

(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
2025年4月3日(03.04.2025)



(10) 国際公開番号

WO 2025/069751 A1

(51) 国際特許分類:

C30B 15/32 (2006.01) C30B 19/12 (2006.01)
C30B 15/36 (2006.01) C30B 29/36 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2024/028911

(22) 国際出願日: 2024年8月13日(13.08.2024)

(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 2023-165984 2023年9月27日(27.09.2023) JP

(71) 出願人: 株式会社プロテリアル(**PROTERIAL, LTD.**) [JP/JP]; 〒1350061 東京都江東区豊洲五丁目6番36号 (JP).

(72) 発明者: 古川 大希 (**FURUKAWA, Daiki**); 〒1350061 東京都江東区豊洲五丁目6番36号 株式会社プロテリアル内 (JP). 高尾健太 (**TAKAO, Kenta**); 〒1350061 東京都江東

区豊洲五丁目6番36号 株式会社プロテリアル内 (JP). 田中 謙弥 (**TANAKA, Kenya**); 〒1350061 東京都江東区豊洲五丁目6番36号 株式会社プロテリアル内 (JP).

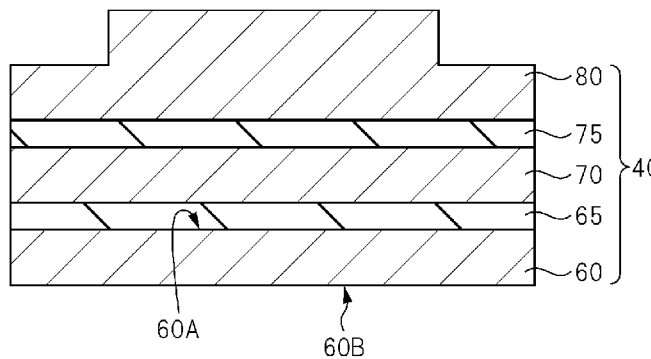
(74) 代理人: 弁理士法人筒井国際特許事務所(**TSUTSUI & ASSOCIATES**); 〒1600022 東京都新宿区新宿2丁目3番10号 新宿御苑ビル3階 (JP).

(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, CV, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IQ, IR, IS, IT, JM, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MU, 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,

(54) Title: SEED CRYSTAL SUBSTRATE WITH ADHESIVE LAYER, AND SEED CRYSTAL UNIT

(54) 発明の名称: 接着層付き種結晶基板および種結晶ユニット

[図3]



(57) Abstract: The present invention both improves the strength of adhesion between a main surface of a seed crystal substrate and an adhesive layer and inhibits the seed crystal substrate from cracking. A seed crystal substrate 60 (seed crystal substrate with an adhesive layer) includes a main surface 60A and an adhesive layer 65 formed on the main surface 60A. The adhesive layer 65 is made of an adhesive containing phenol, and the adhesive layer 65 has a thickness of 3 μm or larger. The main surface 60A has a roughness of 10 nm or less.

(57) 要約: 種結晶基板の主面と接着層との接着強度の向上と、種結晶基板の割れの抑制とを両立する。種結晶基板60(接着層付き種結晶基板)は、主面60Aと、主面60A上に形成された接着層65と、を備える。ここで、接着層65は、フェノールを含む接着剤から構成され、接着層65の厚さは、3μm以上であり、主面60Aの粗度は、10nm以下である。

ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, 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, CV, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SC, 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, ME, 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： 接着層付き種結晶基板および種結晶ユニット

技術分野

[0001] 本発明は、接着層付き種結晶基板および種結晶ユニットに関し、例えば、溶液成長法によって単結晶を成長させるための接着層付き種結晶基板および種結晶ユニットに適用して有効な技術に関する。

背景技術

[0002] 特開 2 0 1 5 - 3 0 6 5 9 号公報（特許文献 1）には、放電加工によって炭化珪素からなる種結晶基板の接着面を粗くする（粗度： $R_a > 500\text{ nm}$ ）ことにより、接着強度を向上させる技術が記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献 1：特開 2 0 1 5 - 3 0 6 5 9 号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 例えば、溶液成長法によって単結晶を成長させるために、成長の核を提供する種結晶ユニットが使用される。この種結晶ユニットは、例えば、主面を有する種結晶基板と、接着層を介して種結晶基板の主面と接着するシート状部材と、シート状部材と接着する治具とを備える。このとき、種結晶基板とシート状部材とは接着層によって接着されるが、種結晶基板の主面と接着層との接着強度を向上させるために、種結晶基板の主面の粗度を粗くする（ $R_a > 30\text{ nm}$ ）ことが行われている。

[0005] ところが、接着層を介して種結晶基板とシート状部材とを接着する際、加熱することが行われるが、本発明者は、この加熱工程に起因して、種結晶基板が割れてしまうことを新規な知見として獲得した。したがって、本発明者が見出した新規な知見に基づくと、種結晶基板の主面と接着層との接着強度を向上する必要がある一方で、種結晶基板の割れを抑制することが望まれて

いる。すなわち、種結晶基板の主面と接着層との接着強度の向上と、種結晶基板の割れの抑制とを両立することが望まれている。

課題を解決するための手段

[0006] 一実施の形態における接着層付き種結晶基板は、主面と、主面上に形成された接着層と、を備える。ここで、接着層は、フェノールを含む接着剤から構成され、接着層の厚さは、 $3\mu\text{m}$ 以上であり、主面の粗度は、 10nm 以下である。

[0007] 一実施の形態における種結晶ユニットは、主面を有する種結晶基板と、接着層を介して種結晶基板の主面と接着するシート状部材と、シート状部材と接着する治具とを備える。ここで、接着層は、フェノールを含む接着剤から構成され、接着層の厚さは、 $3\mu\text{m}$ 以上であり、主面の粗度は、 10nm 以下である。

