

(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 7 月 23 日(23.07.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/107772 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01) *C30B 33/00* (2006.01)
C30B 23/06 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/080849
- (22) 国際出願日: 2014 年 11 月 21 日(21.11.2014)
- (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 2014-005043 2014 年 1 月 15 日(15.01.2014) JP
- (71) 出願人: 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 堀 勉(HORI, Tsutomu); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 上田 俊策 (UETA, Shunsaku); 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 松島 彰(MATSUSHIMA,

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

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

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, 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.

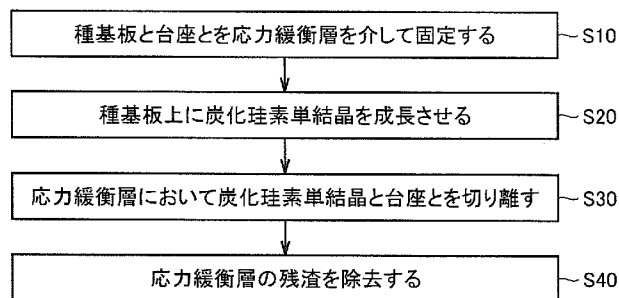
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー

[続葉有]

(54) Title: PROCESS FOR PRODUCING SINGLE-CRYSTAL SILICON CARBIDE

(54) 発明の名称: 炭化珪素単結晶の製造方法

FIG.1



- S10 Affix seed substrate to pedestal through stress-relieving layer
S20 Grow single-crystal silicon carbide on seed substrate
S30 Separate single-crystal silicon carbide from pedestal at stress-relieving layer
S40 Remove residue of stress-relieving layer

(57) Abstract: A process for producing single-crystal silicon carbide is provided with which it is possible to easily separate the single-crystal silicon carbide from the pedestal. The process comprises a step (S10) in which a seed substrate is affixed to a pedestal through a stress-relieving layer, a step (S20) in which single-crystal silicon carbide is grown on the seed substrate, a step (S30) in which the single-crystal silicon carbide is separated from the pedestal at the stress-relieving layer, and a step (S40) in which the residue of the stress-relieving layer which is adherent to the single-crystal silicon carbide after the separation step (S30) is removed.

(57) 要約: 炭化珪素単結晶と台座とを容易に切り離すことができる、炭化珪素単結晶の製造方法を提供する。種基板と台座とを応力緩衝層を介して固定する工程 (S10) と、種基板上に炭化珪素単結晶を成長させる工程 (S20) と、応力緩衝層において炭化珪素単結晶と台座とを切り離す工程 (S30) と、切り離す工程 (S30) 後の炭化珪素単結晶に付着している応力緩衝層の残渣を除去する工程 (S40) とを備える。



WO 2015/107772 A1



ロツパ (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：炭化珪素単結晶の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、炭化珪素単結晶の製造方法に関し、特に応力緩衝層を用いて実施される炭化珪素単結晶の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 炭化珪素単結晶（S i C単結晶）を成長させる方法としては、坩堝内において炭化珪素原料を昇華させることにより、台座に固定された種基板（種結晶）上に炭化珪素単結晶を成長させる昇華法が知られている。炭化珪素単結晶は、台座から切り離された後、所定の厚さに切断されて炭化珪素単結晶基板が製造される。

[0003] 特開2009-102196号公報には、昇華法により成長されたS i C単結晶と種結晶との界面において、S i C単結晶側でS i C単結晶と種結晶とを切り離す炭化珪素単結晶の製造方法が記載されている。

[0004] 特開2008-162240号公報には、S i C単結晶が成長されている種結晶と坩堝蓋体（台座）との界面において、まず坩堝蓋体を切断してS i C単結晶と坩堝蓋体とを切り離す炭化珪素単結晶の製造方法が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2009-102196号公報

特許文献2：特開2008-162240号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、特開2009-102196号公報に記載の炭化珪素単結晶の製造方法では、炭化珪素は高硬度で難削材料であるため、S i C単結晶と種結晶との切り離し加工が困難である。

[0007] 一方、特開2008-162240号公報に記載の炭化珪素単結晶の製造方法では、坩堝蓋体を切断することにより坩堝蓋体から切り離された炭化珪素単結晶には坩堝蓋体の一部が残存しているため、炭化珪素単結晶から炭化珪素単結晶基板を作製する際に、別途炭化珪素単結晶に残存している坩堝蓋体を除去する工程が必要となる。

[0008] さらに、当該除去工程は、SiC単結晶の研削ないし研磨する工程において実施すると記載されているが、炭化珪素の加工に用いる砥石により炭素材料からなる坩堝蓋体を加工すると、砥石に目詰まりが生じやすい。これは、当該研磨する工程だけでなく炭化珪素を加工する工程にとっても好ましくない。

