

(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
2021年5月27日(27.05.2021)



(10) 国際公開番号

WO 2021/100564 A1

(51) 国際特許分類:

C30B 29/36 (2006.01) H01L 21/20 (2006.01)
C30B 25/20 (2006.01) H01L 21/203 (2006.01)
H01L 21/02 (2006.01) H01L 21/205 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2020/041998

(22) 国際出願日: 2020年11月11日(11.11.2020)

(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 2019-209518 2019年11月20日(20.11.2019) JP

(71) 出願人: 日本碍子株式会社(NGK INSULATORS, LTD.) [JP/JP]; 〒4678530 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号 Aichi (JP).

(72) 発明者: 渡邊 守道(WATANABE, Morimichi); 〒4678530 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 吉川 潤(YOSHIKAWA, Jun); 〒4678530 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP). 松島 潔(MATSUSHIMA, Kiyoshi); 〒4678530 愛知県名古屋市中区瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内 Aichi (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人アイテック国際特許事務所 (ITEC INTERNATIONAL PATENT

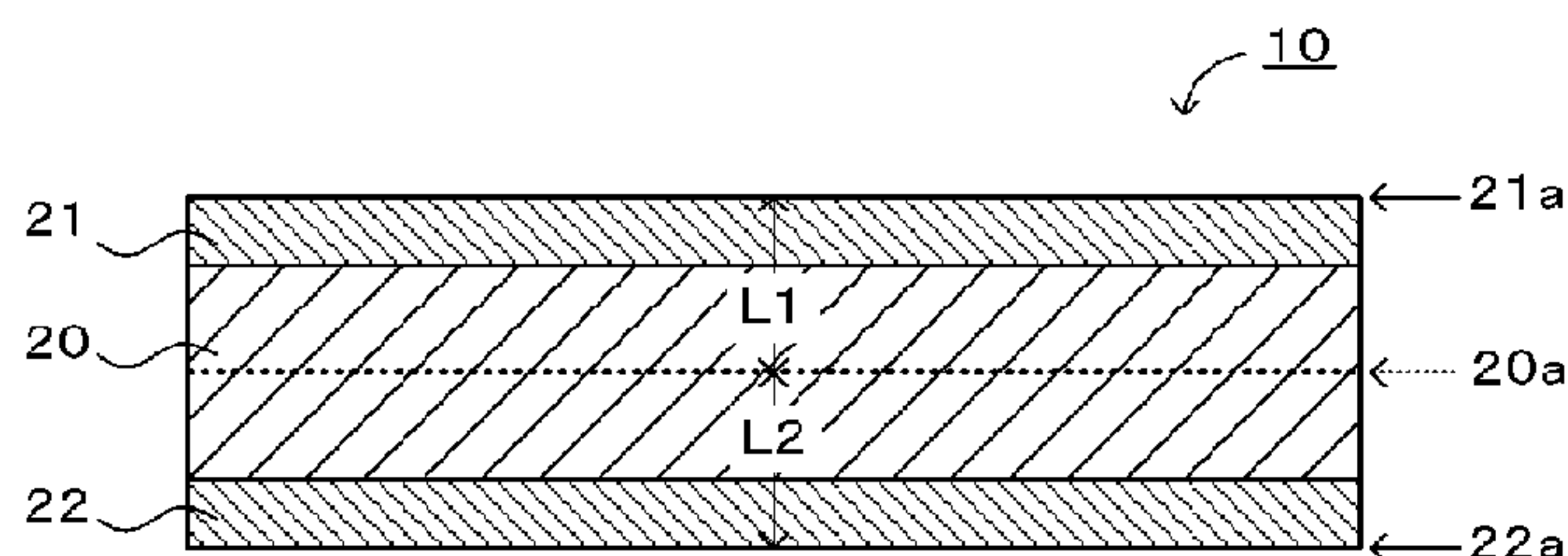
FIRM); 〒4600003 愛知県名古屋市中区錦2丁目16番26号SC伏見ビル Aichi (JP).

(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, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, 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, 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, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(54) Title: SiC SUBSTRATE AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 発明の名称: SiC基板及びその製法



(57) Abstract: A SiC substrate 10 comprises a first surface 21a, a second surface 22a that is a surface located on an opposite side to the first surface 21a, and a center surface 20a in which the distance L1 from the first surface 21a as observed in the thickness direction and the distance L2 from the second surface 22a as observed in the thickness direction are the same as each other (i.e., L1 = L2). The density of crystal defects in each of the first surface 21a and the second surface 22a is smaller than that in the center surface 20a.

(57) 要約: SiC基板10は、第1の表面21aと、第1の表面21aとは反対側の面である第2の表面22aと、第1の表面21aからの厚み方向の距離L1と第2の表面22aからの厚み方向の距離L2とが等距離(L1=L2)の面である中央面20aと、を備える。第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、中央面20aにおける結晶欠陥密度よりも少ない。

[続葉有]

添付公開書類：

一 国際調査報告（条約第21条(3)）

明 細 書

発明の名称 : S i C基板及びその製法

技術分野

[0001] 本発明は、S i C基板及びその製法に関する。

背景技術

[0002] 炭化珪素 (S i C) は大電圧・大電力を低損失で制御できるワイドバンドギャップ材料として注目を集めている。S i C単結晶中に存在する代表的な転位には、基底面転位、貫通らせん転位、貫通刃状転位などがあり、現在市販のS i C単結晶基板の全転位密度は、およそ $10^3 \sim 10^4 \text{ cm}^{-2}$ に上ると言われている。近年、溶液法（液相成長法ともいう）を用いることで、結晶欠陥密度が著しく少ないS i C単結晶基板を作製した例が知られている（例えば特許文献1）。溶液法での結晶成長は種結晶となるS i C単結晶上にS i C層を形成する手法であり、種結晶中に含まれる結晶欠陥が結晶成長に伴って低減されることが特徴である。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2014-43369号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] しかしながら、溶液法では、結晶成長の駆動力を高めるため、種結晶とS i 融液との間に温度差を設ける必要がある。このため、種結晶の裏面を試料ホルダーに設置し、試料ホルダーからの抜熱によって種結晶を冷却し、S i 融液との温度差を生じさせる手法が一般的である。従って結晶欠陥を含むS i C単結晶（種結晶）と結晶欠陥が少ない溶液成長層が育成面（片面）のみに結晶成長が進む。このような成膜状態では、S i C層表面に達する貫通欠陥は少ないものの、厚み方向で結晶欠陥の密度差があるため、内部応力分布を生じ、結晶が反ることが問題であった。

[0005] 本発明はこのような課題を解決するためになされたものであり、反りの小さいS i C基板を提供することを主目的とする。

課題を解決するための手段

[0006] 本発明のS i C基板は、
第1の表面と、
前記第1の表面とは反対側の面である第2の表面と、
前記第1の表面からの厚み方向の距離と前記第2の表面からの厚み方向の距離とが等距離の面である中央面と、
を備えたS i C基板であって、
前記第1の表面及び前記第2の表面における結晶欠陥密度は、前記中央面における結晶欠陥密度よりも少ない、
ものである。

[0007] このS i C基板では、第1の表面及び第2の表面における結晶欠陥密度は中央面における結晶欠陥密度よりも少ない。そのため、本発明のS i C基板は、第2の表面及び中央面における結晶欠陥密度が同等でそれよりも第1の表面における結晶欠陥密度が少ないS i C基板に比べて、反りが小さくなる。反り量は、特に限定するものではないが、例えば $10\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0008] 本発明のS i C基板において、前記第1の表面及び前記第2の表面における結晶欠陥密度は、前記中央面における結晶欠陥密度に比べて $1/100$ 以下が好ましい。こうすれば、第1の表面及び第2の表面における結晶欠陥密度は十分小さいため、その表面に機能層を積層してデバイス（例えばS i C-MOSFETやS i C-SBDなど）を作製するのに適している。

