

(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
2011 年 6 月 23 日(23.06.2011)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2011/074453 A1

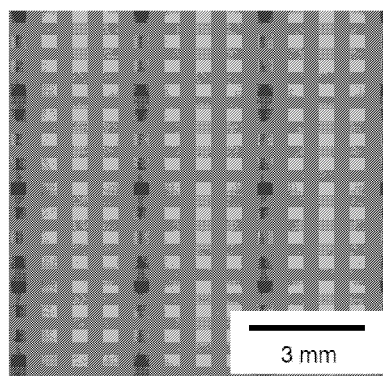
- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) *C30B 25/16* (2006.01)
C23C 16/02 (2006.01) *C30B 25/20* (2006.01)
C23C 16/42 (2006.01) *H01L 21/205* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/071989
- (22) 国際出願日: 2010 年 12 月 8 日(08.12.2010)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2009-283113 2009 年 12 月 14 日(14.12.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 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 1 3 番 9 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 武藤 大祐 (MUTO Daisuke) [JP/JP]; 〒3691893 埼玉県秩父市下影森 1 5 0 5 番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP). 百瀬 賢治(MOMOSE Kenji) [JP/JP]; 〒3691893 埼玉県秩父市下影森 1 5 0 5 番地 昭和電工株式会社内 Saitama (JP). 小田原 道哉
- (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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, 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, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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

[続葉有]

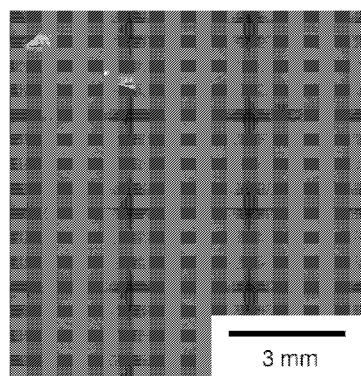
(54) Title: SiC EPITAXIAL WAFER AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 発明の名称: S i C エピタキシャルウェハ及びその製造方法

[図10]



(a)



(b)

(57) Abstract: Disclosed is an SiC epitaxial wafer, which has reduced triangular defects and lamination defects, high carrier concentration uniformity and high film thickness uniformity, and is step-bunching-free. Also disclosed is a method for manufacturing the wafer. In the SiC epitaxial wafer, an SiC epitaxial layer is formed on a 4H-SiC single crystal substrate which is tilted by an off-angle of 0.4-5°. The defect density of the triangular defects on the surface of the SiC epitaxial layer is 1 defect/cm² or less.

(57) 要約: 本発明により、三角欠陥及び積層欠陥が低減され、キャリア濃度及び膜厚の均一性が高く、ステップバンチングフリーの S i C エピタキシャルウェハ及びその製造方法が提供される。本発明の S i C エピタキシャルウェハは、0.4°~5°のオフ角で傾斜させた 4H-S i C 単結晶基板上に S i C エピタキシャル層を形成した S i C エピタキシャルウェハであって、前記 S i C エピタキシャル層の表面の三角形の欠陥密度が 1 個/cm² 以下であることを特徴とする。

WO 2011/074453 A1

WO 2011/074453 A1



(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, 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及びその製造方法

技術分野

[0001] 本発明はS i Cエピタキシャルウェハ及びその製造方法、特に、欠陥密度が低く、膜厚及びキャリア濃度の均一性が高く、ステップバンチングがない高品質のS i Cエピタキシャルウェハ及びその製造方法に関するものである。

本願は、2009年12月14日に、日本に出願された特願2009-283113号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] 地球温暖化問題への対応として、省エネルギー技術の向上が求められている。多くの技術項目が取り上げられている中、電力変換時のエネルギーロスを低減するパワーエレクトロニクス技術は、基幹技術として位置づけられている。パワーエレクトロニクスは、従来シリコン（S i）半導体を用いて技術改良がなされ性能を向上させてきたが、シリコンの材料物性の限界からその性能向上も限界に近づきつつあると言われている。そのため、シリコンよりも物性限界を大きくとれる炭化珪素（S i C）に期待が集まっている。炭化珪素はシリコンに対して、例えば、バンドギャップは約3倍、絶縁破壊電界強度は約10倍、熱伝導度は約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] S i Cデバイスの実用化の促進には、高品質の結晶成長技術、高品質のエピタキシャル成長技術の確立が不可欠である。

[0004] S i Cは多くのポリタイプを有するが、実用的なS i Cデバイスを作製する為に主に使用されているのは4H-S i Cである。S i Cデバイスの基板としては昇華法等で作製したバルク結晶から加工したS i C単結晶ウェハを用い、通常、この上にS i Cデバイスの活性領域となるS i Cエピタキシャ

ル膜を化学的気相成長法（CVD）によって形成する。

エピタキシャル膜中には基板に用いているポリタイプと異なるポリタイプが混入しやすく、例えば、基板に4H-SiCを使った場合には3C-SiCや8H-SiCが混入する。異なるポリタイプの混入は結晶格子の積層構造を乱し、積層欠陥となる。

エピタキシャル成長は、これらの混入を抑制するため、SiC単結晶基板を微傾斜させてステップフロー成長（原子ステップからの横方向成長）させて行うのが一般的であるが、速い成長速度を持つステップが遅い成長速度を持つステップに追いついて合体し、ステップバンチングが発生する。

[0005] 高品質のエピタキシャル膜の作製には、積層欠陥及びステップバンチングを低減させる必要がある。また、エピタキシャル膜の表面の三角形の欠陥（以下「三角欠陥」という）を低減し、面内における膜厚のばらつきやキャリア濃度のばらつきの低減も必要である。

[0006] <低オフ角SiC単結晶基板上のエピタキシャル成長>

SiC基板が2インチ程度までのサイズの場合ではSiC単結晶基板のオフ角は主に8°が用いられてきた。このオフ角においてはウェハ表面のテラス幅が小さく、容易にステップフロー成長が得られるが、オフ角が大きいほど、SiCインゴットから得られるウェハ枚数が少なくなる。そのため、3インチ以上のSiC基板においては、主に4°程度のオフ角のものが用いられている。

コスト削減の観点から、さらなる低オフ角、最も望ましくはステップフロー成長をさせることが可能なオフ角として知られる0.4°程度の微傾斜オフ角SiC単結晶基板上のエピタキシャル成長技術の確立が求められている。

[0007] しかしながら、低オフ角になるほど、SiC単結晶基板（ウェハ）の表面のテラス幅が大きくなるため、ステップ端に取り込まれるマイグレーション原子の取り込まれ速度、すなわちステップ端の成長速度にバラツキが生じやすく、その結果、遅い成長速度のステップに速い成長速度のステップが追い

ついて合体し、ステップバンチングが発生するという問題がある。特にエピタキシャル面がS i 面の場合、C面よりも表面原子のマイグレーションが抑えられるため、容易にステップバンチングを生じる。ステップバンチングの低減は低オフ角S i C単結晶基板の利用には大きな課題である。

また、例えば、0. 4° のオフ角のウェハでは4° のオフ角のウェハに比べてテラス幅は10倍になり、ステップフロー成長させる長さが一桁長くなるので、従来用いられてきた常識的なステップフロー成長の条件がそのまま使えないおそれがある。

[0008] <ステップバンチング及びその観察・評価>

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。非特許文献2に典型的なステップバンチングが示されている。

従来、ステップバンチングの観察・評価は、微分干渉顕微鏡等の光学顕微鏡と原子分解能を有する原子間力顕微鏡（AFM）との組み合わせで行われることが多かった（例えば、非特許文献2、3）。

[0009] <三角欠陥及び積層欠陥並びにそれらの観察・評価>

本明細書において「三角欠陥」とは、S i C単結晶基板を微傾斜させる[11-20]方向に垂直に辺を有する略三角形の欠陥であって、エピタキシャル膜の表面に存在するものをいう（尚、本明細書では、ミラー指数の表記において、“-”はその直後の指数につくバーを意味する）。サイズは、オフ角度、欠陥の起点の深さ及び膜厚によるが、エピタキシャル膜の表面側から観察した場合、一辺のサイズは2 μm～1mm程度であり、高さ/深さは50nm程度である。レーザー光を用いる光学式表面検査装置、広範囲観察型原子間力顕微鏡、微分干渉顕微鏡等によって検出することができる。

[0010] また、積層欠陥は、結晶格子面の積み重ねがずれることにより生じる面欠陥の一種であるが、本明細書において「積層欠陥」とは、フォトルミネッセンス（PL）測定によって、S i C単結晶基板を微傾斜させる[11-20]方向に垂直に辺を有する略三角形の発光点又は暗部として検出されるもの

である。サイズは、オフ角度、欠陥の起点の深さ及び膜厚によるが、エピタキシャル膜の表面側から観察した場合、一辺のサイズは $2 \sim 400 \mu\text{m}$ 程度、面積は $100 \mu\text{m}^2 \sim 80000 \mu\text{m}^2$ 程度である。発光の場合には、 $420 \sim 430 \text{nm}$ 付近で3Cのポリタイプの積層欠陥、 460nm 付近で8Hのポリタイプの積層欠陥が検出される。 750nm 以上のIR光で検出した場合には、3C及び8Hを含む全ての積層欠陥が暗転部として検出される（非特許文献1）。

尚、フォトルミネッセンス（PL）測定ではエピタキシャル膜の膜中に存在する積層欠陥を検出できるので、本明細書の「積層欠陥」とはエピタキシャル膜の膜全体に存在する「積層欠陥」が対象となる。従って、エピタキシャル膜中に存在するが表面には現れていないものも対象になり、この点でエピタキシャル膜の表面に現れているもののみが対象となる「三角欠陥」とは異なる。

[0011] 「三角欠陥」の低減の方法については、特許文献1において、SiC単結晶基板上に、材料ガス中に含まれる炭素と珪素の原子数比(C/Si比)を0.7として、 1625°C の成長温度で成長させた $5 \mu\text{m}$ のSiCエピタキシャル層（「欠陥低減層」）の表面において、三角欠陥密度が $2.5 \text{個}/\text{cm}^2$ であったこと（実施例1）、また、この欠陥低減層の層厚を $0.5 \mu\text{m}$ にして、この層の上に原子数比(C/Si比)を1.2として同じ成長温度（ 1625°C ）で成長させた $10 \mu\text{m}$ のSiCエピタキシャル層（活性層）の表面では三角欠陥密度が $2 \text{個}/\text{cm}^2$ であったこと（実施例2）、さらには、欠陥低減層を形成せずに、原子数比(C/Si比)を1.6として 1625°C で成長させた $10 \mu\text{m}$ のSiCエピタキシャル層の表面において、三角欠陥密度が $5 \sim 10 \text{個}/\text{cm}^2$ であったこと（比較例）が報告されている。

特許文献1では、従来の成長温度 $1500 \sim 1600^\circ\text{C}$ よりも高い成長温度でエピタキシャル成長させることに着目しているが、「三角欠陥」の低減のためには「欠陥低減層」の形成が必要とされている。また、「 1625°C 」という従来の成長温度より高い成長温度という要件だけでは三角欠陥密度

を低減できないことが示されている。

[0012] <ガスエッチング及び原料ガスの供給>

S i C単結晶基板上にS i Cエピタキシャル膜を成膜するには従来、機械研磨を行った後、化学的機械研磨（CMP）及びガスエッチングを順に行ってS i C単結晶基板の表面処理を行った後、化学的気相成長法によりS i Cエピタキシャル膜を成膜していた。ガスエッチングは、研磨工程に起因するダメージや研磨痕（スクラッチ）の除去や表面平坦化のために、前処理として1500℃程度の高温で主に水素ガスを用いてエッチングを行うものである。

[0013] ガスエッチングに際しては、S i Cエピタキシャル膜の原料ガスであるプロパン（ C_3H_8 ）ガスを水素雰囲気添加到しながら行われていた（特許文献2、特許文献3の段落[0002]、および非特許文献4）。非特許文献4に示されているように、水素ガスエッチングは良好なエピタキシャル表面を得るためには必須とされているが、水素のみではS i ドロップレットが発生してしまうことが示されており、 C_3H_8 を添加することで、その発生を抑制できる効果があるとされている。

しかしながら、研磨によるダメージや研磨痕（スクラッチ）が、ガスエッチング後の基板表面にも残留していると、その後、その基板表面に形成されたエピタキシャル膜中に異種ポリタイプや転位、積層欠陥などが導入されてしまうという問題があった。そこでこれを回避するために、ガスエッチング時間を延長してエッチング量を増加させすぎると、今度は基板表面で表面再構成が生じて、エピタキシャル成長開始前に基板表面にステップバンチングを生じさせてしまうという問題があった。

[0014] そこで、このステップバンチングの発生を抑制するために、エッチング量を減少させる方法として、ガスエッチングに際して原料ガスであるシラン（ SiH_4 ）ガスを水素ガスに添加しながら行う方法が提案された（特許文献3）。

[0015] 特許文献2及び3のいずれの方法においても、S i Cエピタキシャル膜の

原料ガスである C_3H_8 ガス、又は、 SiH_4 ガスを添加してガスエッチングを行うが、ガスエッチング後にその添加ガスを排気することなく、そのまま続けて他方のガスを導入して SiC エピタキシャル膜の成膜工程に入る（特許文献2の図2、特許文献3の図4）。すなわち、 SiC エピタキシャル膜の成長を開始する前に、 SiC 基板の表面に、プロパン（ C_3H_8 ）ガス、又は、シラン（ SiH_4 ）ガスが既に存在する状態となっている。

[0016] このように特許文献2及び3に代表されるような現在一般に行われている方法では、 SiC エピタキシャル膜の成長を開始するに際して、原料ガスである C_3H_8 ガス及び SiH_4 ガスの供給は同時には行なっていなかった。

先行技術文献

特許文献

[0017] 特許文献1：特開2009-256138号公報

特許文献2：特許第4238357号公報

特許文献3：特開2005-277229号公報

非特許文献

[0018] 非特許文献1：Materials Science Forum vols. 615-617(2009) pp 129-132

非特許文献2：Mater. Sci. Forum 527-529, (2006) pp. 239-242

非特許文献3：Journal Cryst. Growth 291, (2006) pp. 370-374

非特許文献4：Journal Cryst. Growth 291, (2002) pp. 1213-1218

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0019] 本発明は、上記事情を鑑みてなされたもので、三角欠陥及び積層欠陥が低減され、膜厚及びキャリア濃度の均一性が向上し、ウェハの全面にステップバンチングがないステップバンチングフリーという従来に比べて格段に高品質の SiC エピタキシャルウェハ及びそ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

[0020] 三角欠陥及び積層欠陥はS i Cデバイスの特性、歩留り、及び信頼性に悪影響を及ぼすから、その低減が不可欠である。本発明が対象とする低オフ角のS i Cエピタキシャルウェハに関し、三角欠陥を低減する方法については特許文献1に開示されているが、積層欠陥を低減する方法についてはほとんど報告がないのが現状である。

[0021] そこで、まず、三角欠陥及び積層欠陥の低減について、エピタキシャル成長時の成長温度と、三角欠陥及び積層欠陥の密度との関係を調べた。

[表1]

成長温度 (°C)	三角欠陥密度 (cm^{-2})	積層欠陥密度 (cm^{-2})
1500	14.6	81.9
1550	3	6.9
1600	2.4	2.8
1650	0.6	0

表1は、4°のオフ角で傾斜させた4H-S i C単結晶基板のS i 面上に、成長速度を5 $\mu\text{m}/\text{h}$ に固定して1500°C~1650°Cの成長温度でS i Cのエピタキシャル層を成膜したS i Cエピタキシャルウェハの三角欠陥及び積層欠陥の密度の結果を示すものである。1500°C~1600°Cは従来成長温度として通常用いられてきた温度範囲内のものであるのに対して、1650°Cは通常用いられてきた温度範囲よりも50°C高い。

三角欠陥密度はレーザー光を用いる光学式表面検査装置（K L A-T e n c o r社製C a n d e l a C S 2 0）で測定し、積層欠陥密度はフォトルミネッセンスイメージング装置（フォトンデザイン社製P L I-100）で測定した結果である。