発明の効果

[0008] 一実施の形態によれば、種結晶基板の主面と接着層との接着強度の向上と、種結晶基板の割れの抑制とを両立できる。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]実施の形態における単結晶製造装置の構成を示す図である。

[図2]種結晶ユニットの構成を示す図である。

[図3]種結晶ユニットを示す断面図である。

発明を実施するための形態

[0010] 実施の形態を説明するための全図において、同一の部材には原則として同一の符号を付し、その繰り返しの説明は省略する。なお、図面をわかりやすくするために平面図であってもハッチングを付す場合がある。

[0011] <単結晶製造装置の構成>

図1は、本実施の形態における単結晶製造装置100の構成を示す図である。

[0012] 図1において、単結晶製造装置100は、容器10を有している。この容

器 1 0 の内部空間には、例えば、アルゴンガスが充填されている。また、容器 1 0 の内部には、断熱部材 1 3 c が設けられており、断熱部材 1 3 c で囲まれた内側に水平方向に回転可能な台座 1 1 が配置されている。容器 1 0 は、例えば、S U S などの鉄系材料から構成される。

[0013] なお、アルゴンガスの充填構造としては、例えば、断熱部材 1 3 c とコイル 1 4 a との間および断熱部材 1 3 c とコイル 1 4 b の間に石英管を通し、石英管の上下端をフランジで密閉することにより、アルゴンガスを充填する構造を採用することもできる。

[0014] 次に、台座 1 1 上には、坩堝 1 2 が配置されている。この坩堝 1 2 は、例えば、黒鉛（グラファイト）から構成されており、内部に珪素（S i）を含む高温の溶液 2 0 が収容されている。具体的に、坩堝 1 2 は、炭素と珪素とを含む溶液 2 0 を収容可能な本体部と、本体部の底部から突出する伝熱部 1 2 a とを備える。

[0015] このように構成されている坩堝 1 2 は、伝熱部 1 2 a が「足部」としても機能することから、伝熱部 1 2 a は、坩堝 1 2 を安定して直立させる副次的な機能も有しているといえる。伝熱部 1 2 a は、坩堝 1 2 を配置可能な台座 1 1 と接触するように構成されている。例えば、図 1 に示すように、台座 1 1 は、伝熱部 1 2 a と接触する第 1 領域 R 1 と、第 1 領域 R 1 に囲まれる第 2 領域 R 2 と、第 1 領域 R 1 を囲む第 3 領域 R 3 とを含んでおり、第 2 領域 R 2 と接触するように断熱部材 1 3 a が設けられているとともに、第 3 領域 R 3 と接触するように断熱部材 1 3 b が設けられている。

[0016] 台座 1 1 は、台座 1 1 を保持する坩堝保持軸 1 8 と接続されている。この坩堝保持軸 1 8 は、上下方向に移動可能に構成されているとともに、時計回り、あるいは、反時計回りのいずれにも回転することができるよう構成されている。これにより、坩堝保持軸 1 8 に取り付けられた台座 1 1 および台座 1 1 上に配置される坩堝 1 2 は、坩堝保持軸 1 8 によって上下方向に移動させることができるとともに水平方向に回転させることができる。なお、坩堝保持軸 1 8 は、内部が中空構造となっており、熱電対や放射温度計を挿入

して温度測定が可能ないように構成されている。

[0017] そして、単結晶製造装置１００の容器１０の外周部には、高周波電流が流れるコイルが設けられており、コイルを流れる高周波電流に基づく誘導加熱によって坩堝１２は加熱されるようになっている。具体的に、単結晶製造装置１００は、加熱部２５ａと加熱部２５ｂを有している。加熱部２５ａは、坩堝１２の側面と対向する位置に設けられたコイル１４ａに高周波電流を流すことによって生じる誘導加熱現象で坩堝１２を加熱するように構成されている。つまり、コイル１４ａは、坩堝１２を加熱する加熱部２５ａとして機能することから、図１では、コイル１４ａに対して、加熱部２５ａも併記している。一方、加熱部２５ｂは、坩堝１２を支持する台座１１と対向する位置に設けられたコイル１４ｂに高周波電流を流すことによって生じる誘導加熱現象で台座１１を加熱するように構成されている。そして、加熱された台座１１からの熱伝導によって坩堝１２が加熱されることになる。詳細には、加熱部２５ｂによって加熱された台座１１から伝熱部１２ａに熱が伝わり、続いて、伝熱部１２ａから坩堝１２（本体部）に熱が伝わって坩堝１２が加熱される。このように、加熱部２５ｂは、坩堝１２を支持する台座１１と対向する位置に設けられたコイル１４ｂに高周波電流を流すことによって生じる誘導加熱現象で台座１１を介して間接的に坩堝１２を加熱するように構成されている。このことから、コイル１４ｂは、坩堝１２を加熱する加熱部２５ｂとして機能することから、図１では、コイル１４ｂに対して、加熱部２５ｂも併記している。なお、図１では、図示されていないが、コイル１４ｂおよびコイル１４ａは、内部に冷却水を流すことができるように構成されている。

[0018] このように、単結晶製造装置１００では、加熱部２５ａで坩堝１２自体を加熱するだけでなく、加熱部２５ｂで加熱された台座１１からの熱伝導によっても坩堝１２が加熱されるように構成されており、坩堝１２の伝熱部１２ａは、加熱部２５ｂによって加熱された台座１１からの熱を本体部に熱伝導させる機能を有しているといえる。

[0019] ここで、加熱部 25 b によって、台座 11 を加熱しやすくするため、台座 11 の厚さは、コイル 14 b と対向する部分が大きくなるように厚くなっている。この台座 11 は、坩堝 12 と一体化することも可能であるが、坩堝 12 は炭化珪素単結晶を製造するたびに取り替える必要性および一体物の製造コストが高いことを考慮すると、台座 11 と坩堝 12 は別体として構成することが望ましい。台座 11 と坩堝 12 を別体として構成する場合、坩堝 12 の伝熱部 12 a を台座 11 上に配置するだけの構成でもよいし、伝熱部 12 a を台座 11 に嵌め込むことが可能なように台座 11 を構成することもできる。