[0009] 本発明のS i C基板において、前記第1の表面における結晶欠陥密度と前記第2の表面における結晶欠陥密度との差異は、 10% 未満が好ましい。こうすれば、S i C基板の反りがより小さくなる。

[0010] 本発明のS i C基板は、中央層と、前記中央層の一方の面に積層された第1の層と、前記中央層の他方の面に積層された第2の層と、を備え、前記第

1の表面は、前記第1の層の表面であり、前記第2の表面は、前記第2の層の表面であり、前記中央面は、前記中央層の内部に含まれる面であってもよい。

[0011] 本発明のS i C基板の製法は、

(a) S i C種結晶基板の両面にS i C配向前駆体層を形成する工程と、
(b) 両方の前記S i C配向前駆体層を同時に熱処理することにより、両方の前記S i C配向前駆体層内の結晶を前記S i C種結晶基板の結晶成長面から配向させながら成長させる工程と、
を含むものである。

[0012] このS i C基板の製法は、上述したS i C基板を製造するのに適している。

図面の簡単な説明

[0013] [図1] S i C基板10の縦断面図。

[図2] S i C基板10の製造工程図。

[図3] A D装置50の概念図。

[図4] S i C基板10の反り量の測定方法に関する説明図。

[図5] S i C基板10の反り量の測定方法に関する説明図。

[図6] 単結晶成長装置70の概念図。

[図7] S i C基板80の製造工程図。

発明を実施するための形態

[0014] 本発明の好適な実施形態を、図面を参照しながら以下に説明する。図1はS i C基板10の縦断面図（S i C基板10の中心軸を含む面でS i C基板10を切断したときの断面図）、図2はS i C基板10の製造工程図である。

[0015] 本実施形態のS i C基板10は、図1に示すように、中央層20と、第1層21と、第2層22とを備えている。

[0016] 中央層20は、S i C単結晶からなる層であり、両面に結晶成長面を有する。S i C単結晶のポリタイプやオフ角は特に限定されるものではないが、

ポリタイプは4H又は6Hが好ましく、オフ角は単結晶SiCの $[0001]$ 軸から $0.1 \sim 12^\circ$ であることが好ましい。ポリタイプは4H、オフ角は単結晶SiCの $[0001]$ 軸から $1 \sim 5^\circ$ であることがより好ましい。

[0017] 第1層21は、中央層20の一方の結晶成長面上に設けられ、第2層22は、中央層20のもう一方の結晶成長面上に設けられている。第1層21及び第2層22は、2軸配向SiC層であり、SiCがc軸方向及びa軸方向の両方に配向している。第1層21及び第2層22は、中央層20を種結晶とするエピタキシャル成長層であることが好ましい。2軸配向SiC層は、c軸及びa軸の2軸方向に配向している限り、SiC単結晶であってもよいし、SiC多結晶であってもよいし、モザイク結晶であってもよい。モザイク結晶とは、明瞭な粒界は有しないが、結晶の配向方位がc軸及びa軸の一方又は両方がわずかに異なる結晶の集まりになっているものをいう。配向の評価方法は、特に限定されるものではないが、例えばEBSD (Electron Back Scatter Diffraction Patterns) 法やX線極点図などの公知の分析手法を用いることができる。例えば、EBSD法を用いる場合、2軸配向SiC層の表面(板面)又は板面と直交する断面の逆極点図マッピングを測定する。得られた逆極点図マッピングにおいて、(A)板面の略法線方向の特定方位(第1軸)に配向していること、(B)第1軸に直交する、略板面内方向の特定方位(第2軸)に配向していること、(C)第1軸からの傾斜角度が $\pm 10^\circ$ 以内に分布していること、(D)第2軸からの傾斜角度が $\pm 10^\circ$ 以内に分布していること、という4つの条件を満たすときに略法線方向と略板面方向の2軸に配向していると定義できる。言い換えると、上記4つの条件を満たしている場合に、c軸及びa軸の2軸に配向していると判断する。例えば板面の略法線方向がc軸に配向している場合、略板面内方向がc軸と直交する特定方位(例えばa軸)に配向していればよい。2軸配向SiC層は、略法線方向と略板面内方向の2軸に配向していればよいが、略法線方向がc軸に配向していることが好ましい。略法線方向及び／又は略板面内方向の傾斜角度分布は小さい方が

2軸配向SiC層のモザイク性が小さくなり、ゼロに近づくほど単結晶に近くなる。このため、2軸配向SiC層の結晶性の観点では、傾斜角度分布は略法線方向、略板面方向共に小さいほうが好ましく、例えば $\pm 5^\circ$ 以下が好ましく、 $\pm 3^\circ$ 以下がさらに好ましい。

[0018] 第1層21は、第1の表面21aを有する。第1の表面21aは、第1層21の外表面（中央層20と接している面とは反対側の面）である。第2層22は、第2の表面22aを有する。第2の表面22aは、第2層22の外表面（中央層20と接している面とは反対側の面）である。中央層20は、内部に中央面20aを有する。中央面20aは、第1の表面21aからの厚み方向の距離 L_1 と第2の表面22aからの厚み方向の距離 L_2 とが等距離（つまり $L_1 = L_2$ ）の面である。第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、中央面20aにおける結晶欠陥密度よりも少ない。SiC基板10は、第2の表面22a及び中央面20aにおける結晶欠陥密度が同等でそれよりも第1の表面21aにおける結晶欠陥密度が少ない比較用のSiC基板に比べて、反りが小さくなる。SiC基板10の反り量は、特に限定するものではないが、例えば $10\mu\text{m}$ 以下であることが好ましく、 $5\mu\text{m}$ 以下であることがより好ましい。第1層21及び第2層22は、その内部及び／又は中央層20との界面で結晶欠陥が低減していることが好ましい。このようにすることで第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度を中央面20aにおける結晶欠陥密度より低減させることができる。

[0019] 第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、中央面20aにおける結晶欠陥密度に比べて $1/100$ 以下であることが好ましく、 $1/1000$ 以下であることがより好ましい。 $1/100$ 以下であれば、第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は十分小さいため、第1の表面21a又は第2の表面22aに機能層を積層してデバイスを作製するのに適している。 $1/1000$ 以下であれば、更に適している。第1の表面21aにおける結晶欠陥密度と第2の表面22aにおける結晶欠

陥密度との差異は、10%未満であることが好ましく、5%未満であることがより好ましい。

[0020] 第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、典型的には $10^3/\text{cm}^2$ 以下であり、好ましくは $10^2/\text{cm}^2$ 以下、更に好ましくは $10^1/\text{cm}^2$ 以下である。結晶欠陥密度は、公知のKOH融液エッチングを用いたエッチピット評価によって測定される。中央面20aにおける結晶欠陥密度は、第1の表面21a又は第2の表面22aから研削・研磨加工によって中央面20aを露出させた後に上記と同様の評価を行うことで算出することができる。本明細書では、欠陥とは、貫通らせん転位(TSD)や基底面転位(BPD)、マイクロパイプ(MP)を含むものとする。貫通とは、転位線が六方晶系の $[0001]$ 軸に略平行であることを意味する。基底とは、転位線が基底六方晶系 (0001) 面内にあることを意味する。マイクロパイプとは、3cを超えるバーガスベクトルを備えた中空コアTSDである。ここで、cは格子定数である。

[0021] 第1の表面21a及び／又は第2の表面22aのポリタイプやオフ角は特に限定されるものではないが、ポリタイプは4H又は6Hが好ましく、オフ角は単結晶SiCの (0001) 軸から $0.1\sim 12^\circ$ であることが好ましい。

[0022] 第1層21及び第2層22は同時に形成するのが好ましい。第1層21及び第2層22の一方の層のみを形成した場合、厚み方向で結晶欠陥密度の分布が生じるため、その時点で反りを生じる。反りが生じた状態でもう一方の層を形成しても、均質な膜が得られず、結晶欠陥密度が十分低減しないおそれがある。