[0009] 本発明は、上記のような課題を解決するためになされたものである。本発明の主たる目的は、炭化珪素単結晶と台座とを容易に切り離すことができる、炭化珪素単結晶の製造方法を提供することにある。また、炭化珪素単結晶基板に容易に加工され得る、炭化珪素単結晶の製造方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0010] 本発明に係る炭化珪素単結晶の製造方法は、種基板と台座とを応力緩衝層を介して固定する工程と、種基板上に炭化珪素単結晶を成長させる工程と、応力緩衝層において炭化珪素単結晶と台座とを切り離す工程と、切り離す工程後の炭化珪素単結晶に付着している応力緩衝層の残渣を除去する工程とを備える。

発明の効果

[0011] 本発明によれば、炭化珪素単結晶と台座とを容易に切り離すことができる、炭化珪素単結晶の製造方法を提供することができる。また、炭化珪素単結晶基板に容易に加工され得る、炭化珪素単結晶の製造方法を提供することができる。

図面の簡単な説明

[0012] [図1]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法のフローチャートである

。

[図2]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法を説明するための断面図である。

[図3]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法を説明するための断面図である。

[図4]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法を説明するための断面図である。

[図5]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法を説明するための断面図である。

[図6]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法の変形例を説明するための断面図である。

[図7]本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法の変形例の残渣除去工程における加熱温度条件を説明するためのグラフである。

発明を実施するための形態

[0013] 以下、図面に基づいて本発明の実施の形態を説明する。なお、以下の図面において同一または相当する部分には同一の参照番号を付し、その説明は繰返さない。

[0014] はじめに、本発明の実施の形態の概要について説明する。

[本願発明の実施形態の説明]

(1) 本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法は、種基板10と台座20とを応力緩衝層30を介して固定する工程(S10)と、種基板10上に炭化珪素単結晶50を成長させる工程(S20)と、応力緩衝層30において炭化珪素単結晶50と台座20とを切り離す工程(S30)と、切り離す工程(S30)後の炭化珪素単結晶50に付着している応力緩衝層30の残渣を除去する工程(S40)とを備える。

[0015] ここで、応力緩衝層30は、種基板10を構成する炭化珪素と台座20を構成する材料との熱膨張率の差異により、種基板10に加えられる応力を緩衝するために種基板10と台座20との間に形成されている。

[0016] つまり、応力緩衝層 30 は、種基板 10 を構成する炭化珪素よりも低硬度であり、加工が容易である。そのため、切り離す工程（S30）において、応力緩衝層 30 において炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを切り離すことにより、炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを容易に切り離すことができる。また、切り離す工程（S30）において応力緩衝層 30 を切断することにより、種基板 10 の第 4 の主面 10B 上には応力緩衝層 30 の残渣 31 が生じることになるが、当該残渣 31 は、除去する工程（S40）において研削や研磨等によらず容易に除去することができる（詳細は後述する）。

[0017] つまり、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法によれば、炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを容易に切り離すことができる。また、このようにして得られた当該炭化珪素単結晶 50 は炭化珪素単結晶基板に容易に加工され得る。

[0018] （2）本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、切り離す工程（S30）では、応力緩衝層 30 の主面（第 1 の主面 30A）に沿った方向に延びるワイヤ 60 を応力緩衝層 30 の端面 30E から応力緩衝層 30 に圧入させることにより、応力緩衝層 30 において炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを切り離してもよい。

[0019] このようにすれば、応力緩衝層 30 の外径よりも長く、かつ応力緩衝層 30 の厚みよりも細いワイヤ 60 を用いることにより、種基板 10 と台座 20 との間を固定している応力緩衝層 30 を容易に切断することができ、炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを容易に切り離すことができる。

[0020] （3）本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、切り離す工程（S30）では、応力緩衝層 30 に対してレーザ光を照射させることにより応力緩衝層 30 において炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを切り離してもよい。

[0021] このようにすれば、種基板 10 と台座 20 との間を固定している応力緩衝層 30 を容易に切断することができ、炭化珪素単結晶 50 と台座 20 とを容易に切り離すことができる。

[0022] (4) 本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、残渣を除去する工程(S40)では、酸素含有雰囲気下において炭化珪素単結晶50を加熱することにより、応力緩衝層30の残渣31を除去してもよい。

[0023] つまり、応力緩衝層30を所定の温度で酸化されて除去されることが可能な材料で構成することができ、このような応力緩衝層30の残渣31は酸素含有雰囲気下において炭化珪素単結晶50を加熱することにより容易に除去することができる。

[0024] (5) 本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、炭化珪素単結晶50を不活性ガス雰囲気下において加熱する工程(S50)をさらに備え、加熱する工程(S50)は、残渣を除去する工程(S40)の後に連続して実施されてもよい。