[0020] これらの加熱部 25 a および加熱部 25 b は、制御部 50 によって制御される。すなわち、単結晶製造装置 100 は、加熱部 25 a に供給する電力と加熱部 25 b に供給する電力を制御する制御部 50 を有する。例えば、加熱部 25 a に電力を供給する電源と、加熱部 25 b に電力を供給する電源とは、別電源となっており、制御部 50 は、電源の異なる加熱部 25 a と加熱部 25 b とをそれぞれ制御できるように構成されている。

[0021] 制御部 50 は、坩堝 12 の側面と接する溶液 20 の温度を坩堝 12 の底面と接する溶液 20 の温度よりも高くするように、加熱部 25 a に供給する電力と加熱部 25 b に供給する電力とを調整する第 1 動作と、坩堝 12 の底面と接する溶液 20 の温度を坩堝 12 の側面と接する溶液 20 の温度よりも高くするように、加熱部 25 a に供給する電力と加熱部 25 b に供給する電力とを調整する第 2 動作とを交互に切り替えることができるように構成されている。

[0022] 加熱部 25 a および加熱部 25 b によって加熱される坩堝 12 に収容されている溶液 20 は、高温となっており、坩堝 12 を構成する黒鉛 (C) が溶け出すことから、溶液 20 は、炭素と珪素を含むことになる。坩堝 12 には、坩堝用蓋 15 が取り付けられており、この坩堝用蓋 15 は、筒状部材 15 a と、筒状部材 15 a と接続される接続部材 15 b を有している。この接続部材 15 b は、筒状部材 15 a を固定して支持する機能を有し、例えば、坩

堀 1 2 と接触可能に構成されている。

[0023] 次に、単結晶製造装置 1 0 0 には、上下方向に移動可能な結晶保持軸 1 6 が設けられている。この結晶保持軸 1 6 も坩堝保持軸 1 8 と同様に、時計回り、あるいは、反時計回りに回転できるように構成されていてもよい。つまり、結晶保持軸 1 6 および坩堝保持軸 1 8 において、回転機構の有無は任意である。

[0024] 結晶保持軸 1 6 の先端部には、種結晶ユニット 4 0 が取り付けられている。また、結晶保持軸 1 6 には、結晶保持軸 1 6 の延在方向と交差するように取り付けられたフィン構造体 1 6 a を有している。さらに、結晶保持軸 1 6 の内部は中空構造となっており、結晶保持軸 1 6 の内部に種結晶ユニット 4 0 近傍の温度を測定するための熱電対 1 7 が挿入されている。種結晶ユニット 4 0 近傍の温度測定は、熱電対 1 7 を挿入する代わりに、結晶保持軸 1 6 の上端に結晶保持軸 1 6 の内径よりも小さな測定径を有する放射温度計を配置することによっても可能である。

[0025] そして、単結晶製造装置 1 0 0 の制御部 5 0 は、フィン構造体 1 6 a を有する結晶保持軸 1 6 を上下方向に移動させるように制御するようにも構成されている。具体的に、この制御部 5 0 は、フィン構造体 1 6 a を有する結晶保持軸 1 6 が筒状部材 1 5 a の内部を通して上下方向に移動するように結晶保持軸 1 6 を制御するように構成されている。制御部 5 0 は、先端部に種結晶ユニット 4 0 が取り付けられた結晶保持軸 1 6 を下方方向に移動させることにより、種結晶ユニット 4 0 の下面を坩堝 1 2 に収容された溶液 2 0 の表面に接触させるように構成されているとともに、種結晶ユニット 4 0 の下面を溶液 2 0 の表面に接触させた後、結晶保持軸 1 6 を上方方向に移動させることにより、種結晶ユニット 4 0 の下面に炭化珪素からなる単結晶を成長させることができるように構成されている。なお、種結晶ユニット 4 0 は、溶液 2 0 に接触させればよいが、特に、溶液 2 0 の表面に接触させることが望ましい。

[0026] なお、結晶保持軸 1 6 を上方方向に移動させることにより、種結晶ユニット

40の下面に炭化珪素からなる単結晶を成長させることができるように構成することは一例であり、例えば、結晶保持軸16を停止（維持）した状態で、種結晶ユニット40の下面に炭化珪素からなる単結晶を成長させるように構成してもよいし、結晶保持軸16を下方向に移動させることにより、種結晶ユニット40の下面に炭化珪素からなる単結晶を成長させるように構成することもできる。この構成は、例えば、溶液20の蒸発によって、溶液20の表面が下がる場合もあることを考慮したものである。すなわち、溶液20の蒸発によって、溶液20の表面が後退する場合、結晶保持軸16を下方向に移動させながら、単結晶を成長させることにより、確実に種結晶ユニット40に単結晶を成長させることができる。

[0027] 以上のようにして、単結晶製造装置100が構成されている。

[0028] <変形例>

図1に示す単結晶製造装置100では、台座11を加熱する加熱部25bは、コイル14bに高周波電流を流すことによって生じる誘導加熱現象を利用する例を示しているが、台座11を加熱する加熱部25bは、これに限らず、例えば、台座11の下方に設けられた抵抗加熱ヒータから構成されていてもよい。

[0029] ただし、加熱部25bを抵抗加熱ヒータから構成する場合、抵抗加熱ヒータを通電するために使用される一対の配線を引き回すため、断熱材に「孔」を設ける必要がある。特に、坩堝12自体を回転させる構成の場合、一対の配線を引き回すため、断熱材には、円周状の開口部を設ける必要がある。この結果、坩堝12の高温保持特性を確保することが難しくなるおそれがある。したがって、断熱材の断熱効果を高める観点および単結晶製造装置100の構成を簡略化する観点からは、台座11を加熱する加熱部25bは、図1に示すような誘導加熱現象を利用した誘導加熱ヒータから構成することが望ましい。