[0023] SiC基板10に厚み方向の導電性を付与する観点では、中央層20、第1層21及び第2層22は、抵抗率が低い層であることが好ましく、典型的には $20\text{m}\Omega\text{cm}$ 以下であることが好ましい。抵抗率が低い層としては、導電性を有する層、例えば窒素ドーピングされたn型SiCからなる層が好ましい。中央層20、第1層21及び第2層22として導電性を有する層を採用し

た場合、S i C基板10は、厚み方向に導電性を有するため縦型デバイス（例えばパワーデバイス）の基板として用いることができる。また、用途によっては、中央層20、第1層21及び第2層22をp型S i Cとしてもよい。p型S i Cとしては、例えばAl及び／又はBがドーピングされたp型S i Cが好ましい。

[0024] S i C基板10に厚み方向の絶縁性を付与する観点では、中央層20、第1層21及び第2層22は、抵抗率が高い層であることが好ましく、典型的には $1 \times 10^7 \Omega \text{cm}$ 以上であることが好ましい。抵抗率が高い層としては、絶縁性を有する層、例えばドーピング元素が含まれていないS i C層やn型ドーパントとp型ドーパントが共に含まれるS i C層などが好ましい。中央層20、第1層21及び第2層22として絶縁性を有する層を採用した場合、S i C基板10は、絶縁性を有するため横型デバイス（例えばS i C基板上にGaN、AlGaN層などを成膜した高周波用パワーデバイス）の下地基板として用いることができる。

[0025] 次に、S i C基板10の製造方法について説明する。具体的には、（a）配向前駆体層の形成工程、（b）熱処理工程、（c）研削工程、を含む。第1及び第2配向前駆体層31、32は、後述の熱処理により2軸配向S i C層である第1層21及び第2層22となるものであり、ドーパントなどの成分を含んでいてもよい。以下、これらの工程を図2を用いて順に説明する。

[0026] （a）配向前駆体層の形成工程（図2（a）参照）

配向前駆体層の形成工程では、最終的に中央層20になるS i C種結晶基板30（ここではS i C単結晶層）を用意し、そのS i C種結晶基板30の一方の結晶成長面に第1配向前駆体層31を形成し、他方の結晶成長面に第2配向前駆体層32を形成することにより、積層体33を得る。S i C単結晶層としては、4H又は6Hポリタイプを用いることが好ましい。また、S i C単結晶層の結晶成長面としては、S i C[0001]軸から0.1～12°のオフ角を有する面が好ましい。オフ角は1～5°であることがより好ましい。

[0027] 第1及び第2配向前駆体層31, 32の形成方法は、公知の手法が採用可能である。第1及び第2配向前駆体層31, 32の形成方法は、例えば、A D（エアロゾルデポジション）法、H P P D（超音速プラズマ粒子堆積法）法などの固相成膜法、スパッタリング法、蒸着法、昇華法、各種C V D（化学気相成長）法などの気相成膜法、溶液成長法などの液相成膜法が挙げられ、配向前駆体層を直接S i C単結晶基板上に形成する手法が使用可能である。C V D法としては、例えば熱C V D法、プラズマC V D法、ミストC V D法、M O（有機金属）C V D法などを用いることができる。また、第1及び第2配向前駆体層31, 32として、予め昇華法や各種C V D法、焼結などで作製した多結晶体を使用し、S i C種結晶基板30上に載置する方法も用いることができる。あるいは、第1及び第2配向前駆体層31, 32の成形体を予め作製し、この成形体をS i C種結晶基板30上に載置する手法であってもよい。このような第1及び第2配向前駆体層31, 32は、テープ成形により作製されたテープ成形体でもよいし、一軸プレス等の加圧成形により作製された圧粉体でもよい。第1及び第2配向前駆体層31, 32の形成方法としては、固相成膜法が好ましい。例えばS i C種結晶基板30の両面に固相成膜法で第1及び第2配向前駆体層31, 32を順次形成した後に熱処理を施すことで、第1層21及び第2層22を同時に形成することができる。

[0028] これらの第1及び第2配向前駆体層31, 32には、電気特性を制御する成分を含んでいてもよい。例えば、n型の第1層21を形成する場合、第1配向前駆体層31中に窒素を含有してもよい。p型の第1層21を形成する場合、第1配向前駆体層31中にB及び／又はA lを含有してもよい。また、第1層21に絶縁性を付与するため、第1配向前駆体層31中に窒素に加えて、B及び／又はA lを含有してもよい。第2配向前駆体層32についても、同様である。

[0029] なお、S i C種結晶基板30上に直接、第1及び第2配向前駆体層31, 32を形成する手法において、各種C V D法や昇華法、溶液成長法などを用

いる場合、後述する熱処理工程を経ることなくS i C種結晶基板30上にエピタキシャル成長を生じ、第1層21及び第2層22が成膜される場合がある。しかし、第1及び第2配向前駆体層31, 32は、形成時には配向していない状態、即ち非晶質や無配向の多結晶の状態であり、後段の熱処理工程でS i C単結晶を種として配向させることが好ましい。このようにすることで、第1の表面21a及び第2の表面22aに到達する結晶欠陥を効果的に低減することができる。この理由は定かではないが、一旦成膜された固相の第1及び第2配向前駆体層31, 32がS i C単結晶を種として結晶構造の再配列を生じることとも結晶欠陥の消滅に効果があるのではないかと考えている。従って、各種C V D法や昇華法、溶液成長法などを用いる場合は、第1及び第2配向前駆体層31, 32の形成工程においてエピタキシャル成長が生じない条件を選択することが好ましい。

[0030] しかしながら、A D法、各種C V D法でS i C種結晶基板30上に直接、第1及び第2配向前駆体層31, 32を形成する手法又は昇華法、各種C V D法、焼結で別途作製した多結晶体をS i C種結晶基板30上に載置する手法が好ましい。これらの方法を用いることで第1及び第2配向前駆体層31, 32を比較的短時間で形成することが可能となる。A D法は高真空のプロセスを必要とせず、成膜速度も相対的に速いため、特に好ましい。第1及び第2配向前駆体層31, 32として、予め作製した多結晶体を用いる手法では、多結晶体とS i C種結晶基板30の密着性を高めるため、多結晶体の表面を十分に平滑にしておくなどの工夫が必要である。このため、コスト的な観点では第1及び第2配向前駆体層31, 32を直接形成する手法が好ましい。また、予め作製した成形体をS i C種結晶基板30上に載置する手法も簡易な手法として好ましいが、第1及び第2配向前駆体層31, 32が粉末で構成されているため、後述する熱処理工程において焼結させるプロセスを必要とする。いずれの手法も公知の条件を用いることができるが、以下ではA D法又は熱C V D法によりS i C種結晶基板30上に直接、第1及び第2配向前駆体層31, 32を形成する方法及び予め作製した成形体をS i C種

