

(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
2017年2月2日(02.02.2017)



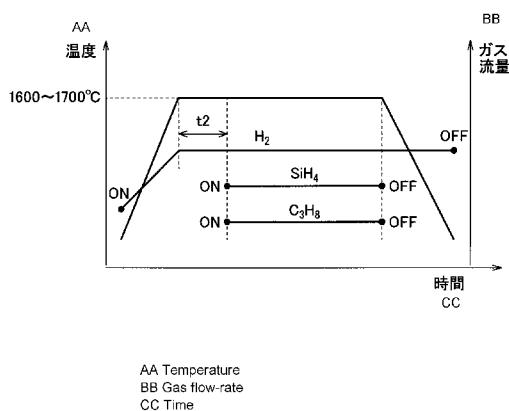
(10) 国際公開番号
WO 2017/018533 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) H01L 29/161 (2006.01)
 - (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/072421
 - (22) 国際出願日: 2016年7月29日(29.07.2016)
 - (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 2015-149742 2015年7月29日(29.07.2015) JP
 - (71) 出願人: 新日鐵住金株式会社(NIPPON STEEL & SUMITOMO METAL CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 Tokyo (JP).
 - (72) 発明者: 藍郷 崇(AIGO, Takashi); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内 Tokyo (JP). 伊藤 渉(ITO, Wataru); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内 Tokyo (JP). 藤本 辰雄(FUJIMOTO, Tatsuo); 〒1008071 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内 Tokyo (JP).
 - (74) 代理人: 青木 篤, 外(AOKI, Atsushi et al.); 〒1058423 東京都港区虎ノ門三丁目5番1号 虎ノ門37森ビル青和特許法律事務所 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, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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, ST, 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))
— 補正された請求の範囲及び説明書 (条約第 19 条(1))

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING EPITAXIAL SILICON CARBIDE SINGLE-CRYSTAL WAFER

(54) 発明の名称: エピタキシャル炭化珪素単結晶ウエハの製造方法

図3



(57) Abstract: Provided is a method for producing, on a silicon carbide single-crystal substrate having a small off-angle, an epitaxial silicon carbide single-crystal wafer that has a high-quality silicon carbide single-crystal thin film having few basal plane dislocations. This method for producing an epitaxial silicon carbide single-crystal wafer by growing, via epitaxial growth, silicon carbide on a silicon carbide single-crystal substrate via a thermal CVD method is characterized in that after an etching gas is made to flow in an epitaxial growth furnace and the surface of the silicon carbide single-crystal substrate is etched such that the arithmetic average roughness Ra of the surface falls within the range of 0.5 nm to 3.0 nm, the epitaxial growth is started, and at least 95% of the basal plane dislocations in the surface of the silicon carbide single-crystal substrate are converted into threading-edge dislocations.

(57) 要約: オフ角度の小さな炭化珪素単結晶基板上に、高品質で基底面転位の少ない炭化珪素単結晶薄膜を有したエピタキシャル炭化珪素単結晶ウエハを製造する方法を提供する。熱CVD法により炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてエピタキシャル炭化珪素単結晶ウエハを製造する方法であって、前記製造方法は、エピタキシャル成長炉内にエッチングガスを流して炭化珪素単結晶基板の表面を算術平均粗さRa値が0.5nm以上3.0nm以下となるようにエッチングした後、エピタキシャル成長を開始して、炭化珪素単結晶基板の表面における基底面転位の95%以上を貫通刃状転位に変換することを特徴とする。

WO 2017/018533 A1

明 細 書

発明の名称：エピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、エピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法に関するものである。

背景技術

[0002] 炭化珪素 (SiC) は、耐熱性及び機械的強度に優れ、物理的、化学的に安定なことから、耐環境性半導体材料として注目されている。また、近年、高周波高耐圧電子デバイス等の基板として SiC 単結晶基板の需要が高まっている。

[0003] SiC 単結晶基板を用いて、電力デバイス、高周波デバイス等を作製する場合には、通常、基板上に熱 CVD 法 (熱化学蒸着法) と呼ばれる方法を用いて SiC 薄膜をエピタキシャル成長させたり、イオン注入法により直接ドーパントを打ち込んだりするのが一般的である。しかし、後者の場合には、注入後に高温でのアニールが必要となるため、エピタキシャル成長による薄膜形成が多用されている。

[0004] ここで、SiC エピタキシャル膜上に存在する欠陥としては、三角形欠陥、キャロット欠陥、コメット欠陥等があり、これらはいわゆるキラ欠陥としてデバイスの特性を劣化させるものとして知られている。更に近年、エピタキシャル膜中の基底面転位がデバイス特性に影響を及ぼすものとして問題になっている。この基底面転位は、SiC 単結晶基板中に存在しているものの一部がエピタキシャル成長層へ引き継がれたものであるが、通常 2 つの部分転位に分解し、その間に積層欠陥を伴っていることが知られている (非特許文献 1 参照)。また、デバイス内部にこの積層欠陥が存在すると信頼性に悪影響を与えるため (非特許文献 2 参照)、エピタキシャル成長層内の基底面転位の低減が重要な課題となっている。

[0005] 図 1 は、SiC 単結晶基板中に存在する基底面転位の模式図であり、符号

1が基底面転位を示している。このようなSiC単結晶基板上にSiCのエピタキシャル成長が開始される時、転位は基底面上（b方向）を進むよりもエピタキシャル成長方向（a方向）に進んだ方が、自己の持つ弾性エネルギーが小さくなる（転位の長さが短くなる）ため、バーガーズベクトルが等しい刃状転位に変換され易くなる。その結果、一般に、SiC単結晶基板の基底面転位の90～93%程度は、基板／エピタキシャル膜界面で貫通刃状転位に変換される。しかし、例えば、（0001）面に対して4°のオフ角度を有した4°オフ基板中の基底面転位密度は4000ヶ/cm²程度であることから、変換されずに7～10%程度エピタキシャル膜中に残る（引き継がれる）基底面転位密度は280～400ヶ/cm²程度となる。

[0006] 一方、デバイスの電極の大きさは現在2～3mm角程度以上になっているため、1つのデバイスに少なくとも10個の基底面転位が含まれていることになり、デバイス特性及び歩留まりを落とす要因となる。基底面転位密度を下げる効果的な方法は、基板のオフ角度をより小さくすることであるが、基板上に存在するステップの数が減少するため、エピタキシャル成長時に所謂ステップフロー（step-flow）成長が起こり難くなる。その結果、上述のキラ欠陥が増加し、これによるデバイス特性や歩留まりの劣化が問題となる。

[0007] 従って、今後デバイスへの応用が期待されるエピタキシャルSiC単結晶ウェハであるが、基底面転位から貫通刃状転位への変換効率を更に上げて、基板からエピタキシャル成長層へ引き継がれる基底面転位を低減し、かつキラ欠陥の増加を抑える必要がある。上述したように、基板のオフ角度をより小さくして基底面転位密度を下げる方法もあるが、現状の技術では、キラ欠陥をデバイス実用レベルまで抑制するためには4°オフ程度の基板を用いるのが限界であり、その結果エピタキシャル膜中に残存する基底面転位の低減が不十分となり、デバイス特性の劣化や歩留まりの低下が生じてしまう。

[0008] なお、SiC単結晶基板を熔融KOHでエッチングし、その上にエピタキシャル成長を行うことで、該基板の基底面転位が貫通刃状転位に変換するこ

とが知られている（非特許文献3参照）。しかしながら、このような方法では、SiC単結晶基板のエッチングとSiCのエピタキシャル成長とを個別に行う必要があって処理が煩雑になるほか、熔融KOHにより深いエッチング痕が形成されるためその後のエピタキシャル成長でもこの痕が残り、平滑な表面が得られない。また、エピタキシャル成長層とSiC単結晶基板との界面での基底面転位から貫通刃状転位への変換効率を十分に高めるのが難しい。

[0009] 特許文献1には、炭化珪素単結晶基板上に、炭化珪素単結晶薄膜からなり表面粗さのRa値が0.5nm以上1.0nm以下である少なくとも1つの抑止層を形成し、欠陥の発生を抑止する方法を開示している。特許文献1は、表面粗さのRa値を上記範囲内にすることによって、ステップに取り込まれる原子の数を増やし、ステップフローが促進されることを開示する。しかし、特許文献1には、炭化珪素単結晶基板のエッチングと、基底面転位の減少との関係について開示も示唆も無い。また、特許文献1には、基底面転位が貫通刃状転位に変換される変換率の定量的な評価が行われていない。