[0030] <単結晶製造装置の動作（単結晶製造方法）>

続いて、単結晶製造装置100の動作を説明する。

[0031] まず、制御部50は、先端部に種結晶ユニット40が取り付けられた結晶保持軸16を下降させる。これにより、結晶保持軸16に取り付けられた種結晶ユニット40は、坩堝用蓋15に備わる筒状部材15aの内部を通過した後、坩堝12に收容された炭素と珪素とを含む溶液20の表面に接触する。このとき、結晶保持軸16に取り付けられたフィン構造体16aは、筒状部材15aの内壁と対向する位置に配置される。

[0032] 次に、制御部50は、結晶保持軸16をゆっくり上昇させる。これにより、引き上げられる種結晶ユニット40の下面に炭化珪素単結晶が成長する。このとき、結晶保持軸16に取り付けられたフィン構造体16aは、筒状部材15aの内壁との対向を維持しながら移動する。その後、結晶成長を継続する場合、結晶保持軸16の引き上げ動作を継続する。一方、結晶成長を終了する場合、制御部50は、結晶保持軸16をさらに引き上げて、炭化珪素単結晶と溶液20とを隔離させる。これにより、炭化珪素単結晶の成長を終了させる。このとき、結晶保持軸16に取り付けられたフィン構造体16aは、筒状部材15aの内壁と対向する位置に配置されている状態が維持されている。

[0033] 以上のようにして、単結晶製造装置100を動作させることにより、炭化珪素単結晶を製造することができる。なお、結晶保持軸16をさらに引き上げて、炭化珪素単結晶と溶液20とを隔離させることによって、結晶成長を終了すると記載したが、これに限らず、例えば、結晶保持軸16を引き上げる代わりに、坩堝保持軸18を引き下げることにより、炭化珪素単結晶と溶液20とを隔離させて、結晶成長を終了することもできる。

[0034] <種結晶ユニットの構成>

続いて、種結晶ユニット40の構成について説明する。

[0035] 図2は、種結晶ユニット40の構成を示す図である。図2に示すように、種結晶ユニット40は、炭化珪素単結晶から形成される種結晶基板60、カーボンからなるカーボンシート70およびカーボンからなるカーボン治具80から構成されている。そして、種結晶基板60とカーボンシート70とは

、接着剤で接着されている。同様に、カーボンシート 70 とカーボン治具 80 とは、接着剤で接着されている。

[0036] 種結晶基板 60 は、例えば、炭化珪素単結晶から形成されるウェハである。この種結晶基板 60 は、カーボンシート 70 と接着する主面（上面）と、主面とは反対側に位置する下面（裏面）を有している。種結晶基板 60 の下面は、図 1 に示す溶液 20 に接触させる。これにより、種結晶基板 60 の下面に炭化珪素単結晶を成長させることができる。

[0037] カーボンシート 70 は、カーボンからなるシート状部材であり、種結晶基板 60 とカーボン治具 80 との間に介在するように配置される。このカーボンシート 70 は、種結晶基板 60 とカーボン治具 80 との間に働く応力を緩和するために設けられている。つまり、カーボンシート 70 は、種結晶基板 60 とカーボン治具 80 との熱膨張率の相違に起因して発生する応力を緩和する応力緩和シートとして機能する。

[0038] カーボン治具 80 は、例えば、ネジ穴（図示せず）を有しており、例えば、図 1 に示す結晶保持軸 16 を挿入可能に構成されている。すなわち、カーボン治具 80 は、種結晶ユニット 40 を結晶保持軸 16 の先端部に固定する機能を有している。

[0039] 図 3 は、種結晶ユニット 40 を示す断面図である。

[0040] 図 3 において、種結晶基板 60 は、主面 60A と下面 60B を有している。下面 60B は、図 1 に示す溶液 20 に接触させる面である。一方、主面 60A には、接着層 65 が形成されている。このように、種結晶基板 60 は、主面 60A と、主面 60A 上に形成された接着層 65 と、を備える。そして、接着層 65 を介して種結晶基板 60 の主面 60A と接着するようにカーボンシート 70 が配置されている。さらに、接着層 75 を介してカーボンシート 70 と接着するようにカーボン治具 80 が配置されている。

[0041] ここで、接着層 65 および接着層 75 のそれぞれは、例えば、フェノールを含む接着剤から構成されている。フェノールを含む接着剤は、例えば、フォトレジストである。

[0042] フォトレジストは、通常、フォトリソグラフィ技術を使用したパターンニングに使用されるが、本実施の形態では、フォトレジストを接着剤として使用している。なぜなら、フォトレジストは、（１）粘度が低いため塗布が容易である点、（２）スピンコータを利用した塗布厚の制御法が確立されているため、接着層の厚さを正確に制御できる点に代表される利点を有しているからである。

[0043] 以上のようにして、種結晶ユニット４０が構成されている。

[0044] <改善の検討>

上述した種結晶ユニット４０において、接着層６５を介した種結晶基板６０とカーボンシート７０との接着強度を確保する必要がある。このことから、種結晶基板６０の主面６０Ａの粗度を粗くすることが行われている。なぜなら、主面６０Ａの粗度を粗くすることにより、主面６０Ａの表面積が大きくなる結果、種結晶基板６０の主面６０Ａと接着層６５との接着強度を向上できるからである。すなわち、いままでの技術では、例えば、背景技術に記載した特許文献１のように、接着強度を確保する観点から、種結晶ユニット４０を構成する種結晶基板６０の主面６０Ａを粗くすることが一般的である。

[0045] この点に関し、本発明者は、粗面化処理を施すことによって種結晶基板６０の主面６０Ａを粗くすると、種結晶基板６０に割れが発生しやすくなることを新規に見出している。具体的には、主面６０Ａの粗度を粗くすると、粗面化処理をしていない下面６０Ｂの粗度（例えば、１ｎｍ程度）との差が大きくなる。