[0025] ここで、残渣を除去する工程(S40)の後に加熱する工程(S50)を連続して実施するとは、たとえば両工程の間で加熱温度を低下させることなく、加熱する工程(S50)における一連の昇温プロセスの前段として残渣を除去する工程(S40)を実施した後、雰囲気および加熱温度を変えて後段として加熱する工程(S50)を実施することをいう。

[0026] このようにすれば、炭化珪素単結晶50を不活性ガス雰囲気下において加熱する工程(S50)(たとえば活性化アニール処理工程)の一環として、炭化珪素単結晶50から応力緩衝層30の残渣31を容易に除去することができる。その結果、炭化珪素単結晶の製造方法において残渣を除去する工程(S40)と加熱する工程(S50)とを個別に行う場合と比べて、製造工程を低減でき、製造コストを軽減することができる。また、このようにして得られた炭化珪素単結晶50を炭化珪素単結晶基板に容易に加工することができる。

[0027] [本願発明の実施形態の詳細]

次に、本発明の実施の形態についてより詳細に説明する。

[0028] まず、図1を参照して、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法について説明する。本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法は、種基板

１０と台座２０とを応力緩衝層３０を介して固定する工程（Ｓ１０）と、種基板１０上に炭化珪素単結晶５０を成長させる工程（Ｓ２０）と、応力緩衝層３０において炭化珪素単結晶５０と台座２０とを切り離す工程（Ｓ３０）と、切り離す工程（Ｓ３０）後の炭化珪素単結晶５０に付着している応力緩衝層３０の残渣を除去する工程（Ｓ４０）とを備える。

[0029] はじめに、図２を参照して、種基板と台座とを応力緩衝層を介して固定する（工程（Ｓ１０））。具体的には、まず、種基板１０、台座２０、および応力緩衝層３０とを準備する。応力緩衝層３０は、種基板１０や炭化珪素単結晶５０と比べて硬度が低く、柔軟性および伸縮性の高い材料から構成されている。応力緩衝層３０を構成する材料は、たとえば黒鉛シートである。応力緩衝層３０は、第１の主面３０Ａと、第１の主面３０Ａの反対側に位置する第２の主面３０Ｂとを有している。

[0030] 種基板１０は、炭化珪素からなる単結晶である。種基板１０の炭化珪素の結晶構造は六方晶系であることが好ましい。また結晶構造のポリタイプは４Ｈまたは６Ｈであることが好ましい。種基板１０は、炭化珪素単結晶５０（図３参照）が成長される第３の主面（成長面）１０Ａと、第３の主面１０Ａの反対側に位置して応力緩衝層３０の第１の主面３０Ａと接着される第４の主面１０Ｂとを有している。第３の主面１０Ａは、たとえば（０００１）面に対して１０度以下のオフ角を有する面である。第３の主面１０Ａと第４の主面１０Ｂとは、いずれも高い平坦性を有しているのが好ましい。種基板１０の第３の主面１０Ａにおける外径は、たとえば１００ｍｍ以上であり、好ましくは１５０ｍｍ以上である。

[0031] 台座２０は、たとえばグラファイトからなる。台座２０は、昇華法により種基板１０の第３の主面１０Ａ上に炭化珪素単結晶５０を成長させる際に、種基板１０を保持可能に設けられている、第５の主面２０Ａを有している。第５の主面２０Ａの幅（第３の主面１０Ａに沿った方向における端部から端部までの距離）は、種基板１０の第３の主面１０Ａにおける外径以上である。

- [0032] 応力緩衝層 30 の第 1 の主面 30 A における幅は、種基板 10 の第 3 の主面 10 A における外径と同等程度に設けられており、たとえば 100 mm 以上であり、好ましくは 150 mm 以上である。応力緩衝層 30 の厚みは、たとえば 0.1 mm 以上 3 mm 以下である。
- [0033] 次に、準備した種基板 10、台座 20、および応力緩衝層 30 を接着剤 40 を介して接着する。
- [0034] 接着剤 40 は、所定の温度（たとえば 100℃ 以上）で硬化可能に設けられている、任意の材料で構成されていけばよい。接着剤 40 は、たとえばカーボン接着剤である。カーボン接着剤とは、溶媒中にカーボン粉末が分散されてなる接着剤であり、熱処理によって溶媒が揮発し、実質的にカーボンのみからなる接着層を形成し得るものである。台座 20 が炭素を含み、接着剤 40 がカーボン接着剤であることにより、応力緩衝層 30 の第 2 の主面 30 B と台座 20 の第 5 の主面 20 A とが接着剤 40 を介して強固に接着される。カーボン接着剤の具体例としては、たとえば、フェノール樹脂にカーボン粉末が混合され、溶媒としてフェノールおよびエチルアルコールを含むものを例示することができる。
- [0035] 種基板 10 の第 4 の主面 10 B と応力緩衝層 30 の第 1 の主面 30 A との間、および応力緩衝層 30 の第 2 の主面 30 B と台座 20 の第 5 の主面 20 A との間に接着剤 40 を塗布した後、これらを上記所定の温度で加熱することにより接着剤 40 を硬化させ、種基板 10、応力緩衝層 30、および台座 20 を固定する。
- [0036] このとき、固定する工程（S10）における加熱処理は任意の方法で実施すればよく、たとえばホットプレートやランプアニール装置、恒温槽等を用いて 2 段階に分けて実施してもよい。具体的には、接着剤 40 に含まれる溶媒をある程度揮発させることができる温度、たとえば 100℃ 以上 400℃ 以下の所定の温度で加熱した後、接着剤 40 を硬化させることができる温度、たとえば 400℃ 以上の所定の温度で加熱してもよい。熱処理の時間は、たとえば所定の温度に到達した後 5 分以上 60 分以下である。このようにし