[0010] 特許文献2には、水素エッチング処理された炭化珪素単結晶基板の表面上に、炭化珪素結晶からなるバッファ層をエピタキシャル成長させてバッファ層を形成し、前記バッファ層の表面を水素エッチング処理し、前記バッファ層の表面上に炭化珪素結晶をエピタキシャル成長させて仕上層を形成する工程が開示されている。前記バッファ層形成工程により、炭化珪素単結晶基板からの基底面欠陥の伝播が抑制され、水素エッチング処理されたバッファ層の表面上に仕上層を形成することにより、上記炭化珪素単結晶基板に起因する基底面転位の伝播がさらに低減され、かつ、上記バッファ層に起因する欠陥も低減された仕上層を形成できることが開示されている。しかし、特許文献2に開示された製造方法では、バッファ層の水素エッチングを省略した場合、半導体基板の生産の歩留まりが低くなるおそれがある。

[0011] 特許文献3には、(0001)面に対して $\langle 11-20 \rangle$ 方向又は $\langle 1-$

100°方向のいずれかであるオフ角方向におけるオフ角が0.1°以上10°以下であり、単結晶炭化珪素からなるベース基板に炭化珪素層を形成させる炭化珪素インゴットの製造方法が開示されている。しかし、特許文献3には、前記ベース基板のエッチングと、基底面転位の減少との関係について開示も示唆も無い。また、特許文献3には、基底面転位が貫通刃状転位に変換される変換率の定量的な評価が行われていない。

先行技術文献

特許文献

- [0012] 特許文献1：特開2008-74664号公報
特許文献2：特開2009-218575号公報
特許文献3：特開2012-240892号公報

非特許文献

- [0013] 非特許文献1：X.J.Ning et al.: Journal of American Ceramics Soc. Vol.80 (1997) p.1645.
非特許文献2：H. Fujiwara et al.: Applied Physics Letters Vol.87(2005) 051912
非特許文献3：Z.Zhang et al.: Applied Physics Letters. Vol.87 151913 (2005)

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0014] 本発明は、実用的なオフ角度のSiC単結晶基板を用いたエピタキシャル成長においても、エピタキシャル成長層中に残存する基底面転位を低減した高品質エピタキシャル膜を有するエピタキシャルSiC単結晶ウェハを得ることができるエピタキシャルSiC単結晶ウェハの製造方法を提供するものである。

課題を解決するための手段

- [0015] 本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、熱CVD法

によりSiC単結晶基板上にSiCをエピタキシャル成長させてエピタキシャルSiC単結晶ウェハを製造する際、以下のようにしてエピタキシャル成長層中に残存する基底面転位を低減できることを見出した。

[0016] すなわち、エピタキシャル成長前に成長炉内にエッチングガスを流してSiC単結晶基板をエッチングして、その表面に基底面転位を起点とした短いステップバンチングを形成することによって、SiC単結晶基板の表面の算術平均粗さRa値を所定の値にしてから、エピタキシャル成長を開始することにより、SiC単結晶基板の表面の基底面転位を効果的に貫通刃状転位に変換することができる。更に、前述した基底面転位から貫通刃状転位への変換を安定して行うために、所定のバッファ層を形成することで、基底面転位をより低減して、なおかつキラ欠陥の増加を抑制できることを、本発明者らは見出し、本発明を完成した。

[0017] 本発明の要旨は、下記の通りである。

(1) エピタキシャル成長炉内に珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを流して、熱CVD法により炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハを製造する方法であって、エピタキシャル成長を開始する前に、エピタキシャル成長炉内にエッチングガスを流して、炭化珪素単結晶基板の表面を算術平均粗さRa値が0.5nm以上3.0nm以下となるように予めエッチングすることを特徴とするエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

(2) 前記エッチングの後、珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、前記エッチングされた前記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てバッファ層を形成し、引き続き前記バッファ層上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてデバイス動作層を形成するに際し、前記バッファ層を形成した時の前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスのSi原子数に対するC原子数の比C/Siよりも高いC/Siにすることを特徴とする(1)に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

(3) 前記C/Siを0.3以上0.6以下にして、前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、1600℃以上1700℃以下の成長温度、及び、2kPa以上10kPa以下の成長圧力にて、炭化珪素を前記炭化珪素単結晶基板上にエピタキシャル成長させて厚さ0.5μm以上1μm以下のバッファ層を形成することを特徴とする(2)に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

(4) 前記C/Siを1.0以上2.0以下のC/Si比にして、前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、1600℃以上1700℃以下の成長温度、及び、2kPa以上10kPa以下の成長圧力にて、前記デバイス動作層を形成することを特徴とする(2)又は(3)に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

(5) 前記エッチングガスが水素ガスを含むことを特徴とする(1)～(4)のうちいずれかに記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

(6) 前記炭化珪素単結晶基板は、(0001)面に対して<11-20>方向へ傾けたオフ角度が2°以上4°以下であることを特徴とする(1)～(5)のうちいずれかに記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

(7) 前記炭化珪素単結晶基板の表面における基底面転位の95%以上が、前記バッファ層と前記炭化珪素単結晶基板の界面で貫通刃状転位に変換されることを特徴とする(1)～(6)のうちいずれかに記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

発明の効果

[0018] 本発明によれば、例えば4°程度の実用的なオフ角度を有するSiC単結晶基板上でのエピタキシャル膜において、その中に残存する基底面転位を低減した高品質なエピタキシャルSiC単結晶ウェハを提供することが可能である。また、本発明の製造方法では、CVD法を用いるため、装置構成が容易で制御性にも優れ、均一性、再現性の高いエピタキシャル膜を得ることが

できる。さらに、本発明のエピタキシャルSiC単結晶ウェハを用いたデバイスは、基底面転位密度が低減された高品質エピタキシャル膜上に形成されるため、その特性及び歩留りが向上する。

図面の簡単な説明

[0019] [図1]従来技術によってSiCエピタキシャル成長を開始した時のSiC単結晶基板の基底面転位のふるまいを示す図である。

[図2]従来技術によるSiCエピタキシャル膜の成長シーケンスを示す図である。

[図3]本発明のエッチングを行った上でSiCエピタキシャル成長を行う成長シーケンスを示す図である。

[図4]本発明の一例によって成長前処理エッチングを行った直後のSiC単結晶基板の表面状態を光学顕微鏡により観察した写真である。

[図5] (a) ~ (c) は、本発明の方法により基板の基底面転位の貫通刃状転位への変換が促進されることを示す図。

[図6]本発明の例によるSiCエピタキシャル膜の成長シーケンスを示す図である。

[図7A]本発明によりSiC単結晶基板の基底面転位が貫通刃状転位に変換されるにあたってバッファ層の平坦性が影響することを示す図であって、バッファ層の平坦性が保てない場合を示す。

[図7B]本発明によりSiC単結晶基板の基底面転位が貫通刃状転位に変換されるにあたってバッファ層の平坦性が影響することを示す図であって、バッファ層の平坦性が保たれる場合を示す。

[図8]エピタキシャル膜の表面を熔融KOHでエッチングした時に現れるエッチピットを示す光学顕微鏡写真。

発明を実施するための形態

[0020] 以下、本発明の具体的な内容について述べるが、以下の実施形態に限定されない。

[0021] 本発明のエピタキシャルSiC単結晶ウェハの製造方法におけるエピタキ

シャル成長で好適に用いることができる装置は、横型の熱CVD装置である。CVD法は、装置構成が簡単であり、ガスのon/offで成長を制御できるため、エピタキシャル膜の制御性、再現性に優れた成長方法である。

[0022] 先ず、参考のため、従来のエピタキシャル膜成長の製造方法を利用したSiC単結晶基板上へのエピタキシャル成長について述べる。図2において、従来のエピタキシャル膜成長を行う際の典型的な成長シーケンスを、ガスの導入タイミングと併せて示す。

[0023] エピタキシャル成長炉にSiC単結晶基板をセットし、成長炉内を真空排気した後、水素ガスを導入して圧力を5k~20kPaに調整する。その後、圧力を一定に保ちながら水素ガス流量と成長炉の温度を上げ、成長温度である1550~1650℃に達した後、毎分100~200Lの水素ガス中でt1の時間SiC単結晶基板表面のエッチングを行う。水素ガスを用いたこのエッチングは、SiC単結晶基板の表面に形成された酸化膜の除去や加工等による変質層の除去などを目的とするものであり、エッチング時間(t1)は通常10分程度である。また、この時にエッチングされるSiC単結晶基板の量(厚さ)は10~50nm程度であり、エッチング後のSiC単結晶基板の表面粗さのRa値は0.1~0.2nm程度である。なお、表面粗さRaは、JIS B0601-1994に規定の算術平均粗さを表す。

