う必要がある。一般に生産現場では、実際に成膜を行うエピタキシャルウェハ製造装置内で真空ベークを行い、大気中に部材が暴露されることを防いでいる。この場合

、真空ベーク中はエピタキシャルウェハ製造装置で成膜することができなくなり、生産効率が著しく低下する。

また、ウェハを装置内に出し入れする際にも、環境をグローブボックスのような Ar 環境中に置く、又は一度ロードロック室等で Ar 置換処理後に炉内に搬送することで、窒素ガスの炉内への持ち込みを極力抑制し、無垢の炭素系材料部材への窒素ガスの再付着および侵入を防ぐ必要があった。

[0008] 一方、特許文献1や特許文献3に開示されているように、従来から炭素系材料部材への窒素ガスによる影響を抑制する手段として、 SiC や TaC 等で炭素系材料部材をコーティングすることが実施されてきた。しかしながら、エピタキシャルウェハの製造中に、コーティング形成上の不具合および破損等に起因した炭素系材料部材内の窒素ガスの脱離が発生し、堆積成長させるエピタキシャル膜のキャリア濃度制御性が不安定になる場合があった。

[0009] 例えば、市販の SiC エピタキシャルウェハ製造装置に使用される TaC コーティングされた炭素系材料部材は、装置内にその新品を装着して、 SiC エピタキシャルウェハを作製した場合、ウェハ内の初期のキャリア濃度バックグラウンドは $4 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ 程度と、 SiC デバイスに用いる SiC エピタキシャルウェハとしての適正なキャリア濃度バックグラウンド($1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下)の値に比べ非常に高くなる。

ここで、キャリア濃度バックグラウンドとは、新品の炭素系材料部材をエピタキシャルウェハ製造装置に装着し、 SiC エピタキシャル膜をアンドープで作製した際の SiC のキャリア濃度を意味する。

[0010] コーティングされた炭素系材料部材は、 $5 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度のグレインが緻密に凝集し隙間なく炭素系材料部材をコーティングしているため、コーティングが新しい新品の状態で、十分に内包する窒素を脱離させるためには、長時間のベークングが必要である。

そのため、生産現場では、エピタキシャルウェハ製造装置内で1週間程度のエージング処理(真空ベーク)が行われてきた。この間、製品(エピタキシャルウェハ)の製造を行うことができなくなり、生産効率が著しく落ちてし

もうという問題があった。

[0011] SiCデバイスのキラ欠陥となる表面欠陥は、装置の内壁や装置内の部材に堆積したデポ堆積物がエピタキシャル成長プロセス中に飛来してエピタキシャル膜に取り込まれることが主因の一つである。TaCコート炭素系材料部材の交換直後は、かかるデポ堆積物が少なく、表面欠陥密度が低い高品質のエピタキシャルウェハを作製するためには有利である。しかしながら、部材の交換直後はエージング処理を行う必要があるため、エピタキシャルウェハの作製を行うことができない。すなわち、高品質のエピタキシャルウェハ作製に適した期間を有効活用できないという問題もあった。

[0012] 本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、生産効率を高く、かつSiCエピタキシャルウェハ製造装置内で用いる部材を真空バークした後に大気環境中に暴露することが可能となることで取り扱いが容易なエピタキシャルウェハの製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0013] 本発明は、以下の手段を提供する。

(1) コーティングされた炭素系材料部材を、専用の真空バーク炉において 2.0×10^{-3} Pa以下の真空度で真空バークする工程と、前記コーティングされた炭素系材料部材を、エピタキシャルウェハ製造装置に設置する工程と、前記エピタキシャルウェハ製造装置内にSiC基板を配置し、そのSiC基板上にSiCエピタキシャル膜をエピタキシャル成長させる工程と、を有するSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

(2) 前記真空度が 1.0×10^{-5} Pa以下であることを特徴とする(1)に記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

(3) 前記真空バークを 1400°C 以上の温度で行うことを特徴とする(1)又は(2)のいずれかに記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

(4) 前記真空バークを10時間以上行うことを特徴とする(1)～(3)のいずれか一つに記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

(5) 前記真空バークを、 1500°C での窒素分圧が 1.0×10^{-7} Pa以

下になるまで行うことを特徴とする（１）～（４）のいずれか一つに記載のＳｉＣエピタキシャルウェハの製造方法。

（６）前記コーティングされた炭素系材料部材が、サセプタ、サテライト、シーリング、イグゾースtring、からなる群から選択されたいずれかを含むことを特徴とする（１）～（５）のいずれか一つに記載のＳｉＣエピタキシャルウェハの製造方法。

（７）前記コーティングが、ＴaCまたはＳｉＣを用いてなされていることを特徴とする（１）～（６）のいずれか一つに記載のＳｉＣエピタキシャルウェハの製造方法。

発明の効果

[0014] 本発明のＳｉＣエピタキシャルウェハの製造方法によれば、コーティングされた炭素系材料部材を、専用の真空ベーク炉において真空ベークする工程を有する構成を採用した。そのため、通常、コーティングされた炭素系材料部材を交換後に、エピタキシャルウェハ製造装置内で約１週間のエージング処理（真空ベーク）を必要としていたが、そのエピタキシャルウェハ製造装置の占有時間を無くすることができる。これにより、通常生産ロスとなっていた約１週間を全て生産に利用することができるようになり、生産効率を著しく向上することができる。

専用のベーク炉とは、エピタキシャル膜を成長させる工程に用いる炉とは別に、所定条件のベーキングを行うために用意される炉のことである。「専用の」とは特定の炉の構造を指すものではない。

[0015] 本発明のＳｉＣエピタキシャルウェハの製造方法によれば、コーティングされた炭素系材料部材を、専用の真空ベーク炉において $2.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下の真空度で真空ベークする工程を有する構成を採用した。そのため、従来、コーティングされた炭素系材料部材から、内包する窒素を脱離させるために約１週間の真空ベークが必要であったが、 1400°C 以上の温度で真空ベークすることにより、１０時間程度の実用的な時間で行うことができ、真空ベークの時間を大幅に短縮することができる。

[0016] この真空ベーク時間の短縮により、新品のコーティングされた炭素系材料部材のコーティング表面が、比較的清浄な期間を利用することが可能となる。S i Cデバイスのキラ欠陥となる表面欠陥は、装置内の内壁部分に堆積したデポ堆積物がパーティクル発生源となってエピタキシャル成長プロセス中に飛来する事が主因である。コーティング表面にデポ堆積物が少ない交換直後の炭素系材料部材は、表面欠陥密度の低いエピタキシャルウェハを作製するために非常に有利であり、この期間を利用することにより、結晶性の高いエピタキシャルウェハを形成することができる。

[0017] さらに真空ベーク後のコーティングされた炭素系材料部材は、コーティングにより炭素系材料の表面が緻密に保護されている。そのため、一旦純化处理（内包する窒素を脱離させる脱ガス処理、真空ベーク）を行えば、数か月程度大気中に保管しても窒素ガスの再侵入は発生せず、良好なキャリア濃度バックグラウンドを得られる。そのため、純化处理後のコーティングされた炭素系材料部材を一定期間ストックしておくことが可能である。これは生産性の面で非常に有利である。

[0018] 本発明は、専用のベーク炉でコーティングされた炭素系材料部材の真空ベーク処理を行っている。そのため、ベーク炉からエピタキシャルウェハ製造装置へ搬送する必要がある。前述のように、コーティングされた炭素系材料部材は、コーティングによりグラファイトの表面を緻密に保護されているため、大気中に露出することができる。すなわち、搬送時の環境を気にする必要がなく、作業性の面でも非常に有利である。エピタキシャルウェハ製造装置と連結していない専用のベーク炉から、コーティングされた炭素系材料部材を大気に晒した後、エピタキシャルウェハ製造装置に設置することができる。

図面の簡単な説明

[0019] [図1] S i Cエピタキシャルウェハ製造装置におけるT a Cコーティングされた炭素系材料部材交換に伴う、成膜されたS i Cウェハのキャリア濃度、表面欠陥密度の推移を示すグラフであり、（a）はキャリア濃度の推移、（b

)は表面欠陥密度の推移を模式的に示したグラフである。

[図2]T a Cコーティングされたグラファイトの表面を光学顕微鏡で観察したものであり、(a)は新品の表面であり、(b)は1600℃で200時間加熱した後の表面である。

[図3]本発明で適用した専用ベーク炉の一実施形態を示す模式図であり、(a)は断面模式図、(b)は平面模式図である。

[図4]本発明で用いられる化学的気相成長装置の一例を示す断面模式図である。

[図5]T a Cコーティングされた炭素系材料部材を用いて成膜されたS i Cウエハの交換直後から積算加熱時間に対するキャリア濃度の推移を、真空ベークの有無で比較した結果を示すグラフである。

[図6]T a Cコーティングされた炭素系材料部材の真空ベーク条件による、分子量28のガス(窒素)分圧の時間変化を示すグラフである。

[図7]T a Cコーティングされた炭素系部材の全部又は一部を真空ベークし、交換した直後のS i Cエピタキシャル成長でのキャリア濃度バックグラウンドの平均値を示した図であって、(a)部材を真空ベークしていない(初期状態)場合の値であり、(b)部材交換直後に目標とする値であり、(c)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1500℃で100時間真空ベークした場合の値であり、(d)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1500℃で200時間真空ベークした場合の値であり、(e)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1600℃で200時間真空ベークした場合の値であり、(f)サセプタを除く炭素部材3種類を1700℃で200時間真空ベーキングし、サセプタのみ部材ベーキングなしの場合の値であり、(g)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1700℃で200時間真空ベークした場合の値である。