結晶基板 30 上に載置する手法について述べる。

[0031] AD 法は、微粒子や微粒子原料をガスと混合してエアロゾル化し、このエアロゾルをノズルから高速噴射して基板に衝突させ、被膜を形成する技術であり、常温で被膜を形成できるという特徴を有している。このような AD 法で用いられる成膜装置（エアロゾルデポジション（AD）装置）の一例を図 3 に示す。図 3 に示される AD 装置 50 は、大気圧より低い気圧の雰囲気下で原料粉末を基板上に噴射する AD 法に用いられる装置として構成されている。この AD 装置 50 は、原料成分を含む原料粉末のエアロゾルを生成するエアロゾル生成部 52 と、原料粉末を SiC 種結晶基板 30 に噴射して原料成分を含む膜を形成する成膜部 60 とを備えている。エアロゾル生成部 52 は、原料粉末を収容し図示しないガスボンベからのキャリアガスの供給を受けてエアロゾルを生成するエアロゾル生成室 53 と、生成したエアロゾルを成膜部 60 へ供給する原料供給管 54 と、エアロゾル生成室 53 及びその中のエアロゾルに 10～100 Hz の振動数で振動が付与する加振器 55 とを備えている。成膜部 60 は、SiC 種結晶基板 30 にエアロゾルを噴射する成膜チャンバ 62 と、成膜チャンバ 62 の内部に配設され SiC 種結晶基板 30 を固定する基板ホルダ 64 と、基板ホルダ 64 を X 軸－Y 軸方向に移動する X－Y ステージ 63 とを備えている。また、成膜部 60 は、先端にスリット 67 が形成されエアロゾルを SiC 種結晶基板 30 へ噴射する噴射ノズル 66 と、成膜チャンバ 62 を減圧する真空ポンプ 68 とを備えている。噴射ノズル 66 は、原料供給管 54 の先端に取り付けられている。まず、SiC 種結晶基板 30 のうち基板ホルダ 64 に当接する面とは反対側の面に第 1 配向前駆体層 31 を成膜する。続いて、SiC 種結晶基板 30 を基板ホルダ 64 から取り外し、SiC 種結晶基板 30 のうち第 1 配向前駆体層 31 側を基板ホルダ 64 に当接させて固定する。そして、SiC 種結晶基板 30 のもう一方の面に第 2 配向前駆体層 32 を成膜する。

[0032] AD 法は、成膜条件によって膜中に気孔を生じる場合や、膜が圧粉体となることが知られている。例えば、原料粉末の基板への衝突速度や原料粉末の

粒径、エアロゾル中の原料粉末の凝集状態、単位時間当たりの噴射量などに影響を受けやすい。原料粉末の基板への衝突速度に関しては、成膜チャンバ 6 2 と噴射ノズル 6 6 内の差圧や、噴射ノズルの開口面積などに影響を受ける。このため、緻密な配向前駆体層中を得るには、これらのファクターを適切に制御することが必要である。

[0033] 熱CVD法では、成膜装置は市販のものなど公知のものを利用することができる。原料ガスは特に限定されるものではないが、Siの供給源としては四塩化ケイ素 (SiCl_4) ガスやシラン (SiH_4) ガス、Cの供給源としてはメタン (CH_4) ガスやプロパン (C_3H_8) ガス等を用いることができる。成膜温度は $1000 \sim 2200^\circ\text{C}$ が好ましく、 $1100 \sim 2000^\circ\text{C}$ がさらに好ましく、 $1200 \sim 1900^\circ\text{C}$ が好ましい。熱CVD法においても、まず、SiC種結晶基板 3 0 の一方の面に第1配向前駆体層 3 1 を成膜し、その後、SiC種結晶基板 3 0 のもう一方の面に第2配向前駆体層 3 2 を成膜する。

[0034] 熱CVD法を用いてSiC種結晶基板 3 0 上に成膜する場合、SiC種結晶基板 3 0 上にエピタキシャル成長を生じ、第1及び第2配向前駆体層 3 1, 3 2 ではなく第1層 2 1 及び第2層 2 2 が形成される場合があることが知られている。しかし、第1及び第2配向前駆体層 3 1, 3 2 は、その作製時には配向していない状態、即ち非晶質や無配向の多結晶であり、熱処理工程時にSiC単結晶を種結晶として結晶の再配列を生じさせることが好ましい。熱CVD法を用いてSiC単結晶上に非晶質や多結晶の層を形成するには、成膜温度やSi源、C源のガス流量及びそれらの比率、成膜圧力などが影響することが知られている。成膜温度の影響は大きく、非晶質又は多結晶層を形成する観点では成膜温度は低い方が好ましく、 1700°C 未満が好ましく、 1500°C 以下がさらに好ましく、 1400°C 以下が特に好ましい。しかし、成膜温度が低すぎると成膜レート自体も低下するため、成膜レートの観点では成膜温度は高い方が好ましい。

[0035] 第1及び第2配向前駆体層 3 1, 3 2 として予め作製した成形体を用いる

場合、第1及び第2配向前駆体31, 32の原料粉末を成形して作製することができる。例えば、プレス成形を用いる場合、第1及び第2配向前駆体層31, 32は、プレス成形体である。プレス成形体は、配向前駆体の原料粉末を公知の手法に基づきプレス成形することで作製可能であり、例えば、原料粉末を金型に入れ、好ましくは $100 \sim 400 \text{ kgf/cm}^2$ 、より好ましくは $150 \sim 300 \text{ kgf/cm}^2$ の圧力でプレスすることにより作製すればよい。また、成形方法に特に限定はなく、プレス成形の他、テープ成形、押出し成形、鋳込み成形、ドクターブレード法及びこれらの任意の組合せを用いることができる。例えば、テープ成形を用いる場合、原料粉末にバインダー、可塑剤、分散剤、分散媒等の添加物を適宜加えてスラリー化し、このスラリーをスリット状の細い吐出口を通過させることにより、シート状に吐出及び成形するのが好ましい。シート状に成形した成形体の厚さに限定はないが、ハンドリングの観点では $5 \sim 500 \mu\text{m}$ であるのが好ましい。また、厚い配向前駆体層が必要な場合はこのシート成形体を多数枚積み重ねて、所望の厚さとして使用すればよい。これらの成形体（第1及び第2配向前駆体層31, 32）をSiC種結晶基板30の表裏両面にそれぞれ配置したあと、後述する熱処理工程において熱処理することにより、成形体のうち中央層20の近くの部分が2軸配向SiC層（第1層21及び第2層22）となるものである。熱処理工程では、成形体が焼結し、多結晶体として中央層20と一体となる工程を経たのちに、2軸配向SiC層を形成することが好ましい。成形体が焼結した状態を経ない場合、SiC単結晶を種としたエピタキシャル成長が十分に生じない場合がある。このため、成形体はSiC原料の他に、焼結助剤等の添加物を含んでいてもよい。

[0036] (b) 熱処理工程（図2（b）参照）

熱処理工程では、SiC種結晶基板30の表裏両面に第1及び第2配向前駆体層31, 32が積層又は載置された積層体33を熱処理することにより、2軸配向SiC層である第1層21及び第2層22を生成させる。つまり、第1及び第2配向前駆体層31, 32を同時に熱処理する。これにより、

熱処理体 34 を得る。熱処理方法は、中央層 20 を種としたエピタキシャル成長が生じるかぎり特に限定されず、管状炉やホットプレートなど、公知の熱処理炉で実施することができる。また、これらの常圧（プレスレス）での熱処理だけでなく、ホットプレスや H I P などの加圧熱処理や、常圧熱処理と加圧熱処理の組み合わせも用いることができる。熱処理の雰囲気は真空、窒素、不活性ガス雰囲気から選択することができる。熱処理温度は、好ましくは 1700～2700℃である。温度を高くすることで、中央層 20 を種結晶として第 1 及び第 2 配向前駆体層 31, 32 が c 軸及び a 軸に配向しながら成長しやすくなる。したがって、温度は、好ましくは 1700℃以上、より好ましくは 1850℃以上、さらに好ましくは 2000℃以上、特に好ましくは 2200℃以上である。一方、温度が過度に高いと、SiC の一部が昇華により失われたり、SiC が塑性変形して反り等の不具合が生じたりする可能性がある。したがって、温度は、好ましくは 2700℃以下、より好ましくは 2500℃以下である。熱処理温度や保持時間はエピタキシャル成長で生じる 2 軸配向 SiC 層の厚みと関係しており、適宜調整できる。