[0022] 三角欠陥及び積層欠陥の主な原因は共通であり、（１）成膜装置内のダウ
ンフォール等の異物、（２）成長中のステップフロー不十分、が挙げられる
が、三角欠陥には（１）成膜装置のダウンフォール等の異物、の寄与が大き
く、積層欠陥には（２）成長中のステップフロー不十分、の寄与が大きいと
考えられる。

[0023] １５００℃～１６００℃の成長温度では、積層欠陥密度の方が三角欠陥密
度より高い。

これは、従来成長温度として通常用いられてきた温度範囲では、（２）成長
中のステップフロー不十分の寄与が、（１）成膜装置内のダウンフォール等
の異物の寄与、よりも大きいことを示している。

これに対して、１６５０℃の成長温度では、三角欠陥密度の方が積層欠陥
密度より高い。これは、従来成長温度として通常用いられてきた温度範囲よ
りも高い１６５０℃においては、（１）成膜装置内のダウンフォール等の異
物の寄与が、（２）成長中のステップフロー不十分の寄与、よりも大きいこ
とを示している。

この結果は、従来の成長温度（１４００～１６００℃）よりも高い温度に
、より良好なステップフロー成長が行われる温度が存在していることを示し
ている。すなわち、従来の成長温度（１４００～１６００℃）よりも高い温度
においては、より理論に近い成長が行われると考えられる。

[0024] そこで、本発明者は、鋭意研究の結果、０．４～５°の範囲のオフ角ごと
に、成長温度と成長速度とを見直し、三角欠陥及び積層欠陥を著しく低減す
る適切な成長温度と成長速度との組み合わせを見出した。

[0025] さらに、三角欠陥及び積層欠陥の低減に対して、ＳｉＣ単結晶基板のエピ
タキシャル成長時のおもて面（エピタキシャル膜形成面、主面）及び裏面の
加熱状況の違いに着目した。すなわち、ＳｉＣ単結晶基板はエピタキシャル
成長時に加熱されるが、ＳｉＣ単結晶基板の裏面はＳｉＣ単結晶基板を支持
する支持部材に直接接触して支持されており、支持部材から直接加熱される
。これに対して、おもて面はエピタキシャル膜を形成するために真空空間に

剥き出しの状態にあり、直接加熱されない。さらに、キャリアガスである水素がおもて面上を流れるため、熱が持ち去られる。これらのことから、エピタキシャル成長時のおもて面は裏面に対して低い温度になる。例えば、ホットウォール型の成膜装置の場合は、おもて面はウェハから離間して配置した輻射加熱部材からの輻射熱及び裏面から基板内を通して伝わる伝導熱によって加熱される。このようなS i C単結晶基板のエピタキシャル成長時のおもて面（主面）及び裏面の加熱状況の違いのため、おもて面は裏面よりも温度が低い状態にあり、この温度差に起因して熱膨張の大きさがおもて面は裏面よりも小さく、エピタキシャル成長時にはS i C単結晶基板はおもて面が凹むように変形する。この変形量は、ウェハの表面と裏面の温度差が大きいほど大きくなる。そのため、本発明のように従来よりも高い温度でウェハを加熱する場合には、従来よりも大きな変形量になるため、より顕著な問題になる。特に、ウェハの外周領域はウェハを支持する加熱部材から浮いてしまうことになり、ウェハ表面の温度は必要とされる温度よりも下がってしまう。その結果、三角欠陥及び積層欠陥が発生しない温度範囲と成長速度範囲でエピタキシャル成長を行った場合であっても、外周部分には三角欠陥及び積層欠陥が高密度に発生することになる。さらにS i C単結晶基板の反りは微視的には結晶格子面の反りであり、基板表面の結晶格子面が凹んだ状態でエピタキシャル層が堆積されることが転位などの欠陥形成に繋がり、積層欠陥の一因になり得ることに着目したのである。

そこで、S i C単結晶基板のエピタキシャル成長時のおもて面（主面）及び裏面の加熱状況の違いに起因した基板の凹み（反り）を解消した状態でエピタキシャル成長を行うということに想到した。具体的には、室温において主面に対して凸状となるようにS i C単結晶基板を加工してエピタキシャル成長時において基板の凹み（反り）を低減した状態、好ましくは解消した状態でエピタキシャル成長を行うこととした。

この結果、基板の凹み（反り）を低減した状態、好ましくは解消した状態にするにより、基板支持部材とS i C単結晶基板とが密接に接するようにな

って、基板の温度分布の均一性（特に中央部分と周辺部分との温度差が大きい）が改善するため、膜厚及びキャリア濃度の均一性が向上することを見出した。

[0026] また、ステップバンチングを低減する方法の現状は以下の通りである。

原子分解能を有するAFM（以下「通常のAFM」という）は表面の原子配列を直接観察できるものの、最大観察範囲は $10 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度であり、それ以上の広範囲の測定は機構上困難である。しかしながら、SiCエピタキシャル膜表面のステップバンチングはウェハの端から端まで連続しているものと認識されていたため、光学顕微鏡と組み合わせることによって、そのAFMの機構上の欠点も特に不都合とされてはいなかった。

また、AFMよりも広範囲の $200 \mu\text{m} \sim 1 \text{mm}$ 程度の範囲を観察するのに微分干渉顕微鏡が用いられるが、この微分干渉顕微鏡（例えば、非特許文献3）では、ステップの高さを定量化することができず、また、特に倍率が大きいときに数nmの高さのステップを検出することができないという不都合があった。

[0027] ステップバンチングはSiCエピタキシャル膜表面の平坦化を妨げるものであるから、SiCデバイスの高性能化のためにはその発生を抑制する必要がある。ステップバンチングは表面の段差であるため、特に、SiCエピタキシャル膜表面に酸化膜を形成し、その界面に通電させるMOSFET（Metal-Oxide-Semiconductor Field-Effect Transistor）において、その存在は動作性能および信頼性に致命的な影響を与える場合がある。そのため、従来からこのステップバンチングの抑制の研究は精力的に行われてきた。

[0028] このMOSFETを含めたSiCパワーデバイスの活性領域は通常のAFMの測定範囲よりも大きい。そのため、優れた特性を有するデバイスを作製可能とするエピタキシャル成長表面を得るためには、通常のAFMあるいは微分干渉顕微鏡による評価では十分とは言えない。

[0029] また、上述の通り、ガスエッチングの際に原料ガスである C_3H_8 ガス、又は、 SiH_4 ガスを添加して行うのが一般的であり、その後にその添加ガスを

排気することなくそのまま続けて他方のガスを導入してS i Cエピタキシャル膜の成膜工程を行っていた。この場合、これらの原料ガスの基板表面への供給は同時になされていなかった。水素ガスだけでエッチングを行う場合もあったが、原料ガスの基板表面への同時供給の重要性は認識されていなかった。

[0030] <短いステップバンチング>

本発明者らは、高さ方向の感度がA F Mと同程度であって、かつ、レーザー光を用い、微分干渉顕微鏡よりも広範囲を観察することができる光学式表面検査装置と、広範囲観察型のA F M（以下「広範囲観察型A F M」という）とを組み合わせ用いて、従来の方法でステップバンチングを抑制したとされたS i Cエピタキシャルウェハの観察・評価を行い、通常のA F Mや微分干渉顕微鏡では捉えることが困難なステップバンチングが表面の標準的な状態として存在することを見出した。

[0031] 新たに存在を明らかにしたステップバンチングは、平均100 μ m程度の間隔で存在し、[1-100]方向に100~500 μ mの長さを有していた。また、後述するが、このステップバンチングは、らせん転位が成長表面に現れて形成されるシャローピットが表面に段差を形成し、それが原因で発生するものであり、らせん転位は元々、エピタキシャル成長膜の基板として用いるS i C単結晶基板中に含まれるものなので、基板起因と言えるものである。

[0032] 他方、従来既知のステップバンチング（以下、「従来のステップバンチング」という）は平均1.5 μ m程度の間隔で存在し、[1-100]方向に5mm以上の長さを有するものである。また、その発生は元々、S i C単結晶基板の表面はオフ角度があるため、表面にはそれに対応した原子ステップがあり、この原子ステップはエピタキシャル成長、あるいはガスエッチングの過程で移動するが、ステップ間でこの移動速度にばらつきが生じるとこれらのステップ同士がお互い合体して生ずるものであり、基板中の転位には関係なく発生するものである。

[0033] そこで、本明細書では、新たにその存在を明らかにしたステップバンチングを従来のステップバンチングと区別して、「短いステップバンチング」と記載する。

[0034] 図1に、通常のAFM（Veeco Instrument社製Dimension V）によって観察したSiCエピタキシャルウェハ表面の $10\mu\text{m}$ □のAFM像（立体表示の表面斜視像）を示す。図1（a）は従来のステップバンチングを示すAFM像であり、図1（b）は短いステップバンチングを示すAFM像である。

[0035] 図1（b）に矢印Aで示したようなAFM像が得られた場合、又は、一面の走査ではなくカンチレバーの数回の往復走査でこのようなAFM像の一部が得られた場合は、ノイズと判断されたり、又は、表面の標準的な状態を示すものではなく、たまたま特異な状態を有する領域を観察したものと判断されて、他の領域に移動して観察をするのが通常であった。そのため、短いステップバンチングは従来、通常のAFMや微分干渉顕微鏡においても観察されていたはずとも言えるが、少なくともSiCエピタキシャル膜表面の標準的な状態を示すものと認識されていなかったものである。

[0036] 図2に、本発明で用いた広範囲観察型AFM（キーエンス社製ナノスケールハイブリッド顕微鏡VN-8000）によって観察したSiCエピタキシャル膜表面の $200\mu\text{m}$ □のAFM像を示す。

図2（a）は従来のステップバンチングを示すAFM像であり、図2（b）は短いステップバンチングを示すAFM像である。

[0037] 従来のステップバンチングについては図2（a）に示すように、通常のAFM像と同様、平均 $1.5\mu\text{m}$ 程度の間隔で存在することが観察できる。これに対して、図2（b）には2本のライン（矢印B、C）が等しい間隔で安定に観察されていることがわかる。 $200\mu\text{m}$ □という広範囲でこのようにステップが安定に観察できることは単なるノイズや特異な表面領域を示すものではないこと、そして、従来のステップバンチングとは性質の異なるステ

ップバンチングの存在を裏付けるものである。

[0038] 短いステップバンチングの存在を他の表面検査装置でも確認するため、レーザー光を用いる光学式表面検査装置（K L A－T e n c o r 社製 C a n d e l a C S 2 0）による観察を行った。この光学式表面検査装置は、測定範囲が数 μm □ ～ 4 インチ □ 以上のウェハ全面であって広範囲観察型 A F M よりも大きいため、短いステップバンチングの密度を測定するのにも適している。

[0039] 本発明で用いる光学式表面検査装置（K L A－T e n c o r 社製 C a n d e l a C S 2 0 と同じ原理で表面検査をする装置）とは、レーザー光をウェハに対して斜めに入射して、ウェハ表面からの散乱光の強度、および反射光の強度と反射位置を検出するシステムを有することを特徴とするものである。ウェハの表面はスパイラルスキャンされる。反射位置は、ウェハ表面の凸凹をなぞるように変化するため、この位置情報からラフネス（表面粗さ）を算出することができる。ステップバンチングに対応した周期の表面ラフネス情報を抽出するため、100 μm のフィルターを計算時に使用し、ウェハ表面の長周期のうねり情報を除去する。

[0040] ただし、ステップバンチングは [1－100] 方向に並行であるため、スパイラルスキャン中、レーザー光とスキャン方向が並行になってしまう領域では、ステップが検出されない。そのため、ラフネス情報の算出には、一般的な極座標における $55^{\circ} \sim 125^{\circ}$ と $235^{\circ} \sim 305^{\circ}$ のそれぞれ 70° の範囲を選択する。また、スパイラルスキャンの中心はほとんどレーザー光が動かない特異点になってしまうため、その付近における反射光の位置情報は、ラフネスを反映しなくなる。そのため、中心の $\phi 10\text{mm}$ の範囲は算出領域から除外した。このようにして設定される計算範囲はウェハ全面の約 35% であるが、ステップバンチングについて、この範囲のモフォロジーは、ウェハ全面をほぼ反映している。このようにして計算されたラフネスは、A F M を用いて測定されたラフネスと相関があることから、実際の表面モフォロジーに即したものであることがわかる。

[0041] <短いステップバンチングの発生起源>

図3に、光学式表面検査装置で短いステップバンチングが観察されたSiCエピタキシャルウェハの微分干渉顕微鏡による観察結果を示す。矢印で示すように、顕著なシャローピットとそれに付随した短いステップバンチングを確認することができる。エピ層表面におけるシャローピットの深さは6.3nmであった。

[0042] さらに、図4に、このシャローピットの起源を確認するためにKOHエッチングを行った後の微分干渉顕微鏡による観察結果を示す。矢印でその一部を示すように、らせん転位の存在と付随する短いステップバンチングを確認できる。このことから、短いステップバンチングは、表面に発生したシャローピットの段差によってステップフォロ成長が阻害された結果、生じたものと推察できる。こうして、短いステップバンチングの発生の起源が基板から引き継がれたエピ層中のらせん転位に起因したシャローピットであることが理解できる。

[0043] 以上の通り、本発明者らは、光学式表面検査装置と広範囲観察型AFMという従来とは異なる表面検査装置を組み合わせることでSiCエピタキシャル膜表面を観察・評価することにより、この短いステップバンチングが表面の特異な状態ではなく、標準的な状態として存在することを見出した。そして、本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、短いステップバンチングの起源を明らかにすると共に、その発生を抑制して、ステップバンチングフリーのSiCエピタキシャルウェハを製造する方法に到達したのである。

[0044] この短いステップバンチングの存在が品質バラツキの主原因の一つであったものと考えられる。

[0045] ステップバンチングについては、従来のステップバンチングとその発生起源が異なり、SiC単結晶基板に起因する短いステップバンチングを発見し、従来のステップバンチングに加えて、この基板起因の短いステップバンチングを低減するために基板の研磨工程において必要な条件を見出した。そして、かかる条件で研磨したSiC単結晶基板にガスエッチングを施してSi

C単結晶基板を清浄化し、このS i C単結晶基板を用いれば、炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量の炭素含有ガス及び珪素含有ガスを所定の濃度比で基板表面に同時に供給して成膜を行うことにより、従来のステップバンチング及び短いステップバンチングが著しく低減することを見出した。さらに供給を同時に停止してガスを除くまで基板温度を保持し、その後以降温することによって、ステップバンチングフリーのS i Cエピタキシャルウェハが得られることを見出したのである。

[0046] 本発明は、以下の手段を提供する。

(1) $0.4^{\circ} \sim 5^{\circ}$ のオフ角で傾斜させた4H-S i C単結晶基板上にS i Cエピタキシャル層を形成したS i Cエピタキシャルウェハであって、前記S i Cエピタキシャル層の表面の三角形状の欠陥密度が1個/ cm^2 以下であることを特徴とするS i Cエピタキシャルウェハ。

(2) $0.4^{\circ} \sim 5^{\circ}$ のオフ角で傾斜させた4H-S i C単結晶基板上にS i Cエピタキシャル層を形成したS i Cエピタキシャルウェハであって、前記S i Cエピタキシャル層中の積層欠陥の密度が1個/ cm^2 以下であることを特徴とするS i Cエピタキシャルウェハ。

(3) 前記S i Cエピタキシャル層の膜厚分布が2%以下であり、かつ、そのキャリア濃度分布が10%以下であると共に、室温において前記S i Cエピタキシャルウェハの主面が凸状に反り、該凸の曲率半径が10m以上1000m以下の範囲にあることを特徴とする前項(1)又は(2)のいずれかに記載のS i Cエピタキシャルウェハ。

ここで、「主面」とは、4H-S i C単結晶基板においてエピタキシャル膜を成長させる面をいう。

また、「膜厚分布」及び「キャリア濃度分布」は、ウェハ上の複数箇所のサンプルを用いて $\{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$ (%) から求める。

また、凸の曲率半径の適切な範囲は4H-S i C単結晶基板のサイズに依存するが、ここでは3～4インチのものを想定している。

(4) $0.4^{\circ} \sim 5^{\circ}$ のオフ角で傾斜させた $4H-SiC$ 単結晶基板上に SiC エピタキシャル層を形成した SiC エピタキシャルウェハの製造方法であって、