[図8]T a Cコーティングされた炭素系材料部材の部材毎による、分子量28のガス(窒素)分圧の時間変化を示すグラフである。

[図9]真空度 1.0×10^{-5} Pa で、200時間真空バークした場合の、窒素分圧及びキャリア濃度バックグラウンドの温度依存性を示すグラフである。

発明を実施するための形態

[0020] 以下、本発明を適用したエピタキシャルウェハの製造方法について、図面を用いてその構成を説明する。以下の説明で用いる図面は、特徴をわかりやすくするために便宜上特徴となる部分を拡大して示している場合があり、各構成要素の寸法比率などは実際と同じであるとは限らない。以下の説明において例示される材料、寸法等は一例であって、本発明はそれらに限定されるものではなく、その要旨を変更しない範囲で適宜変更して実施することが可能である。

[0021] 本発明のエピタキシャルウェハの製造方法は、コーティングされた炭素系材料部材を、専用の真空バーク炉において 2.0×10^{-3} Pa 以下の真空度で真空バークする工程と、コーティングされた炭素系材料部材を、エピタキシャルウェハ製造装置に設置する工程と、エピタキシャルウェハ製造装置内に SiC 基板を配置し、その SiC 基板上に SiC エピタキシャル膜をエピタキシャル成長させる工程と、を含む。

「炭素系材料部材」における炭素系材料は、グラファイト、パイロリティックグラファイト等の炭素（カーボン）を主成分とする材料全般を意味する。すなわち、カーボン材料、炭素材料等の名称で特定される材料全般を意味する。

[0022] 図1(a)は、図4に一例を示す従来の SiC エピタキシャルウェハ製造装置において、純化处理（真空バーク）を行わずに、通常の生産サイクルで、TaCコーティングされた炭素系材料からなる4種類の部材（サセプタ24、サテライト26、シーリング22、イグゾーストリング23、上記の部材に付随する小さな部品がある場合は、それらを上記部材に含め一つのユニットと考える）を用いて作製した、SiC エピタキシャルウェハにおけるキャリア濃度（SiC エピタキシャル膜中のキャリア濃度）の推移を示したグラフである。

縦軸はS i Cエピタキシャルウェハのキャリア濃度であり、横軸は積算加熱時間（エピ成長に伴う加熱の積算時間）である。上記4種類のT a Cコーティングされた炭素系材料部材の交換直後を0時間とし、2ヵ月後までのキャリア濃度バックグラウンド（故意のドーピングを行わないで実施したエピタキシャル成長でのキャリア濃度）の推移を示している。図1（a）において、◇と□のプロット及び破線がキャリア濃度を表している。プロット◇と□の違いは、エピタキシャル膜の厚さが違うだけであり、その厚さは◇<□の関係である。

[0023] 図1（b）はダウンフォールに起因したS i Cエピタキシャル膜中の表面欠陥密度の変化の推移イメージを表している。ここで、ダウンフォールとは、装置内の内壁部分に堆積したデポ堆積物がパーティクル発生源となってエピタキシャル成長プロセス中に飛来し、エピタキシャル成長膜に取り込まれ、欠陥となるものを意味する。図1（a）と図1（b）の横軸は共通であり、リアクターの中の黒鉛部材を新品に交換した時を起点とした積算加熱時間である。この積算加熱時間は、エピタキシャル成長の時間（エピタキシャル成長と同様の加熱条件（温度・真空度）でベーキングを行った場合は、それも含める）である。真空度は、通常S i Cのエピタキシャル成長時に用いられる 10^{-4} Pa程度の減圧状態で、本願の真空ベーク炉で用いられる真空度より大きく高い圧力条件である。

[0024] 図1（a）の例では、当該部材交換から積算加熱時間が100時間程度までキャリア濃度のバックグラウンドは急速に低下し、それ以降安定化している。このバックグラウンドキャリア濃度は、1回のエピタキシャル成長で行う成長膜厚には関係なく、また、ドーピングを行なったエピタキシャル成長（図にはプロットせず）を間に入れてもその傾向には影響はない。すなわち、バックグラウンドキャリア濃度は、積算加熱時間でほぼ決まる。

[0025] 一方、ダウンフォールに起因する表面欠陥は、図1（b）の例では、加熱時間が500時間経過したあたりから不安定になって増加傾向を示し、最終的には急激に増加する。これは、成膜を繰り返すことにより装置内に堆積す

るデポ堆積物の絶対量が多くなり、デポ堆積物が成膜中にパーティクルとしてウェハ面上に再飛来し、ダウンフォールの密度が増すこと、TaCコートが劣化し、デポ堆積物と共に部材から剥離することが原因と考えられる。

[0026] 一般に、SiCエピタキシャルウェハは、高耐圧品で $1.2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 以下（図1に示したラインA）、通常品で $1.0 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下（図1に示したラインB）、汎用品で $1.1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下（図1に示したラインC）のキャリア濃度バックグラウンドである必要があるが、当該部材交換から1週間までの期間において形成されるSiCエピタキシャルウェハは、通常品としても利用することができないものとなっている。

また、ダウンフォールに起因する表面欠陥があるエピタキシャルウェハは製品とはならないため、当該部材が使用できる期間は、積算加熱時間に対して上限が限られている。

生産現場では当該部材交換後一定期間は、SiCエピタキシャルウェハ製造装置においてはエピタキシャルウェハの製造を行うことができず、ベーキングやダミーエピタキシャル成長を行って積算加熱時間を累積させる対応を取っていた。エピタキシャル成長装置の各部材をベーキングに用いる場合、装置上の制約及びその後のエピタキシャル成長への影響から、エピタキシャル成長と同様の温度や圧力の条件で行われる。このエピタキシャル成長装置を用いた加熱処理は、その期間が全て生産に寄与しない稼働時間として、生産ロスとなっていた。当該部材は、上述のように、パーティクルに起因する表面欠陥の増加の点から、使用できる積算加熱時間の制約があるため、このバックグラウンドキャリア濃度の安定化のための生産ロスは極めて大きな問題であった。

[0027] しかしながら、当該生産ロスは当該分野においては、SiCエピタキシャルウェハを製造するための必要コストとして考えられていたところがあり、本発明者もそれを抜本的に解消するための他の研究を知らない。

本発明のSiCエピタキシャルウェハの製造方法は、かかる生産ロスを抜本的に解消するものである。

[0028] 本発明のSiCエピタキシャルウェハの製造方法では、コーティングされた炭素系材料部材を用いるが、コーティングされた部材では、コーティングされていない無垢の部材に比べて、部材に内包するガスを脱ガスすることが難しい。言い換えると、部材に内包するガスを脱ガスするには、部材をコーティングすることは不利である。従って、部材をコーティングするにしても、特許文献1に開示されているように、部材に内包する窒素を低減した後に、部材にコーティングすることが望ましいと考えられていた。

本発明者は、コーティングされた炭素系材料部材について、内包する窒素の脱ガスが十分になされる場合があること、そして、その真空バークの条件を見出したのである。そして、コーティングされた炭素系材料部材について一旦、十分に窒素の脱ガスした後、窒素含有雰囲気（空気）に晒しても、脱ガスの効果を維持できることを見出したのである。本発明のコーティングされた炭素系材料部材は、コーティングされていても一定条件のバークで脱ガスすることが出来、かつ部材を窒素含有雰囲気（空気）にさらしても、実質的には再吸着による窒素の悪影響がないという新たな知見に基づくものである。

[0029] 本発明のSiCエピタキシャルウェハの製造方法では、上記の生産ロスを解消するために、SiCエピタキシャルウェハ製造装置とは別個の専用の真空バーク炉を用いる。そして、その専用の真空バーク炉を用いて、所定の真空バーク条件で脱ガス（純化处理）を行う。

[0030] 専用バーク炉で真空バークする時の真空度は 2.0×10^{-3} Pa以下である。高真空であればあるほど、脱窒素には有利である。その真空度は 1.0×10^{-4} Pa以下であることが好ましく、 1.0×10^{-5} Pa以下であることがより好ましく、 1.0×10^{-6} Pa以下であることがさらに好ましく、 1.0×10^{-7} Pa以下であることがよりもっと好ましい。下限は特に制約はないが、 1.0×10^{-8} より高い真空度を得るためには、排気装置が高価になるので、それ以上の圧力が好ましい。また、 2.0×10^{-3} Pa以下の真空度であれば、ターボ分子ポンプやQMS（4重極質量分析装置）等の真空装置が安定的に稼働することが可能となる。一般の真空バークは、ドライ

ポンプ等を用いることが多いが、本発明における真空ベークは、コーティングされた炭素系材料部材から内包窒素を脱離させるために、高真空以上の真空中で真空ベークを行っている。本発明で行う真空ベークの際の真空度は、ドライポンプだけで達せることができる真空度以上であり、当該真空度を達成できるターボ分子ポンプやイオンゲッターポンプ等を用いる。