[0046] この結果、トワイマン効果によって、種結晶基板６０に応力が生じ、接着層６５を介して種結晶基板６０とカーボンシート７０とを接着する際に実施される加熱によって種結晶基板６０に割れが発生すると本発明者は推測している。すなわち、接着強度を確保する観点から、種結晶ユニット４０を構成する種結晶基板６０の主面６０Ａを粗くすることが当業者における常識である。ところが、この常識では、種結晶基板６０に割れが発生する可能

性が高まることを本発明者は新規に見出している。つまり、主面60Aを粗くするということは、接着強度を確保する観点から有用である一方、種結晶基板60に割れが発生するという副作用が顕在化する点において、改善の余地が存在する。したがって、種結晶基板の主面と接着層との接着強度の向上と、種結晶基板の割れの抑制とを両立するためには工夫が必要とされる。

[0047] そこで、本実施の形態では、種結晶基板の主面と接着層との接着強度の向上と、種結晶基板の割れの抑制とを両立するための工夫を施している。以下では、この工夫を施した本実施の形態における技術的思想について説明する。

[0048] <実施の形態における基本思想>

本実施の形態における基本思想は、種結晶基板60の主面60Aの粗度を小さくする一方、接着層65の厚さを厚くする思想である。これにより、主面60Aの粗度が小さくなるため、下面60Bとの粗度の差が小さくなる結果、応力の起因となるトワイマン効果の発生を抑制できる。このため、基本思想によれば、種結晶基板60の割れの発生を抑制できる。ただし、この場合、主面60Aの表面積が小さくなることから、主面60Aと接着層65との接着強度が低下するおそれがある。この点に関し、基本思想では、接着層65の厚さを厚くする。これにより、主面60Aと接着層65との接着強度の低下を抑制できる。つまり、基本思想では、まず、主面60Aの粗度を小さくすることによって、種結晶基板60の割れの発生を抑制するとともに、主面60Aの粗度を小さくすることによって顕在化する主面60Aと接着層65との接着強度の低下を接着層65の厚さを厚くすることによって防止している。以上のことから、基本思想によれば、種結晶基板60の主面60Aと接着層65との接着強度の向上と、種結晶基板60の割れの抑制を両立できる。

[0049] なお、本明細書でいう粗度とは、「Ra」を意味する。「Ra」とは、「算術平均粗さ」と呼ばれる高さ方向のパラメータである。「Ra」は、粗さ計で測定した粗さ曲線の一部を基準長さで抜き出し、その区間の凹凸状態を

平均値で表すことにより取得される。「R a」は、平均値を用いるため、1つの突出したキズの影響を受けにくく、表面粗さを評価する上で安定した結果が得られるという利点を有している。

[0050] <具現化態様>

以下では、上述した基本思想を具現化した具現化態様について説明する。

[0051] まず、種結晶ユニット40の製造方法について簡単に説明する。例えば、 $\phi = 150\text{ mm}$ の種結晶基板60を使用する例について説明する。

[0052] 種結晶基板60の中央部に5 mlのフォトレジストを滴下する。そして、スピンコータで(1) $600\text{ rpm} \times 20\text{ 秒}$ の条件で回転させた後、(2) $1500\text{ rpm} \times 20\text{ 秒}$ の条件で回転させることにより、フォトレジストを塗り広げる。この結果、種結晶基板60の主面60A上にフォトレジストからなる接着層65が形成される。このとき、接着層65の厚さは、 $3\text{ }\mu\text{ m} \sim 4\text{ }\mu\text{ m}$ となる。

[0053] 続いて、フォトレジストを塗布した種結晶基板60の主面60Aとカーボンシート70とを貼り合わせて、ホットプレート上で 200°C 以上に加熱する。これにより、接着層65を介して種結晶基板60とカーボンシート70とを接着できる。

[0054] 次に、接着層75を介してカーボンシート70とカーボン治具80とを貼り合わせる。その後、不活性雰囲気中で 1000°C 以上に加熱・焼成する。これにより、種結晶ユニット40を製造することができる。

[0055] ここで、具現化態様における特徴点は、種結晶基板60の主面60Aの粗度が 10 nm 以下であるとともに、種結晶基板60とカーボンシート70とを接着する接着層65の厚さが $3\text{ }\mu\text{ m}$ 以上 $30\text{ }\mu\text{ m}$ 以下である点にある。

[0056] これにより、まず、種結晶基板60の主面60Aの粗度が 10 nm 以下であり、主面60Aの粗度が小さいことから、下面60Bとの粗度の差が小さくなる結果、応力の起因となるトワイマン効果の発生を抑制できる。したがって、具現化態様における特徴点によれば、種結晶基板60の割れの発生を抑制できる。