ガスエッチングによって表面を清浄化した前記基板上に、炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量の炭素と珪素の原子数比 C/Si が $0.7 \sim 1.2$ となるように珪素含有ガス及び炭素含有ガスを供給して、 $1600^{\circ}C$ より高くかつ $1800^{\circ}C$ 以下の温度で炭化珪素膜をエピタキシャル成長させることを有し、

前記炭化珪素膜のエピタキシャル成長は、(i) オフ角が $0.4^{\circ} \sim 2^{\circ}$ の $4H-SiC$ 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600 \sim 1640^{\circ}C$ とするときは、成長速度を $1 \sim 3 \mu m/h$ として行い、成長温度を $1640 \sim 1700^{\circ}C$ とするときは、成長速度を $3 \sim 4 \mu m/h$ として行い、成長温度を $1700 \sim 1800^{\circ}C$ とするときは、成長速度を $4 \sim 10 \mu m/h$ として行い、(ii) オフ角が $2^{\circ} \sim 5^{\circ}$ の $4H-SiC$ 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600 \sim 1640^{\circ}C$ とするときは、成長速度を $2 \sim 4 \mu m/h$ として行い、成長温度を $1640 \sim 1700^{\circ}C$ とするときは、成長速度を $4 \sim 10 \mu m/h$ として行い、成長温度を $1700 \sim 1800^{\circ}C$ とするときは、成長速度を $10 \sim 20 \mu m/h$ として行う、ことを特徴とする SiC エピタキシャルウェハの製造方法。

「炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量」とは、温度を上げた基板の表面では、基板からの Si と C の脱離（昇華）と、吸着（成長）とが同時に生じており、脱離量 $>$ 吸着量の場合にはガスエッチング、脱離量 $<$ 吸着量の場合には成長という形になるが、ガスエッチングの際に珪素含有ガス及び／又は炭素含有ガスを添加する場合にこれら原料ガスの量は少ないので、仮に原料ガスを添加していても優勢なガスエッチングが生じるだけであるので、ガスエッチング時の珪素含有ガス及び／又は炭素含有ガスの供給量との差異を明確にする意でなされた表現である。

(5) 室温において主面が凸状に加工され、 $0.4^{\circ} \sim 5^{\circ}$ のオフ角を有する 4H-SiC 単結晶基板を準備する工程と、ガスエッチングによって表面を清浄化した前記基板上に、炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量の炭素と珪素の原子数比 C/Si が $0.7 \sim 1.2$ となるように珪素含有ガス及び炭素含有ガスを供給して、 1600°C より高くかつ 1800°C 以下の温度で炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる工程と、を備えたことを特徴とする SiC エピタキシャルウェハの製造方法。

(6) 前記炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる工程は、(i) オフ角が $0.4^{\circ} \sim 2^{\circ}$ の 4H-SiC 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600 \sim 1640^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $1 \sim 3 \mu\text{m/h}$ として行い、成長温度を $1640 \sim 1700^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $3 \sim 4 \mu\text{m/h}$ として行い、成長温度を $1700 \sim 1800^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4 \sim 10 \mu\text{m/h}$ として行い、(ii) オフ角が $2^{\circ} \sim 5^{\circ}$ の 4H-SiC 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600 \sim 1640^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $2 \sim 4 \mu\text{m/h}$ として行い、成長温度を $1640 \sim 1700^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4 \sim 10 \mu\text{m/h}$ として行い、成長温度を $1700 \sim 1800^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $10 \sim 20 \mu\text{m/h}$ として行う、ことを特徴とする前項 (5) に記載の SiC エピタキシャルウェハの製造方法。

(7) 前記凸の曲率半径が 10m 以上 1000m 以下の範囲にあることを特徴とする前項 (5) 又は (6) 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。

(8) 前記珪素含有ガス及び前記炭素含有ガスの供給を同時に行うことを特徴とする前項 (4) から (7) 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。

(9) 前記ガスエッチングによって表面を清浄化する前に、前記 4H-SiC 単結晶基板の表面の格子乱れ層が 3nm 以下となるまで研磨する工程を備

えたことを特徴とする前項（４）から（７）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。

（１０）前記ガスエッチングを、水素雰囲気下で１４００～１８００℃の温度で行うことを特徴とする前項（４）から（７）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。

（１１）前記ガスエッチングにおいて、前記水素雰囲気に、珪素含有ガス及び／又は炭素含有ガスを添加して行うことを特徴とする前項（１０）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

- [0047] 上記の構成によれば、三角欠陥及び積層欠陥が低減され、キャリア濃度及び膜厚の均一性が向上し、ウェハの全面にステップバンチングがないステップバンチングフリーという従来に比べて格段に高品質のＳｉＣエピタキシャルウェハ及びその製造方法を提供することができる。
- [0048] 三角欠陥及び積層欠陥が少なく、面内均一性良好でステップバンチングがない高品質の上記構成のＳｉＣエピタキシャルウェハを用いて電子デバイスを作製することにより、電子デバイスの特性安定性や特性向上、さらには歩留まり向上という効果が得られる。
- [0049] 炭化珪素膜のエピタキシャル成長を、（１）オフ角が０．４°～２°の４Ｈ－ＳｉＣ単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を１６００～１６４０℃とするときは、成長速度を１～３μｍ／ｈとして行い、成長温度を１６４０～１７００℃とするときは、成長速度を３～４μｍ／ｈとして行い、成長温度を１７００～１８００℃とするときは、成長速度を４～１０μｍ／ｈとして行い、（２）オフ角が２°～５°の４Ｈ－ＳｉＣ単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を１６００～１６４０℃とするときは、成長速度を２～４μｍ／ｈとして行い、成長温度を１６４０～１７００℃とするときは、成長速度を４～１０μｍ／ｈとして行い、成長温度を１７００～１８００℃とするときは、成長速度を１０～２０μｍ／ｈとして行う、ことにより、ＳｉＣエ

ピタキシャル層の表面の三角形状の欠陥密度が1個/cm²以下であり、S i Cエピタキシャルウェハ層中の積層欠陥の密度が1個/cm²以下であるS i Cエピタキシャルウェハが得られるという効果が得られる。

図面の簡単な説明

[0050] [図1]通常のAFMでS i Cエピタキシャルウェハ表面のステップバンチングを測定した像であり、(a)従来のステップバンチング、(b)短いステップバンチング、を示す像である。

[図2]広範囲観察型AFMでS i Cエピタキシャルウェハ表面のステップバンチングを測定した像であり、(a)従来のステップバンチング、(b)短いステップバンチング、を示す像である。

[図3]短いステップバンチングを含むS i Cエピタキシャルウェハを微分干渉顕微鏡で測定した像である。

[図4]KOHエッチング後に図3で用いたウェハを微分干渉顕微鏡で測定した像である。

[図5]広範囲観察型AFMで4°オフ角のS i CエピタキシャルウェハのS i面を測定した像であり、(a)本発明のS i Cエピタキシャルウェハ、(b)従来のS i Cエピタキシャルウェハ、を示す像である。

[図6]レーザー光を用いる光学式表面検査装置で4°オフ角のS i CエピタキシャルウェハのS i面を測定した像であり、(a)本発明のS i Cエピタキシャルウェハ、(b)従来のS i Cエピタキシャルウェハ、を示す像である。

[図7]フォトルミネッセンスイメージング装置で4°オフ角のS i CエピタキシャルウェハのS i面を測定した像であり、(a)本発明のS i Cエピタキシャルウェハ、(b)従来のS i Cエピタキシャルウェハ、を示す像である。

[図8]レーザー光を用いる光学式表面検査装置で従来の0.8°オフ角のS i CエピタキシャルウェハのC面を測定した、(a)像であり、(b)欠陥マップ、である。

[図9] レーザー光を用いる光学式表面検査装置で本発明の0.8°オフ角のSiCエピタキシャルウェハのC面を観察した、(a)像であり、(b)欠陥マップ、である。

[図10] フォトルミネッセンスイメージング装置で0.8°オフ角のSiCエピタキシャルウェハのC面を測定した像であり、(a)本発明のSiCエピタキシャルウェハ、(b)従来のSiCエピタキシャルウェハ、を示す像である。

[図11] 本発明の製造方法で用いる成膜装置の一例を示す断面模式図である。

[図12] (a) 本発明に係るSiC単結晶基板表面の断面を透過型電子顕微鏡で測定した像であり、(b)は(a)の拡大像である。

[図13] (a) 従来のSiC単結晶基板表面の断面を透過型電子顕微鏡で測定した像であり、(b)は(a)の拡大像である。

[図14] 比較例2のSiCエピタキシャルウェハ表面を(a)レーザー光を用いる光学式表面検査装置で測定した像であり、(b)広範囲観察型AFMで観察した像、である。

発明を実施するための形態

[0051] 以下、本発明を適用した一実施形態であるSiCエピタキシャルウェハ及びその製造方法について、図面を用いて詳細に説明する。

[0052] [SiCエピタキシャルウェハ]

図5及び図6に、4°のオフ角で傾斜させた4H-SiC単結晶基板のSi面上にSiCのエピタキシャル層を成膜した、本発明の実施形態であるSiCエピタキシャルウェハを、広範囲観察型AFM及びレーザー光を用いる光学式表面検査装置(KLA-Tencor社製Candela CS20)で観察した結果を示す。

[0053] 図5(a)は、本発明のSiCエピタキシャルウェハの表面の200μm□の広範囲観察型AFM像である。また、図5(b)に従来のSiCエピタキシャルウェハ表面の200μm□の広範囲観察型AFM像を示す。

[0054] 本発明のSiCエピタキシャルウェハのAFM像では、全くステップが観

察されない（ステップの線密度 0 本/mm^{-1} ）。このサンプルの他の領域についてもほとんどステップが観察されなかった。従って、ステップバンチングフリーが実現されており、ステップの線密度は 5 mm^{-1} 以下であることがわかる。また、表面の二乗平均粗さ R_q は 0.5 nm であり、最大高低差 R_y は 0.8 nm であった。同じサンプルでランダムに選んだ3つの領域の平均の R_q は 0.41 nm であり、また、平均の R_y は 0.82 nm であった。従って、観察した表面の二乗平均粗さ R_q が 1.0 nm 以下であり、かつ、最大高低差 R_y が 3.0 nm 以下であることがわかる。

[0055] これに対して、従来の SiC エピタキシャルウェハでは、線密度 340 本/mm^{-1} で多数のステップが合体したステップバンチングが観察された。このサンプルの他の3つの領域の平均のステップ線密度は 362 本/mm^{-1} であった。また、ステップは観察範囲を超えて延びていることがわかる。

また、表面の二乗平均粗さ R_q は 2.4 nm であり、最大高低差 R_y は 3.6 nm であった。同じサンプルでランダムに選んだ3つの領域の平均の R_q は 3.2 nm であり、また、平均の R_y は 4.5 nm であった。

[0056] 図6（a）及び（b）にそれぞれ、図5（a）及び（b）の同一サンプルの 1 mm 範囲について、レーザー光を用いる光学式表面検査装置によって観察した像（以下「カンデラ像」という）を示す。

観察した表面の二乗平均粗さ R_q は、本発明の SiC エピタキシャルウェハでは 0.54 nm であった。これに対して、従来の SiC エピタキシャルウェハでは 1.7 nm であり、本発明と従来の SiC エピタキシャルウェハの表面平坦性に明らかな差異を有することがわかる。

[0057] 図7（a）に、 4° のオフ角で傾斜させた 4H-SiC 単結晶基板の Si 面上に SiC のエピタキシャル層を成膜した、本発明の SiC エピタキシャルウェハをフォトルミネッセンスイメージング装置（フォトンデザイン社製 PLI-100）で観察した PL イメージ像を示す。また、図7（b）に、 4° のオフ角で傾斜させた 4H-SiC 単結晶基板の Si 面上に従来の方法により SiC のエピタキシャル層を成膜した SiC エピタキシャルウェハを

フォトルミネッセンスイメージング装置（フォトンデザイン社製 P L I - 1 0 0 ）で観察した P L イメージ像を示す。

図 7（a）で示した本発明の S i C エピタキシャルウェハでは三角形状の発光・吸収が観察されず、積層欠陥が存在しない。また、ウェハ全域について測定を行ったところ、その積層欠陥密度は 0 個 / cm^2 であった。

これに対して、図 7（b）で示した従来の方法による S i C エピタキシャルウェハでは、1 個の三角形状の発光・吸収が観察され、積層欠陥が存在する。また、ウェハ 全域について測定を行ったところ、その積層欠陥密度は 2. 8 個 / cm^2 であった。

[0058] 図 8（a）及び（b）に、0. 8° のオフ角で傾斜させた 4 H - S i C 単結晶基板の C 面上に従来の方法により S i C のエピタキシャル層を成膜した S i C エピタキシャルウェハを光学式表面検査装置（K L A - T e n c o r 社製 C a n d e l a C S 2 0）で観察した結果（カンデラ像（a））及びカンデラ像に基づく欠陥マップ（b））を示す。

図 8（a）で示した 1 0 mm × 1 5 mm の広範囲のカンデラ像において、3 個の三角欠陥が観察される。また、図 8（b）で示したウェハ全面の欠陥マップにおいて、三角欠陥密度は 3. 1 個 / cm^2 （三角欠陥を含めた欠陥密度は 4 個 / cm^2 ）であり、ウェハ全域に三角欠陥が存在していた。

[0059] 図 9（a）及び（b）に、0. 8° のオフ角で傾斜させた 4 H - S i C 単結晶基板の C 面上に S i C のエピタキシャル層を成膜した、本発明の実施形態である S i C エピタキシャルウェハを光学式表面検査装置（K L A - T e n c o r 社製 C a n d e l a C S 2 0）で観察した結果（カンデラ像（a））及びカンデラ像に基づく欠陥マップ（b））を示す。

図 9（a）で示した 1 0 mm × 1 5 mm の広範囲のカンデラ像において、三角欠陥は全く観察されない。また、図 9（b）で示したウェハ全面の欠陥マップにおいて、三角欠陥密度は 0. 4 個 / cm^2 （三角欠陥を含めた欠陥密度は 1. 2 個 / cm^2 ）であり、図 8 で示した従来の S i C エピタキシャルウェハに比べて著しく低減されていることがわかる。特に、ウェハの周縁領域

における低減が大きい。これは主面を凸状に加工された4H-SiC単結晶基板を用いてエピタキシャル成長時において基板の凹み（反り）を低減した状態でエピタキシャル成長を行った効果によると考えられる。最適な曲率半径の凸状に加工することにより、中央部の欠陥密度もさらに低減すると考えられる。

[0060] 図10(a)に、図9で示した本発明の実施形態であるSiCエピタキシャルウェハについてフォトルミネッセンスイメージング装置（フォトンデザイン社製PLI-100）で観察したPLイメージ像を示す。図10(b)は図8で示した従来の方法により作製したSiCエピタキシャルウェハのPLイメージ像である。

図10(a)で示した本発明のSiCエピタキシャルウェハでは三角形状の発光・吸収が観察されず、積層欠陥が存在しない。また、ウェハ全域について測定を行ったところ、その積層欠陥密度は0.1個/cm²であった。

これに対して、図10(b)で示した従来の方法によるSiCエピタキシャルウェハでは、3個の三角形状の発光・吸収が観察され、積層欠陥が存在する。また、ウェハ全域について測定を行ったところ、その積層欠陥密度は1.8個/cm²であった。

[0061] [SiCエピタキシャル膜の成膜装置]

図11は、本発明のSiCエピタキシャルウェハ膜の成膜装置の一例の概略図である。

この炭化珪素膜の成膜装置101は、複数のウェハ設置部102bを支持するプラネタリ102と熱輻射部材103との間に設けられた反応室104と、熱輻射部材103の中央部を貫通して反応室104内にガスを供給するガス供給部105と、プラネタリ102及び熱輻射部材103をそれぞれ加熱する高周波コイル106、107とを備えている。