[0031] 真空ベーク時の温度は、 1400°C 以上であることが好ましく、 1500°C 以上であることがより好ましく、 1600°C 以上であることがさらに好ましい。 1400°C 以下では、内包する窒素量が十分に脱離するまでに非常に時間がかかってしまう。 1700°C を超える温度は、通常の安価な抵抗加熱では容易に達成することができない。そのためコスト等の観点からは 1700°C 以下の温度することが好ましい。あまり高温にしすぎると、SiCコートされた部材では、コーティングが割れて剥離してしまい、使用できなくなることもある。 1400°C 以上の加熱は、抵抗加熱の他に、高周波加熱など一般に使用されるものを用いて実現できる。

[0032] 真空ベークの時間は、10時間以上行うことが好ましい。10時間以上行くと、4重極質量分析装置(QMS)で検出される窒素ガス分圧が、初期の $1/2 \sim 1/8$ まで減少し、十分に内包する窒素が脱離されていると考えることができるためである。真空ベーク時間は、長ければ長い程内包する窒素を脱離することは可能であり、窒素の脱ガスの効果を高める観点では、20時間以上であることがより好ましく、30時間以上であることがさらに好ましく、それ以上の時間とすることがもっと好ましい。この観点で好ましい時間としては例えば、図8の横軸に示した時間が目安になる。一方、生産性の観点からは短い方が好ましい。従って、生産性の観点から決められる時間を上限として真空ベークを行ってもよい。例えば、その上限として、100時間、150時間、200時間などとしてもよい。

[0033] 真空ベークは、窒素分圧が $1.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下になるまで行うことが好ましい。

$1.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下であれば、SiCウェハをSiC半導体デバイスと

して使用するために十分低いバックグラウンドとなる。窒素分圧は、QMS（4重極質量分析装置）で測定することができる。

- [0034] コーティングされた炭素系材料部材は、炭素系材料の表面に厚さ10～50 μm がコーティングされていることが好ましい。10 μm 未満の場合は、コーティング材料の初期粒径が小さく、十分にグラファイト材料表面を被覆できない。そのため、純化処理後に折角脱離させた窒素ガスの再侵入が発生してしまう。50 μm を超えた場合は、コーティング表面のクラックが発生しやすく、部材寿命をかえって短くしてしまう。

図2は、グラファイト表面に厚さ20 μm のTaC膜をコーティングされた部材の光学顕微鏡写真を示す。図2に示すように、直径20 μm 程度のグレインが凝集して形成されていることが分かる。それぞれのグレインは隙間なく配列して、グラファイト表面を覆っており、このコーティングにより部材の耐久性を向上させている。

- [0035] 一方、このコーティングは、炭素系材料部材の表面を緻密に覆っているため、真空バークによる部材に内包する窒素ガスの脱離を阻害する。そのため、一般に使用されるドライポンプ程度の真空度（1Pa～数100Pa）では、十分に窒素ガスを脱離するのが困難であり効率的ではない。本発明では、高真空環境下で実施する事により、短時間での窒素ガスの脱離を実現できる。

- [0036] 一度窒素ガスの脱離を行うと、コーティングされた炭素系材料部材は、大気中に取り出すことができる。コーティングされていない炭素系材料部材の場合、大気中に取り出すと、大気中の窒素を部材内に再吸収してしまう。これに対しコーティングされた炭素系材料部材の場合、コーティングにより炭素系材料部材の表面を緻密に保護されているため、大気中に取り出しても、内包した窒素を少ないままで維持することができる。すなわち、真空バークした炭素系材料部材を大気中にストックしておくことができる。
- また専用バーク炉からSiCエピタキシャル製造装置へ搬送する際に、周囲の環境を考慮に入れる必要もない。

[0037] コーティングされた炭素系材料部材は、例えば、一般にエピタキシャル成長に用いられる、S i CやT a Cでコーティングされた炭素系材料部材を利用することができる。

[0038] (専用ベーク炉)

図3は、本発明で用いられる専用ベーク炉の一例を示す模式図であり、(a)は断面図であり、(b)は平面図である。

本発明で用いられる専用ベーク炉は、例えば、図3(a)(b)に示すような専用ベーク炉10であり、SUS製のチャンバー1と、チャンバー1から繋がる排気ライン2と、ドライポンプ及びターボ分子ポンプからなる排気設備3と、排気時の窒素ガスを分析するための4重極質量分析装置(QMS)4とを有する。排気ライン2から排気設備3によって、SUS製チャンバー1内を排気減圧することが可能である。

[0039] SUS製のチャンバー1は、蓋部1aと本体部1bとフランジ部1cからなり、周囲には冷却用に流水が流れる流路を有している(図示略)。蓋部1aと本体部1bは、真空排気時に大気の侵入を防ぐために、Oリング等で密着する。フランジ部1cは、中央部にガスの導入ノズルと放射温度計用モニターポートを備えている(図視略)。チャンバー内部には、遮熱板5とヒーター6とトレイ7とトレイを保持するレール8とを有している。

[0040] 遮熱板5は高融点金属板が10枚以上積層したものからなり、高温になる炉内と外部とを熱的に遮断し、かつチャンバー1内を一定の温度に保温するために設けている。

[0041] ヒーター6はグラファイトからなり、抵抗加熱方式のヒーターである。抵抗加熱方式の場合、1700℃程度の温度まで実現することが可能である。またヒーター6は、I N側ヒーター6aとO U T側ヒーター6bの2領域に分割されており、炉内の雰囲気均熱化に対応している。

[0042] トレイ7はグラファイトからなり、上部にエピタキシャルウェハ製造装置用のコーティングされた炭素系材料部材を載置するものである。蓋部1bを本体部1cに対して閉じた際に、トレイ7はトレイ保持用のレール8の上には

ば水平に設置される。トレー 7 の温度は、フランジ部 1 c に設置された放射温度計用モニターポートによって、モニターすることが可能である。

[0043] 排気設備 3 は、ドライポンプとターボ分子ポンプからなり、一般に $10^{-1} \sim 10^{-6}$ Pa 程度の高真空な真空度まで実現することができる。通常、エピタキシャルウェハ製造装置内に設置される部材（治具）のベーキングを行う際、真空引きはドライポンプ程度で行うものであり、ターボ分子ポンプとドライポンプで真空引きを行うことはない。本発明では、かかる排気設備を用いることで高真空まで引いて真空ベークを行う。

[0044] 排気設備 3 により、排気減圧されたチャンバー内の空気は、排気ライン 2 を通過する際に、排気ラインに設置された 4 重極質量分析装置（QMS）4 を同時に通過する。この際に、排気されている脱ガス成分およびその分圧を解析し、窒素ガスの脱離レベルを定期的にモニターすることが可能である。

[0045] （エピタキシャルウェハ製造装置）

図 4 は、本発明で用いられるエピタキシャルウェハ製造装置の一例を示す断面模式図である。

本発明で用いられるエピタキシャルウェハ製造装置は、例えば、図 4 に示すような CVD（化学的気相成長）装置 20 であり、図示を省略する減圧排気可能なチャンバー（成膜室）内に、原料ガス G を供給しながら、加熱されたウェハ W の面上に膜（図示せず。）を堆積成長させるものである。例えば、SiC をエピタキシャル成長させる場合、原料ガス G には、Si 源にシラン（ SiH_4 ）、炭素（C）源にプロパン（ C_3H_8 ）を含むものを用いることができ、キャリアガスとして水素（ H_2 ）を含むものを用いことができる。図 4 は、リアクター内部の主要部分の構成を図示したものであり、これらは減圧排気可能な SUS 製のチャンバー（図示せず）の中に納められる形になっている。

[0046] 具体的に、この CVD 装置 20 は、チャンバーの内部において、複数のウェハ W が載置される搭載プレート 21 と、この搭載プレート 21 との間で反応空間 K を形成するように、搭載プレート 21 の上面に対向して配置された

シーリング（天板）２２と、搭載プレート２１およびシーリング２２の外側に位置して、反応空間Ｋの周囲を囲むように配置されたイグゾーストリング２３とを備えている。イグゾーストリング２３は、反応空間Ｋに対して周壁を形成しており、イグゾーストリング２３に形成された複数の孔（排気孔）を通して、反応空間Ｋから、キャリアガスを排気する構造をもつ。

[0047] 搭載プレート２１は、円盤状のサセプタ（回転台）２４と、このサセプタ下面２４ｂ中央部に取り付けられた回転軸２５とを有し、サセプタ２４は、この回転軸２５と一体に回転自在に支持されている。サテライト２６がある部分を除くサセプタ上面２４ａには、その上面の一部または大部分を覆う薄板状の部材である一つまたは複数のカバーディスク（図示せず）を配置してもよい。カバーディスクは、サセプタ２４に直接ＳｉＣデポ物が付着するのを防止することができる。カバーディスクは、サセプタに付随する部品として、サセプタユニットに含める。

また、サセプタ上面２４ａ側には、ウェハＷが載置されるサテライト（円盤状のウェハ支持台）２６を収容する複数の凹状の収容部２７が設けられている。

[0048] 収容部２７は、平面視（サセプタ上面２４ａ側から見て）円形状をなし、サセプタ２４の周方向（回転方向）に等間隔に複数並んで設けられている。図４では、収容部２７が等間隔に６個並んで設けられている場合を例示する。

[0049] サテライト２６は、サセプタ２４の収容部２７の内径よりも僅かに小さい外径を有し、収容部２７の底面の中央部にあるピン状の小突起（図示せず）によって下から支えられることにより、サセプタ２４の収容部２７に、各々の中心軸周りに回転自在に支持されている。