[0024] エッチング終了後、材料ガスであるSiH₄とC₃H₈とをエピタキシャル成長炉に導入して成長を開始する。SiH₄流量は毎分100~150cm³、C₃H₈流量は毎分50~70cm³であり(材料ガス中のSi原子数に対するC原子数の比(C/Si比)は1~2程度)、成長速度は毎時~10μmである。この成長速度は、通常利用されるエピタキシャル層の膜厚が10μm程度であるため、生産性を考慮して決定されたものである。そして、一定時間成長し、所望の膜厚が得られた時点でSiH₄とC₃H₈の導入を止め、水素ガスのみ流した状態で温度を下げる。温度が常温まで下がった後、水素ガスの導入を止め、成長室内を真空排気し、不活性ガスを成長室に導入して、成長室を大気圧に戻してから、SiC単結晶基板を取り出す。

[0025] (本発明におけるエピタキシャルSiC単結晶ウェハの製造方法)

次に、本発明におけるエピタキシャルSiC単結晶ウェハの製造方法について、図3の成長シーケンスを用いて説明する。

[0026] [実施形態1]

(エッチング工程)

SiC単結晶基板をエピタキシャル成長炉にセットし、SiC単結晶基板の表面のエッチングを開始するまでの条件は、図2に示した内容と同様である。従って、使用するエッチングガス、エッチングガスの圧力条件、エッチング時の温度、ガス流量は、従来技術におけるエッチング工程の条件と同じである。但し、エッチング時間 t_2 は0.5~1.5時間程度として、SiC単結晶基板の表面に基底面転位を起点とした短いステップバンチングが形成されるようにする。エッチング量は500nm~1000nm程度である。このエッチング量は、以下で示す短いステップバンチングを発生させるために必要な量であり、少なすぎるとステップバンチング密度が不足して十分な基底面転位の変換効率が得られず、多すぎると表面荒れが発生し、この場合も基底面転位の変換効率が下がる。

[0027] エッチング後のSiC単結晶基板の表面の様子を示す写真を図4に示す。図4において観察される長さ0.5~1mm程度の縦線(紙面の上下方向の線)が短いステップバンチングを表し、この線の部分が凸形状になっている。この短いステップバンチングの中央にはSiC単結晶基板の基底面転位が存在していることが確認されており、基底面転位周辺の結晶状態が変化しているため、エッチングの進行が遅くなり、基底面転位周辺の部分が凸形状になったと考えられる。この状況を図5で説明する。

[0028] 図5(a)は図1と同じ状態を表し、エッチング前、あるいは従来技術のように殆どエッチングが行われていない場合のSiC単結晶基板表面の断面模式図である。符号1がSiC単結晶基板の基底面転位であり、符号2が基底面転位周辺で結晶状態が変化しているステップである。

[0029] エッチング進行中の状態を図5(b)に模式的に示す。基底面転位の表面

出口近傍のステップ2'は結晶状態が変化しているため、エッチングによる後退量が小さく、ステップ3は基底面転位が存在しない通常の結晶状態であることから、ステップ2'よりも後退量は大きくなる。そして、エッチング終了時には、図5(c)に示されるように、基底面転位の表面出口近傍のステップ2'(図5(b))は殆どエッチングされないが、通常の結晶状態のステップ3(図5(b))はエッチングされて、前記ステップ2'のエッチング後のステップ2''の位置まで後退する(図5(c)の符号3')このように、エッチング終了後、基底面転位が表面に出る部分で、複数のステップが合体して段差が大きくなっている。この結果、図4に示すような短いステップバンチングが形成されたものと考えられる。

[0030] 図3におけるエッチング時間 t_2 と短いステップバンチングが生じたエッチング後のSiC単結晶基板の表面粗さRa値との関係を事前に求めることができる。エッチング時間 t_2 と表面粗さRa値との関係に基づいて、Ra値が0.5nm以上3.0nm以下になるようなエッチング時間 t_2 を0.5~1.5時間(hour)程度にしても良い。 t_2 を0.5~1.5時間程度とすることにより、エッチング量が500nm~1000nmとなり、そのときのRaが0.5nm~3.0nmである。従ってRaがこの範囲を外れた場合、或いはエッチング時間が0.5~1.5時間を満たさない場合、上述したエッチング量が500nm以上1000nm以下では無い場合と同様に、基底面転位の変換効率が改善されない。

[0031] 図3に示すように、エッチング後は、図2の場合と同様の手順でSiCのエピタキシャル成長を行うことができる。このように、SiC単結晶基板の表面粗さRa値が0.5nm以上3.0nm以下になるようにエッチングを実施してエピタキシャル成長を行うことで、4°程度のオフ角を持ったSiC単結晶基板上的エピタキシャル膜において、膜中に残存する基底面転位をSiC単結晶基板中の値の5%以下まで低減した良好なエピタキシャル膜が得られるようになる。

[0032] これを再び図5(c)を用いて説明する。図1で説明したように、Ra値

が0.5 nm以上3.0 nm以下になるようなエッチングを行っていない状態でも、通常、SiC単結晶基板の基底面転位の大部分は貫通刃状転位に変換される。しかし、図5(c)の符号1'で示した基底面転位に注目すると、上記Ra値となるようにエッチングした後では、この転位の出口におけるテラス（すなわち、ステップ2''上のテラス2''a）が広がっているため、基底面転位は、基底面方向（図1のb方向）には一層進行し難く、より貫通刃状転位に変換され易くなる。すなわち、基底面転位は図1に示したa方向に進み易くなる。このようにSiC単結晶基板のエッチングによって基底面転位近傍に形成されたステップの集合部10が、SiC単結晶基板の基底面転位をより効率よく貫通刃状転位に変換することを見出し、それが必然的に短いステップバンチングを伴うため、表面のRa値と変換効率が関連付けられたことが本発明に繋がっている。

[0033] 本発明によれば、基底面転位が貫通刃状転位に変換する変換率は従来90～93%程度であったのに対して、95%以上とすることができる。また、Ra値に関して、その値が小さすぎる場合、このような転位の変換効果の改善が見られず、反対に大きすぎるとテラス部分もエッチングされていることになるため、転位が変換されずに基底面方向（図1のb方向）に進行する確率が上がると考えられ、Ra値には最適値が存在する。

[0034] このSiC単結晶基板のエッチングは、エピタキシャル成長炉内にエッチングガスを流して行うようにすればよく、代表的には水素ガスをエッチングガスとして用いることができ、毎分100～200L程度の流量でエッチングを行うようにすればよい。水素ガス以外にも、例えば、ヘリウムやアルゴン等をエッチングガスとして用いるようにしてもよい。また、エッチングの際の温度や圧力については図2や図3で示したような成長炉内の条件を採用することができ、具体的には、温度は1500℃以上1700℃以下であるのがよく、圧力は1kPa以上20kPa以下であるのがよい。

[0035] [実施形態2]

(バッファー層の形成工程)

本発明の第2実施形態では、第1実施形態におけるSiC単結晶基板のエッチング後に、エピタキシャル成長炉内に珪素系及び炭素系の材料ガスを流してSiCをエピタキシャル成長させて、バッファ層とデバイス動作層とを形成する手順について、図6の成長シーケンスを用いて説明する。SiC単結晶基板をセットし、SiC単結晶基板表面のエッチングが終了するまでは図3と同様である。エッチング終了後、材料ガスであるSiH₄とC₃H₈とを導入して成長を開始するが、先ず、バッファ層を形成し、次いで、デバイス動作層を形成する。このバッファ層は、貫通刃状転位への変換を促進させて、基底面転位を低減させる役割を主に担い、デバイス動作層はデバイスの形成に用いられるものである。

[0036] このようにエピタキシャル成長開始時にバッファ層を形成することで、デバイス動作層を成長させた後のエピタキシャル膜において、膜中に残存する基底面転位が効果的に低減した良好な膜が得られるようになる。これは、詳しくは下記で説明するように、バッファ層としてエピタキシャル膜を低いC/Si比で成長させ、SiC単結晶基板上に平坦性の高いエピタキシャル膜を形成することで、SiC単結晶基板表面の基底面転位が安定して貫通刃状転位に変換するためである。これを図7A、Bで説明する。

[0037] 図7Aは、エッチング終了後のSiC単結晶基板上に、デバイス動作層を形成するような場合と同様のC/Si比でエピタキシャル層4を成長させた場合を示しているが、SiC単結晶基板の基底面転位1の近傍で短いステップバンチングが発生している部分2'では、結晶状態が乱れているためステップフロー成長が進行し難くなる。その結果、特に成長初期において膜厚が増加し、符号5に示すようにエッジ部分が盛り上がり、逆にその下部6では裾野のようにして膜厚が減少する。このようになると、SiC単結晶基板の基底面転位1は、b方向に進んだ方が短くなるという状況が発生するため、基底面転位のままでエピタキシャル膜に残存することになり、成長前エッチングを最適化した効果が低減される。このような状態のバッファ層では表面のRa値は3nmを超えている。