- [0057] ここで、粗度 R_a （算術平均粗さ）は、「B r u k e r」の光干渉型顕微鏡（「C o n t o u r G T - K」）を使用し、50倍レンズ、V X I方式（V ertical Scan Interferometry：高分解能垂直走査型干渉法）で種結晶基板60の中心を評価して算出している。
- [0058] そして、具現化態様における特徴点によれば、種結晶基板60とカーボンシート70とを接着する接着層65の厚さが $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下であることから、主面60Aの粗度が小さくても、厚さの厚い接着層65によって、主面60Aと接着層65との接着強度の低下を抑制できる。このように、特徴点によれば、種結晶基板60の主面60Aと接着層65との接着強度の向上と、種結晶基板60の割れの抑制とを両立できる。この結果、特徴点によれば、種結晶基板60とカーボンシート70との接着強度の向上と、種結晶基板60の割れの抑制とを両立できる。
- [0059] 上述したように、具現化態様における特徴点は、種結晶基板60の主面60Aの粗度が 10nm 以下であるとともに、種結晶基板60とカーボンシート70とを接着する接着層65の厚さが $3\mu\text{m}$ 以上 $30\mu\text{m}$ 以下である点であるが、以下では、この特徴点で規定する数値範囲から外れると、種結晶基板60の割れや、種結晶基板60からのカーボンシート70の剥離が発生することがある。この例について説明する。
- [0060] まず、粗度が大きい結果、種結晶基板が割れた例について説明する。
- [0061] 例えば、銅定盤を使用し、粒径5s（ $3\mu\text{m}\sim 8\mu\text{m}$ ）のダイヤモンド粒で種結晶基板の主面を加工して、主面の粗度を $R_a=33.5\text{nm}$ とした。その後、5mlのフォトレジストを種結晶基板の中央に滴下し、（1）600rpm×20秒の条件で回転させた後、（2）1500rpm×20秒の条件で回転させることにより、フォトレジストを塗り広げた。そして、種結晶基板とカーボンシートとを貼り合わせてプリベークしたところ、種結晶基板にクラック（割れ）が発生した。これは、主面の粗度が $R_a=10\text{nm}$ よりも大きい $R_a=33.5\text{nm}$ であるため、種結晶基板に割れが発生したと考えられる。

[0062] 続いて、フォトレジストの厚さが薄い結果、種結晶基板からカーボンシートが剥がれた例について説明する。例えば、P l a－P a d 定盤を使用し、粒径 5 s ($3\text{ }\mu\text{m}\sim 8\text{ }\mu\text{m}$) のダイヤモンド粒で種結晶基板の主面を加工して、主面の粗度を $R a = 5.9\text{ nm}$ とした。その後、5 m l のフォトレジストを種結晶基板の中央に滴下し、(1) $600\text{ rpm}\times 20\text{ 秒}$ の条件で回転させた後、(2) $3000\text{ rpm}\times 20\text{ 秒}$ の条件で回転させることにより、フォトレジストを塗り広げた。このとき、フォトレジストの厚さは、 $3\text{ }\mu\text{m}$ 未満 ($2\text{ }\mu\text{m}$ 程度) である。そして、種結晶基板とカーボンシートとを貼り合わせてプリベークしたところ、種結晶基板からカーボンシートが剥離した。これは、フォトレジストの厚さが $3\text{ }\mu\text{m}$ よりも小さい $2\text{ }\mu\text{m}$ 程度であるため、種結晶基板の主面と接着層との接着強度が低下した結果、カーボンシートの剥離が発生したと考えられる。

[0063] 以上のことから、具現化態様における特徴点で規定する数値範囲から外れると、種結晶基板の割れや、種結晶基板からのカーボンシートの剥離が発生するおそれがある。したがって、種結晶基板とカーボンシートとの接着強度の向上と、種結晶基板の割れの抑制とを両立するためには、具現化態様における特徴点を実現することが有用である。

[0064] 以上、本発明者によってなされた発明をその実施の形態に基づき具体的に説明したが、本発明は前記実施の形態に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で種々変更可能であることは言うまでもない。

符号の説明

- [0065] 1 0 容器
 1 1 台座
 1 2 坩堝
 1 2 a 伝熱部
 1 3 a 断熱部材
 1 3 b 断熱部材
 1 3 c 断熱部材

- 1 4 a コイル
- 1 4 b コイル
- 1 5 坩堝用蓋
- 1 5 a 筒状部材
- 1 5 b 接続部材
- 1 6 結晶保持軸
- 1 6 a フィン構造体
- 1 7 熱電対
- 1 8 坩堝保持軸
- 2 0 溶液
- 2 5 a 加熱部
- 2 5 b 加熱部
- 4 0 種結晶ユニット
- 5 0 制御部
- 6 0 種結晶基板
- 6 0 A 主面
- 6 0 B 下面
- 6 5 接着層
- 7 0 カーボンシート
- 7 5 接着層
- 8 0 カーボン治具
- 1 0 0 単結晶製造装置
- R 1 第1領域
- R 2 第2領域
- R 3 第3領域