公転用回転軸102aは、ガス供給部105の直下に配置されている。

この構成によって、ガス供給部105を中心軸にしてSiC単結晶ウェハをプラネタリ102によって例えば、5～20rpmの回転速度で公転させる

とともに、S i C単結晶ウェハの中心を軸にしてS i C単結晶ウェハ自体をウェハ設置部102bによって例えば、50～200rpmの回転速度で自転させるようになっている。

このように、ウェハ設置部102bとプラネタリ102とを自回転せることにより、S i Cウェハの膜厚やキャリア濃度、温度分布の面内均一性を向上させる構成となっている。

また、高周波コイル106、107を反応室104の上下に配置する構成によって、基板を高温に加熱することができる。

[0062] ウェハ設置部102bにはS i Cウェハの凸状に形成された成長面（おもて面）を上にしてセットする。エピタキシャル膜の成長時にS i Cウェハを加熱していくと、S i Cウェハのおもて面と裏面とで温度差が生じる。これは、基板のおもて面はガス供給部105から供給されるガスによって冷却されるためである。このため、エピタキシャル膜成長時はおもて面と裏面の温度差に起因した熱膨張差により基板が反ってしまい、その結果、ウェハ設置部102bからS i Cウェハの一部が浮き、加えた熱がS i Cウェハ全体に均一に伝わらない。

[0063] [S i Cエピタキシャルウェハの製造方法]

以下、本発明を適用した一実施形態であるS i Cエピタキシャルウェハの製造方法について詳細に説明する。

[0064] <凸状加工工程>

S i C単結晶基板（ウェハ）の作製は昇華法などの方法によって製造された4H-S i Cインゴットをスライスすることから始める。

スライスは通常、内周刃又はワイヤーソーによって行われるが、近年では、量産性の良いワイヤーソーが用いられることが一般的である。

凸状加工を行う場合はこのスライスの段階で凸状加工を行う。

具体的には、切断時のワイヤーのたわみ量を2mm以上とし、ワイヤー往復方向がなす直線を含む平面を円柱状インゴットの外周に対する垂直面とが形成する角度を数度程度傾けることによって、インゴットから切り出される

S i C単結晶ウェハの少なくとも一方の面の形状を凸状に加工することができる。この時、角度を 1° 以上 3° 以下とすることで、凸の曲率半径が10 m以上1000 m以下の範囲になる。また、凸の方向はエピタキシャル面に使用する面になるように、その傾斜角度を変える。

[0065] 凸状（湾曲、反り）加工されたS i C単結晶基板は、主面において連続的かつ一様に凸状とされていることが好ましい。連続的かつ一様に凸状とは、角張ったところが無く滑らかな状態であって、部分的に凹状になっているところがないことを意味する。凸の曲率半径は10 m以上1000 m以下の範囲であることが好ましい。10 m以下の場合はエピタキシャル成長時の熱膨張によって室温時の主面の凹みを十分に低減できず、また、1000 m以上の場合には凸状（湾曲）加工の効果が十分ではないからである。

凸状（湾曲、反り）の大きさを計測して定量化する方法はいくつかあるが、例えば、凸状（湾曲、反り）の曲率半径はウェハ平面度測定解析装置（例えば、エスオーエル株式会社製U l t r a S o r t）で測定したW a r pから決定することができる。W a r pは、計測方法としてはウェハをチャックしないフリーな状態で、焦平面を基準面として、その面から上下方向のズレの最大値の合計で定義されるもので、ウェハの反りの定量化の場合に一般的に用いられる指標の一つである。ウェハ形状が一様に上に凸などの単純な形状の場合には、W a r pの計測値が一般的な定義での反りの値に一致する。

また、S i C単結晶基板は主面が湾曲しているもの、または、S i C単結晶基板自体が主面に向けて凸状に反っているもの、のいずれか一方を満たすものを用いればよいが、主面が湾曲しかつS i C単結晶基板自体が凸状に反っているものを形成してもよい。

[0066] <研磨工程>

研磨工程では、スライス工程においてウェハ表面に残留した4 H－S i C単結晶基板について、その表面の格子乱れ層が3 n m以下となるまで研磨する。

「格子乱れ層」とは前述の通り、T E Mの格子像（格子が確認できる像）

において、S i C単結晶の原子層（格子）に対応する縞状構造又はその縞の一部が明瞭になっていない層をいう。

[0067] まず、「格子乱れ層」の存在及び特徴を説明するために、図12及び図13に、研磨工程後のS i C単結晶基板の表面近傍の透過型電子顕微鏡（TEM）像を示す。

[0068] 図12（a）、（b）は、本発明のS i C単結晶基板の例を示すTEM像である。

図12（a）で示したTEM像において表面の平坦性の乱れは観察できない。また、その拡大像である格子像（図12（b））において、最上層の原子層（格子）だけに乱れが観察され、その下の原子層（格子）からは明瞭な縞状構造が観察できる。矢印で挟まれた層が「格子乱れ層」である。

このTEM像から、表面の「格子乱れ層」が3 nm以下であることが確認できる。

[0069] 図13（a）、（b）は、3 nm以上の格子乱れ層が表面に存在するS i C単結晶基板の例を示すTEM像である。

図13（a）で示したTEM像において明らかな表面平坦性の乱れが観察され、また、図13（a）で平坦に見える部分でも、その拡大像である格子像（図13（b））において、表面から6 nm以上にわたって縞状構造の乱れが観察できる。

このTEM像において7 nm程度の「格子乱れ層」（像中の右側の矢印で挟まれた層）が観察でき、このサンプルでは表面の「格子乱れ層」が3 nm以下を達成できていないことがわかる。

[0070] 以下に、本工程の実施形態について説明する。

研磨工程は、通常ラップと呼ばれる粗研磨、ポリッシュとよばれる精密研磨、さらに超精密研磨である化学的機械研磨（以下、CMPという）など複数の研磨工程が含まれる。

研磨工程は湿式で行われることが多いが、この工程で共通するのは、研磨布を貼付した回転する定盤に、研磨スラリーを供給しつつ、炭化珪素基板を接

着した研磨ヘッドを押しあてて行われることである。本発明で用いる研磨スラリーは、基本的にはそれらの形態で用いられるが、研磨スラリーを用いる湿式研磨であれば形態は問わない。

[0071] 砥粒として用いられる粒子はこのpH領域において溶解せず分散する粒子であればよい。本発明においては研磨液のpHが2未満であるのが好ましく、この場合、研磨粒子としてはダイヤモンド、炭化珪素、酸化アルミニウム、酸化チタン、酸化ケイ素などが使用できる。本発明において砥粒として用いられるのは平均径1～400nm、望ましくは10～200nm、さらに望ましくは10～150nmの研磨粒子である。良好な最終仕上げ面を得るためには、粒子径の小さなものが安価に市販されている点でシリカが好適である。さらに好ましくはコロイダルシリカである。コロイダルシリカ等の研磨剤の粒径は、加工速度、面粗さ等の加工特性によって適宜選択することができる。より高い研磨速度を要求する場合は粒子径の大きな研磨材を使用することができる。面粗さが小さい、すなわち高度に平滑な面を必要とするときは小さな粒子径の研磨材を使用することができる。平均粒子径が400nmを超えるものは高価である割には研磨速度が高くなく、不経済である。粒子径が1nm未満のような極端に小さいものは研磨速度が著しく低下する。

[0072] 研磨材粒子の添加量としては1質量%～30質量%、望ましくは1.5質量%～15質量%である。30質量%を超えると研磨材粒子の乾燥速度が速くなり、スクラッチの原因となる恐れが高くなり、また、不経済である。また、研磨材粒子が1質量%未満では加工速度が低くなりすぎるため好ましくない。

[0073] 本発明における研磨スラリーは水系研磨スラリーであり、20℃におけるpHは2.0未満、望ましくは1.5未満、さらに望ましくは1.2未満である。pHが2.0以上の領域では十分な研磨速度が得られない。一方で、スラリーをpH2未満とすることによって、通常室内環境下においても炭化珪素に対する化学的反応性が著しく増加し、超精密研磨が可能になる。炭化珪素は研磨スラリー中にある酸化物粒子の機械的作用によって直接除去さ

れるのではなく、研磨液が炭化珪素単結晶表面を酸化ケイ素に化学反応させ、その酸化ケイ素を砥粒が機械作用的に取り除いていくという機構であると考えられる。したがって研磨液組成を炭化珪素が反応しやすくなるような液性にする、すなわちpHを2未満にすることと、砥粒として適度な硬度をもつ酸化物粒子を選定することはスクラッチ傷や加工変質層のない、平滑な面を得るために非常に重要である。

[0074] 研磨スラリーは、少なくとも1種類以上の酸、望ましくは2種類以上の酸を用いてpHを2未満になるよう調整する。酸としては無機酸が好ましく、無機酸としては塩酸、硝酸、リン酸、硫酸が好ましい。複数の酸を用いることが有効であることの原因は不明であるが、実験で確かめられており、複数の酸が相互に作用し、効果を高めている可能性がある。酸の添加量としては、たとえば、硫酸0.5～5質量%、リン酸0.5～5質量%、硝酸0.5～5質量%、塩酸0.5～5質量%の範囲で、適宜、種類と量を選定し、pHが2未満となるようにするとよい。

[0075] 無機酸が有効であるのは有機酸に比べ強酸であり、所定の強酸性研磨液に調整するには極めて好都合であるためである。有機酸を使用したのでは強酸性研磨液の調整に困難が伴う。

炭化珪素の研磨は、強酸性研磨液によって炭化珪素の表面に生成した酸化膜に対する反応性により、酸化層を酸化物粒子により除去することで行われるが、この表面酸化を加速するために、研磨スラリーに酸化剤を添加すると更に優れた効果が認められる。酸化剤としては過酸化水素、過塩素酸、重クロム酸カリウム、過硫酸アンモニウムサルフェートなどが挙げられる。たとえば、過酸化水素水であれば0.5～5質量%、望ましくは1.5～4質量%加えることにより研磨速度が向上するが、酸化剤は過酸化水素水に限定されるものではない。

[0076] 研磨スラリーでは研磨材のゲル化を抑制するためにゲル化防止剤を添加することが出来る。ゲル化防止剤の種類としては、1-ヒドロキシエチリデン-1,1-ジホスホン酸、アミノトリエチレンホスホン酸等のリン酸エステル

ル系のキレート剤が好適に用いられる。ゲル化防止剤は0.01～6質量%の範囲、好ましくは0.05～2質量%で添加するのがよい。

- [0077] 本発明の研磨工程において表面の格子乱れ層を3nm以下にするには、CMP前の機械研磨において加工圧力を350g/cm²以下にし、直径5μm以下の砥粒を用いることによって、ダメージ層を50nmに抑えておくのが好ましく、さらにCMPにおいては、研磨スラリーとして平均粒子径が10nm～150nmの研磨材粒子及び無機酸を含み、20℃におけるpHが2未満であるのが好ましく、研磨材粒子がシリカであって、1質量%から30質量%含むのがさらに好ましく、無機酸が塩酸、硝酸、リン酸、硫酸のうちの少なくとも1種類であるのがより好ましい。

- [0078] <清浄化（ガスエッチング）工程>

清浄化工程では、水素雰囲気下で、前記研磨及び凸状加工後の基板を1400～1800℃にしてその表面を清浄化（ガスエッチング）する。

- [0079] 以下、本工程の実施形態について説明する。

ガスエッチングは、SiC単結晶基板を1400～1800℃に保持し、水素ガスの流量を40～120slm、圧力を100～250mbarとして、5～30分間行う。

- [0080] 研磨後のSiC単結晶基板を洗浄した後、基板をエピタキシャル成長装置例えば、量産型の複数枚プラネタリー型CVD装置内にセットする。装置内に水素ガスを導入後、圧力を100～250mbarに調整する。その後、装置の温度を上げ、基板温度を1400～1600℃、好ましくは1480℃以上にして、1～30分間、水素ガスによって基板表面のガスエッチングを行う。かかる条件で水素ガスによるガスエッチングを行った場合、エッチング量は0.05～0.4μm程度になる。

- [0081] 基板表面は研磨工程によりダメージを受けており、TEMにおいて「格子乱れ層」として検出できるダメージだけでなく、TEMによって検出できない格子の歪み等がさらに深くまで存在していると考えられる。ガスエッチングはこのようにダメージを受けた層（以下「ダメージ層」ともいう）を除去

することを目的としているが、ガスエッチングが十分ではなく、ダメージ層が残留すると、エピタキシャル成長層中に異種ポリタイプや転位、積層欠陥などが導入されてしまう。また、エッチングを施しすぎると、基板表面で表面再構成が生じ、エピタキシャル成長開始前にステップバンチングを生じさせてしまう。そのため、ダメージ層とガスエッチング量とを最適化することが重要であるが、本発明者らは、鋭意研究の結果、ステップバンチングフリーのSiCエピタキシャルウェハの製造における十分条件として、基板表面の格子乱れ層を3 nm以下にまで薄くした時のダメージ層と、上述のガスエッチング条件との組み合わせを見出したのである。

- [0082] 清浄化（ガスエッチング）工程後の基板の表面について、光学式表面検査装置を用いてウェハ全面の35%以上の領域を解析したエピタキシャル層最表面の二乗平均粗さ R_q が1.3 nm以下であることが確認できる。また、原子間力顕微鏡を用いて測定した場合、 $10\ \mu\text{m}$ では1.0 nm以下であり、また、 $200\ \mu\text{m}$ では1.0 nm以下であり、かつ $200\ \mu\text{m}$ に観察される長さ $100\sim500\ \mu\text{m}$ のステップバンチング（短いステップバンチング）における最大高低差 R_y が3.0 nm以下であることが確認できる。また、このステップの線密度が 5mm^{-1} 以下であることが確認できる。

この後の成膜工程及び降温工程において、この基板表面の平坦性を維持することが重要となる。

- [0083] 水素ガスに SiH_4 ガス及び／又は C_3H_8 ガスを添加することもできる。らせん転位に起因したシャローピットに短いステップバンチングが付随して発生する場合があるが、リアクタ内の環境をSiリッチにするため、0.009 mol %未満の濃度の SiH_4 ガスを水素ガスに添加してガスエッチングを行うことにより、シャローピットの深さを浅くすることができ、シャローピットに付随する短いステップバンチングの発生を抑制できる。

SiH_4 ガス及び／又は C_3H_8 ガスを添加した場合は、成膜（エピタキシャル成長）工程前に、一旦排気を行って水素ガス雰囲気にするのが好ましい。

- [0084] <成膜（エピタキシャル成長）工程>

成膜（エピタキシャル成長）工程では、（エピタキシャル膜の成長温度が清浄化（ガスエッチング）温度よりも高い場合では昇温後に）前記清浄化後の基板の表面に、炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量の SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスとを濃度比 C/Si が $0.7 \sim 1.2$ で同時に供給して炭化珪素をエピタキシャル成長させる。

[0085] また、上述したように、「同時に供給」とは、完全に同一時刻であることまでは要しないが、数秒以内の差で供給することを意味する。後述する実施例で示したアイクストロン社製Hot Wall SiC CVD（VP2400HW）を用いた場合、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスの供給時間差が5秒以内であれば、ステップバンチングフリーのSiCエピタキシャルウェハを製造できた。

[0086] SiH_4 ガス及び C_3H_8 ガスの各流量、圧力、基板温度、成長温度はそれぞれ、 $15 \sim 150 \text{ sccm}$ 、 $3.5 \sim 60 \text{ sccm}$ 、 $80 \sim 250 \text{ mbar}$ 、 1600°C より高く 1800°C 以下、成長速度は毎時 $1 \sim 20 \mu\text{m}$ の範囲内で、オフ角、膜厚、キャリア濃度の均一性、成長速度を制御しながら決定する。成膜開始と同時にドーピングガスとして窒素ガスを導入することで、エピタキシャル層中のキャリア濃度を制御することができる。

成長中のステップバンチングを抑制する方法として成長表面におけるSi原子のマイグレーションを増やすために、供給する原料ガスの濃度比 C/Si を低くすることが知られているが、本発明では C/Si は $0.7 \sim 1.2$ である。また、成長させるエピタキシャル層は通常、膜厚については $5 \sim 20 \mu\text{m}$ 程度であり、キャリア濃度については $2 \sim 15 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ 程度である。