[0038] 一方、図7Bのように、エッチング終了後のSiC単結晶基板に対してエピタキシャル層を低いC/Si比で成長させることで、平坦性や均一性の高いエピタキシャル膜4を形成させることができる。これにより、ステップの集合部10が発生している部分2'において符号4のような平坦な状態になっていると考えられ、前記エピタキシャル膜4はエッチング等を行わなくても基底面転位1'が貫通刃状転位に変換しやすい状態に維持される。すなわち、エッチングで短いステップバンチングを伴うステップの集合部10を形成し、基底面転位の変換効率を上げたSiC単結晶基板に対し、その効果をより確実にするためには、低いC/Si比で成長し、平坦性の高いエピタキシャル膜4をバッファー層として形成することが重要になる。この場合のバッファー層の表面Ra値は、1～3nmである。

[0039] 本発明により、4°程度といった実用的なオフ角度を持ったSiC単結晶基板上的エピタキシャル膜において、膜中に残存する基底面転位を低減した良好なエピタキシャル膜が得られるようになる。エッチング終了後のSiC単結晶基板に対して成長させるバッファー層の厚さは、エッチングにより短いステップバンチングを形成したSiC単結晶基板の基底面転位の変換が完了できる厚さとするために0.5μm以上1μm以下である。このバッファー層は低いC/Si比で成長するため厚くなると成長時間が長くなり、また、C/Si比の揺らぎによる成長膜の安定性が問題となること等を考慮して、膜厚の上限を決めている。

[0040] また、バッファー層を成長する際の材料ガス中のSi原子数に対するC原子数の比(C/Si比)は0.3以上0.6以下である。これは前述の通り、ステップフロー成長を促進するために必要であり、0.6より大きいとその効果が小さくなり、0.3より小さいとSiドロプレットの発生が問題となるからである。例えば、珪素系の材料ガスとしてSiH₄を用い、炭素系の材料ガスとしてC₃H₈を用いる場合、バッファー層を成長させる際のSiH₄流量は毎分50～60cm³であり、C₃H₈流量は毎分6～10cm³である。

[0041] また、バッファー層のエピタキシャル膜の成長温度に関しては、1600

℃未満であると膜の品質を低下させ、1700℃を超えると表面からの原子の再蒸発が大きくなることから、エピタキシャル膜の成長温度は1600℃以上1700℃以下とする。成長時の圧力も膜の品質に影響を与え、低すぎると表面粗さが増加し、高すぎるとSiドロプレットの発生が問題となるため、バッファ層を形成する際の圧力は2kPa以上10kPa以下とする。

[0042] [実施形態3]

(デバイス動作層の形成工程)

第3実施形態では、第2実施形態によるバッファ層形成後、デバイス動作層が、使用されるデバイスの用途に応じた成長条件で成長させる。尚、バッファ層形成工程とデバイス動作層との間に前記バッファ層をエッチングする工程を入れず、前記バッファ層を形成した時の珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスのC/Siよりも高いC/Si値にて、珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを流して、前記バッファ層上に直接的に炭化珪素をエピタキシャル成長させてデバイス動作層を形成する。

[0043] 具体的には、材料ガス中のSi原子数に対するC原子数の比(C/Si比)は1.0以上2.0以下であるのがよく、成長温度は1600℃以上1700℃以下であるのがよく、成長圧力は2kPa以上10kPa以下であるのがよい。このデバイス動作層の厚さについても用途等に応じて適宜設定することができるが、好適には5μm以上50μm以下であるのがよい。なお、バッファ層やデバイス動作層の形成に用いる材料ガスとして、上記の成長シーケンスではSiH₄とC₃H₈の場合を例示したが、材料ガスはこれらに制限されず、例えば、珪素系の材料ガスとしてSiHCl₃、SiH₂Cl₂、SiCl₄等を用いたり、炭素系の材料ガスとしてC₂H₄、CH₄等を用いることができる。また、これらのエピタキシャル膜を成長する際に、N₂等のドーピングガスを併せて流すようにしても勿論構わない。

[0044] 本発明で用いるSiC単結晶基板のオフ角度については、好ましくは、(0001)面に対して<11-20>方向へ傾けたオフ角度が2°以上4°以下であるのがよい。オフ角度が4°より大きいと基板内の基底面転位がオ

フ角度を付けられた表面と交わる角度が大きくなり、エピタキシャル成長時に基底面方向（図1中のb方向）に進んでもそれと垂直方向（図1中のa方向）へ進んでも転位の長さがあまり変わらなくなるため本発明の効果が現れにくい。反対に、 2° より小さいと初期状態での基底面転位の数が少ない上、テラスが広すぎることによるステップフロー成長の阻害等の悪影響が大きくなる。

[0045] このようにして成長させたエピタキシャルSiC単結晶ウェハ上に好適に形成されるデバイスとしては特に制限はないが、例えばショットキーバリアダイオード、PINダイオード、MOSダイオード、MOSトランジスタ等を挙げることができ、なかでも電力制御用に用いられるデバイスを得るのに好適である。

実施例

[0046] 以下、実施例等に基づいて本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらの内容に制限されるものではない。

[0047] (参考例1)

先ず、SiC単結晶基板の表面を算術平均粗さRa値が0.5nm以上3.0nm以下となるようにエッチングした後、バッファ層を設けずに、直接デバイス動作層を形成した例を参考例1～4として示す。

[0048] 4インチ(100mm)ウェハ用SiC単結晶インゴットから、約400 μ mの厚さでスライスした、粗削りとダイヤモンド砥粒による通常研磨及び化学機械研磨(CMP)を実施した、4H型のポリタイプを有するSiC単結晶基板のSi面に、以下のようなエピタキシャル成長を実施した。このSiC単結晶基板は(0001)面に対して $\langle 11-20 \rangle$ 方向へ傾けたオフ角度が 4° である。

[0049] 成長の手順としては図6の成長シーケンスのようにし、具体的には、エピタキシャル成長炉に上記SiC単結晶基板をセットし、成長炉内を真空排気した後、水素ガスを導入しながら圧力を10kPaに調整した。その後、圧力を一定に保ちながら水素ガスの流量と成長炉の温度を上げ、最終的に水素ガス

は毎分150L、成長炉の温度は1635℃にした。その後圧力を2kPaに調整して水素ガス中でSiC単結晶基板のエッチングを40分行った。このとき、予め同じ条件でエッチングしたSiC単結晶基板の表面を原子間力顕微鏡（AFM）で観察した結果に基づけば、このエッチング後のSiC単結晶基板の表面粗さRa値は0.5nmになる。エッチング後、成長炉の温度を1650℃に上げ、SiH₄流量を毎分150cm³、C₃H₈流量を毎分65cm³にして成長を開始し、エピタキシャル層の厚さが10μmになるまで成長させた（C/Si比は1.3）。成長したエピタキシャル層はデバイス動作のためのデバイス動作層であり、基底面転位の変換効率を更に上げるためのバッファ層は成長させていない。

[0050] このようにしてエピタキシャル成長を行った膜を熔融KOHでエッチングし、エッチピットが現れたデバイス動作層の表面の光学顕微鏡写真を図8に示す。図8の写真の矢印が基底面転位によるエッチピットであり、他のピットは貫通せん転位あるいは貫通刃状転位によるものである。このような方法により、得られたエピタキシャル膜内の基底面転位密度を評価して、SiC単結晶基板の基底面転位密度と比較したところ、この参考例1では、SiC単結晶基板表面の基底面転位でエピタキシャル膜に引き継がれたものは全体の3.5%であった。つまり、SiC単結晶基板表面の基底面転位の96.5%が変換されたことになり、これらは貫通刃状転位に変換したと考えられる。なお、エピタキシャル膜の成長条件や変換効率についてまとめたものを表1、2に示す。

[0051] (参考例2)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である（オフ方向は参考例1と同じ）。水素ガス中でのエッチング開始までは参考例1と同様であるが、この参考例2ではエッチング時間を60分とし、エッチング後のSiC単結晶基板の表面粗さRa値が1.3nmになるようにした。エッチング後は

参考例 1 と同様にエピタキシャル成長を行った(バッファー層の形成は無し)。成長後のエピタキシャル膜を溶融 KOH でエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC 単結晶基板表面の基底面転位の変換率は 97% であった。

[0052] (参考例 3)

参考例 1 と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H 型のポリタイプを有する 4 インチ (100mm) の SiC 単結晶基板の Si 面に、エピタキシャル成長を実施した。基板のオフ角は 4° である (オフ方向は参考例 1 と同じ)。水素ガス中でのエッチング開始までは参考例 1 と同様であるが、この参考例 3 ではエッチング時間を 80 分とし、エッチング後の SiC 単結晶基板の表面粗さ Ra 値が 3.0 nm になるようにした。エッチング後は参考例 1 と同様にエピタキシャル成長を行った(バッファー層の形成は無し)。成長後のエピタキシャル膜を溶融 KOH でエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC 単結晶基板表面の基底面転位の変換率は 97% であった。