[0037] 但し、第 1 及び第 2 配向前駆体層 31, 32 として予め作製した成形体を用いる場合、熱処理中に焼結させる必要があり、高温での常圧焼成やホットプレスや H I P 又はそれらの組み合わせが好適である。例えば、ホットプレスを用いる場合、面圧は 50 kgf / cm²以上が好ましく、より好ましくは 100 kgf / cm²以上、特に好ましくは 200 kgf / cm²以上が好ましく、特に上限はない。また、焼成温度も焼結とエピタキシャル成長が生じる限り、特に限定はない。1700℃以上が好ましく、1800℃以上がさらに好ましく、2000℃以上がさらに好ましく、2200℃以上が特に好ましい。焼成時の雰囲気は真空、窒素、不活性ガス雰囲気又は窒素と不活性ガスの混合ガスから選択することができる。原料となる SiC 粉末は、 α -SiC、 β -SiC のいずれでもよい。SiC 粉末は、好ましくは 0.01～5 μ m の平均粒径を有する SiC 粒子で構成される。なお、平均粒径は走査型電子顕微鏡にて粉末を観察し、1 次粒子 100 個分の定方向最大径を計測

した平均値を指す。

[0038] 熱処理工程では、第1及び第2配向前駆体層31, 32内の結晶は中央層20の結晶成長面からc軸及びa軸に配向しながら成長していく。そのため、第1及び第2配向前駆体層31, 32は、結晶成長面から徐々に2軸配向SiC層に変わっていく。生成した2軸配向SiC層の表面（第1層21のうち中央層20と反対側の面及び第2層22のうち中央層20と反対側の面）は、欠陥密度が $1 \times 10^1 / \text{cm}^2$ 以下のものになる。このように欠陥密度が著しく低くなる理由は不明だが、結晶成長に伴う欠陥の屈曲やc軸と直交する方向に進展する積層欠陥への転換、欠陥同士の対消滅等が関係していると考えられる。また、2軸配向SiC層内の熱応力は欠陥が生じる一因になると考えられる。片面だけ結晶成長した場合、欠陥低減によって応力が生じ、応力に起因した欠陥が生じるおそれがある。第1及び第2配向前駆体層31, 32を同時に結晶成長させることで応力に起因する欠陥を抑制することができると考えられる。

[0039] (c) 研削工程（図3（c）参照）

研削工程では、熱処理工程後に第1層21上に残った第1配向前駆体層31や第2層22上に残った第2配向前駆体層32を研削除去して、第1層21の表面や第2層22の表面を露出させ、露出した表面をダイヤモンド砥粒を用いて研磨加工し、更にCMP（化学機械研磨）仕上げを行う。こうすることにより、SiC基板10を得る。

[0040] 以上説明した本実施形態のSiC基板10では、第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は中央面20aにおける結晶欠陥密度よりも少ない。そのため、SiC基板10は、第2の表面22a及び中央面20aにおける結晶欠陥密度が同等でそれよりも第1の表面21aにおける結晶欠陥密度が少ない比較用のSiC基板に比べて、反りが小さくなる。反り量は、特に限定するものではないが、例えば $10 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

[0041] また、第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、

中央面 2 0 a における結晶欠陥密度に比べて 1 / 1 0 0 以下であることが好ましい。こうすれば、第 1 の表面 2 1 a 及び第 2 の表面 2 2 a における結晶欠陥密度は十分小さいため、その表面 2 1 a, 2 2 a に機能層を積層してデバイスを作製するのに適している。

[0042] 更に、第 1 の表面 2 1 a における結晶欠陥密度と第 2 の表面 2 2 a における結晶欠陥密度との差異は、1 0 % 未満であることが好ましい。こうすれば、S i C 基板 1 0 の反りがより小さくなる。

[0043] なお、本発明は上述した実施形態に何ら限定されることはなく、本発明の技術的範囲に属する限り種々の態様で実施し得ることはいうまでもない。

実施例

[0044] 以下に、本発明の実施例について説明する。以下の実験例 1 が本発明の実施例、実験例 2 が比較例に相当する。なお、以下の実施例は本発明を何ら限定するものではない。

[0045] [実験例 1]

1. S i C 基板の作製

(1) 配向前駆体層の形成工程

S i C 種結晶基板 3 0 として、市販の S i C 単結晶基板 (n 型 4 H - S i C、直径 5 0 . 8 m m (2 インチ)、(0 0 0 1) 面、オフ角 4 °、厚み 3 5 0 μ m、オリフラなし) を準備し、S i 面、C 面共に鏡面仕上げとした。原料粉体として市販の微細 β - S i C 粉末 (体積基準 D 5 0 : 0 . 7 μ m) を用いて図 3 に示す A D 装置 5 0 により上記の S i C 種結晶基板 3 0 の S i 面、C 面上に A D 膜 (第 1 及び第 2 配向前駆体層 3 1, 3 2) を形成した。これにより、積層体 3 3 を得た。

[0046] A D 成膜条件は以下のとおりとした。まずキャリアガスは N₂ とし、長辺 5 m m × 短辺 0 . 4 m m のスリットが形成されたセラミックス製のノズルを用いて成膜した。ノズルのスキャン条件は、0 . 5 m m / s のスキャン速度で、スリットの長辺に対して垂直且つ進む方向に 5 5 m m 移動、スリットの長辺方向に 5 m m 移動、スリットの長辺に対して垂直且つ戻る方向に 5 5 m m

移動、スリットの長辺方向且つ初期位置とは反対方向に5 mm移動、とのスキンを繰り返し、スリットの長辺方向に初期位置から55 mm移動した時点で、それまでとは逆方向にスキンを行い、初期位置まで戻るサイクルを1サイクルとし、これを900サイクル繰り返した。このような方法を用いてまずSi面上にAD膜（第1配向前駆体層31）を形成し、その後C面上に同じ条件にてAD膜（第2配向前駆体層32）を形成した。AD膜の厚みはSi、C面共に90 μ mであった。

[0047] （2）熱処理工程

積層体33をAD装置50から取り出し、アルゴン雰囲気中で2450℃にて5時間アニールした。すなわち、第1及び第2配向前駆体層31、32の両方を同時に熱処理し、試料を得た。

[0048] （3）結晶成長層の評価

1. （1）、（2）と同様の方法で別途作製した試料を準備し、板面と直交する方向で試料の中心部を通るように切断した。切断した試料に対してダイヤモンド砥粒を用いたラップ加工にて断面を平滑化し、コロイダルシリカを用いた化学機械研磨（CMP）により鏡面仕上げとした。得られた断面を走査型電子顕微鏡（日立ハイテクノロジーズ製、SU-5000）にて撮影した。研磨後の断面の反射電子像のチャネリングコントラストにより結晶成長層を評価したが、Si面側のAD膜及びC面側のAD膜の両方共に多結晶部はほとんど認められず、形成したAD膜のほぼ全域にわたって結晶成長し、Si面側、C面側共に厚み90 μ mの2軸配向SiC層を形成していることが分かった。つまり、（1）、（2）で作製した試料は、積層体33の第1及び第2配向前駆体層31、32のうちSiC種結晶基板30とは反対側の表面付近の領域以外はすべて2軸配向SiC層（第1層21及び第2層22）になった熱処理体34であることが分かった。以下ではSi面の結晶成長層を第1層21、C面の結晶成長層を第2層22、SiC種結晶基板30を中央層20と呼称する。

[0049] （4）研削及び研磨工程

1. (1)、(2)で作製した試料に対し、第1層21側を上面とし、第2層22側を金属の定盤に固定し、砥石を用いて#1200まで研削して第1層21の表面を露出させて平坦にした。次いで、ダイヤモンド砥粒を用いたラップ加工により、第1層21の表面を平滑化した。その後、コロイダルシリカを用いた化学機械研磨(CMP)により鏡面仕上げとした。トータルの研削・研磨量は $20\mu\text{m}$ となるように加工し、加工後の算術平均粗さ R_a は 0.1nm とした。この鏡面仕上げ面が第1の表面21aに相当する。次いで金属定盤から外し、第2層22側を上面とし、保護した第1層21を金属の定盤に固定し、第1層21側と同様の方法で第2層22側を研削、研磨し、鏡面仕上げとした。トータルの研削・研磨量は $20\mu\text{m}$ となるように加工し、加工後の算術平均粗さ R_a は 0.1nm とした。この鏡面仕上げ面が第2の表面22aに相当する。こうすることにより、SiC基板10を得た。(3)で観察した結晶成長層の厚み($90\mu\text{m}$)とトータルの加工量($20\mu\text{m}$)から、SiC基板10の第1層21及び第2層22の厚みは共に $70\mu\text{m}$ と計算された。また、中央層20の厚みは $350\mu\text{m}$ であるため、第1の表面21aから中央面20aまでの距離 L_1 と第2の表面22aから中央面20aまでの距離 L_2 は共に $245\mu\text{m}$ になる。