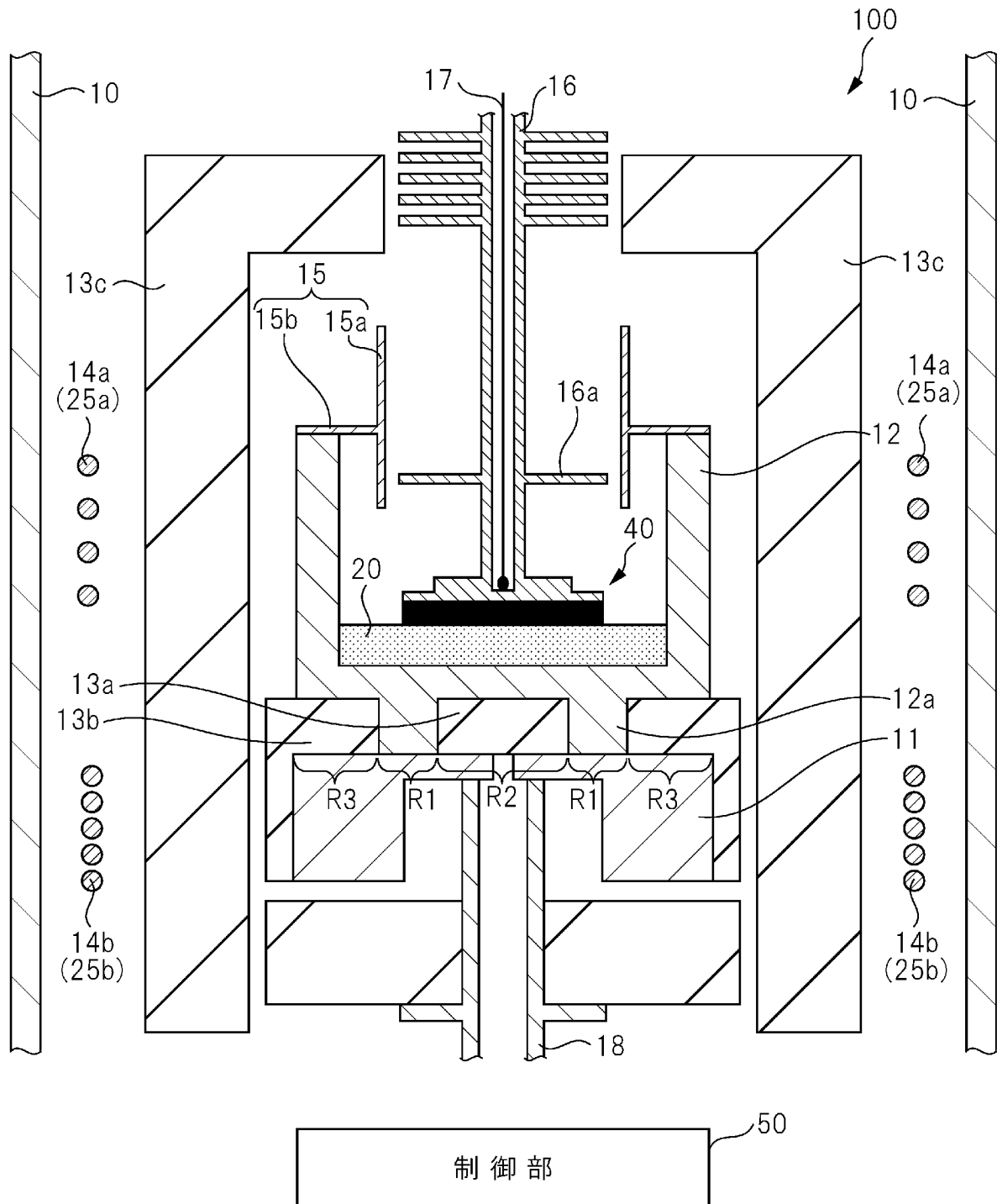
請求の範囲

- [請求項1] 主面と、
前記主面上に形成された接着層と、
を備える、接着層付き種結晶基板であって、
前記接着層は、フェノールを含む接着剤から構成され、
前記接着層の厚さは、 $3\mu\text{m}$ 以上であり、
前記主面の粗度は、 10nm 以下である、接着層付き種結晶基板。
- [請求項2] 請求項1に記載の接着層付き種結晶基板において、
前記接着層は、フォトリソグから構成されている。
- [請求項3] 請求項1に記載の接着層付き種結晶基板において、
前記接着層の厚さは、 $30\mu\text{m}$ 以下である。
- [請求項4] 請求項1に記載の接着層付き種結晶基板において、
前記接着層付き種結晶基板は、炭化珪素から構成されている。
- [請求項5] 主面を有する種結晶基板と、
接着層を介して前記種結晶基板の前記主面と接着するシート状部材と、
前記シート状部材と接着する治具と、
を備える、種結晶ユニットであって、
前記接着層は、フェノールを含む接着剤から構成され、
前記接着層の厚さは、 $3\mu\text{m}$ 以上であり、
前記主面の粗度は、 10nm 以下である、種結晶ユニット。
- [請求項6] 請求項5に記載の種結晶ユニットにおいて、
前記接着層は、フォトリソグから構成されている。
- [請求項7] 請求項5に記載の種結晶ユニットにおいて、
前記接着層の厚さは、 $30\mu\text{m}$ 以下である。
- [請求項8] 請求項5に記載の種結晶ユニットにおいて、
前記種結晶基板は、炭化珪素から構成され、
前記シート状部材は、カーボンシートであり、

前記治具は、カーボン治具である。

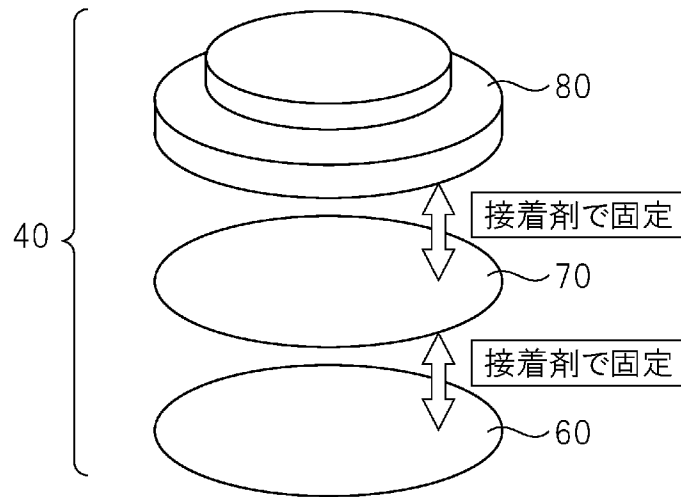
[図1]

図 1



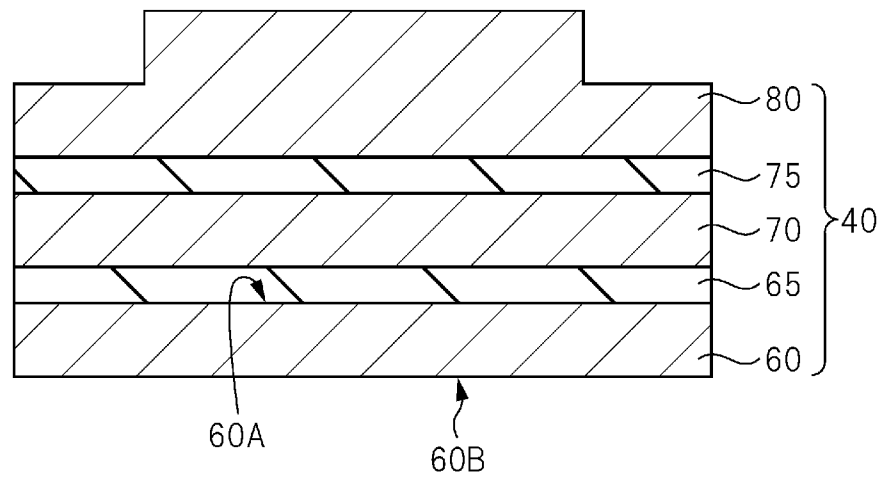
[図2]