[0053] (参考例 4)

参考例 1 と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H 型のポリタイプを有する 4 インチ (100mm) の SiC 単結晶基板の Si 面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC 単結晶基板のオフ角が 2° であること以外は、水素ガスによるエッチング、エッチング後の SiC 単結晶基板の Ra 値、及びエピタキシャル成長の条件は参考例 1 と同様である(バッファー層の形成は無し)。成長後のエピタキシャル膜を溶融 KOH でエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC 単結晶基板表面の基底面転位の変換率は 96% であった。

[0054] (実施例 1)

参考例 1 と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H 型のポリタイプを有する 4 インチ (100mm) の SiC 単結晶基板の Si 面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC 単結晶基板のオフ角は 4° である (オフ方向は参考

例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を1650℃に上げて、バッファー層を成長させた。成長条件はSiH₄流量が毎分50cm³、C₃H₈流量が毎分6.7cm³(C/Si比は0.4)であり、成長圧力は6kPaとして、膜厚0.5μmのSiCエピタキシャル膜を得た。

[0055] バッファー層を成長させた後、SiH₄流量を毎分150cm³、C₃H₈流量を毎分65cm³にし(C/Si比は1.3)、圧力を2kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を10μm成長させた。そして、成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は98.5%であった。

[0056] (実施例2)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例2と同様である。エッチング後、成長炉の温度を1650℃に上げて、バッファー層を成長させた。成長条件はSiH₄流量が毎分50cm³、C₃H₈流量が毎分5cm³(C/Si比は0.3)であり、成長圧力は6kPaとして、膜厚0.8μmのSiCエピタキシャル膜を得た。

[0057] バッファー層を成長させた後、SiH₄流量を毎分150cm³、C₃H₈流量を毎分65cm³にし(C/Si比は1.3)、圧力を2kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を10μm成長させた。そして、成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は98%であった。

[0058] (実施例3)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプ

を有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は 4° である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例3と同様である。エッチング後、成長炉の温度を 1650°C に上げて、バッファ層を成長させた。成長条件は SiH_4 流量が毎分 50cm^3 、 C_3H_8 流量が毎分 10cm^3 (C/Si比は0.6)であり、成長圧力は6kPaとして、膜厚 $1\mu\text{m}$ のSiCエピタキシャル膜を得た。

[0059] バッファ層を成長させた後、 SiH_4 流量を毎分 150cm^3 、 C_3H_8 流量を毎分 65cm^3 にし(C/Si比は1.3)、圧力を2kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を $10\mu\text{m}$ 成長させた。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は97.8%であった。

[0060] (実施例4)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角が 2° である以外は実施例1と同様にしてエッチング、エピタキシャル膜の成長を行った。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は97.5%であった。

[0061] (比較例1)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は 4° である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガス中でのエッチングまでは参考例1と同様であるが、エッチング時間を10分とし、エッチング後のSiC単結晶基板の表面粗さRa値が0.2nmになるようにした。エッチング後は参考例1と同様にエピ

タキシャル成長を行った(バッファー層の形成は無し)。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は91%であり、参考例に比べて変換効率は落ちていた。

[0062] (比較例2)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガス中でのエッチングまでは参考例1と同様であるが、エッチング時間を100分とし、エッチング後のSiC単結晶基板の表面粗さRa値が4nmになるようにした。エッチング後は参考例1と同様にエピタキシャル成長を行った(バッファー層の形成は無し)。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は90.5%であり、参考例に比べて変換効率は落ちていた。

[0063] (比較例3)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を1650°Cに上げて、バッファー層を成長させた。成長条件はSiH₄流量が毎分50cm³、C₃H₈流量が毎分16.7cm³(C/Si比は1.0)であり、成長圧力は6kPaとして、膜厚0.5μmのSiCエピタキシャル膜を得た。

[0064] バッファー層を成長させた後、SiH₄流量を毎分150cm³、C₃H₈流量を毎分65cm³にし(C/Si比は1.3)、圧力を2kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を10μm成長させた。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の

評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は93.5%であった。これは、バッファ層成長時のC/Si比が高く、膜の平坦性が悪化したため、変換効率が低下したと考えられる。

[0065] (比較例4)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を1650°Cに上げて、バッファ層を成長させた。成長条件はSiH₄流量が毎分50cm³、C₃H₈流量が毎分6.7cm³(C/Si比は0.4)であり、成長圧力は6kPaとして、膜厚2μmのSiCエピタキシャル膜を得た。

[0066] バッファ層を成長させた後、SiH₄流量を毎分150cm³、C₃H₈流量を毎分65cm³にし(C/Si比は1.3)、圧力を2kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を10μm成長させた。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は93%であった。これは、バッファ層の膜厚が大きく成長時間が長くなったため、C/Si比の揺らぎにより膜の平坦性が悪化して、変換効率が低下したと考えられる。

[0067] (比較例5)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を1580°Cに下げて、バッファ層を成長させた。成長条件はSiH₄流量が毎分50cm³、C₃H₈流量が毎分6.7cm³(C/Si比は0.4)であり、成長圧力は6kPa

aとして、膜厚0.5 μm のSiCエピタキシャル膜を得た。

[0068] バッファ層を成長させた後、成長炉の温度を1650°Cに上げて、SiH₄流量を毎分150 cm³、C₃H₈流量を毎分65 cm³にし(C/Si比は1.3)、圧力を2 kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を10 μm 成長させた。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は91%であった。これは、バッファ層を低い温度で成長させたため、ステップフロー成長が均一に進行せずに膜の平坦性が悪化して、変換効率が低下したと考えられる。

[0069] (比較例6)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は4°である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を1720°Cに上げて、バッファ層を成長させた。成長条件はSiH₄流量が毎分50 cm³、C₃H₈流量が毎分6.7 cm³(C/Si比は0.4)であり、成長圧力は6 kPaとして、膜厚0.5 μm のSiCエピタキシャル膜を得た。

[0070] バッファ層を成長させた後、成長炉の温度を1650°Cに下げて、SiH₄流量を毎分150 cm³、C₃H₈流量を毎分65 cm³にし(C/Si比は1.3)、圧力を2 kPaにして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を10 μm 成長させた。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は90.5%であった。これは、バッファ層を高い温度で成長させたため、表面からの原子の再蒸発が大きく膜の平坦性が悪化して、変換効率が低下したと考えられる。

[0071] (比較例7)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプ

を有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は 4° である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を 1650°C に上げて、バッファ層を成長させた。成長条件は SiH_4 流量が毎分 50cm^3 、 C_3H_8 流量が毎分 6.7cm^3 (C/Si比は0.4)であり、成長圧力は 1.5kPa として、膜厚 $0.5\mu\text{m}$ のSiCエピタキシャル膜を得た。

[0072] バッファ層を成長させた後、 SiH_4 流量を毎分 150cm^3 、 C_3H_8 流量を毎分 65cm^3 にし(C/Si比は1.3)、圧力を 2kPa にして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を $10\mu\text{m}$ 成長させた。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は 91% であった。これは、バッファ層を低い圧力で成長したことによる表面荒れにより膜の平坦性が悪化し、変換効率が低下したと考えられる。

[0073] (比較例8)

参考例1と同様にスライス、粗削り、研磨を行った、4H型のポリタイプを有する4インチ(100mm)のSiC単結晶基板のSi面に、エピタキシャル成長を実施した。SiC単結晶基板のオフ角は 4° である(オフ方向は参考例1と同じ)。水素ガスによるエッチングや、エッチング後のSiC単結晶基板のRa値は参考例1と同様である。エッチング後、成長炉の温度を 1650°C に上げて、バッファ層を成長させた。成長条件は SiH_4 流量が毎分 50cm^3 、 C_3H_8 流量が毎分 6.7cm^3 (C/Si比は0.4)であり、成長圧力は 12kPa として、膜厚 $0.5\mu\text{m}$ のSiCエピタキシャル膜を得た。

[0074] バッファ層を成長させた後、 SiH_4 流量を毎分 150cm^3 、 C_3H_8 流量を毎分 65cm^3 にし(C/Si比は1.3)、圧力を 2kPa にして、デバイス動作のためのエピタキシャル層(デバイス動作層)を $10\mu\text{m}$ 成長した。成長後のエピタキシャル膜を溶融KOHでエッチングし、エッチピットによる転位密度の評価を行ったところ、SiC単結晶基板表面の基底面転位の変換率は 91.2