[0050] 2. 評価

(1) 第1層、第2層の結晶方位

1. で作製したSiC基板10に対し、板面と直交する方向で基板の中心部を通るように切断した。切断した試料に対してダイヤモンド砥粒を用いたラップ加工にて断面を平滑化し、コロイダルシリカを用いた化学機械研磨(CMP)により鏡面仕上げとした。次にEBSD(Electron Back Scatter Diffraction Patterns)法を用いて、第1層、第2層及び中央層の逆極点図マッピングを実施した。具体的にはEBSD(オックスフォード・インストゥルメンツ社製Nordlys Nano)を取り付けた走査型電子顕微鏡(日立ハイテクノロジーズ社製、SU-5000)を用いて、第1層21、第2層22及び中央層20の

逆極点図方位マッピングをそれぞれ $50\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ の視野で以下の諸条件にて実施した。

＜EBSD測定条件＞

- ・ 加速電圧：15 kV
- ・ スポット強度：70
- ・ ワーキングディスタンス：22.5 mm
- ・ ステップサイズ：0.5 μm
- ・ 試料傾斜角：70°
- ・ 測定プログラム：Aztec (version 3.3)

[0051] 逆極点図方位マップより、第1層21及び第2層22は表面法線方向、板面方向共に中央層20と同じ方位に配向していることが示された。また、その傾斜角度分布は略法線方向、略板面方向ともに $\pm 0.5^\circ$ 以下であり、第1層21及び第2層22は共に2軸配向SiC層であることが確認された。

[0052] (2) 結晶欠陥密度評価

(2-1) 第1層 (厚み：70 μm)

1. と同様の方法で別途作製したSiC基板10の第1層21の表面 (第1の表面21a) における結晶欠陥密度を以下の方法で評価した。第1層21に対して1. (4) と同様の方法を用いてトータルの研削・研磨量が30 μm となるように加工し、鏡面仕上げとした。加工後の算術平均粗さRaは0.1 nmとした。ニッケル製のるつぼに、加工後のSiC基板をKOH結晶と共に入れ、500℃で10分間、電気炉でエッチング処理を行った。エッチング処理後の評価サンプルを洗浄し、光学顕微鏡にて観察し、ピットの数数を数えた。具体的には、評価サンプル表面の任意の箇所の部位について、縦2.3 mm×横3.6 mmの視野を倍率50倍で100枚分撮影してピットの総数を数え、数えたピットの総数をトータル面積である8.05 cm^2 で除することにより結晶欠陥密度を算出した。その結果、第1層21の鏡面仕上げ面における結晶欠陥密度は、 $9.7 \times 10^0 / \text{cm}^2$ であった。第1層21は、中央層20から離れるほど結晶欠陥密度が低くなることがわかっている

ため、第1の表面21aにおける結晶欠陥密度は、 $9.7 \times 10^0 / \text{cm}^2$ 以下である。

[0053] (2-2) 中央層 (厚み: $350 \mu\text{m}$)

1. と同様の方法で別途作製したSiC基板10を準備し、第1の表面21aから1. (4) と同様の方法を用いてトータルの研削・研磨量は $245 \mu\text{m}$ となるように加工し、鏡面仕上げとした。加工後の算術平均粗さRaは 0.1 nm とした。加工によって第1層21は除去され、中央層20のうち第1の表面21aと第2の表面22aから等距離にある面 (中央面20a) が露出した。中央面20aに対して、(2-1) と同様の方法で結晶欠陥密度評価を実施した。その結果、中央面20aにおける結晶欠陥密度は $2.0 \times 10^4 / \text{cm}^2$ であった。

[0054] (2-3) 第2層 (厚み: $70 \mu\text{m}$)

1. と同様の方法で別途作製したSiC基板10を準備し、第1の表面21aから1. (4) と同様の方法を用いてトータルの研削・研磨量は $460 \mu\text{m}$ となるように加工し、鏡面仕上げとした。加工後の算術平均粗さRaは 0.1 nm とした。加工によって第1層21及び中央層20は除去され、第2層22の内部が露出した表面となった。第2層22の新たに露出した面に対して、(2-1) と同様の方法で結晶欠陥密度評価を実施した。その結果、第2層22の新たに露出した面における結晶欠陥密度は $1.0 \times 10^1 / \text{cm}^2$ であった。第2層22も、中央層20から離れるほど結晶欠陥密度が低くなることわかっているため、第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、 $1.0 \times 10^1 / \text{cm}^2$ 以下であり、第2の表面22aにおける結晶欠陥密度との差異は10%未満であると推測された。

[0055] (2-4) 結論

以上の結果より、第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度は、中央面20aにおける結晶欠陥密度の $1 / 100$ 倍以下 ($1 / 1000$ 倍以下) であり、第1の表面21a及び第2の表面22aにおける結晶欠陥密度の差異は10%未満であることが示された。

[0056] (3) 反り評価

1. と同様の方法で別途作製した SiC 基板 10 の反り量について、高精度レーザ測定器（株式会社キーエンス製 LT-9010M）を用いて評価した。まず、第 1 の表面 21a について、以下の方法で反り量を評価した。図 4 に示すように、1. で作製した SiC 基板 10 を平面視したときの板面の中心点 G を通り互いに直交する 2 つの直線 X, Y を引き、直線 X 上で点 G からそれぞれ 20 mm 離れた 2 点 A, B と直線 Y 上で点 G からそれぞれ 20 mm 離れた 2 点 C, D とを定めた。続いて、図 5 に示すように、第 1 の表面 21a における点 A と点 B との間の曲線 AB 上の任意の点のうち、線分 AB までの距離が最長となる点 P を定めた。そして、線分 AB と点 P との距離を反り量 α とした。また、図示しないが、図 5 と同様に、第 1 の表面 21a における点 C と点 D との間の曲線 CD 上の任意の点のうち、線分 CD までの距離が最長となる点 R を定め、線分 CD と点 R との距離を反り量 β とした。これらの反り量 α , β のうち反りが大きい方を第 1 の表面 21a の反り量とした。同様の方法を用いて第 2 の表面 22a も反り量を評価し、第 1 の表面 21a の反り量と第 2 の表面 22a の反り量のうち絶対値が大きい方を SiC 基板 10 の反り量と定義した。その結果、1. で作製した SiC 基板 10 の反り量は 10 μ m 以下であった。

[0057] [実験例 2]

1. SiC 基板の作製

(1) 結晶成長層の形成工程

下地基板として市販の SiC 単結晶基板（n 型 4H-SiC、直径 50.8 mm（2 インチ）、（0001）面、オフ角 4°、厚み 350 μ m、オリフラなし）を準備し、Si 面、C 面共に鏡面仕上げとした。高周波加熱グラファイトホットゾーン炉を具備した単結晶成長装置を用いて溶液引き上げ（TSSG: Top Seeded Solution Growth）法により SiC 単結晶基板の Si 面上に結晶成長させた。単結晶成長装置 70 の概念図を図 6 に示す。なお、単結晶成長装置 70 は図示しないチャンバー内