て、接着剤40を硬化させて、応力緩衝層30を介して種基板10と台座20とを固定することができる。

[0037] 次に、図3を参照して、種基板10上に炭化珪素単結晶50を成長させる（工程（S20））。具体的には、応力緩衝層30を介して種基板10を固定している台座20を、原料（図示しない）が内に収められている坩堝（図示しない）に取り付ける。坩堝の内部へ種基板10の第3の主面10Aが面するように、坩堝に台座20が取り付けられる。坩堝は、たとえば炭素原料を含んで構成されている。坩堝の内部には原料が収められている。原料は、たとえば炭化珪素粉末である。また、坩堝は、その周囲に配置されている加熱部（図示しない）により後述する所定の温度に加熱可能に設けられている。

[0038] 次に、原料を昇華させることで種基板10の第3の主面10A上に昇華物を堆積させて、炭化珪素単結晶50を成長させる。この昇華再結晶法における温度は、たとえば、2100℃以上2500℃以下とされる。またこの昇華再結晶法における圧力は、好ましくは1.3kPa以上大気圧以下とされ、より好ましくは、成長速度を高めるために13kPa以下とされる。このようにして、図3を参照して、応力緩衝層30を介して台座20と固定されている種基板10上に成長された炭化珪素単結晶50を得ることができる。

[0039] 次に、図4を参照して、応力緩衝層30において炭化珪素単結晶50と台座20とを切り離す（工程（S30））。具体的には、まず炭化珪素単結晶50と台座20とを切り離す装置として、ワイヤ60を準備する。ワイヤ60は、長さが応力緩衝層30の第1の主面30Aの外径よりも長く、太さが応力緩衝層30の厚みよりも小さいものが準備される。次に、ワイヤ60を応力緩衝層30の第1の主面30Aに沿った方向に伸ばし、ワイヤ60を応力緩衝層30の端面30E（第1の主面30Aと垂直な方向に沿った面）から応力緩衝層30に圧入させる。応力緩衝層30の端面30Eにおいて、ワイヤ60を圧入させる位置は、端面30Eの中央部であってもよいし、当該中央部に対して種基板10側または台座20側であってもよい。

[0040] ワイヤ60を応力緩衝層30の一方の端面30Eから第1の主面30Aを挟んで対向する他方の端面30Eに達するまで圧入することにより、応力緩衝層30において炭化珪素単結晶50と台座20とを切り離すことができる。台座20から切り離された後の炭化珪素単結晶50は、種基板10と、種基板10の第4の主面10B上に接着剤40を介して接着されている応力緩衝層30の残渣31と一体として構成されている。なお、台座20の第5の主面20A上にも、接着剤40を介して応力緩衝層30の残渣32が形成されている。

[0041] 次に、切り離す工程（S30）後の炭化珪素単結晶50に付着している応力緩衝層30の残渣31を除去する（工程（S40））。具体的には、先の工程（S30）により台座20から切り離された炭化珪素単結晶50を酸素含有雰囲気下において加熱する。酸素含有雰囲気とは、酸素濃度が大気中と比べて高い酸素雰囲気でもよいし、大気中と同程度の酸素濃度を有する雰囲気あるいは大気であってもよい。本工程（S40）は、酸素含有雰囲気下において所定の温度に加熱することができる任意の装置を用いて行われればよく、たとえば大気炉を用いることができる。加熱温度は、応力緩衝層30を酸化し除去することができる任意の温度とすればよく、たとえば1000℃以上の所定の温度とすればよい。加熱時間は、応力緩衝層30を酸化し除去することができる任意の時間とすればよく、たとえば所定の温度に到達した後30分以上48時間以下である。これにより、図5に示すように、応力緩衝層30の残渣31を除去することができる。