%であった。これは、バッファー層を高い圧力で成長したことによるS iド
ロップレットの発生により膜の平坦性が悪化し、変換効率が低下したと考え
られる。

[0075] 上記参考例1～4、実施例1～4及び比較例1～8の条件と評価結果を表
1及び表2に示す。

[0076]

[表1]

	off angle (°)	H2 etching time (分)	Ra (nm)	パツプア一層			テハイス動作層	変換効率 (%)
				厚さ(μm)	C/Si比	温度(°C)		
参考例 1	4	40	0.5	—	—	—	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	96.5
参考例 2	4	60	1.3	—	—	—	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	97
参考例 3	4	80	3	—	—	—	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	97
参考例 4	2	40	0.5	—	—	—	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	96
実施例 1	4	40	0.5	0.5	0.4	1650	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	98.5
実施例 2	4	60	1.3	0.8	0.3	1650	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	98
実施例 3	4	80	3	1	0.6	1650	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	97.8
実施例 4	2	40	0.5	0.5	0.4	1650	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	97.5

[0077]

[表2]

	off angle (°)	H2 etching time (分)	Ra (nm)	バックアワー層			デバイス動作層	効率 (%)
				厚さ(μm)	C/Si比	温度(°C)		
比較例 1	4	10	0.2	—	—	—	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	91
比較例 2	4	100	4	—	—	—	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	90.5
比較例 3	4	40	0.5	1.0	1650	6	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	93.5
比較例 4	4	40	0.5	0.4	1650	6	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	83
比較例 5	4	40	0.5	0.4	1580	6	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	91
比較例 6	4	40	0.5	0.4	1720	6	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	90.5
比較例 7	4	40	0.5	0.4	1650	1.5	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	91
比較例 8	4	40	0.5	0.4	1650	12	1650°C、C/Si=1.3、2kPa、10μm	91.2

産業上の利用可能性

[0078] この発明によれば、SiC単結晶基板上へのエピタキシャル成長において

、基底面転位の少ない高品質エピタキシャル膜を有するエピタキシャルSiC単結晶ウェハを作成することが可能である。そのため、このようなエピタキシャルSiC単結晶ウェハ上に電子デバイスを形成すれば、デバイスの特性及び歩留まりが向上することが期待できる。

請求の範囲

[請求項1] エピタキシャル成長炉内に珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを流して、熱CVD法により炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハを製造する方法であって、

エピタキシャル成長を開始する前に、エピタキシャル成長炉内にエッチングガスを流して、炭化珪素単結晶基板の表面を算術平均粗さRa値が0.5nm以上3.0nm以下となるように予めエッチングすることを特徴とするエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

[請求項2] 前記エッチングの後、珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、前記エッチングされた前記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てバッファ層を形成し、

引き続き前記バッファ層上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてデバイス動作層を形成するに際し、前記バッファ層を形成した時の前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスのSi原子数に対するC原子数の比C/Siよりも高いC/Siにすることを特徴とする請求項1に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

[請求項3] 前記C/Siを0.3以上0.6以下にして、前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、1600℃以上1700℃以下の成長温度、及び、2kPa以上10kPa以下の成長圧力にて、炭化珪素を前記炭化珪素単結晶基板上にエピタキシャル成長させて厚さ0.5μm以上1μm以下のバッファ層を形成することを特徴とする請求項2に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

[請求項4] 前記C/Siを1.0以上2.0以下にして、前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、1600℃以上1700℃以下の成長温度、及び、2kPa以上10kPa

以下の成長圧力にて、前記デバイス動作層を形成することを特徴とする請求項2又は3に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

[請求項5] 前記エッチングガスが水素ガスを含むことを特徴とする請求項1～4のうちいずれか1項に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

[請求項6] 前記炭化珪素単結晶基板は、(0001)面に対して $\langle 11-20 \rangle$ 方向へ傾けたオフ角度が 2° 以上 4° 以下であることを特徴とする請求項1～5のうちいずれか1項に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

[請求項7] 前記炭化珪素単結晶基板の表面における基底面転位の95%以上が、前記バッファ層と前記炭化珪素単結晶基板の界面で貫通刃状転位に変換されることを特徴とする請求項1～6のうちいずれか1項に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

補正された請求の範囲
[2016年11月11日(11.11.2016) 国際事務局受理]

- [請求項1] (補正後) エピタキシャル成長炉内に珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを流して、熱CVD法により炭化珪素単結晶基板上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハを製造する方法であって、
- エピタキシャル成長を開始する前に、エピタキシャル成長炉内にエッチングガスを流して、前記炭化珪素単結晶基板の表面を算術平均粗さRa値が0.5nm以上3.0nm以下となるように前記炭化珪素単結晶基板の表面を500nm~1000nmエッチングして、
- 前記炭化珪素単結晶基板の表面に基底面転位を起点としたステップバンチングを形成することを特徴とするエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。
- [請求項2] 前記エッチングの後、珪素系材料ガス及び炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、前記エッチングされた前記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てバッファ層を形成し、
- 引き続き前記バッファ層上に炭化珪素をエピタキシャル成長させてデバイス動作層を形成するに際し、前記バッファ層を形成した時の前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスのSi原子数に対するC原子数の比C/Siよりも高いC/Siにすることを特徴とする請求項1に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。
- [請求項3] 前記C/Siを0.3以上0.6以下にして、前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、1600℃以上1700℃以下の成長温度、及び、2kPa以上10kPa以下の成長圧力にて、炭化珪素を前記炭化珪素単結晶基板上にエピタキシャル成長させて厚さ0.5μm以上1μm以下のバッファ層を形成することを特徴とする請求項2に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

- [請求項4] 前記C/Siを1.0以上2.0以下にして、前記珪素系材料ガス及び前記炭素系材料ガスを前記エピタキシャル成長炉内に供給して、1600°C以上1700°C以下の成長温度、及び、2kPa以上10kPa以下の成長圧力にて、前記デバイス動作層を形成することを特徴とする請求項2又は3に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。
- [請求項5] 前記エッチングガスが水素ガスを含むことを特徴とする請求項1～4のうちいずれか1項に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。
- [請求項6] 前記炭化珪素単結晶基板は、(0001)面に対して<11-20>方向へ傾けたオフ角度が2°以上4°以下であることを特徴とする請求項1～5のうちいずれか1項に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。
- [請求項7] 前記炭化珪素単結晶基板の表面における基底面転位の95%以上が、前記バッファ層と前記炭化珪素単結晶基板の界面で貫通刃状転位に変換されることを特徴とする請求項1～6のうちいずれか1項に記載のエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法。

条約第 19 条（1）に基づく説明書

1. 補正の内容

請求項 1 を補正した。

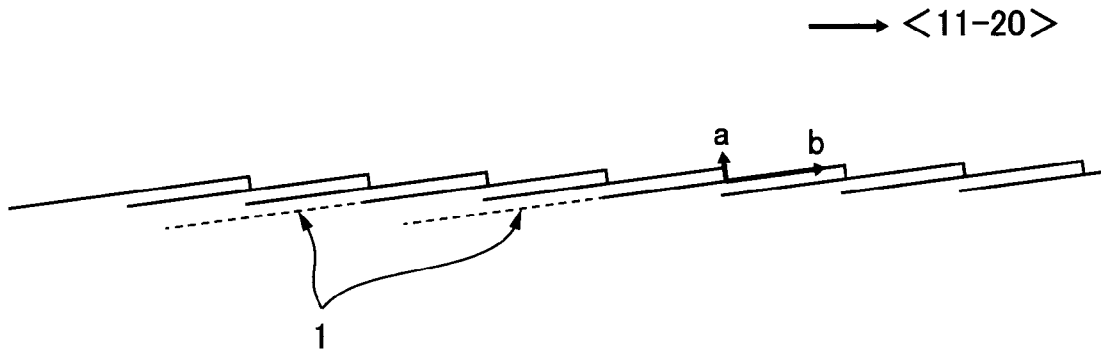
2. 説明

明細書の段落 [0026] の記載に基づき、請求項 1 に「前記炭化珪素単結晶基板の表面を 500 nm～1000 nm エッチングして、前記炭化珪素単結晶基板の表面に基底面転位を起点としたステップバンチングを形成する」ことを請求項 1 の構成に組み入れた。