図 2



[図3]

図 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2024/028911

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C30B 15/32 (2006.01)i; C30B 15/36 (2006.01)i; C30B 19/12 (2006.01)i; C30B 29/36 (2006.01)i FI: C30B15/32; C30B29/36 A; C30B19/12; C30B15/36 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) C30B15/32; C30B15/36; C30B19/12; C30B29/36 Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2024 Registered utility model specifications of Japan 1996-2024 Published registered utility model applications of Japan 1994-2024 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) JSTPlus/JST7580/JSTChina (JDreamIII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2021-066649 A (SKC CO., LTD.) 30 April 2021 (2021-04-30) paragraphs [0321]-[0350]	1, 3, 4
Y	paragraphs [0321]-[0350]	2, 5-8
Y	JP 2016-056059 A (TOYOTA JIDOSHA KABUSHIKI KAISHA) 21 April 2016 (2016-04-21) paragraphs [0020]-[0024]	5-7, 8
Y	JP 2005-247681 A (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO., LTD.) 15 September 2005 (2005-09-15) paragraph [0100]	2, 6
Y	WO 2009/116581 A1 (BRIDGESTONE CORPORATION) 24 September 2009 (2009-09-24) paragraph [0035]	2, 6
A	WO 2011/010394 A1 (TOYOTA JIDOSHA KABUSHIKI KAISHA) 27 January 2011 (2011-01-27) claims 1-10, paragraphs [0003], [0005]	1-8
☒ 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 “D” document cited by the applicant in the international application “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 19 September 2024		Date of mailing of the international search report 01 October 2024
Name and mailing address of the ISA/JP Japan Patent Office (ISA/JP) 3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915 Japan		Authorized officer Telephone No.

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2010-280547 A (BRIDGESTONE CORPORATION) 16 December 2010 (2010-12-16) claim 1	1-8
A	JP 2006-143511 A (MATSUSHITA ELECTRIC INDUSTRIAL CO., LTD.) 08 June 2006 (2006-06-08) claims 1-12	1-8

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2024/028911

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2021-066649	A	30 April 2021	US 2021/0115587 A1 paragraphs [0281]-[0312] CN 112695379 A	
JP	2016-056059	A	21 April 2016	(Family: none)	
JP	2005-247681	A	15 September 2005	US 2005/0166833 A1 paragraph [0097]	
WO	2009/116581	A1	24 September 2009	US 2011/0088612 A1 paragraph [0045] EP 2267195 A1	
WO	2011/010394	A1	27 January 2011	US 2012/0103251 A1 claims 1-10, paragraphs [0008], [0010] CN 102057083 A	
JP	2010-280547	A	16 December 2010	(Family: none)	
JP	2006-143511	A	08 June 2006	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

C30B 15/32(2006.01)i; C30B 15/36(2006.01)i; C30B 19/12(2006.01)i; C30B 29/36(2006.01)i

FI: C30B15/32; C30B29/36 A; C30B19/12; C30B15/36

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））

C30B15/32; C30B15/36; C30B19/12; C30B29/36

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2024年

日本国実用新案登録公報

1996-2024年

日本国登録実用新案公報

1994-2024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/JST7580/JSTChina (JDreamIII)

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	JP 2021-066649 A（エスケーシー・カンパニー・リミテッド）30.04.2021（2021 - 04 - 30） 段落0321-0350	1, 3, 4
Y	段落0321-0350	2, 5-8
Y	JP 2016-056059 A（トヨタ自動車株式会社）21.04.2016（2016 - 04 - 21） 段落0020-0024	5-7, 8
Y	JP 2005-247681 A（松下電器産業株式会社）15.09.2005（2005 - 09 - 15） 段落0100	2, 6
Y	WO 2009/116581 A1（株式会社ブリヂストン）24.09.2009（2009 - 09 - 24） 段落0035	2, 6
A	WO 2011/010394 A1（トヨタ自動車株式会社）27.01.2011（2011 - 01 - 27） 請求項1-10、段落0003、0005	1-8
A	JP 2010-280547 A（株式会社ブリヂストン）16.12.2010（2010 - 12 - 16） 請求項1	1-8

☒ 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、一般的技术水準を示すもの

“D” 国際出願で出願人が先行技術文献として記載した文献

“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抵触するものではなく、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

19.09.2024

国際調査報告の発送日

01.10.2024

名称及びあて先

日本国特許庁(ISA/JP)

〒100-8915

日本国

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

権限のある職員（特許庁審査官）

神▲崎▼ 賢一 4G 6109

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

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 2006-143511 A (松下電器産業株式会社) 08.06.2006 (2006 - 06 - 08) 請求項 1 - 1 2	1-8

国際調査報告
パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2024/028911

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2021-066649	A	30.04.2021	US 2021/0115587 A1 段落 0 2 8 1 - 0 3 1 2 CN 112695379 A	
JP	2016-056059	A	21.04.2016	(ファミリーなし)	
JP	2005-247681	A	15.09.2005	US 2005/0166833 A1 段落 0 0 9 7	
WO	2009/116581	A1	24.09.2009	US 2011/0088612 A1 段落 0 0 4 5 EP 2267195 A1	
WO	2011/010394	A1	27.01.2011	US 2012/0103251 A1 請求項 1 - 1 0、段落 0 0 0 8、0 0 1 0 CN 102057083 A	
JP	2010-280547	A	16.12.2010	(ファミリーなし)	
JP	2006-143511	A	08.06.2006	(ファミリーなし)	