[0042] このようにして得られた炭化珪素単結晶50は、さらに種基板10の第3の主面10Aと交差する方向に伸びる側面が研削された後、スライスすることにより炭化珪素単結晶基板を得ることができる。

[0043] 次に、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法の作用効果について説明する。本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法によれば、切り離す工程（S30）において、炭化珪素単結晶50と台座20とは応力緩衝層30において切り離される。ここで、応力緩衝層30は種基板10を構成す

る炭化珪素よりも低硬度で加工が容易である。そのため、炭化珪素単結晶50と台座20とを容易に切り離すことができる。

[0044] さらに、除去する工程（S40）において、応力緩衝層30の残渣31を切削や研磨等によらずに容易に除去することができる。このため、たとえば炭化珪素の加工に用いる砥石により炭素材料からなる台座20を加工することなく、炭化珪素単結晶50と台座20とを容易に切り離すことができる。つまり、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法によれば、炭化珪素単結晶50と台座20とを容易に切り離すことができる。

[0045] また、応力緩衝層30は所定の温度で酸化されて除去されることが可能な材料で構成されているため、残渣を除去する工程（S40）において、応力緩衝層30の残渣31は酸素含有雰囲気下において炭化珪素単結晶50を加熱することにより容易に除去することができる。これにより、当該炭化珪素単結晶50は炭化珪素単結晶基板に容易に加工され得る。

[0046] 本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法は、種基板10の厚みによらず適用することができる。たとえば種基板10の厚みが数十 μm 以上数百 μm 以下程度と薄い場合にも、炭化珪素単結晶50を切り代として無駄にすることなく、かつ炭化珪素単結晶50と台座20とを容易に切り離すことができる。

[0047] また、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、応力緩衝層30の第1の主面30A、種基板10の第3の主面10A、および台座20の第5の主面20Aは、いずれも種基板10の形状に併せて円形状に形成されているがこれに限られるものではない。これらを任意の形状としても、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法と同様の効果を奏することができる。

[0048] また、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、切り離す工程（S30）はワイヤ60を用いて実施されるが、これに限られるものではない。切り離す工程（S30）は、たとえばワイヤ60を糸のこ状に構成した部材（たとえば平面形状がU字状のベース体において、対向する2つの

端部の間をつなぐようにワイヤ60を張った部材)を用いて、当該ワイヤ60を応力緩衝層30の端面30Eから応力緩衝層30に圧入させることにより実施してもよい。また、切り離す工程(S30)は、扁平部分を有し当該扁平部分の厚みが応力緩衝層30の厚みよりも薄いヘラ状部材を用いて、当該扁平部分を応力緩衝層30の端面30Eから応力緩衝層30に圧入させることにより実施してもよい。このようにしても、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法と同様の効果を奏することができる。

[0049] また、図6を参照して、レーザ光源70を用いても良い。この場合、レーザ光源70から応力緩衝層30の端面30Eに、当該端面30Eの厚みよりも小さいスポット径を有するレーザ光を照射して、レーザ光を照射してもよい。このようにしても、レーザ光が照射された部分を境に応力緩衝層30を切断することができ、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法と同様の効果を奏することができる。また、応力緩衝層30の端面30Eに高圧水流を噴射させてもよい。このようにしても、高圧水流の噴射を受けた部分を境に応力緩衝層30を切断することができ、本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法と同様の効果を奏することができる。

[0050] 本実施の形態に係る炭化珪素単結晶の製造方法において、除去する工程(S40)は酸素含有雰囲気下で加熱処理されることにより実施されるが、任意の加熱処理工程と合わせて実施されてもよい。図7を参照して、たとえば、炭化珪素単結晶50を不活性ガス雰囲気下において加熱する工程(S50)の前段として実施してもよい。この場合、加熱する工程(S50)は、残渣31を除去する工程(S40)を実施後、酸素含有雰囲気からたとえばAr(アルゴン)ガス雰囲気等の不活性ガス雰囲気に変更するとともに、加熱温度を低下させることなく所定の温度まで昇温することにより実施されてもよい。加熱する工程(S50)は、たとえば活性化アニール工程とすることができる。以下、図7を参照して説明する。

[0051] 図7の縦軸は温度(単位:℃)を示し、横軸は時間(単位:分)を示す。図7を参照して、たとえば除去する工程(S40)として炭化珪素単結晶5

0を酸素含有雰囲気下において1000℃まで加熱昇温し、かつ30分間（図7中時点t1から時点t2の間）保持した後、加熱温度を低下させることなく連続して加熱する工程（S50）として炭化珪素単結晶50をArガス雰囲気下において2500℃まで加熱昇温し、かつ30分間（図7中時点t3から時点t4の間）保持してもよい。これにより、残渣を除去する工程（S40）と加熱する工程（S50）とを個別に行う場合と比べて、製造工程数を低減でき、製造コストを軽減することができる。また、このようにして得られた炭化珪素単結晶50を炭化珪素単結晶基板に容易に加工することができる。