請求項 1 に記載されたエピタキシャル炭化珪素単結晶ウェハの製造方法において、上記構成を備えることはいずれの引用文献にも記載されていない。

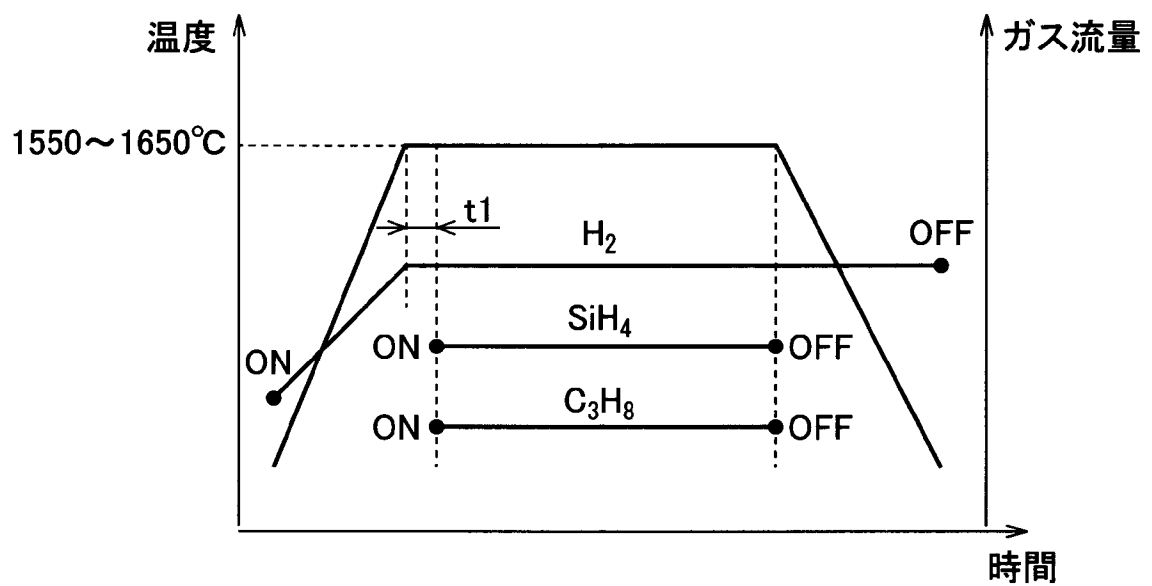
[図1]

図1



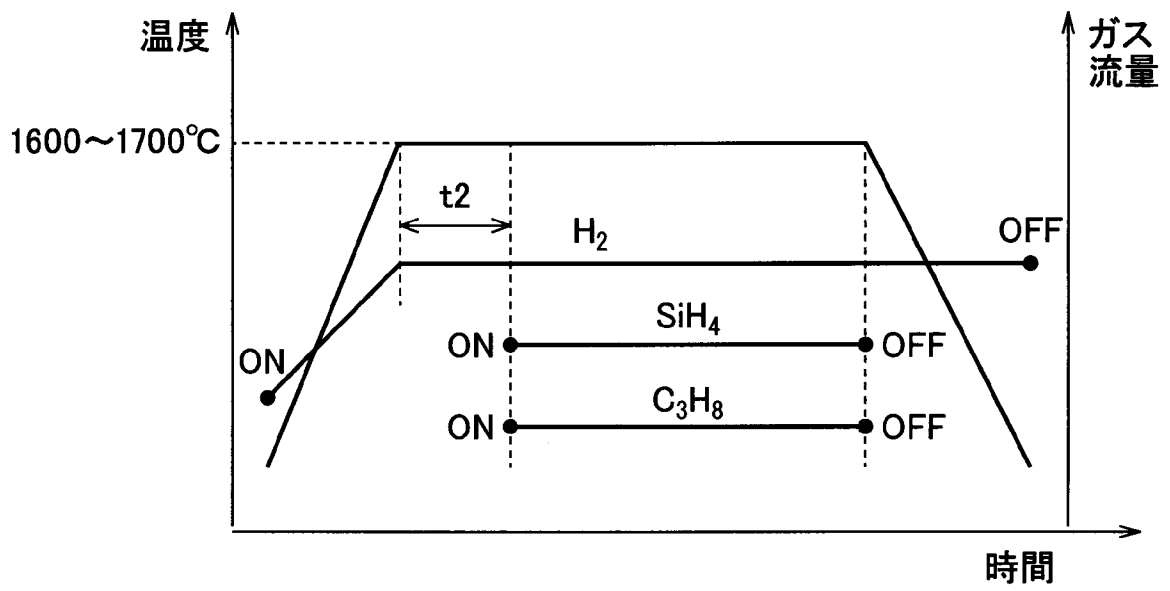
[図2]

図2



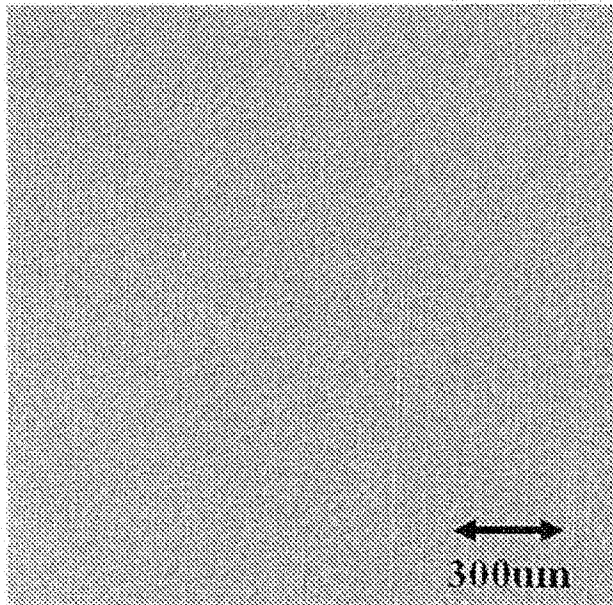
[図3]

図3



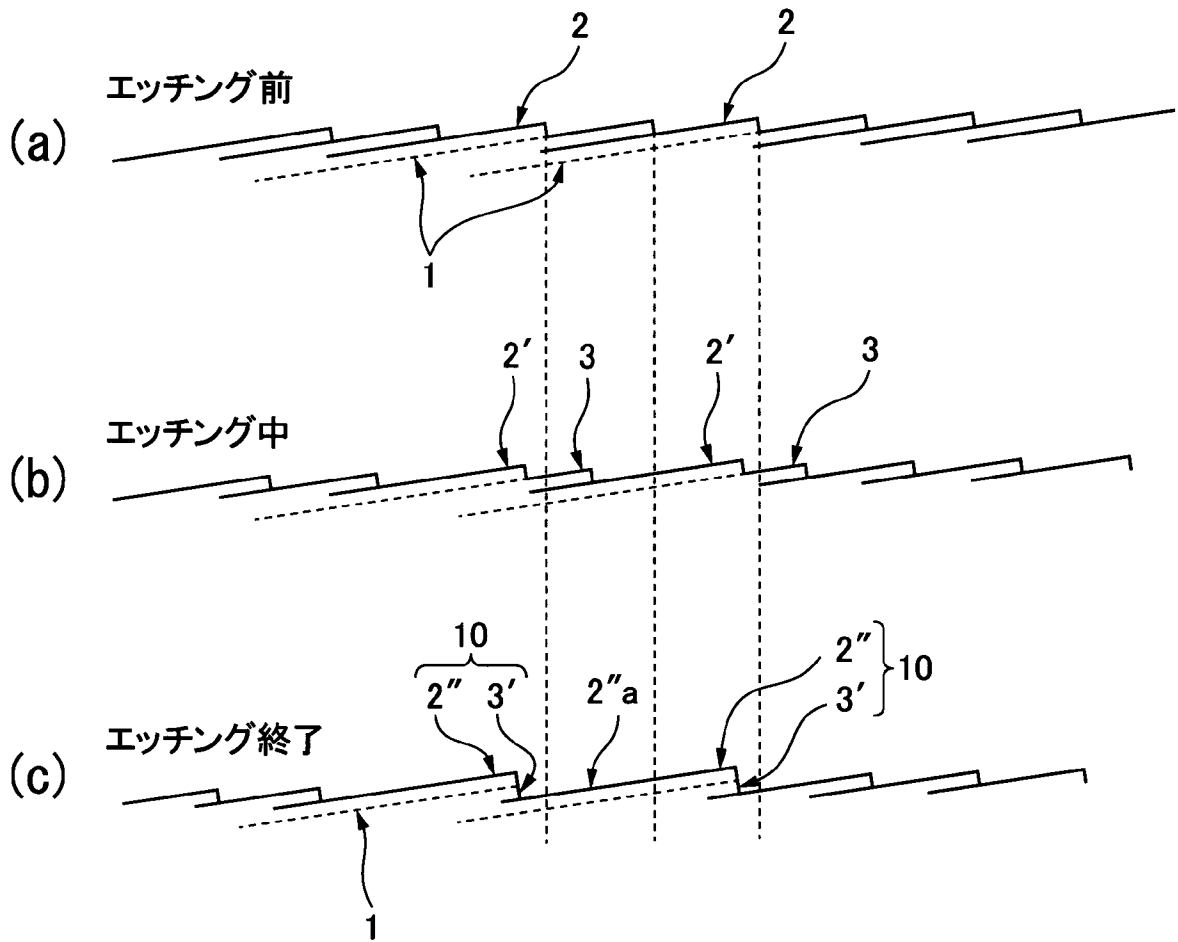
[図4]