に設置される。単結晶成長装置 70 は、カーボン製坩堝 72 と、加熱用コイル導線 73（図略の電源と接続）と、SiC 溶液 74 と、坩堝を回転させる駆動装置 76 と、試料保持用棒 77 と、試料保持用棒 77 を上下に駆動させる駆動装置 75 とからなる。本装置 70 は坩堝 72 に巻き付けられた加熱用コイル導線 73 で加熱されるが、加熱方式は誘導加熱式ヒーターである。カーボン製坩堝 72 は上部が開口した有底の略円筒状である。

[0058] 具体的には、試料保持用棒 77 の先端部に上述した市販の SiC 単結晶基板 90 が Si 面を SiC 溶液 74 に露出するように設置した。そして、カーボン製坩堝 72 中で Si 原料を加熱用コイル導線 73 等で構成される誘導加熱式ヒーターにより加熱することで Si 融液を形成し、カーボン製坩堝 72 に含まれる C を Si 融液中に溶出させて SiC 溶液 74 を得た。単結晶成長装置 70 の設定温度は 1680℃とした。カーボン製坩堝 72 中には図 6 で上下方向（カーボン製坩堝 72 の液面－底面方向）に温度勾配が形成された。温度勾配は 34℃/cm であった。カーボン製坩堝 72 中に收容されている SiC 溶液 74 は、導線 73 の近傍に位置しかつカーボン製坩堝 72 の内壁面に隣接する部分において最も高温であった。カーボン製坩堝 72 の中心部に近づき、坩堝内壁面より離れる程、及びカーボン製坩堝 72 の軸方向すなわち図 6 の上下方向に導線 73 から離れる程、SiC 溶液 74 の温度は低くなった。このようにカーボン製坩堝 72 中の SiC 溶液 74 に温度勾配を形成した状態で、チャンバー内部に高純度のアルゴンガスを供給しつつ、SiC 単結晶基板 90 を保持した試料保持用棒 77 をカーボン製坩堝 72 中に挿入した。前述したように SiC 単結晶基板 90 は Si 面が SiC 溶液 74 に対面するように試料保持用棒 77 の先端に取り付け、駆動装置 75 により試料保持用棒 77 をカーボン製坩堝 72 の内部に向けて進行させ、SiC 単結晶基板 90 を SiC 溶液 4 に浸漬した。SiC 溶液 74 が温度の低い SiC 単結晶基板 90 付近で冷却されることで、SiC 単結晶基板 90 の Si 面に SiC 結晶が成長した。なお、結晶成長は加速るつば回転法 (accelerated crucible rotation technique

）に基づいて行った。具体的には、結晶成長中は駆動装置 7 6 によってカーボン製坩堝 7 2 を回転させ、カーボン製坩堝 7 2 と S i C 単結晶基板 9 0 とを相対的に逆方向に回転させるとともに、回転方向を交互に切り換えた。このときの回転速度（最高速度）は約 2 0 r p m であった。結晶成長開始（つまり S i C 単結晶基板 9 0 と S i C 溶液 7 4 との接触開始後）から 4 時間後、駆動装置 7 5 により試料保持用棒 7 7 を上方に移動させ、S i 面に結晶成長した S i C 単結晶基板 9 0 を S i C 溶液 7 4 から引き上げた。引き上げた S i C 単結晶基板 9 0 は、 HNO_3 と HF の混液（ $\text{HNO}_3 : \text{HF} = 2 : 1$ ）で洗浄した。以上の工程により、図 7（a）に示すように、S i C 単結晶基板 9 0 の S i 面のみに結晶成長層 9 3 を有する試料 8 3 を得た。

[0059] （2）結晶成長層の評価

1. （1）と同様の方法で別途作製した試料 8 3 を準備し、板面と直交する方向で試料 8 3 の中心部を通るように切断した。切断した試料に対してダイヤモンド砥粒を用いたラップ加工にて断面を平滑化し、コロイダルシリカを用いた化学機械研磨（CMP）により鏡面仕上げとした。得られた断面を走査型電子顕微鏡（日立ハイテクノロジーズ製、SU-5000）にて撮影した。研磨後の断面の反射電子像のチャネリングコントラストにより結晶成長した厚みを評価したが、多結晶部は認められず、試料 8 3 の総厚みが 4 4 0 μm となっていた。下地として使用した S i C 単結晶基板 9 0 の厚み 3 5 0 μm から勘案すると、結晶成長層 9 3 は 9 0 μm であり、2 軸配向層を形成していることが分かった。

[0060] （3）研削及び研磨

1. （1）で作製した試料 8 3 に対し、結晶成長層 9 3 を上面とし、S i C 単結晶基板 9 0 の C 面側を金属の定盤に固定し、砥石を用いて # 1 2 0 0 まで研削して結晶成長層 9 3 の表面を平坦にした。次いで、ダイヤモンド砥粒を用いたラップ加工により、結晶成長層 9 3 の表面を平滑化した。その後、コロイダルシリカを用いた化学機械研磨（CMP）により鏡面仕上げとした。トータルの研削・研磨量は 2 0 μm となるように加工し、加工後の算術

平均粗さ R_a は 0.1 nm とした。鏡面仕上げ後の試料 83 が、 SiC 単結晶基板 90 の Si 面のみに結晶成長層 91 を有する SiC 基板 80 (図 7 (b) 参照) である。(2) で観察した結晶成長層 93 の厚み ($90 \mu\text{m}$) とトータルの加工量 ($20 \mu\text{m}$) から、結晶成長層 91 の厚みは $70 \mu\text{m}$ と計算された。

[0061] 2. 評価

(1) 結晶成長層の結晶方位

1. で作製した SiC 基板 80 に対し、板面と直交する方向で基板の中心部を通るように切断した。切断した試料に対してダイヤモンド砥粒を用いたラップ加工にて断面を平滑化し、コロイダルシリカを用いた化学機械研磨 (CMP) により鏡面仕上げとした。実験例 1 の 2 (1) と同様の方法を用いて結晶成長層 91 及び SiC 単結晶基板 90 の逆極点図マッピングを実施した。逆極点図方位マップより、結晶成長層 91 は表面法線方向、板面方向共に SiC 単結晶基板 90 と同じ方位に配向していることが示された。また、その傾斜角度分布は略法線方向、略板面方向ともに $\pm 0.5^\circ$ 以下であり、結晶成長層 91 は 2 軸配向 SiC 層であることが確認された。

[0062] (2) 結晶欠陥密度評価

(2-1) 結晶成長層 (厚み: $70 \mu\text{m}$)

1. と同様の方法で別途作製した SiC 基板 80 の結晶成長層 91 の表面 91a における結晶欠陥密度を評価した。表面 91a に対して 1. (3) と同様の方法を用いてトータルの研削・研磨量は $30 \mu\text{m}$ となるように加工し、鏡面仕上げとした。加工後の算術平均粗さ R_a は 0.1 nm とした。ニッケル製のるつぼに、加工後の SiC 基板 80 を KOH 結晶と共に入れ、 500°C で 10 分間、電気炉でエッチング処理を行った。エッチング処理後の評価サンプルを洗浄し、光学顕微鏡にて観察し、ピットの数数を数えた。具体的には、評価サンプル表面の任意の箇所について、縦 2.3 mm × 横 3.6 mm の視野を倍率 50 倍で 100 枚分撮影してピットの総数を数え、数えたピットの総数をトータル面積である 8.05 cm^2 で除することにより結

晶欠陥密度を算出した。その結果、結晶成長層 9 1 の鏡面仕上げ面における結晶欠陥密度は、 $1.6 \times 10^1 / \text{cm}^2$ であった。結晶成長層 9 1 は、S i C 単結晶基板 9 0 から離れるほど結晶欠陥密度が低くなることがわかっているため、表面 9 1 a における結晶欠陥密度は、 $1.6 \times 10^1 / \text{cm}^2$ 以下である。

[0063] (2-2) S i C 単結晶基板 (厚み: $350 \mu\text{m}$)