[0052] 言い換えれば、加熱する工程（S50）における一連の昇温プロセスの前段として残渣を除去する工程（S40）を実施した後、雰囲気および加熱温度を変えて後段として加熱する工程（S50）を実施してもよい。

[0053] このようにすれば、炭化珪素単結晶50を不活性ガス雰囲気下において加熱する工程（S50）（たとえば活性化アニール処理工程）の一環として、炭化珪素単結晶50から応力緩衝層30の残渣31を容易に除去することができる。その結果、このようにして得られた炭化珪素単結晶50を用いることにより炭化珪素単結晶基板に容易に加工することができる。

[0054] また、除去する工程（S40）は酸素含有雰囲気下で加熱処理されることに限られない。たとえば、サンドブラスト加工等の機械的加工により実施されても良いし、ヘラ状部材等を用いて人為的に残渣31を除去してもよい。また、たとえば硫酸過水（SPM）に残渣31を浸漬する等してウェットエッチングにより除去してもよい。このようにしても、残渣31を容易に除去することができる。

[0055] 以上のように本発明の実施の形態について説明を行ったが、上述の実施の形態を様々に変形することも可能である。また、本発明の範囲は上述の実施の形態に限定されるものではない。本発明の範囲は、請求の範囲によって示され、請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更を含むことが意図される。

産業上の利用可能性

[0056] 本発明は、大口径であって高い結晶性を有する炭化珪素単結晶基板に加工可能である炭化珪素単結晶の製造方法に特に有利に適用される。

符号の説明

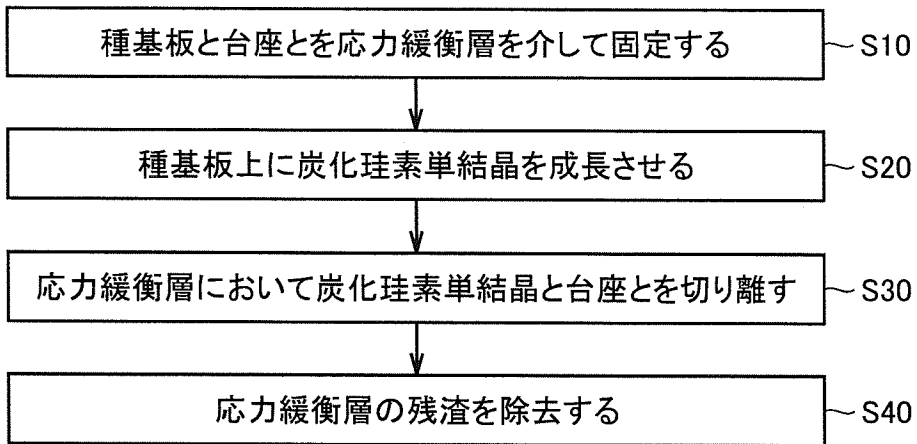
[0057] 10 種基板、10A 第3の主面、10B 第4の主面、20 台座、20A 第5の主面、30 応力緩衝層、30A 第1の主面、30B 第2の主面、30E 端面、31, 32 残渣、40 接着剤、50 単結晶、60 ワイヤ、70 レーザ光源。

請求の範囲

- [請求項1] 種基板と台座とを応力緩衝層を介して固定する工程と、
前記種基板上に炭化珪素単結晶を成長させる工程と、
前記応力緩衝層において前記炭化珪素単結晶と前記台座とを切り離す工程と、
前記切り離す工程後の前記炭化珪素単結晶に付着している前記応力緩衝層の残渣を除去する工程とを備える、炭化珪素単結晶の製造方法。
- [請求項2] 前記切り離す工程では、前記応力緩衝層の主面に沿った方向に延びるワイヤを前記応力緩衝層の端面から前記応力緩衝層に圧入させることにより、前記応力緩衝層において前記炭化珪素単結晶と前記台座とを切り離す、請求項1に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。
- [請求項3] 前記切り離す工程では、前記応力緩衝層に対してレーザ光を照射させることにより前記応力緩衝層において前記炭化珪素単結晶と前記台座とを切り離す、請求項1に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。
- [請求項4] 前記残渣を除去する工程では、酸素含有雰囲気下において前記炭化珪素単結晶を加熱することにより、前記応力緩衝層の残渣を除去する、請求項1～請求項3のいずれか1項に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。
- [請求項5] 前記炭化珪素単結晶を不活性ガス雰囲気下において加熱する工程をさらに備え、
前記加熱する工程は、前記残渣を除去する工程の後に連続して実施される、請求項4に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