図4



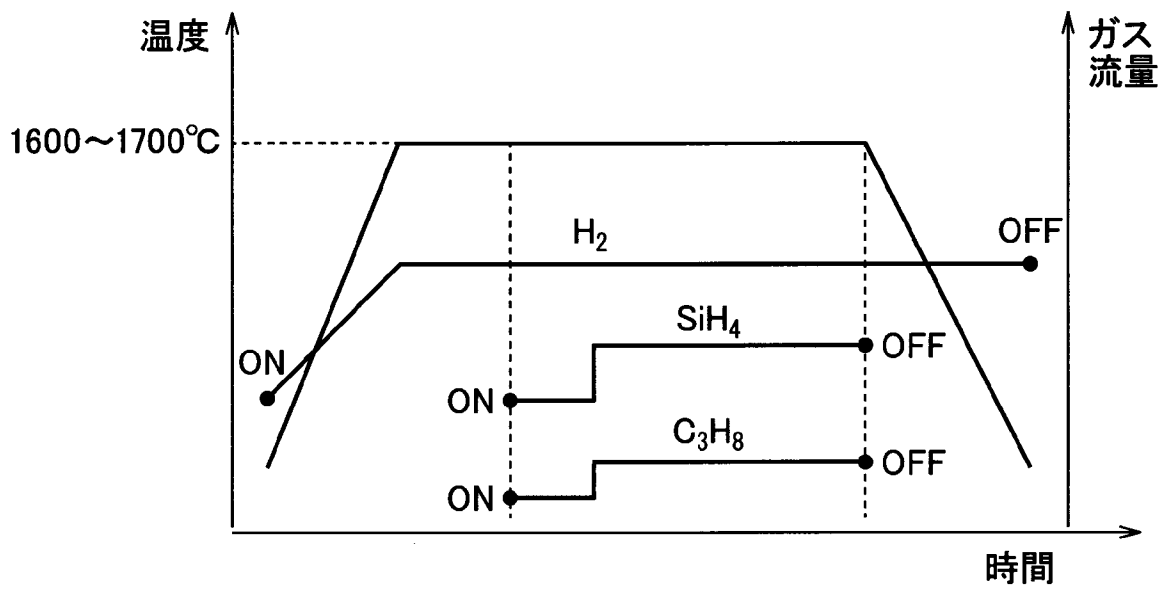
[図5]

図5



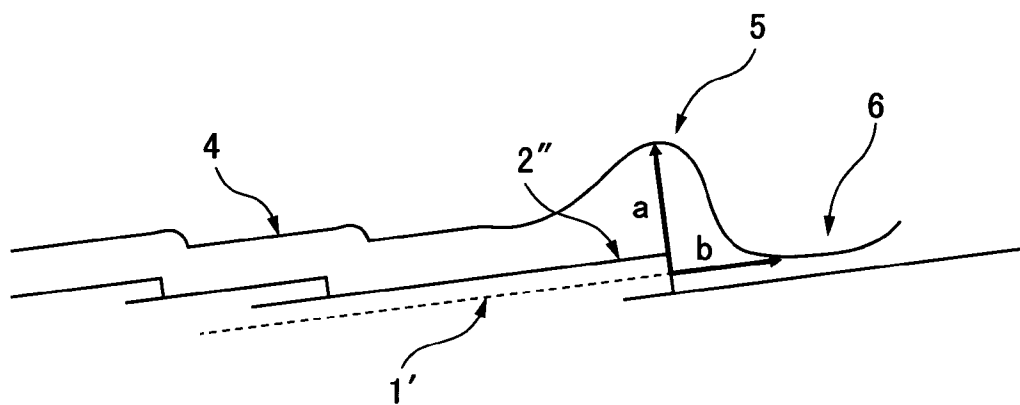
[図6]

図6



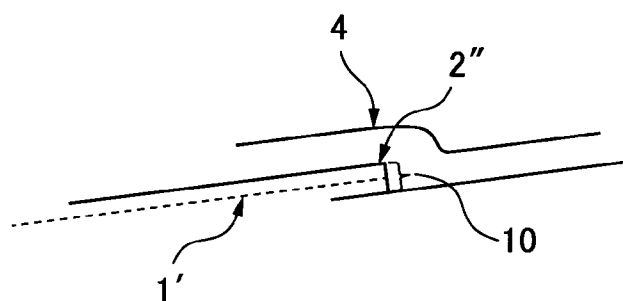
[図7A]

図7A



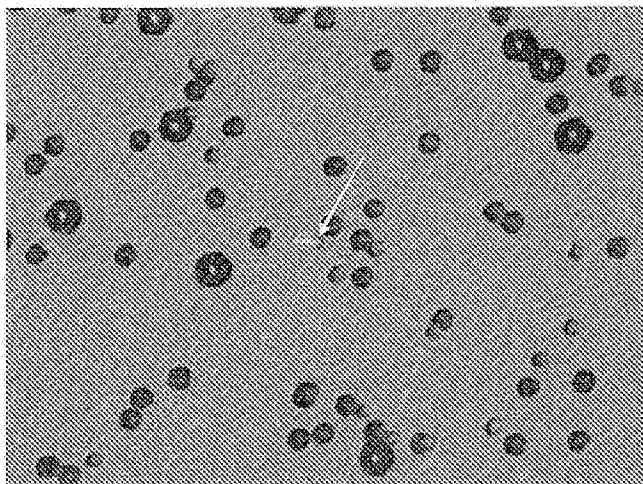
[図7B]

図7B



[図8]

図8



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2016/072421

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C30B29/36(2006.01)i, H01L29/161(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

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	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

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 Y	US 2014/0117380 A1 (DOW CORNING CORP.), 01 May 2014 (01.05.2014), claims 1, 20, 21; paragraphs [0001] to [0083] & JP 2016-501809 A & WO 2014/065949 A1 & EP 2912681 A1 & CN 104813439 A & KR 10-2015-0074176 A	1, 5 1-4, 6, 7
Y	JP 2015-824 A (Toyo Tanso Co., Ltd.), 05 January 2015 (05.01.2015), claims 1 to 6; paragraphs [0001] to [0070] & US 2015/0294867 A1 claims 18 to 31; paragraphs [0001] to [0106] & WO 2014/076963 A1 & EP 2921574 A1 & TW 201426863 A & CN 104797747 A & KR 10-2015-0086324 A	1-7

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search 24 August 2016 (24.08.16)	Date of mailing of the international search report 06 September 2016 (06.09.16)
--	--

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/072421

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2009-256138 A (Nippon Steel Corp.), 05 November 2009 (05.11.2009), claims 1 to 13; paragraphs [0001], [0012] to [0035] (Family: none)	2-4, 7
Y	WO 2014/125550 A1 (Mitsubishi Electric Corp.), 21 August 2014 (21.08.2014), paragraphs [0001], [0031] & US 2015/0354090 A1 paragraphs [0001], [0037] & DE 112013006661 T & CN 104995718 A	6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C30B29/36(2006.01)i, H01L29/161(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 (IPC))

Int.Cl. C30B1/00-35/00

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	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2016年
日本国実用新案登録公報	1996-2016年
日本国登録実用新案公報	1994-2016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 Y	US 2014/0117380 A1 (DOW CORNING CORPORATION) 2014.05.01, 請求項1, 20, 21, [0001] - [0083] & JP 2016-501809 A & WO 2014/065949 A1 & EP 2912681 A1 & CN 104813439 A & KR 10-2015-0074176 A	1, 5 1-4, 6, 7
Y	JP 2015-824 A (東洋炭素株式会社) 2015.01.05, 請求項1-6, [0001] - [0070] & US 2015/0294867 A1, 請求項18-31, [0001] - [0106] & WO 2014/076963 A1 & EP 2921574 A1 & TW 201426863 A & CN 104797747 A & KR 10-2015-0086324 A	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

24.08.2016

国際調査報告の発送日

06.09.2016

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 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)

末松 佳記

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

4G

3443

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
Y	JP 2009-256138 A (新日本製鐵株式会社) 2009. 11. 05, 請求項 1 - 13, [0001], [0012] - [0035] (ファミリーなし)	2-4, 7
Y	WO 2014/125550 A1 (三菱電機株式会社) 2014. 08. 21, [0001], [0031] & US 2015/0354090 A1, [0001], [0037] & DE 112013006661 T & CN 104995718 A	6