[0050] ウェハ載置後のウェハＷ上面は、サセプタ上面２４ａと同一面か、それよりも下側にあることが好ましい。ウェハＷがサセプタ上面２４ａより高い場合、ウェハ端部で原料ガスの流れの乱れ（層流の乱れ）が生じやすく、ウェハ端部の成膜された膜の特性が内側と差が生じてしまう場合がある。サテラ

イト上面の外周には図に示すようなリングを配置し、ウェハをサテライト中央部に固定する様にして、サテライトユニットを構成してもよい。

[0051] 搭載プレート21は、いわゆるプラネタリ（自公転）方式を採用している。搭載プレート21は、図示を省略する駆動モータにより回転軸25が回転駆動されると、サセプタ24がその中心軸周りに回転駆動される。複数のウェハ支持台26は、原料ガスとは別の駆動用ガスが各々のサテライト26の下面と収容部との間に供給されることにより、各々の中心軸周りに回転駆動される仕組みとなっている（図示せず）。これにより、複数のウェハ支持台26に載置された各ウェハWに対して均等に成膜を行うことが可能である。

[0052] シーリング22は、搭載プレート21のサセプタ24と略一致した径を有する円盤状の部材であり、サセプタ24の上面と相対向しながら、搭載プレート21との間で扁平状の反応空間Kを形成している。イグゾースtring23は、搭載プレート21およびシーリング22の外周部を取り囲むリング状の部材である。イグゾースtring23は、複数の孔（図では両端の貫通孔として示されている）を通して、反応空間Kを外側にある排気空間に通じさせている。

[0053] CVD装置20は、サテライト26に載置されたウェハWを加熱する加熱手段として、高周波誘導加熱により搭載プレート21およびシーリング22を加熱するための誘導コイル29を備えている。この誘導コイル29は、搭載プレート21（サセプタ24）の下面およびシーリング22の上面に、それぞれ近接した状態で対向配置されている。

[0054] このCVD装置20では、図示を省略する高周波電源から誘導コイル29に高周波電流が供給されると、搭載プレート21（サセプタ24およびサテライト26）およびシーリング22が高周波誘導加熱により加熱されて、これら搭載プレート21およびシーリング22からの輻射や、サテライト26からの熱伝導等により、サテライト26に載置されたウェハWを加熱することが可能となっている。

[0055] 搭載プレート21（サセプタ24およびサテライト26）およびシーリン

グ 2 2 及びイグゾースtring 2 3 には、高周波誘導加熱に適した材料として、耐熱性に優れなおかつ熱伝導率の良いグラファイト（カーボン）材料からなるものを用いることができ、さらにグラファイト（カーボン）からのパーティクル等の発生を防ぐため、表面が S i C や T a C 等でコーティングされたものを好適に用いることができる。

[0056] このグラファイトからなる搭載プレート 2 1（サセプタ 2 4 およびサテライト 2 6）およびシーリング 2 2 には、窒素が内包されており、この窒素は、S i C 半導体等の化合物半導体に対してドーパントとなるため、製造される S i C デバイスの特性を著しく劣化させる。そのため、この窒素を低減するために真空ベークを行う必要がある。本発明では、真空ベークを専用のベーク炉で行うことで、真空ベークによるエピタキシャルウェハ製造装置の占有時間を無くし、かつ真空ベークに要する時間も大幅に低減することを実現することができる。

[0057] 加熱手段としては、上述した高周波誘導加熱によるものに限らず、抵抗加熱によるもの等を用いてもよい。また、加熱手段は、搭載プレート 2 1（サセプタ 2 4）の下面側およびシーリング 2 2 の上面側に配置された構成に限らず、これらのいずれか一方側のみに配置された構成とすることも可能である。

[0058] C V D 装置 2 0 は、チャンバー内に原料ガス G を供給するガス供給手段として、シーリング 2 2 の上面中央部から反応空間 K 内に原料ガス G を導入するガス導入管（ガス導入口）3 0 を備えている。このガス導入管 3 0 は、円筒状に形成されて、シーリング 2 2 の中央部に設けられた円形状の開口部を持つ支持リング 3 1 を貫通した状態で、その先端部（下端部）が反応空間 K の内側に臨んで配置されている。

[0059] ガス導入管 3 0 の先端部（下端部）には、拡径方向に突出されたフランジ部 3 0 a が設けられている。このフランジ部 3 0 a は、ガス導入管 3 0 の下端部から鉛直下向きに放出された原料ガス G を、その対向するサセプタ 2 4 との間で水平方向に放射状に流すためのものである。

[0060] そして、このCVD装置20では、ガス導入管30から放出された原料ガスGを反応空間Kの内側から外側に向かって放射状に流すことで、ウェハWの面内に対して平行に原料ガスGを供給することが可能となっている。チャンバー内で不要になったガスは、イグゾースtring23設けられた排気孔からチャンバーの外へと排出することが可能となっている。

[0061] ここで、シーリング22は、誘導コイル29により高温で加熱されるものの、その内周部（支持リング31で支えられた中央部側）が原料ガスGを導入するために低温とされたガス導入管30とは非接触とされている。また、シーリング22は、ガス導入管30の外周部に取り付けられた支持リング（支持部材）31の上に、その内周部が載置されることによって、鉛直上向きに支持されている。さらに、このシーリング22は、上下方向に移動させることが可能となっている。

実施例

[0062] 以下、実施例により本発明の効果をより明らかなものとする。なお、本発明は以下の実施例に限定されるものではなく、その要旨を変更しない範囲で適宜変更して実施することができる。

[0063] 図5は、実際に真空バークを行ったコーティングされた炭素系材料部材と、真空バークを行っていない炭素系材料部材とそれぞれを用いて、SiCエピタキシャル膜を成膜した際の、SiCエピタキシャルウェハのキャリア濃度バックグラウンドの推移を示す。この際、SiCエピタキシャルウェハ製造装置は、概略図4に示すようなAixtron社製のプラネタリタイプのSiC-CVD成長装置を用いた。当該装置において、コーティングされた炭素系材料部材は、サセプタユニット（図4の符号24）、サテライトユニット（図4の符号26）、シーリングユニット（図4の符号22）、イグゾースtringユニット（図4の符号23）の4種類が主たる部材であり、4種類の部材一式全て真空バークを行った。コーティングは、厚さ20 μ mのTaCコーティングを施した。真空バークの条件は、専用のバーク炉を用い、1500℃で200時間行った。SiCのエピタキシャル成長は1500

～1550℃、キャリアガスにH₂を使用し、その雰囲気圧力が100～200 mmbarで行った。

[0064] 真空ベークを行っていないTaCコートの炭素系材料部材（図5の凡例における「ベーク無しエピ」）は、積算加熱時間（エピ成長の積算時間）が70時間程度経過しても、成膜されたSiCウェハのキャリア濃度バックグラウンドは、 $1.1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以上あり、汎用品仕様のウェハを生産することもできない。一方、真空ベークを行ったTaCコートの炭素系材料部材（ベーク炉純化部材と記載）では、積算加熱時間が約3時間（6 μmのエピタキシャル成長を2サイクル分）程度の時間で、通常品仕様（ $1.0 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下）のウェハを生産することが可能となった。さらに、図5には記載していないが、通常のサイクルでエピタキシャル成長を繰り返して行った場合、約1週間で高耐圧仕様（ $1.2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 以下）のウェハを生産することが可能となった（真空ベークを行っていないTaCコートの炭素系材料部材では、1か月程度必要）。

[0065] 図6は、TaCコートされた炭素系材料部材一式（前述の4種類の部材）を真空ベーク時の温度を変えて処理した際の、4重極質量分析装置（QMS）でモニターした分子量28のガス（窒素）分圧を示した図である。真空ベークの温度は、1500℃、1600℃および1700℃のそれぞれとし、200時間まで行った。また、1600℃と1700℃は100時間のものも行った。最終的な窒素分圧を同じ温度で比較するための、1600℃のものは200時間及び100時間終了後に1500℃に温度を下げた時の窒素ガス分圧を、1700℃のものは、200時間及び100時間終了後に1600℃及び1500℃に温度を下げた時の窒素ガス分圧を測定し、それらを同じ図6の中に示した。例えば、凡例において、「1700℃（100h）1600℃測定」と記載しているものは、1700℃で100時間真空ベーク後、1600℃に温度を下げたときの窒素ガス分圧を測定した値を示す。

[0066] 図6より、全ての条件で処理時間が長くなるのと共に、窒素分圧が減少しているのがわかる。真空ベーク後に同じ温度（1500℃）まで下げた状態

で測定した窒素分圧を比較すると、ベーキング温度が高い程、最終的な窒素分圧は少なくなっている。また、 1600°C で200時間真空ベークするより、 1700°C で100時間真空ベークした方が、同じ温度にした状態で測定した最終的な窒素分圧は少なくなっており、真空ベークの時間を長くする事より、温度を高くすることの方が効果的であることが分かる。

[0067] SiCエピタキシャルウェハ製造装置用のTaCコーティングされた炭素系材料部材一式を 1700°C 、200時間の条件で真空ベークした際の、最終的な到達真空度は $1.07 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 、 1500°C にした状態で測定した窒素ガス分圧は $4.04 \times 10^{-9} \text{ Pa}$ だった。これらの真空ベーク後のTaCコーティングされた炭素系材料部材一式をエピタキシャルウェハ製造装置に装着し、SiCエピタキシャル膜をアンドープで形成し、キャリア濃度のバックグラウンドを評価したところ、C/Siの低いステップバンチングフリー条件で $4.27 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ を得た。ステップバンチングとは、表面において原子ステップ（通常2～10原子層程度）が集まって合体する現象をいい、この表面の段差自体を指すこともある。ここで、ステップバンチングフリー条件の一例は例えば、特許第4959763号公報、特許第4887418号公報に開示されている。