[0087] 成長温度及び成長速度は、SiC単結晶基板のオフ角に応じて、（1）オフ角が $0.4^\circ \sim 2^\circ$ の4H-SiC単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600 \sim 1640^\circ\text{C}$ とするときは、成長速度を $1 \sim 3 \mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1640 \sim 1700^\circ\text{C}$ とするときは、成長速度を $3 \sim 4 \mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1700 \sim 1800^\circ\text{C}$ とするときは、成長速度を $4 \sim 10 \mu\text{m}/\text{h}$ として行い、（

2) オフ角が $2^{\circ} \sim 5^{\circ}$ の4H-SiC単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600 \sim 1640^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $2 \sim 4 \mu\text{m/h}$ として行い、成長温度を $1640 \sim 1700^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4 \sim 10 \mu\text{m/h}$ として行い、成長温度を $1700 \sim 1800^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $10 \sim 20 \mu\text{m/h}$ として行う。

[0088] <降温工程>

降温工程では、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスの供給を同時に停止し、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスを排気するまで基板温度を保持し、その後降温する。

[0089] 成膜後、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスの供給、並びにドーピングガスとして導入窒素ガスを止めて降温するが、このときにもSiCエピタキシャル膜表面ではガスエッチングが生じて表面のモフォロジーを悪化させ得る。この表面モフォロジーの悪化を抑制するため、 SiH_4 ガスおよび C_3H_8 ガスの供給を停止するタイミングと、降温のタイミングとが重要である。 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスの供給を同時に停止した後、供給したこれらのガスが基板表面から無くなるまで成長温度を保持し、その後平均毎分 50°C 程度の速度で室温まで降温することにより、モフォロジーの悪化が抑制されることがわかった。

実施例

[0090] 以下、実施例によって本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

本実施例では、珪素含有ガスとして SiH_4 ガスおよび炭素含有ガスとして C_3H_8 ガス、ドーピングガスとして N_2 ガス、キャリアガスおよびエッチングガスとして H_2 ガスを使用し、量産型の複数枚プラネタリー（自公転）型CVD装置であるアイクストロン社製Hot Wall SiC CVD (VP2400HW) によって、4H-SiC単結晶の(0001)面に対して $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向へ微傾斜させたSi面又はC面にSiCエピタキシャル膜を成長させた。

[0091] [オフ角 4° の4H-SiC単結晶基板のSi面]

(実施例 1)

4° のオフ角で傾斜させた 4H-SiC 単結晶基板の Si 面上に SiC のエピタキシャル層を成膜したものである。

本実施例では、4H-SiC 単結晶基板については、凸状加工を施していない。

研磨工程において、CMP 前の機械研磨は直径 5 μm 以下の砥粒を用いて、加工圧力を 350 g/cm^2 で行った。また、CMP は、研磨材粒子として平均粒子径が 10 ~ 150 nm のシリカ粒子を用い、無機酸として硫酸を含み、20°C における pH が 1.9 の研磨スラリーを用いて、30 分間行った。これにより、表面の格子乱れ層を 3 nm 以下とした。

研磨後の基板を RCA 洗浄後、成長装置内に導入した。尚、RCA 洗浄とは、Si ウェハに対して一般的に用いられている湿式洗浄方法であり、硫酸・アンモニア・塩酸と過酸化水素水を混合した溶液ならびにフッ化水素酸水溶液を用いて、基板表面の有機物や重金属、パーティクルを除去することができる。

清浄化（ガスエッチング）工程は、水素ガスの流量 100 s l m 、リアクタ内圧力を 200 m b a r 、基板温度を 1500°C で、20 分間行った。

SiC エピタキシャル成長工程では、基板温度を 1650°C とし、SiH₄ ガス及び C₃H₈ ガスが基板主面に同時に供給されるように、C₃H₈ ガス 24 s c c m 及び SiH₄ ガス 8 s c c m を同時に供給開始して行った。C/Si は 1.0 を選択した。リアクタ内圧力を 200 m b a r とし、成長速度 5 $\mu\text{m}/\text{h}$ で 2 時間成長工程を実施して、厚さ 10 μm の SiC エピタキシャル層を成膜した。

[0092] こうして作製した SiC エピタキシャルウェハについて、広範囲観察型 AFM（キーエンス社製ナノスケールハイブリッド顕微鏡 VN-8000）、光学式表面検査装置（KLA-Tencor 社製 Candela CS20）、及び、フォトルミネッセンスイメージング装置（フォトンデザイン社製 PLI-100）で測定した結果はそれぞれ、図 5（a）、図 6（a）、及び

図7 (a) に示した通りである。

光学式表面検査装置で測定した R_q は1.2 nmであり、広範囲観察型AFMで測定した R_q は0.4 nm、最大高低差 R_y は0.6 nmであり、ステップバンチングは観察されなかった。

また、SiCエピタキシャルウェハのエピタキシャル膜の表面の三角欠陥の密度は0.6個/cm²であり、SiCエピタキシャルウェハのエピタキシャル膜の膜中の積層欠陥の密度は0個/cm²であった。

[0093] (比較例1)

SiCエピタキシャルウェハの作製条件は、基板成長温度を1600℃とした点を除いて、実施例1と同じである。

こうして作製したSiCエピタキシャルウェハについて、光学式表面検査装置(KLA-Tencor社製Candela CS20)及びフォトルミネッセンスイメージング装置(フォトンデザイン社製PLI-100)で測定した結果、SiCエピタキシャルウェハの表面の三角欠陥の密度は2.4個/cm²であり、ウェハ全域に三角欠陥が存在していた。またSiCエピタキシャルウェハの膜中の積層欠陥密度は2.8個/cm²であり、本発明の実施例1に比べてかなり大きい。

この比較から、従来の成長温度の上限(1600℃)よりも高い温度に欠陥密度を低減する成長温度が存在することがわかった。

[0094] [オフ角1.2°の4H-SiC単結晶基板のSi面]

(実施例2)

成長速度4 μm/hで2.5時間成長工程を実施した以外は、実施例1と同じ作製条件でSiCエピタキシャルウェハを作製した。

作製したSiCエピタキシャルウェハについて、光学式表面検査装置(KLA-Tencor社製Candela CS20)、フォトルミネッセンスイメージング装置(フォトンデザイン社製PLI-100)、及び、広範囲観察型AFM(キーエンス社製ナノスケールハイブリッド顕微鏡VN-8000)によって測定・評価した。

三角欠陥密度は0.4個/cm²であり、積層欠陥密度は0.1個/cm²であった。

また、ステップバンチングは観察されなかった。

いずれも1個/cm²以下であって、実施例1よりさらに低いオフ角1.2°の4H-SiC単結晶基板についても欠陥密度が低い極めて高品質のエピタキシャル膜が形成されていた。

[0095] [オフ角0.8°の4H-SiC単結晶基板のC面]

(実施例3)

マルチワイヤーソーを用いて、Si面を、凸の曲率半径が50μmとなるように凸状にスライス加工し、成長速度4μm/hで2.5時間成長工程を実施した以外は、実施例1と同じ作製条件でSiCエピタキシャルウェハを作製した。

作製したSiCエピタキシャルウェハについて、光学式表面検査装置（KLA-Tencor社製Candela CS20）、及び、フォトルミネッセンスイメージング装置（フォトンデザイン社製PLI-100）で測定した結果はそれぞれ、図9に示した通りである。三角欠陥密度は0.4個/cm²であり、積層欠陥密度は0.2個/cm²であった。いずれも1個/cm²以下であって、低オフ角の4H-SiC単結晶基板のSi面についても欠陥密度が低い極めて高品質のエピタキシャル膜が形成された。

また、光学式表面検査装置（KLA-Tencor社製Candela CS20）及び広範囲観察型AFM（キーエンス社製ナノスケールハイブリッド顕微鏡VN-8000）の測定において、ステップバンチングは観察されなかった。

膜厚均一性については水銀プローブ濃度分析器（Hg-CV）（SSSM社製495CV SYSTEM）を用い、キャリア濃度均一性については高速フーリエ変換赤外線吸収分析装置（FT-IR）（ナノメトリクス社製QS1200）を用いて測定した。

膜厚均一性は2%であり、キャリア濃度均一性は8%であり、面内の均一

性が良好なSiCエピタキシャル層が形成されていた。「膜厚分布」及び「キャリア濃度分布」は、ウェハ上の8箇所のサンプルを用いて $\{(\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値})\} \times 100 (\%)$ から求めたものである。凸状加工を行わなかった場合は、膜厚均一性は5～10%程度であり、キャリア濃度均一性は15～20%程度であるから、凸状加工を行うことにより、膜厚及びキャリア濃度の均一性が向上した。

[0096] (比較例2)

SiCエピタキシャルウェハの作製条件は、基板成長温度を1600℃とした点を除いて、実施例3と同じである。

こうして作製したSiCエピタキシャルウェハについて、光学式表面検査装置(KLA-Tencor社製Candela CS20)及びフォトルミネッセンスイメージング装置(フォトンデザイン社製PLI-100)で測定した結果は、図8及び図10(b)に示した通りであり、SiCエピタキシャルウェハの表面の三角欠陥の密度は4個/cm²であり、ウェハ全域に三角欠陥が存在していた。またSiCエピタキシャルウェハの膜中の積層欠陥密度は1.8個/cm²であり、本発明の実施例3に比べてかなり大きい。

この比較から、従来の成長温度の上限(1600℃)よりも高い温度に欠陥密度を低減する成長温度が存在することがわかった。

[0097] [ステップバンチング低減の効果]

次に、炭素と珪素の原子数比C/Si、及び、珪素含有ガス及び炭素含有ガスの同時供給について、ステップバンチング低減に与える効果を調べた結果を示す。

尚、上記2つの要件の与える効果を確認することを目的としているため、以下で示すSiCエピタキシャルウェハ(サンプル)については、エピタキシャル成長の成長温度は1600℃以下であり、凸状加工も施していない。

本実施例では、珪素含有ガスとしてSiH₄ガスおよび炭素含有ガスとしてC₃H₈ガス、ドーピングガスとしてN₂ガス、キャリアガスおよびエッチングガスとしてH₂ガスあるいはHClガスを使用し、アイクストロン社製Hot

Wall SiC CVD (VP2400HW) によって、4H-SiC単結晶の(0001)面に対して $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向へ 4° 傾けたSi面にSiCエピタキシャル膜を成長させた。得られたエピタキシャルウェハ表面のラフネスについて、光学式表面検査装置(KLA-Tencor社製Candelaria CS20)と、通常のAFM(Veeco Instrument社製Dimension V)及び広範囲観察型AFM(キーエンス社製ナノスケールハイブリッド顕微鏡VN-8000)を用いて調べた。

[0098] (サンプル1)

研磨工程及びその後の洗浄については実施例1と同じ条件で行った。

清浄化(ガスエッチング)工程は、水素ガスの流量90slm、リアクタ内圧力を200mbar、基板温度を1550°Cで、10分間行った。

SiCエピタキシャル成長工程は、SiH₄ガス及びC₃H₈ガスの流量を48sccm、17.6sccmで基板面に同時に供給されるようにC₃H₈ガスを供給後、3秒後、SiH₄ガスを供給した。C/Siは1.1を選択した。リアクタ内圧力を200mbar、基板温度を1550°Cとして、成長速度5μm/hで2時間成長工程を実施して、厚さ10μmのSiCエピタキシャル層を成膜した。

[0099] こうして作製したSiCエピタキシャルウェハについて、広範囲観察型AFM及び光学式表面検査装置で測定した結果はそれぞれ、光学式表面検査装置で測定したR_qは1.2nmであり、広範囲観察型AFMで測定したR_qは0.4nmであり、最大高低差R_yは0.7nmであり、ステップバンチングは観察されなかった。

[0100] (サンプル2)

サンプル1とガスエッチングの条件を除いて同じ条件でSiCエピタキシャルウェハを製造した。ガスエッチング工程において、水素ガスに0.008mol%の濃度のSiH₄ガスを添加して行った点がサンプル1と異なる。

[0101] こうして作製したSiCエピタキシャルウェハについて、光学式表面検査装置及び広範囲観察型AFMで測定した。サンプル1と同様のイメージが観

察され、光学式表面検査装置で測定した R_q は 1.1 nm であり、広範囲観察型AFMで測定した R_q は 0.4 nm 、最大高低差 R_y は 0.7 nm であった。

[0102] (サンプル1及び2との比較例1)

SiCエピタキシャル成長工程において、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスとを濃度比 C/Si を 1.9 として導入したこと、及び、 C_3H_8 ガスを導入して30秒後に SiH_4 ガスを導入したことを除いて、サンプル1と同じ条件でSiCエピタキシャルウェハを作製した。

[0103] 作製したSiCエピタキシャルウェハの光学式表面検査装置、広範囲観察型AFMで測定した像はそれぞれ、図6(b)、図5(b)に示した通りである。

カンデラ像及びAFM像において、ウェハ表面全体に従来のステップバンチングが観察された。光学式表面検査装置で測定した二乗平均粗さ R_q は 1.7 nm であり、広範囲観察型AFMで測定した二乗平均粗さ R_q は 2.4 nm であり、最大高低差 R_y は 3.6 nm であった。

[0104] (サンプル1及び2との比較例2)

SiCエピタキシャル成長工程において、 C_3H_8 ガスを導入して30秒後に SiH_4 ガスを導入したことを除いて、サンプル1と同じ条件でSiCエピタキシャルウェハを作製した。従って、サンプル1及び2との比較例1との比較では、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスとを濃度比 C/Si を 1.1 として導入した点が異なる。

[0105] 図14(a)、(b)に、作製したSiCエピタキシャルウェハについて、カンデラ像、広範囲観察型AFM像を示す。

光学式表面検査装置で測定した二乗平均粗さ R_q は 1.4 nm であり、広範囲観察型AFMで測定した二乗平均粗さ R_q は 1.4 nm であり、最大高低差 R_y は 2.8 nm であった。ステップの線密度は 10 本/mm^{-1} であった。

[0106] カンデラ像及びAFM像のいずれにおいても、従来のステップバンチング

は観察されなかった。この結果は、 SiH_4 ガスと C_3H_8 ガスによる濃度比 C/Si が従来のステップバンチングの発生を抑制するのに重要であることを示している。そして、濃度比 C/Si を0.7～1.2の範囲にすることで従来のステップバンチングの発生を抑制できることを確認した。

産業上の利用可能性

[0107] 本発明の SiC エピタキシャルウェハは、三角欠陥及び積層欠陥が低減され、キャリア濃度及び膜厚の均一性が高く、ステップバンチングフリーの SiC エピタキシャルウェハであり、パワーデバイス、高周波デバイス、高温動作デバイス等種々の炭化珪素半導体装置の製造に利用することができる。

請求の範囲

- [請求項1] 0. 4° ～ 5° のオフ角で傾斜させた4H-SiC単結晶基板上にSiCエピタキシャル層を形成したSiCエピタキシャルウェハであって、前記SiCエピタキシャル層の表面の三角形の欠陥密度が1個/cm²以下であることを特徴とするSiCエピタキシャルウェハ。
- [請求項2] 0. 4° ～ 5° のオフ角で傾斜させた4H-SiC単結晶基板上にSiCエピタキシャル層を形成したSiCエピタキシャルウェハであって、前記SiCエピタキシャル層中の積層欠陥の密度が1個/cm²以下であることを特徴とするSiCエピタキシャルウェハ。
- [請求項3] 前記SiCエピタキシャル層の面方向の膜厚分布が2%以下であり、かつ、面方向のキャリア濃度分布が10%以下であると共に、室温において前記SiCエピタキシャルウェハの主面が凸状に反り、該凸の曲率半径が10m以上1000m以下の範囲にある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。
- [請求項4] 0. 4° ～ 5° のオフ角で傾斜させた4H-SiC単結晶基板上にSiCエピタキシャル層を形成したSiCエピタキシャルウェハの製造方法であって、
- ガスエッチングによって表面を清浄化した前記基板上に、炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量の炭素と珪素の原子数比C/Siが0.7～1.2となるように珪素含有ガス及び炭素含有ガスを供給して、1600℃より高くかつ1800℃以下の温度で炭化珪素膜をエピタキシャル成長させることを有し、
- 前記炭化珪素膜のエピタキシャル成長は、(1) オフ角が0.4°～2°の4H-SiC単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を1600～1640℃とするときは、成長速度を1～3μm/hとして行い、成長温度を1640～1700℃とするときは、成長速度を3～4μm/hとして行い、成長温