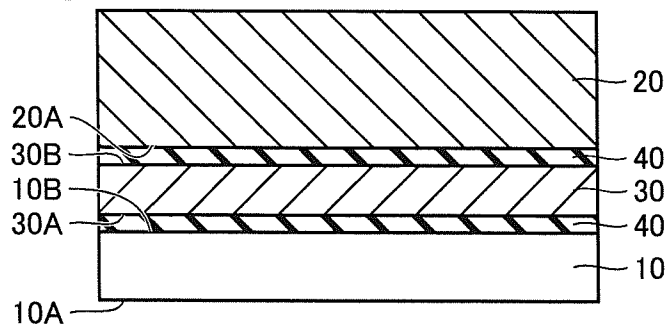
[図1]

FIG.1



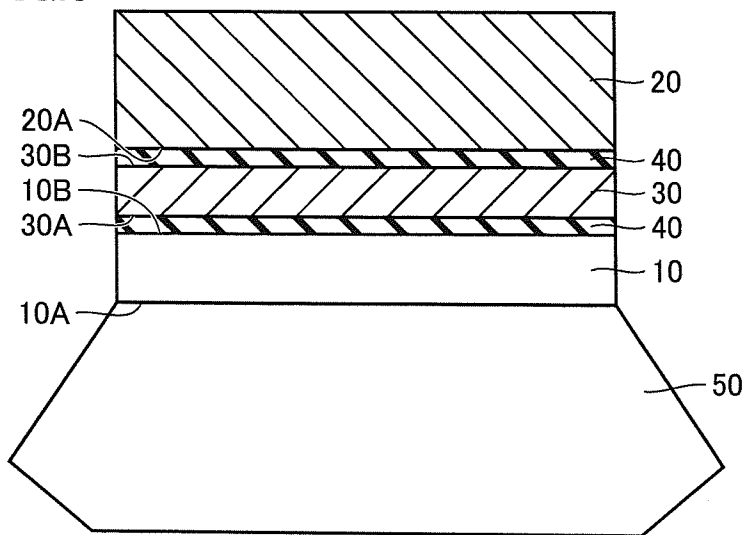
[図2]

FIG.2



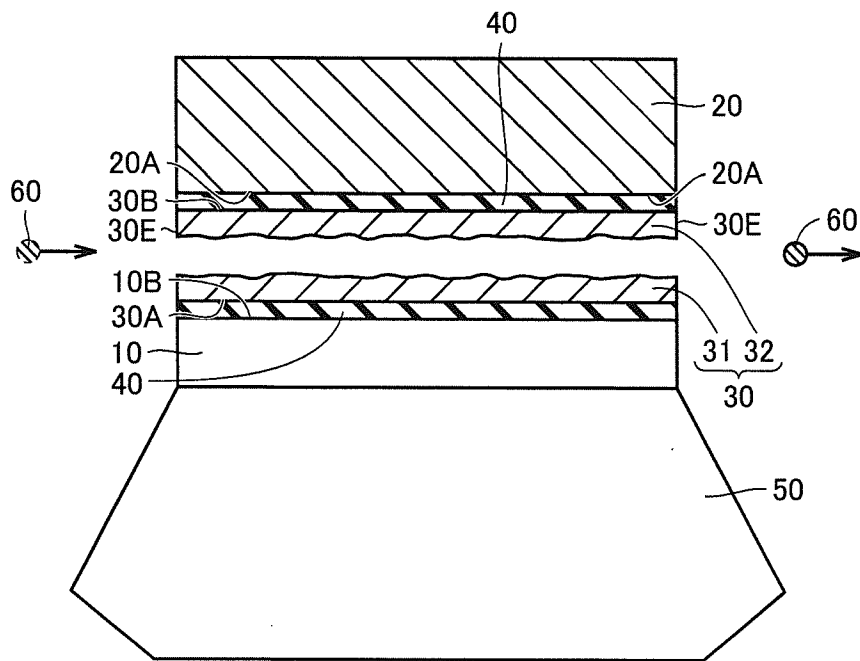
[図3]

FIG.3



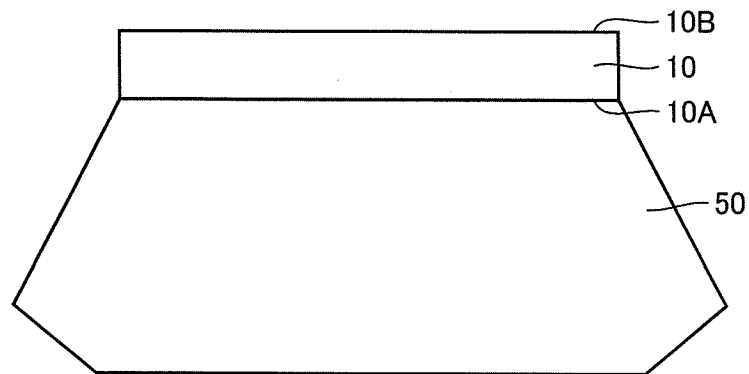
[図4]