[0068] 比較のため、 1500°C 、 1600°C で同時間処理した時の到達真空度はそれぞれ $1.01 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 、 $1.19 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 、 1500°C にした状態で測定した窒素ガス分圧はそれぞれ $3.89 \times 10^{-8} \text{ Pa}$ 、 $7.12 \times 10^{-9} \text{ Pa}$ であった。また、得られたキャリア濃度バックグラウンドは $1.02 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 、 $8.51 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ だった。これより、処理温度が高くなる程、窒素ガス分圧は小さくなり、キャリア濃度バックグラウンドは良好な数値となった。

[0069] 図7は、SiCエピタキシャルウェハ製造装置におけるTaCコーティングされた炭素系材料部材として上記の4種類の部材のそれぞれを、種々の条件で真空ベークを行った後、その真空ベークした部材をエピタキシャルウェハ製造装置に装着し、SiCエピタキシャル膜をアンドープで作成し、キャ

リア濃度のバックグラウンドを測定した結果である。

[0070] 図7の(a)～(g)はそれぞれ、(a)部材を真空ベークしていない(初期状態)場合の値であり、(b)部材交換直後に目標とする値であり、(c) Aixtron社製のプラネタリタイプのSiC-CVD成長装置においてコーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1500℃で100時間真空ベークした場合の値であり、(d)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1500℃で200時間真空ベークした場合の値であり、(e)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1600℃で200時間真空ベークした場合の値であり、(f)サセプタを除く炭素部材3種類を1700℃200時間真空ベーキングし、サセプタのみ部材ベーキングなし、(g)コーティングされた炭素系材料部材からなる4種類の部材一式全てを1700℃で200時間真空ベークした場合の値である。これらは、それぞれ新品の部材一式を用いて、専用の真空ベーク炉にて各条件真空ベークを行った後の、最初のSiCエピタキシャル成長で得られたバックグラウンドキャリア濃度である。

[0071] ベーキング温度が高い方が、またベーキングの時間が長い方が、最初に行ったエピタキシャル成長のキャリア濃度が低いという結果になっている。また、サセプタだけベーキングを行わなかった場合にキャリア濃度が高く、サセプタのベーキングがキャリア濃度へ与える影響が大きいことがわかる。すなわち、エピタキシャル成長装置の中の部品で、炭素系材料で構成され、エピ成長中に高温になり、その体積が大きく、エピタキシャルウェハの近傍に配置された部品に対して、真空ベーキングの効果が顕著である。

[0072] 図8は、TaCコーティングされた炭素系材料部材を、1700℃、かつ開始時 1.4×10^{-4} Pa、終了時 3.6×10^{-5} Paの条件で真空ベーク処理した際の、窒素ガス分圧を測定した結果を示している。図8の凡例における「部材一式1」「部材一式2」「部材一式3」「部材一式4」は、それぞれ4種類の部材(サセプタ24、サテライト26、シーリング22、イグ

ゾーストリング23、上記の部材に付随する小さな部品がある場合は、それらを上記部材に含め一つのユニットと考える)からなる。そのため、図8は4種類の部材を有する部材一式を4つ用意し、真空ベークを行った場合の、窒素ガス分圧の変化を測定した結果を示している。

1700℃でベーキングを開始した時の真空度や窒素分圧は、部材によって差がみられるが、一定時間真空ベーキングを行った処理後の到達真空度は一定のレベルに収束する傾向がある。これは、新品のTaCコーティングされた炭素系材料部材は、その材料や保管状態などの履歴により、放出する窒素の量がばらついているが、一定条件以上の真空ベーキングを行うことにより、そのばらつきを解消することができ、TaCコーティングされた炭素系材料部材の初期状態のばらつきに起因していたSiCエピタキシャル層のキャリア濃度のばらつきを低減させることができることを示している。

[0073] 図7および図8から、顕著な効果の出始める真空ベーク処理時間として、10時間以上であることが好ましい。最初の10時間でQMS検出窒素ガス分圧が $1/2 \sim 1/4$ に低下し、キャリア濃度バックグラウンドが十分下がると考えられるためである。さらに部材の初期ばらつきを解消するために、100時間以上の真空ベーキング処理時間を行うことがより好ましい。

[0074] 図9は、SiCエピタキシャル成長層のキャリア濃度のバックグラウンドの、TaCコーティングされた炭素系材料部材(上記4種類の部材)の真空ベーク温度依存性及び真空ベーキング後、1500℃にして測定した最終的な窒素分圧を示すグラフである。

真空ベークの真空度は 1.0×10^{-5} Paで、時間はそれぞれ200時間行った。その結果、温度が上昇するほど最終的な窒素ガス分圧は減少し、それに対応してSiCエピタキシャル成長層のキャリア濃度のバックグラウンドは下がり、良好な膜が成膜されていることが分かる。

符号の説明

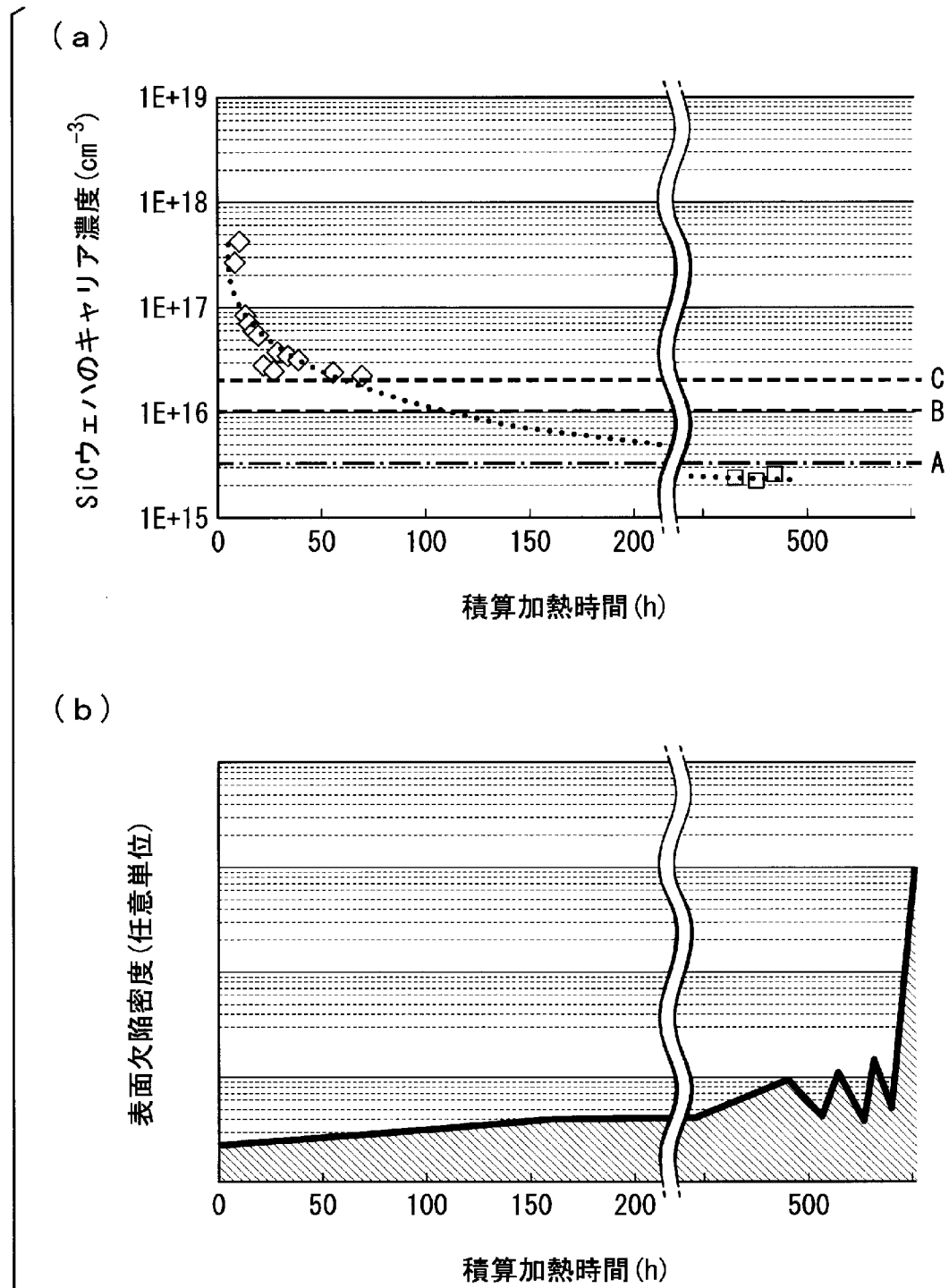
[0075] 1 チャンバー、
1a 蓋部、

- 1 b 本体部、
- 1 c フランジ部、
- 2 排気ライン、
- 3 排気設備、
- 4 4重極質量分析装置（QMS）、
- 5 遮蔽板、
- 6 ヒーター、
- 6 a I N側ヒーター、
- 6 b O U T側ヒーター、
- 7 トレー、
- 8 レール、
- 10 専用ベーク炉、
- 20 CVD（化学的気相成長）装置、
- 21 搭載プレート、
- 22 シーリング、
- 23 イグゾーストリング、
- 24 サセプタ、
- 25 回転軸、
- 26 サテライト、
- 27 収容部、
- 29 誘導コイル、
- 30 ガス導入管、
- 30 a フランジ部、
- 31 支持リング、
- W ウェハ、
- G 原料ガス