度を $1700\sim1800^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4\sim10\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、(2)オフ角が $2^{\circ}\sim5^{\circ}$ の 4H-SiC 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600\sim1640^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $2\sim4\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1640\sim1700^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4\sim10\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1700\sim1800^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $10\sim20\mu\text{m}/\text{h}$ として行う、ことを特徴とする SiC エピタキシャルウェハの製造方法。

[請求項5] 室温において主面が凸状に加工され、 $0.4^{\circ}\sim5^{\circ}$ のオフ角を有する 4H-SiC 単結晶基板を準備する工程と、

ガスエッチングによって表面を清浄化した前記基板上に、炭化珪素のエピタキシャル成長に必要とされる量の炭素と珪素の原子数比 C/Si が $0.7\sim1.2$ となるように珪素含有ガス及び炭素含有ガスを供給して、 1600°C より高くかつ 1800°C 以下の温度で炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる工程と、

を備えたことを特徴とする SiC エピタキシャルウェハの製造方法。

[請求項6] 前記炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる工程は、(1)オフ角が $0.4^{\circ}\sim2^{\circ}$ の 4H-SiC 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600\sim1640^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $1\sim3\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1640\sim1700^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $3\sim4\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1700\sim1800^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4\sim10\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、(2)オフ角が $2^{\circ}\sim5^{\circ}$ の 4H-SiC 単結晶基板を用いる場合は、炭化珪素膜をエピタキシャル成長させる成長温度を $1600\sim1640^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $2\sim4\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1640\sim1700^{\circ}\text{C}$ とするときは、成長速度を $4\sim10\mu\text{m}/\text{h}$ として行い、成長温度を $1700\sim18$

00℃とするときは、成長速度を10～20 μ m/hとして行う、ことを特徴とする請求項5に記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

[請求項7] 前記凸の曲率半径が10m以上1000m以下の範囲にあることを特徴とする請求項5又は6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。

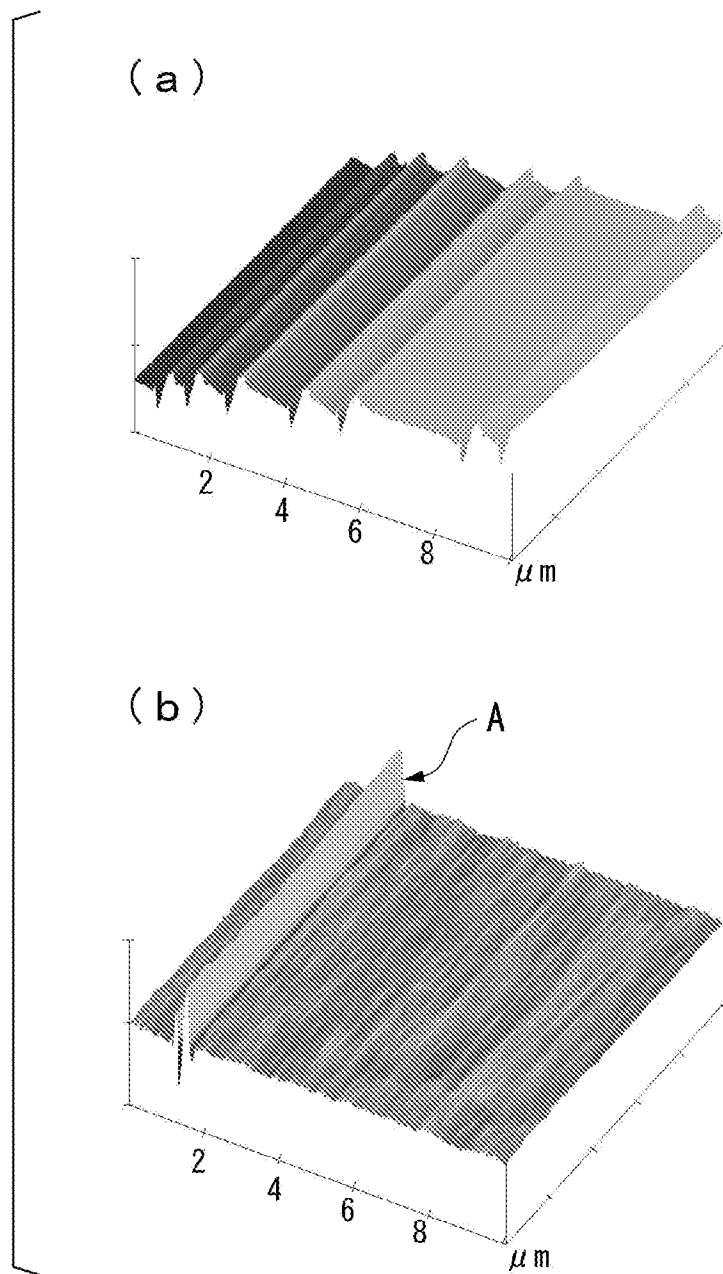
[請求項8] 前記珪素含有ガス及び前記炭素含有ガスの供給を同時に行うことを特徴とする請求項4から7のいずれか一項に記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

[請求項9] 前記ガスエッチングによって表面を清浄化する前に、前記4H-SiC単結晶基板の表面の格子乱れ層が3nm以下となるまで研磨する工程を備えたことを特徴とする請求項4から7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。

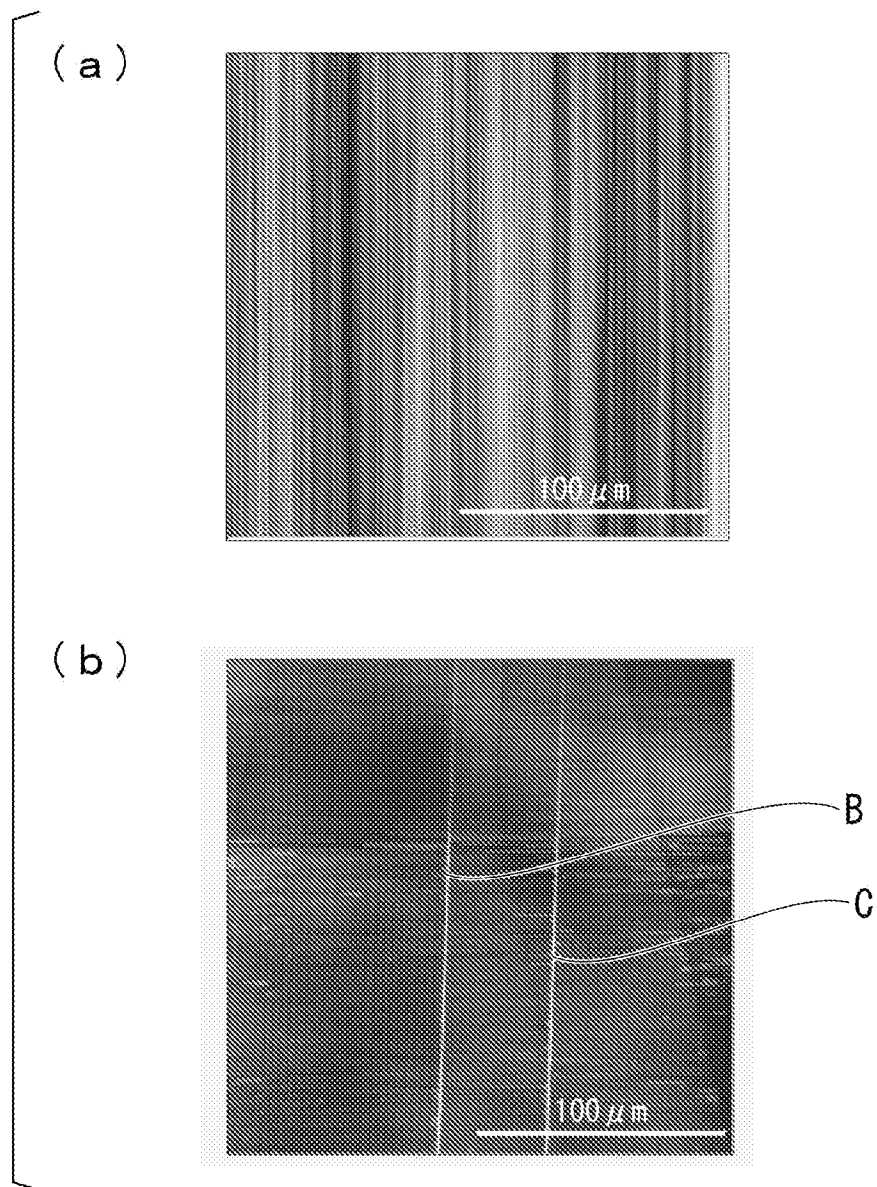
[請求項10] 前記ガスエッチングを、水素雰囲気下で1400～1800℃の温度で行うことを特徴とする4から7のいずれか一項に記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

[請求項11] 前記ガスエッチングにおいて、前記水素雰囲気に、珪素含有ガス及び／又は炭素含有ガスを添加して行うことを特徴とする請求項10に記載のSiCエピタキシャルウェハの製造方法。

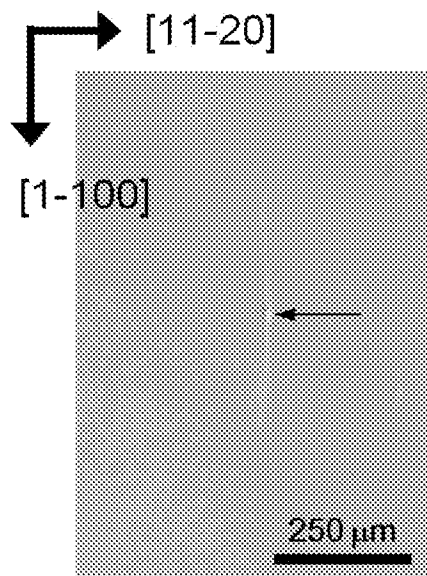
[図1]



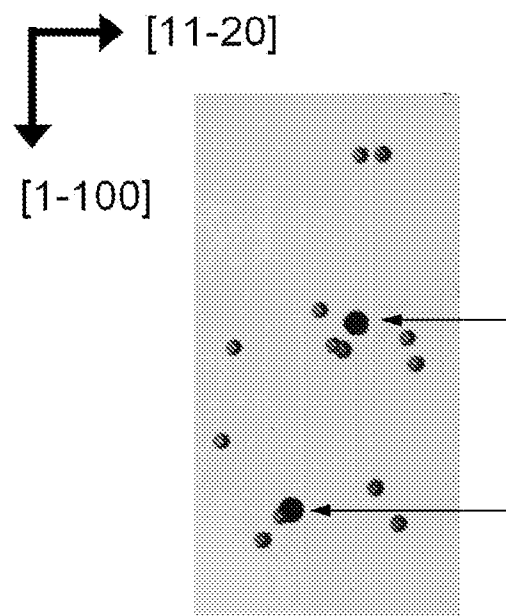
[図2]



[図3]

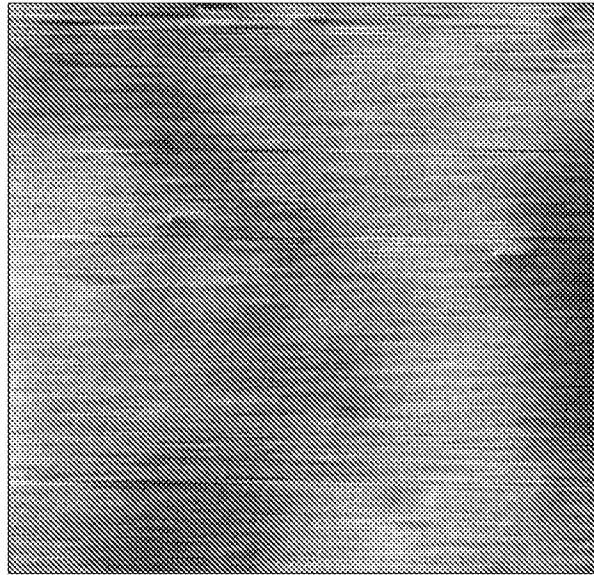


[図4]

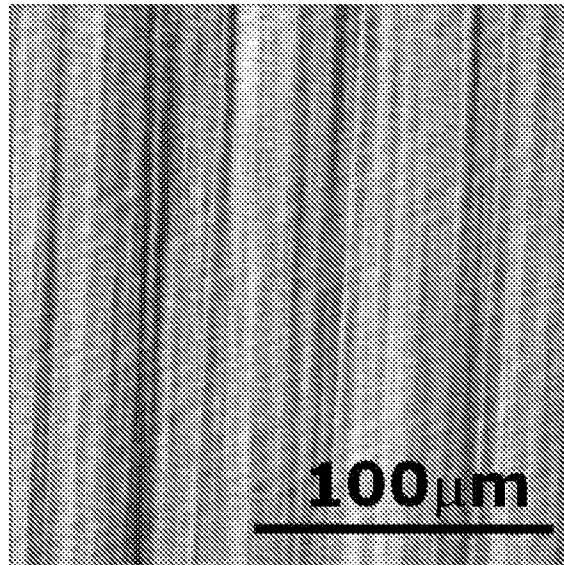


[図5]

(a)

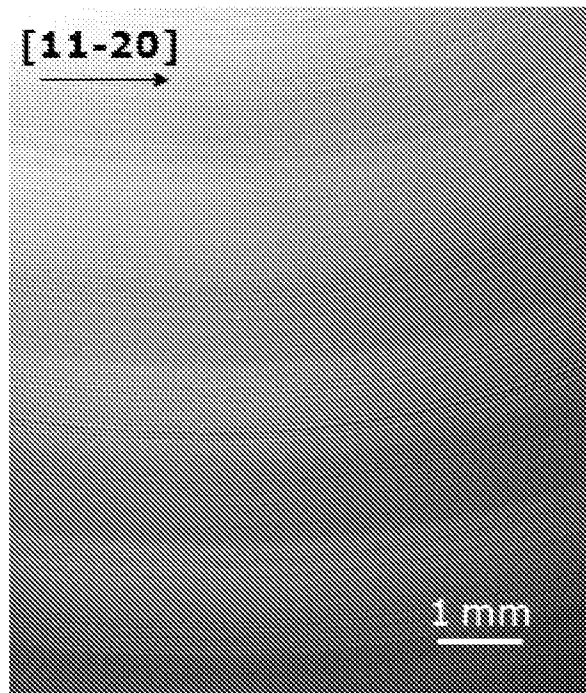


(b)

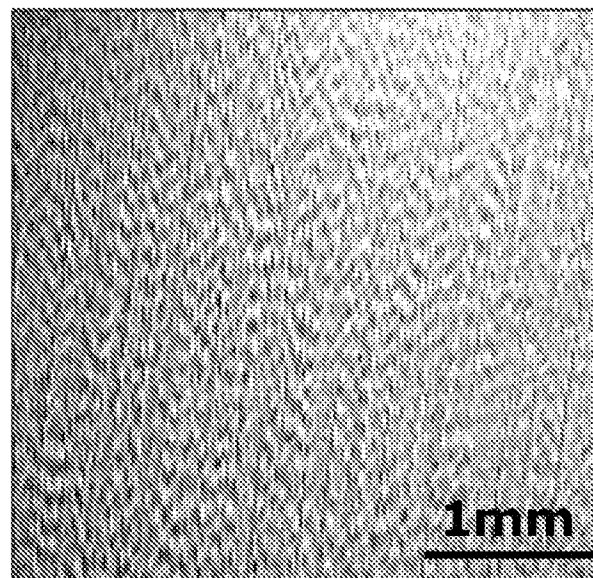


[図6]