FIG.4



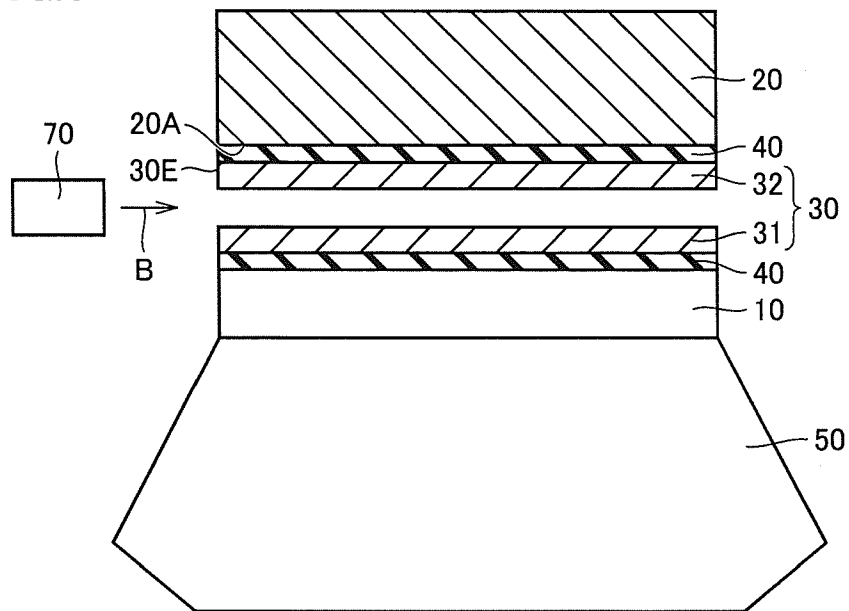
[図5]

FIG.5



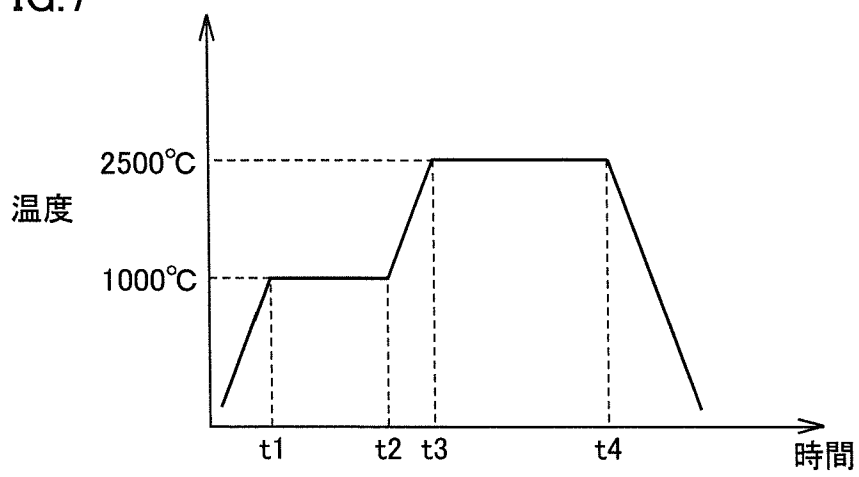
[図6]

FIG.6



[図7]

FIG.7



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/080849

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/36(2006.01)i, C30B23/06(2006.01)i, C30B33/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B29/36, C30B23/06, C30B33/00

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	1996-2014
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.
A	JP 2010-64918 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 25 March 2010 (25.03.2010), entire text; all drawings (Family: none)	1-5
A	JP 2013-67522 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 18 April 2013 (18.04.2013), entire text; all drawings & US 2013/0068157 A1	1-5
A	JP 2006-143511 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 08 June 2006 (08.06.2006), entire text; all drawings (Family: none)	1-5

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

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

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

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
26 December 2014 (26.12.14)

Date of mailing of the international search report
24 February 2015 (24.02.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C30B29/36(2006.01)i, C30B23/06(2006.01)i, C30B33/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C30B29/36, C30B23/06, C30B33/00

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	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
A	JP 2010-64918 A（昭和電工株式会社）2010.03.25, 全文, 全図（ファミリーなし）	1-5
A	JP 2013-67522 A（住友電気工業株式会社）2013.04.18, 全文, 全図 & US 2013/0068157 A1	1-5
A	JP 2006-143511 A（松下電器産業株式会社）2006.06.08, 全文, 全図（ファミリーなし）	1-5

☐ C 欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

2 6 . 1 2 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

2 4 . 0 2 . 2 0 1 5

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）

宮崎 園子

4 G

9 2 7 7

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