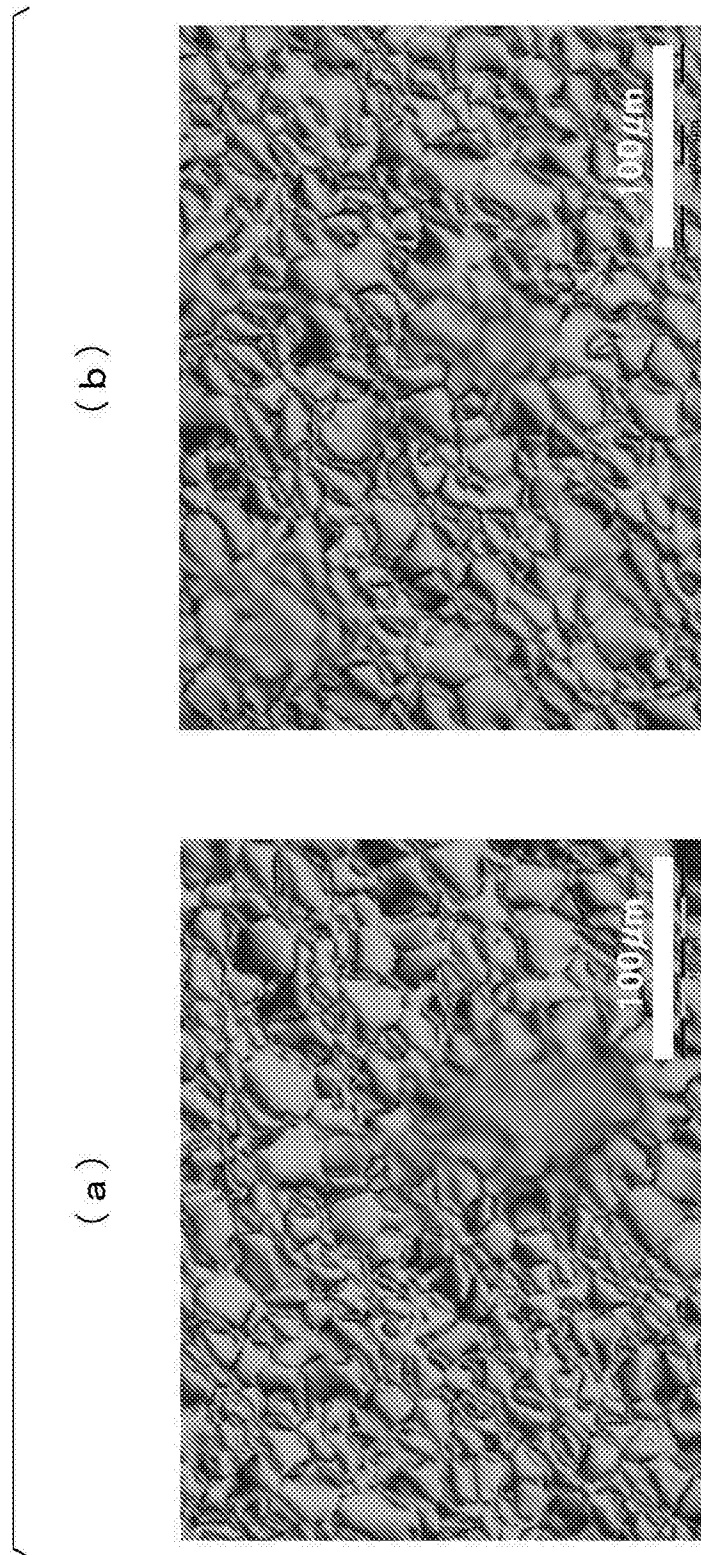
請求の範囲

- [請求項1] コーティングされた炭素系材料部材を、専用の真空ベーク炉において $2.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ 以下の真空度で真空ベークする工程と、
- 前記コーティングされた炭素系材料部材を、エピタキシャルウェハ製造装置に設置する工程と、
- 前記エピタキシャルウェハ製造装置内に SiC 基板を配置し、その SiC 基板上に SiC エピタキシャル膜をエピタキシャル成長させる工程と、を有する SiC エピタキシャルウェハの製造方法。
- [請求項2] 前記真空度が $1.0 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 以下であることを特徴とする請求項1に記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。
- [請求項3] 前記真空ベークを 1400°C 以上の温度で行うことを特徴とする請求項1又は2のいずれかに記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。
- [請求項4] 前記真空ベークを10時間以上行うことを特徴とする請求項1～3のいずれか一項に記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。
- [請求項5] 前記真空ベークを、 1500°C での窒素分圧が $1.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下になるまで行うことを特徴とする請求項1～4のいずれか一項に記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。
- [請求項6] 前記コーティングされた炭素系材料部材が、サセプタ、サテライト、シーリング、イグゾーストリングからなる群から選択されたいずれかを含むことを特徴とする請求項1～5のいずれか一項に記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。
- [請求項7] 前記コーティングが、TaCまたはSiCを用いてなされていることを特徴とする請求項1～6のいずれか一項に記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。

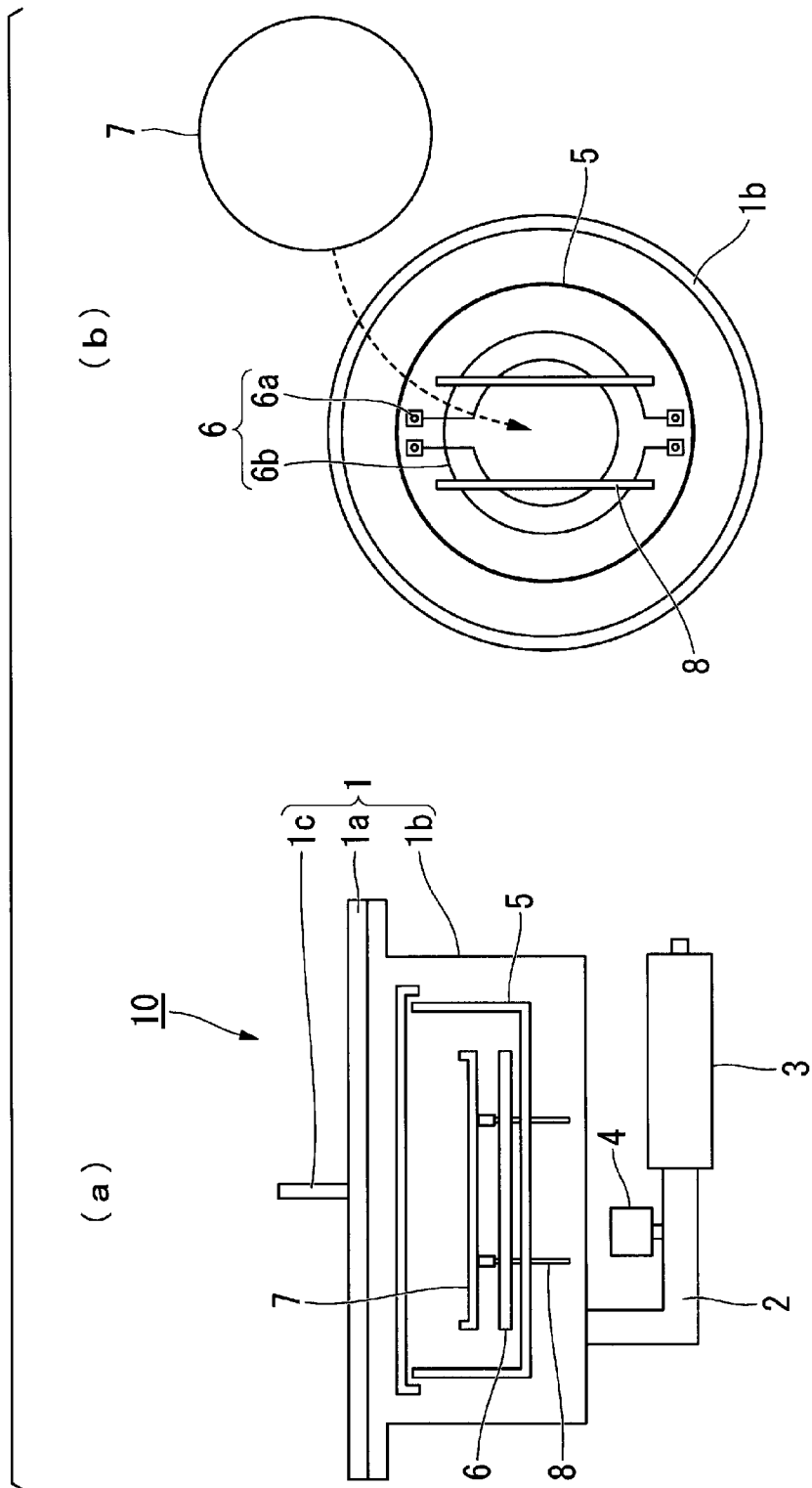
[図1]