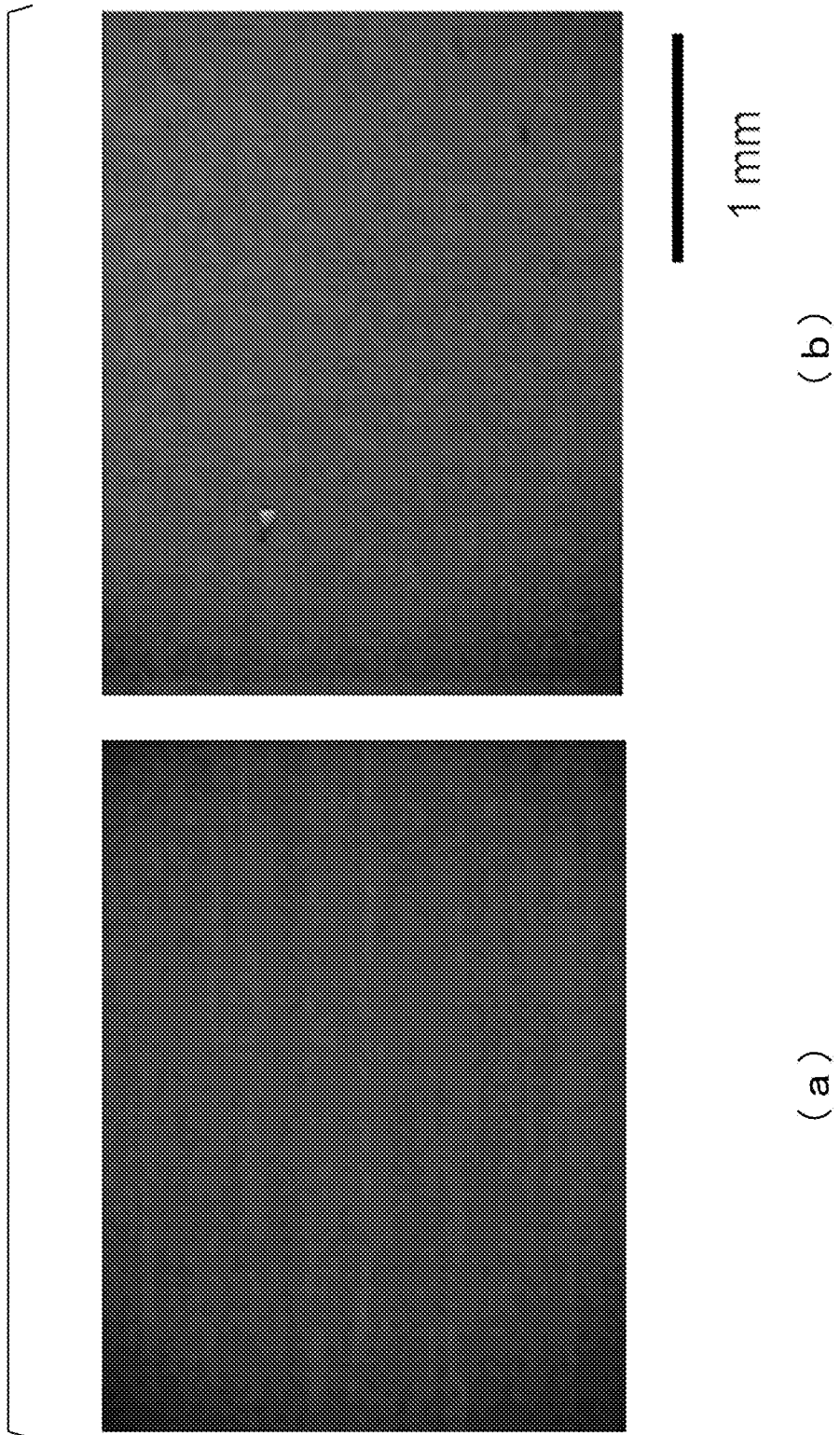
(a)



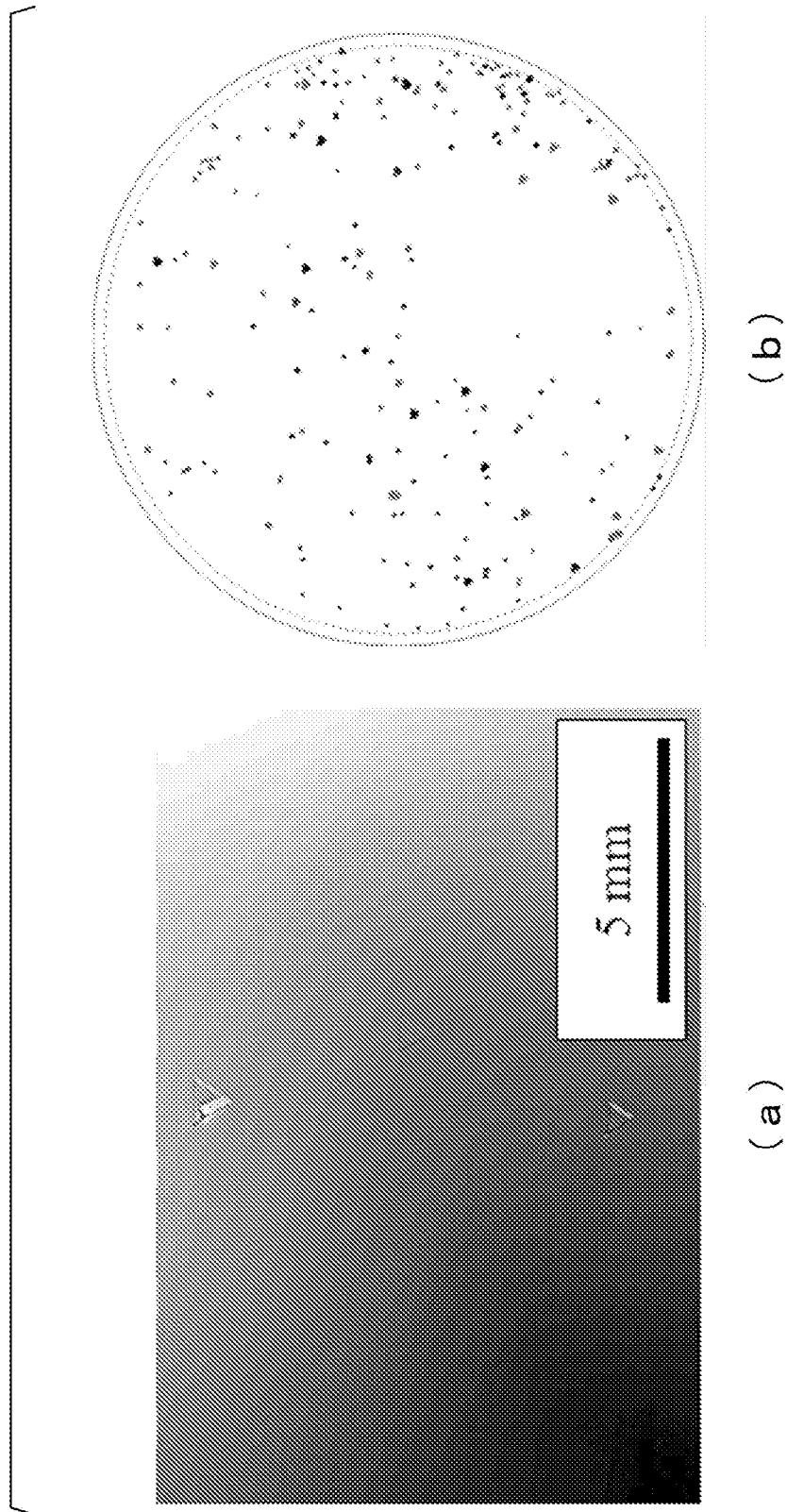
(b)



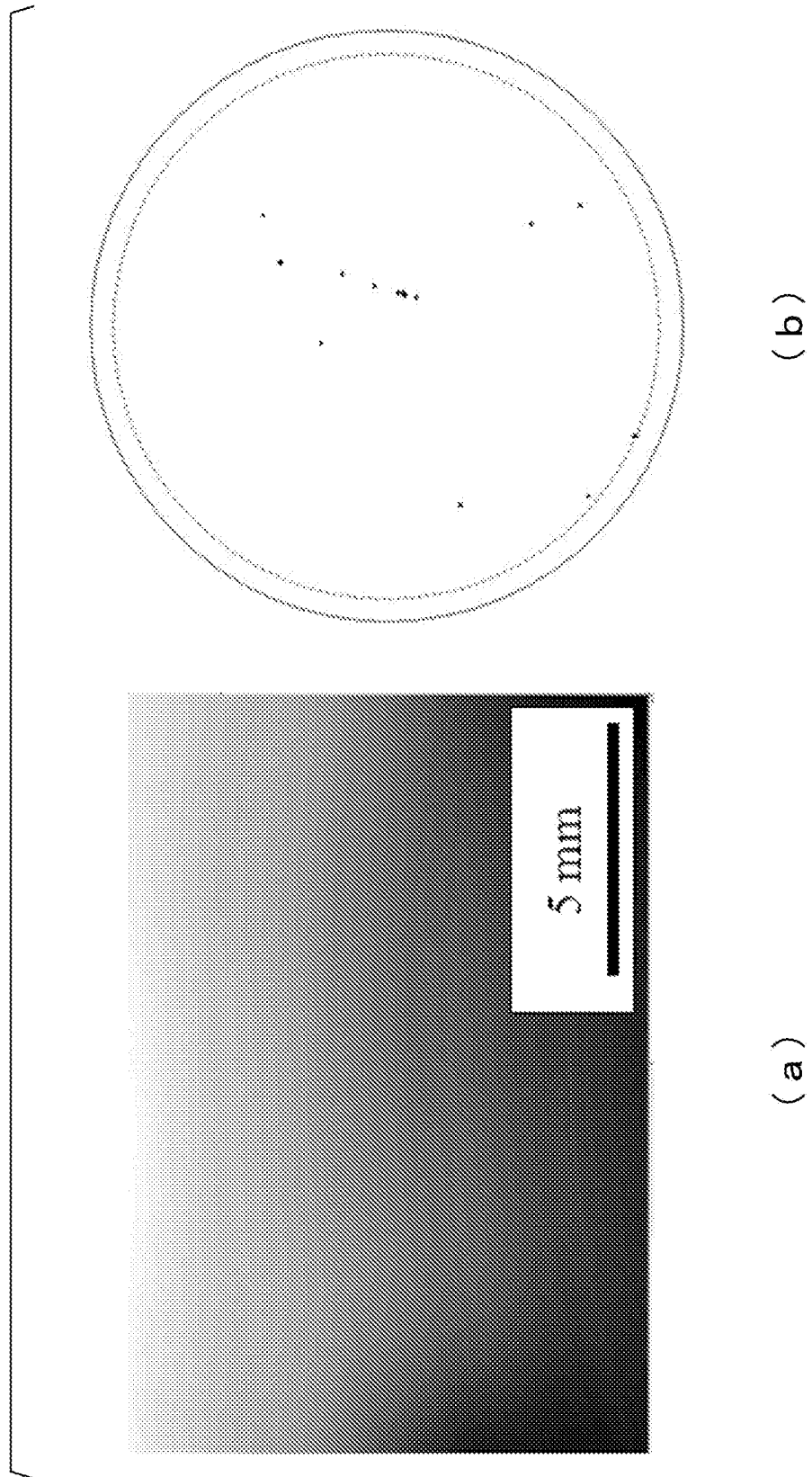
[図7]



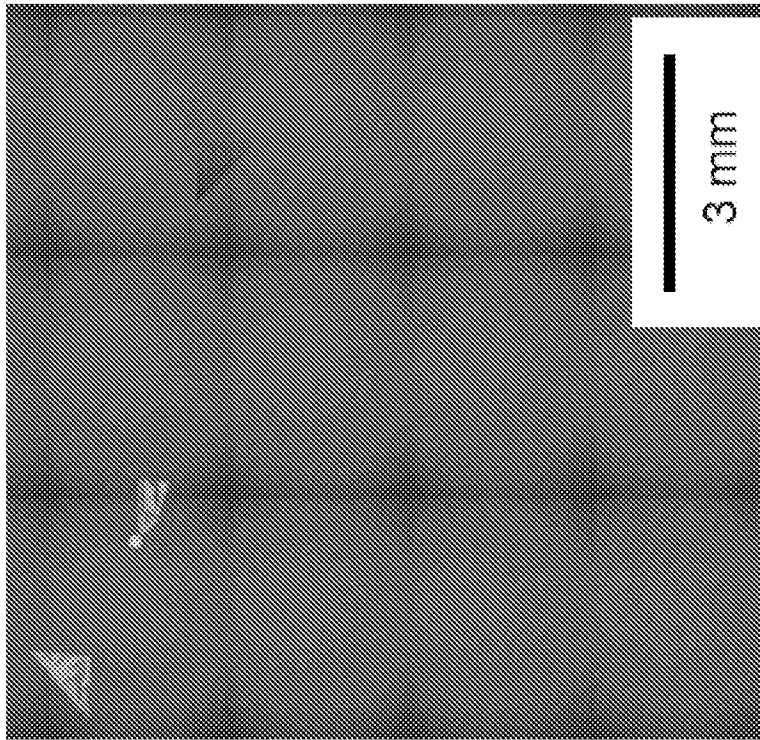
[図8]



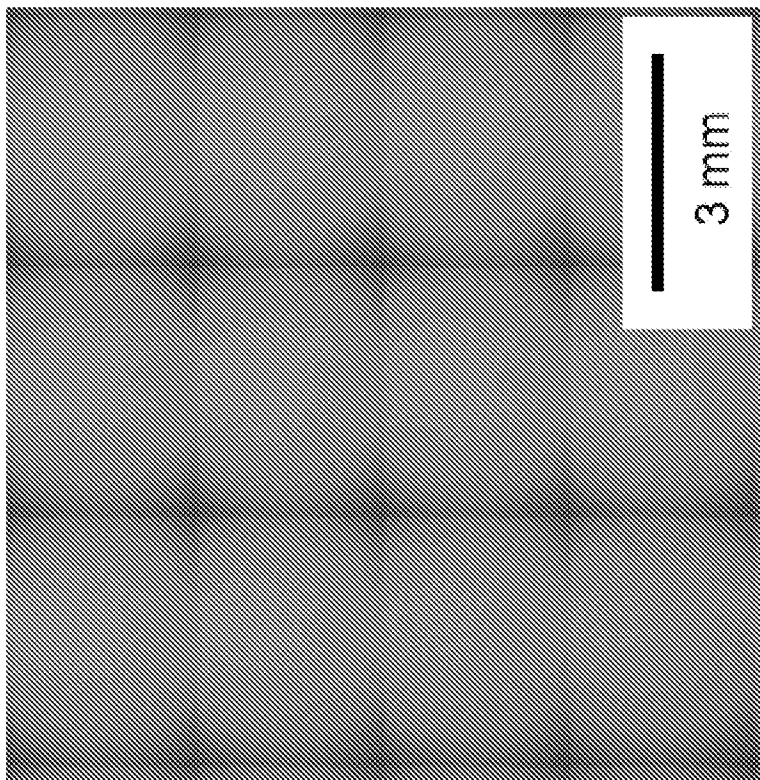
[図9]



[図10]