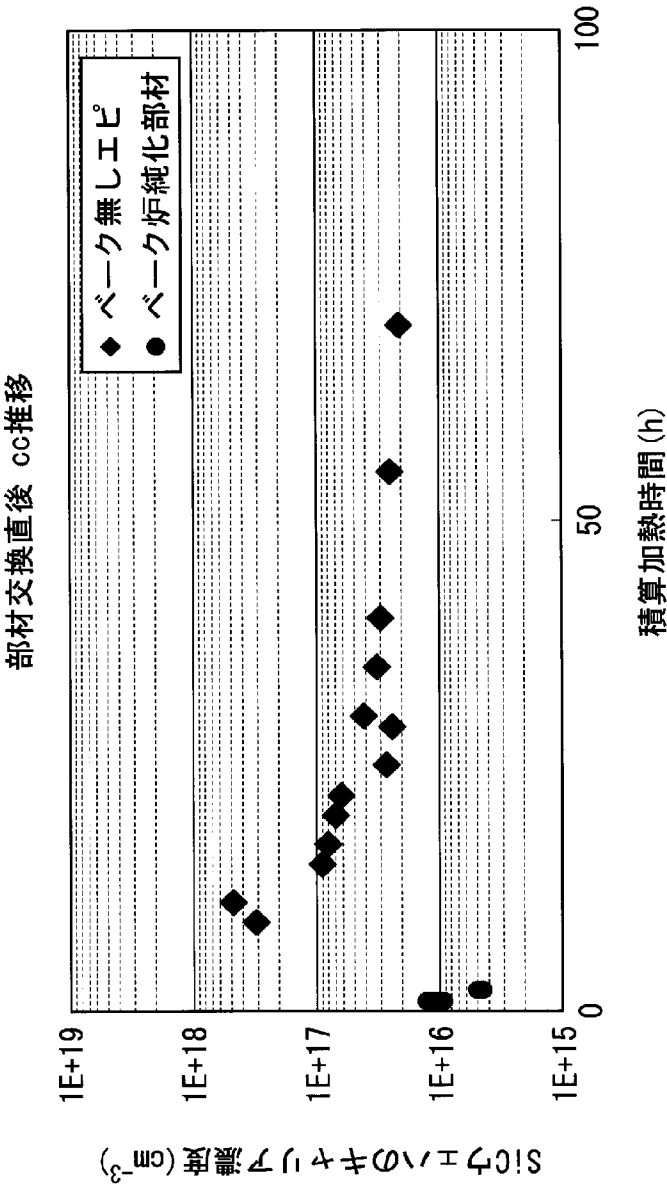
[図2]



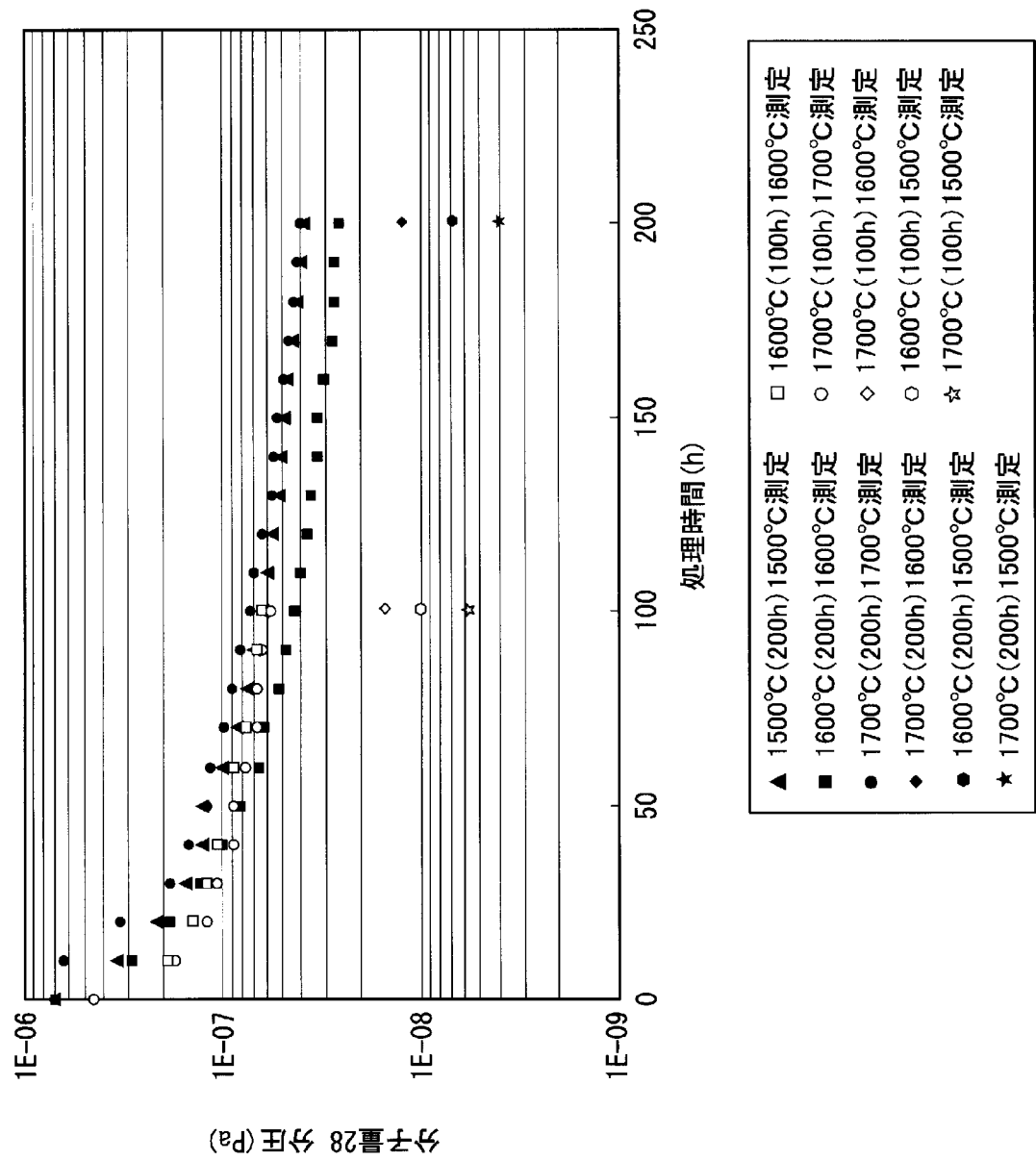
[図3]



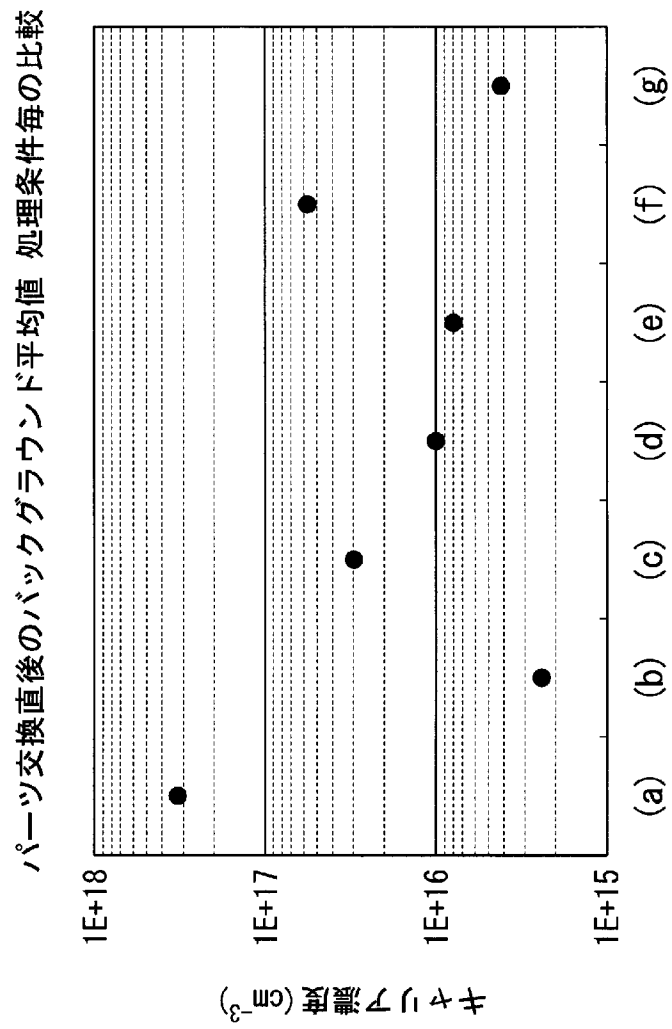
[図5]