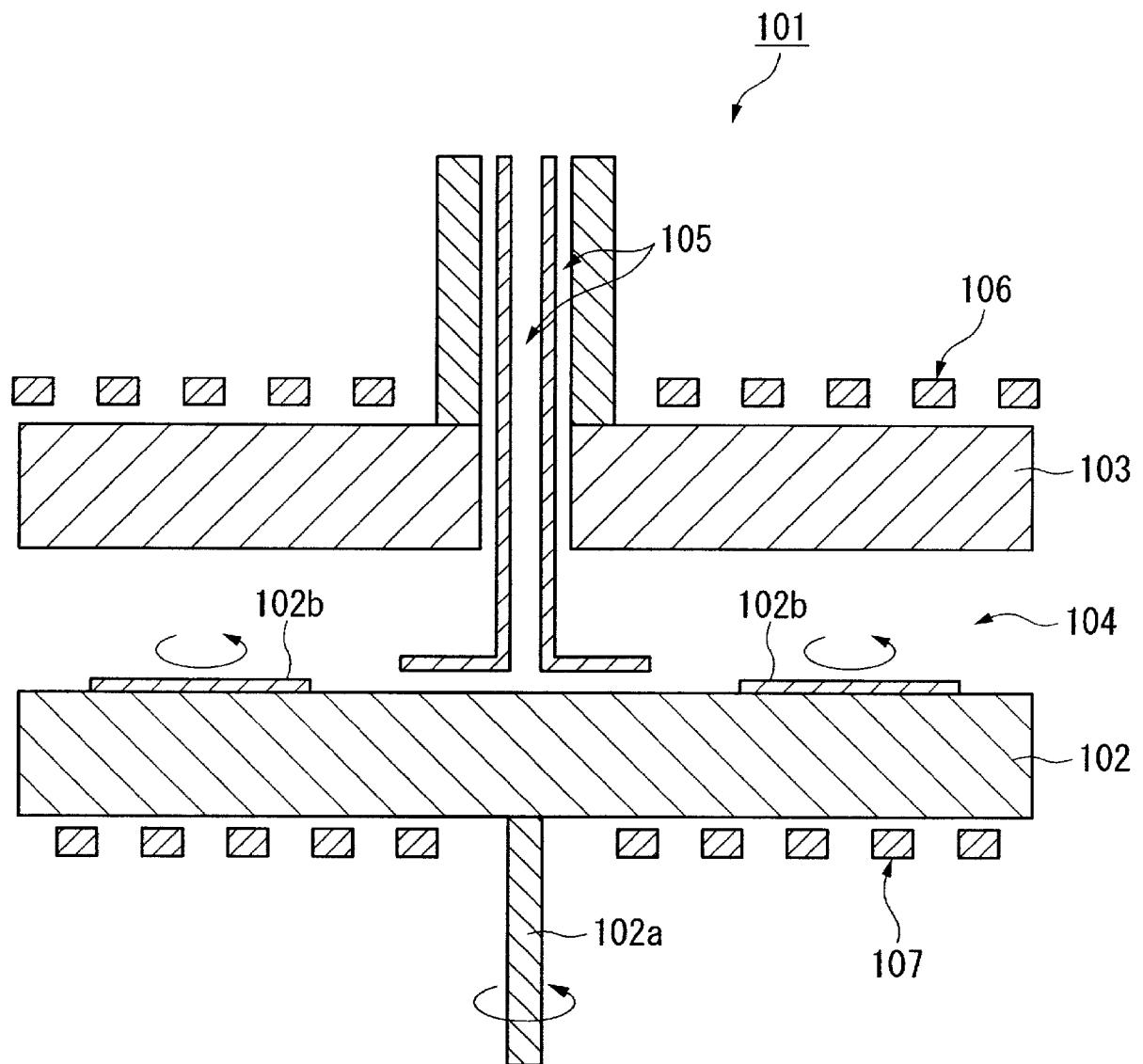


(b)



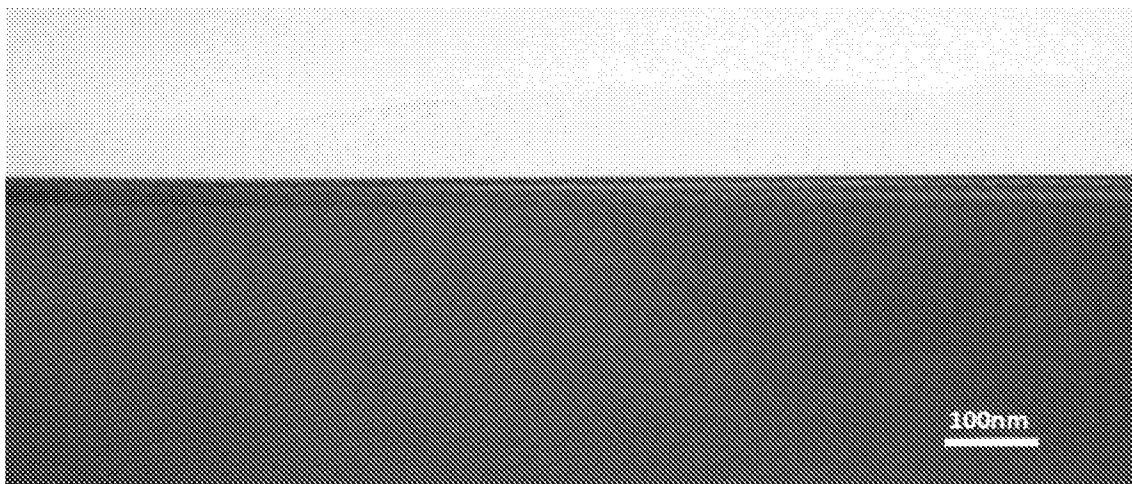
(a)

[図11]

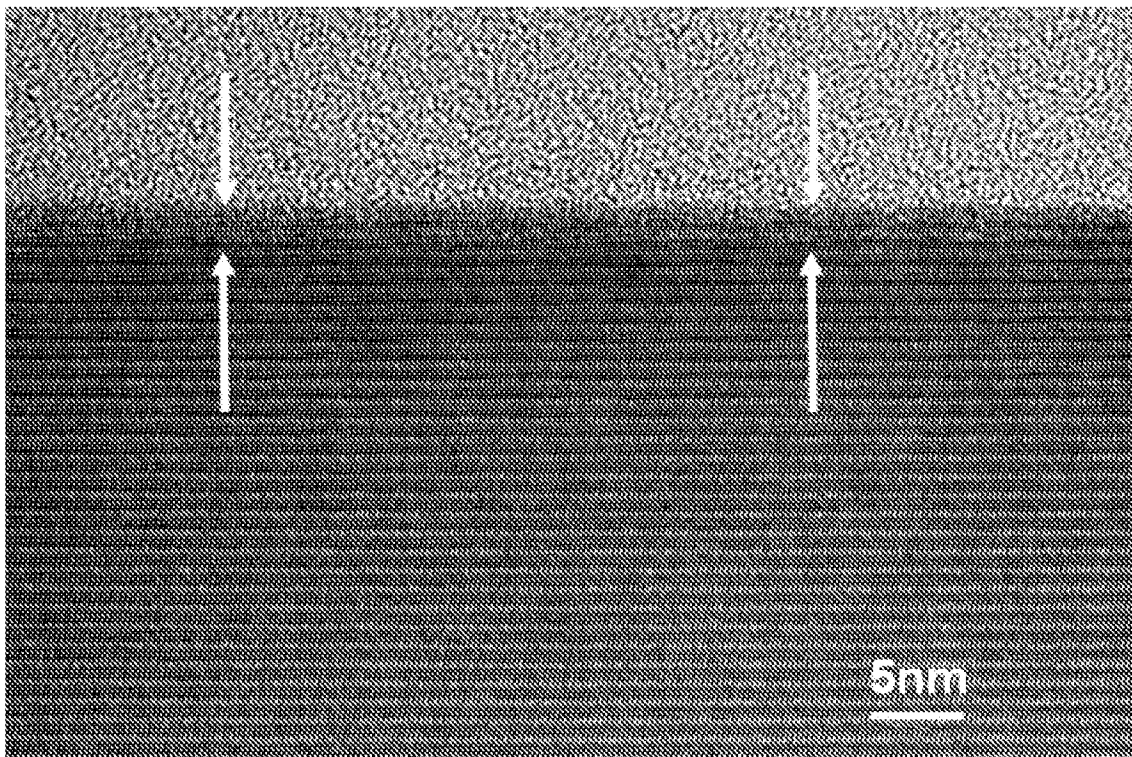


[図12]

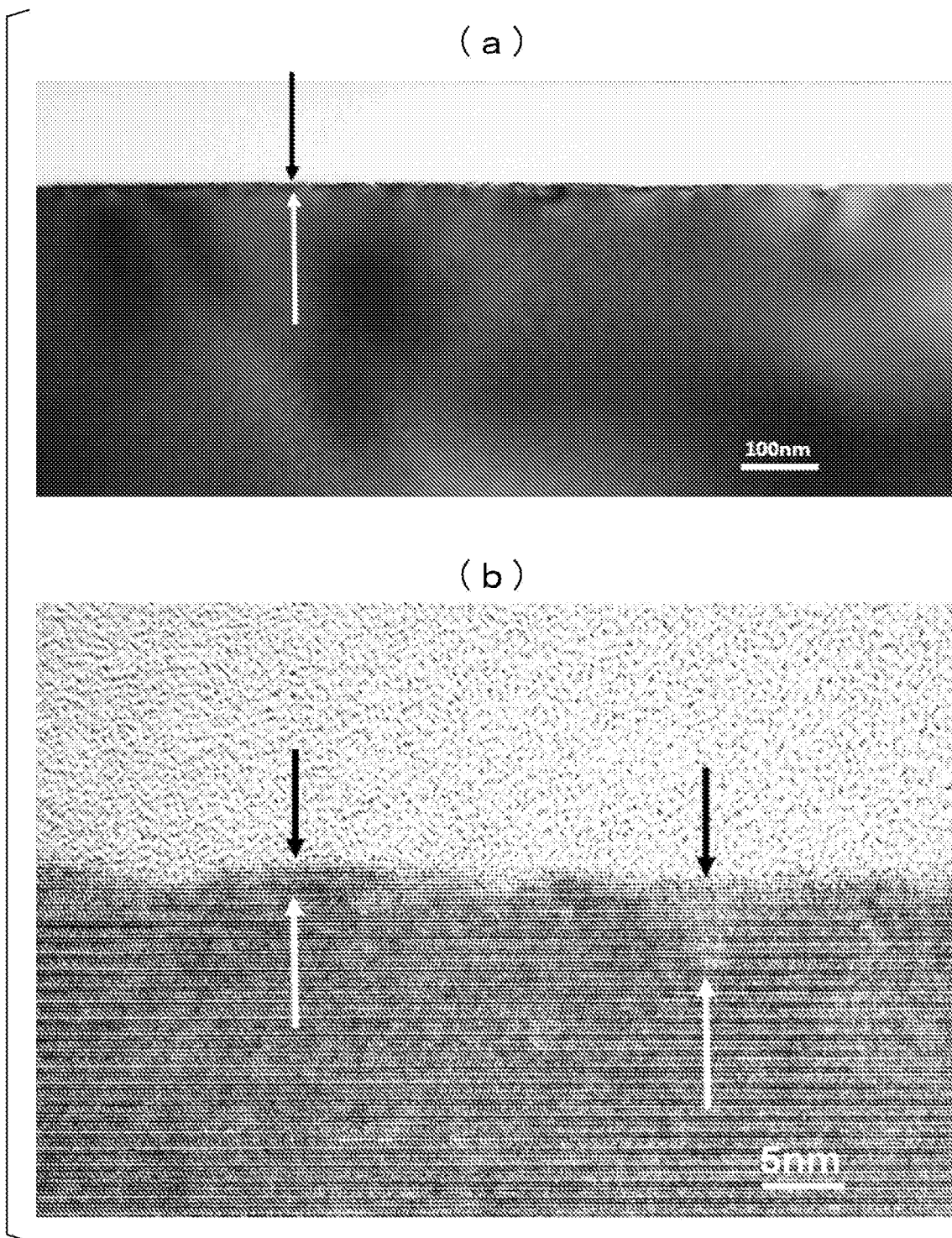
(a)



(b)

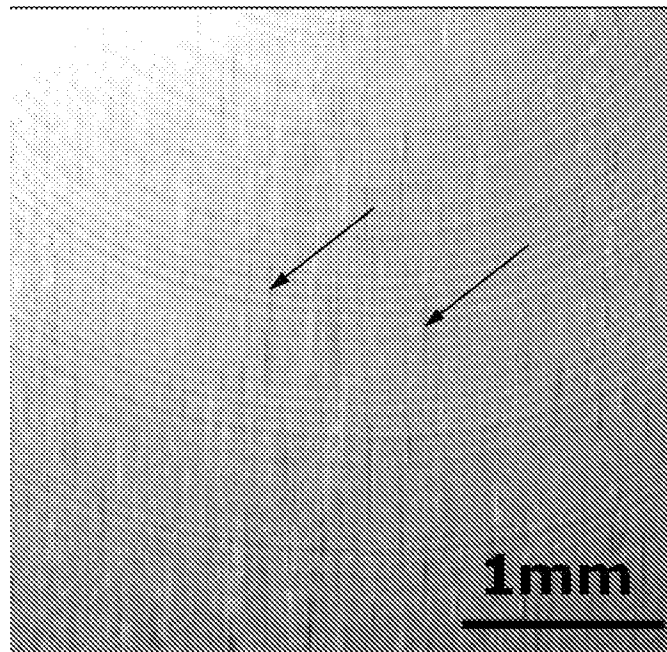


[図13]

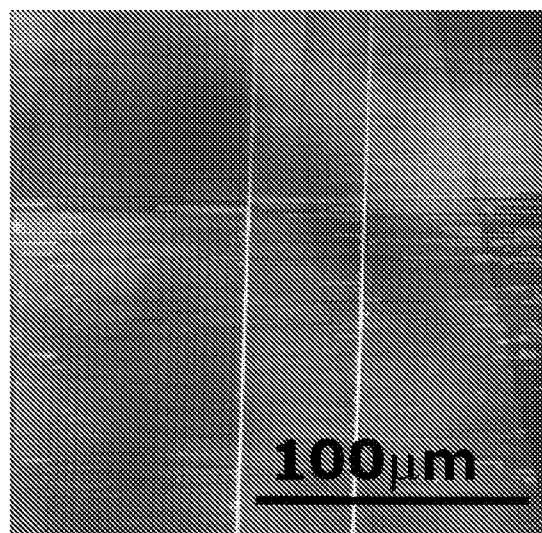


[図14]

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/071989

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01)i, C23C16/02(2006.01)i, C23C16/42(2006.01)i, C30B25/16(2006.01)i, C30B25/20(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)

C30B29/36, C23C16/02, C23C16/42, C30B25/16, C30B25/20, 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	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

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

JSTPlus (JDreamII), Science Direct

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y A	JP 2006-321707 A (Bridgestone Corp.), 30 November 2006 (30.11.2006), claims 1, 4, 10, 11; paragraphs [0019], [0027], [0028] & US 2009/0302326 A1 & EP 1895573 A1 & WO 2006/115148 A1	1, 2 3, 5, 7-11 4, 6
Y A	WO 2009/035095 A1 (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 19 March 2009 (19.03.2009), claims 5 to 7; paragraphs [0020] to [0022], [0025] to [0027], [0073] to [0074] & EP 2196566 A1 & CN 101802273 A & KR 10-2010-0050562 A	3, 5, 7-11 4, 6

☒ 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
04 January, 2011 (04.01.11)

Date of mailing of the international search report
25 January, 2011 (25.01.11)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/071989

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 2007-182330 A (Bridgestone Corp.), 19 July 2007 (19.07.2007), paragraph [0026] & US 2008/0213536 A1 & EP 1785512 A1 & WO 2006/022282 A1	1-11

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, C30B25/16(2006.01)i, C30B25/20(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. C30B29/36, C23C16/02, C23C16/42, C30B25/16, C30B25/20, 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 1 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 1 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 1 年

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

JSTPlus(JDreamII), Science Direct

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 A	JP 2006-321707 A (株式会社ブリヂストン) 2006. 11. 30, [請求項 1], [請求項 4], [請求項 10], [請求項 11], [0019], [0027], [0028] & US 2009/0302326 A1 & EP 1895573 A1 & WO 2006/115148 A1	1, 2 3, 5, 7-11 4, 6
Y A	WO 2009/035095 A1 (昭和電工株式会社) 2009. 03. 19, [請求項 5]-[請求項 7], [0020]-[0022], [0025]-[0027], [0073]-[0074] & EP 2196566 A1 & CN 101802273 A & KR 10-2010-0050562 A	3, 5, 7-11 4, 6

☒ 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 4 . 0 1 . 2 0 1 1

国際調査報告の発送日

2 5 . 0 1 . 2 0 1 1

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)

吉田 直裕

4 G

3 0 2 8

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	JP 2007-182330 A (株式会社ブリヂストン) 2007. 07. 19, [0026] & US 2008/0213536 A1 & EP 1785512 A1 & WO 2006/022282 A1	1-11