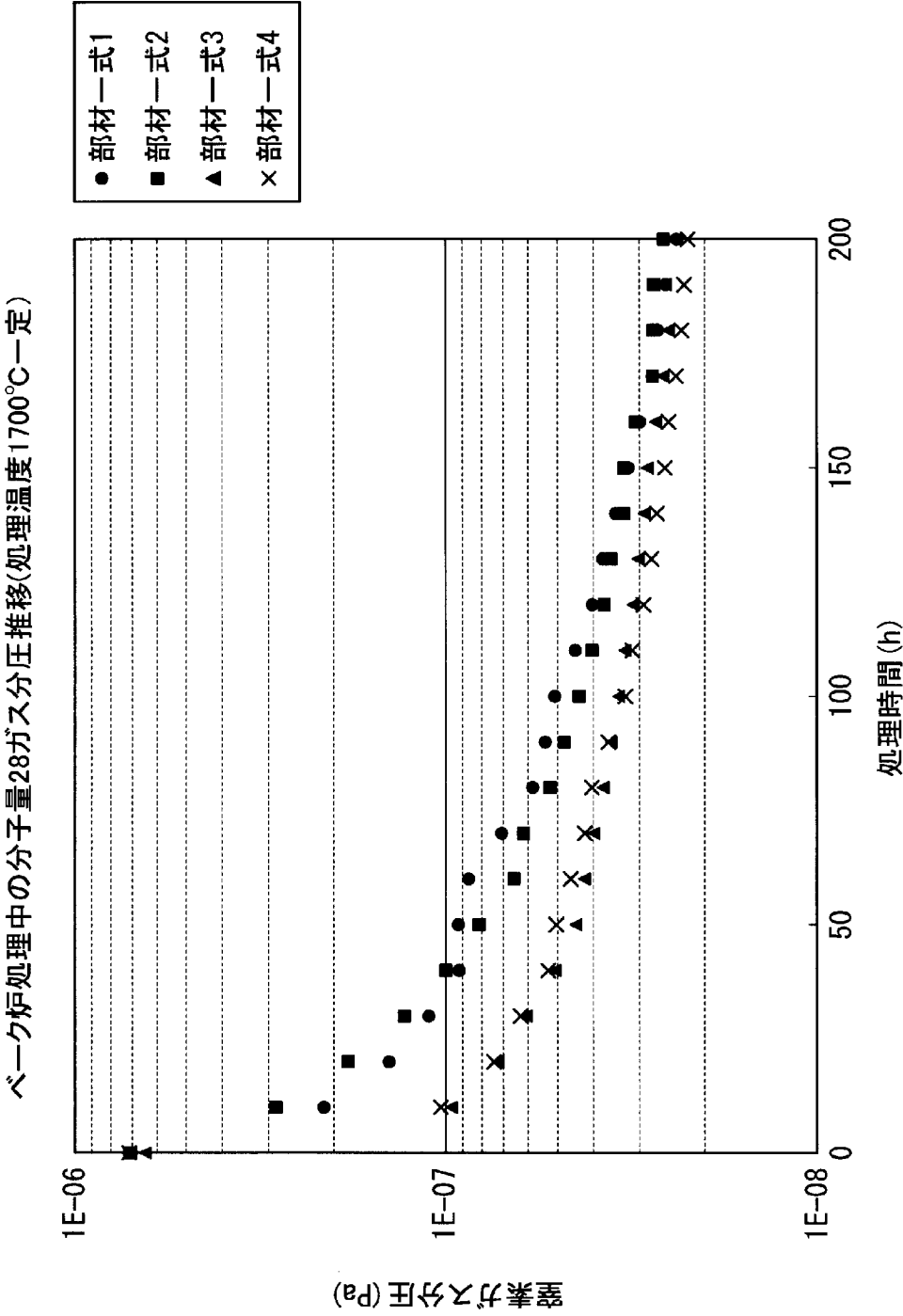
[図6]



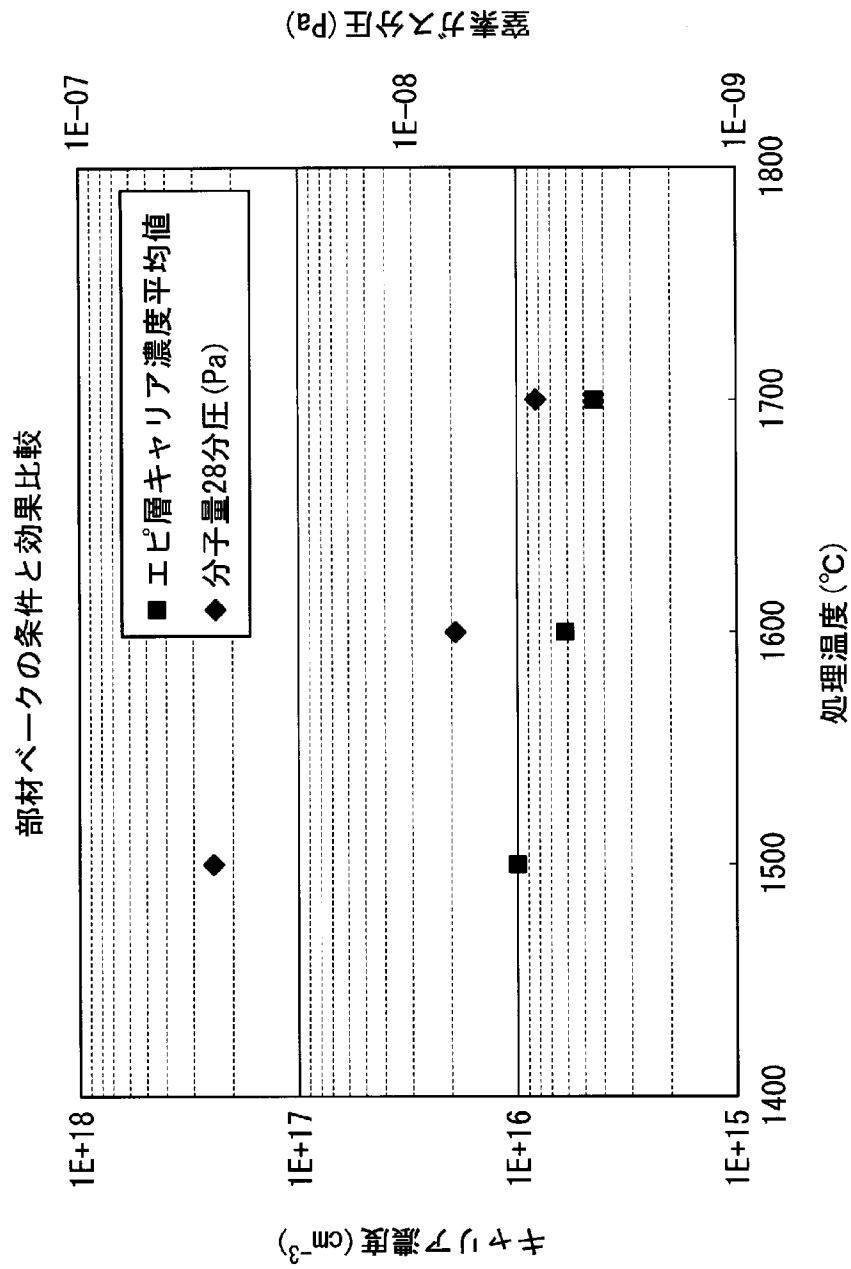
[図7]



[図8]



[図9]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/071380

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/205(2006.01)i, C23C16/42(2006.01)i, C23C16/44(2006.01)i, C30B25/20(2006.01)i, C30B29/36(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)

H01L21/205, C23C16/42, C23C16/44, C30B25/20, C30B29/36

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.
Y	JP 2003-86518 A (Toshiba Corp.), 20 March 2003 (20.03.2003), entire text; all drawings (Family: none)	1-7
Y	JP 11-319546 A (Canon Inc.), 24 November 1999 (24.11.1999), paragraph [0003] & US 6300225 B1 & US 6649020 B1	1-7
Y	JP 2009-117646 A (Hitachi Kokusai Electric Inc.), 28 May 2009 (28.05.2009), paragraph [0113] (Family: none)	1-7

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

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"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
05 November, 2014 (05.11.14)

Date of mailing of the international search report
18 November, 2014 (18.11.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/071380

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 2002-249376 A (Toyo Tanso Co., Ltd.), 06 September 2002 (06.09.2002), entire text; all drawings & JP 2006-232669 A & JP 2010-248072 A	1-7
A	WO 2006/008941 A1 (Toyo Tanso Co., Ltd.), 26 January 2006 (26.01.2006), entire text; all drawings & JP 2006-60195 A & US 2008/0035632 A1 & EP 1790757 A1 & NO 20070622 A & CN 101001978 A & HK 1106557 A1 & TW I388686 B	1-7
A	JP 2007-243024 A (Sharp Corp.), 20 September 2007 (20.09.2007), paragraph [0012] (Family: none)	1-7

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01L21/205(2006.01)i, C23C16/42(2006.01)i, C23C16/44(2006.01)i, C30B25/20(2006.01)i, C30B29/36(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. H01L21/205, C23C16/42, C23C16/44, C30B25/20, C30B29/36

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
Y	JP 2003-86518 A（株式会社東芝）2003.03.20, 全文、全図（ファミリーなし）	1-7
Y	JP 11-319546 A（キヤノン株式会社）1999.11.24, 段落【0003】 & US 6300225 B1 & US 6649020 B1	1-7
Y	JP 2009-117646 A（株式会社日立国際電気）2009.05.28, 段落【0113】（ファミリーなし）	1-7

☒ C 欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「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

0 5 . 1 1 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

1 8 . 1 1 . 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）

正山 旭

5 0

9 2 7 6

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 5 5 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
A	JP 2002-249376 A (東洋炭素株式会社) 2002. 09. 06, 全文、全図 & JP 2006-232669 A & JP 2010-248072 A	1-7
A	WO 2006/008941 A1 (東洋炭素株式会社) 2006. 01. 26, 全文、全図 & JP 2006-60195 A & US 2008/0035632 A1 & EP 1790757 A1 & NO 20070622 A & CN 101001978 A & HK 1106557 A1 & TW I388686 B	1-7
A	JP 2007-243024 A (シャープ株式会社) 2007. 09. 20, 段落【0012】 (ファミリーなし)	1-7