1. と同様の方法で別途作製した S i C 基板 8 0 を準備し、結晶成長層 9 1 の表面 9 1 a から 1. (3) と同様の方法を用いてトータルの研削・研磨量は $245 \mu\text{m}$ となるように加工し、鏡面仕上げとした。加工後の算術平均粗さ R a は 0.1 nm とした。加工によって結晶成長層 9 1 は除去され、S i C 単結晶基板 9 0 の中心部にある面 (中央面 9 0 a) が露出した表面となった。中央面 9 0 a に対して、(2-1) と同様の方法で結晶欠陥密度評価を実施した。その結果、中央面 9 0 a における結晶欠陥密度は $2.0 \times 10^4 / \text{cm}^2$ であった。なお、結晶成長層 9 1 の表面 9 1 a からトータルの研削・研磨量は $390 \mu\text{m}$ となるように加工し、鏡面仕上げとした試料における結晶欠陥密度も同様に評価したが、 $2.0 \times 10^4 / \text{cm}^2$ と中央面 9 0 a と変わらないことが分かった。このことから、S i C 単結晶基板 9 0 のうち結晶成長層 9 1 が形成されていない露出面 9 0 b (図 7 (b) 参照) における結晶欠陥密度も $2.0 \times 10^4 / \text{cm}^2$ と同程度であると推測された。

[0064] (2-3) 結論

以上の結果より、S i C 基板 8 0 の一方の面 (結晶成長層 9 1 の表面 9 1 a) における結晶欠陥密度は、S i C 単結晶基板の中央面 9 0 a における結晶欠陥密度に比べて著しく低かった。しかし、S i C 基板 8 0 のもう一方の面 (S i C 単結晶基板 9 0 の露出面 9 0 b) における結晶欠陥密度は、S i C 単結晶基板の中央面 9 0 a における結晶欠陥密度と同程度であった。

[0065] (3) 反り評価

1. と同様の方法で別途作製した S i C 基板 8 0 の一方の面 (結晶成長層 9 1 の表面 9 1 a) と他方の面 (S i C 単結晶基板 9 0 のうち結晶成長層 9

1 が形成されていない露出面 90b) の反り量について、実験例 1 と同様の方法について評価した。その結果、1. で作製した SiC 基板 80 の反り量は $62\ \mu\text{m}$ に達した。以上の結果より、SiC 基板 80 は一方の面と他方の面との結晶欠陥密度の差が大きかったため、反り量が大きくなることが示された。

[0066] 本出願は、2019 年 11 月 20 日に出願された日本国特許出願第 2019-209518 号を優先権主張の基礎としており、引用によりその内容の全てが本明細書に含まれる。

産業上の利用可能性

[0067] 本発明の SiC 基板は、例えば半導体材料として利用可能である。

符号の説明

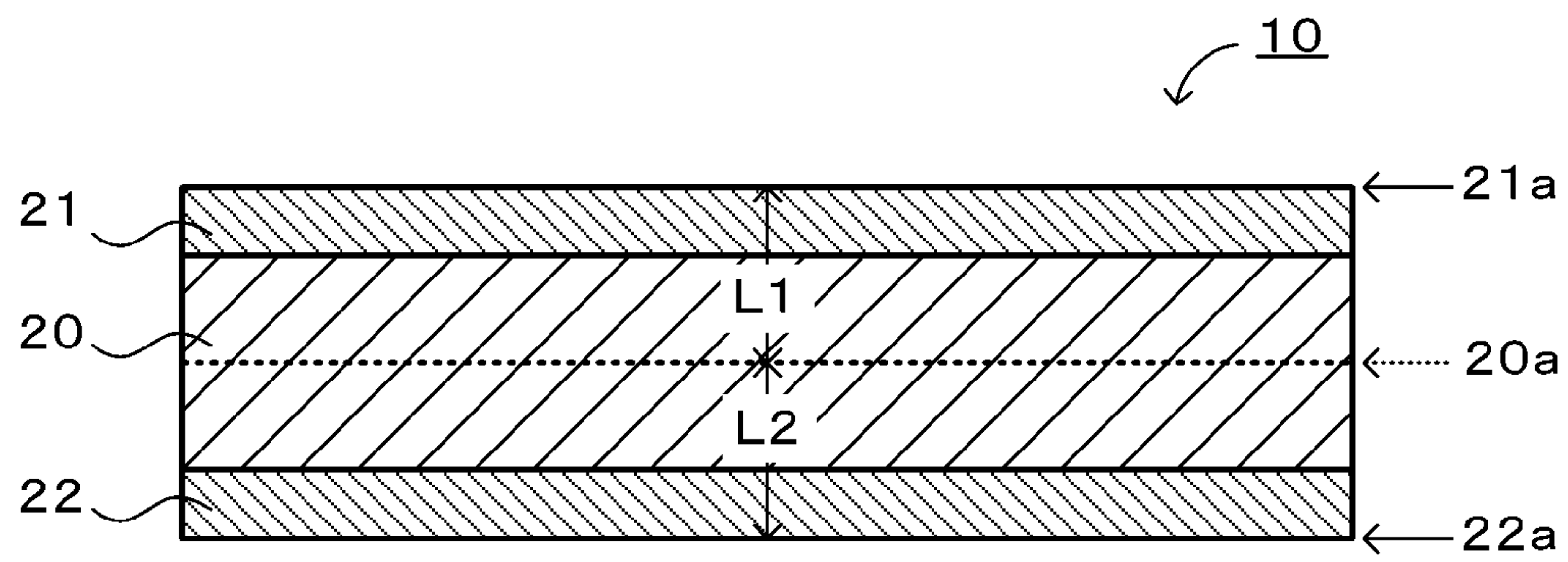
[0068] 10 SiC 基板、20 中央層、20a 中央面、21 第 1 層、21a 第 1 の表面、22 第 2 層、22a 第 2 の表面、30 SiC 種結晶基板、31 第 1 配向前駆体層、32 第 2 配向前駆体層、33 積層体、34 熱処理体、50 AD 装置、52 エアロゾル生成部、53 エアロゾル生成室、54 原料供給管、55 加振器、60 成膜部、62 成膜チャンバ、63 X-Y ステージ、64 基板ホルダ、66 噴射ノズル、67 スリット、68 真空ポンプ、70 単結晶成長装置、72 カーボン製坩堝、73 加熱用コイル導線、74 SiC 溶液、75 駆動装置、76 駆動装置、77 試料保持用棒、80 SiC 基板、83 試料、90 SiC 単結晶基板、90a 中央面、90b 露出面、91 結晶成長層、91a 表面、93 結晶成長層。

請求の範囲

- [請求項1] 第1の表面と、
前記第1の表面とは反対側の面である第2の表面と、
前記第1の面からの厚み方向の距離と前記第2の面からの厚み方向の距離とが等距離の面である中央面と、
を備えたS i C基板であって、
前記第1の表面及び前記第2の表面における結晶欠陥密度は、前記中央面における結晶欠陥密度よりも少ない、
S i C基板。
- [請求項2] 前記第1の表面における結晶欠陥密度と前記第2の表面における結晶欠陥密度との差異は、10%未満である、
請求項1に記載のS i C基板。
- [請求項3] 前記第1の表面及び前記第2の表面における結晶欠陥密度は、前記中央面における結晶欠陥密度に比べて1/100以下である、
請求項1又は2に記載のS i C基板。
- [請求項4] 前記S i C基板の反り量は、10 μ m以下である、
請求項1～3のいずれか1項に記載のS i C基板。
- [請求項5] 中央層と、
前記中央層の一方の面に積層された第1の層と、
前記中央層の他方の面に積層された第2の層と、
を備え、
前記第1の表面は、前記第1の層の表面であり、
前記第2の表面は、前記第2の層の表面であり、
前記中央面は、前記中央層の内部に含まれる面である、
請求項1～4のいずれか1項に記載のS i C基板。
- [請求項6] (a) S i C種結晶基板の両面にS i C配向前駆体層を形成する工程と、
(b) 両方の前記S i C配向前駆体層を同時に熱処理することにより

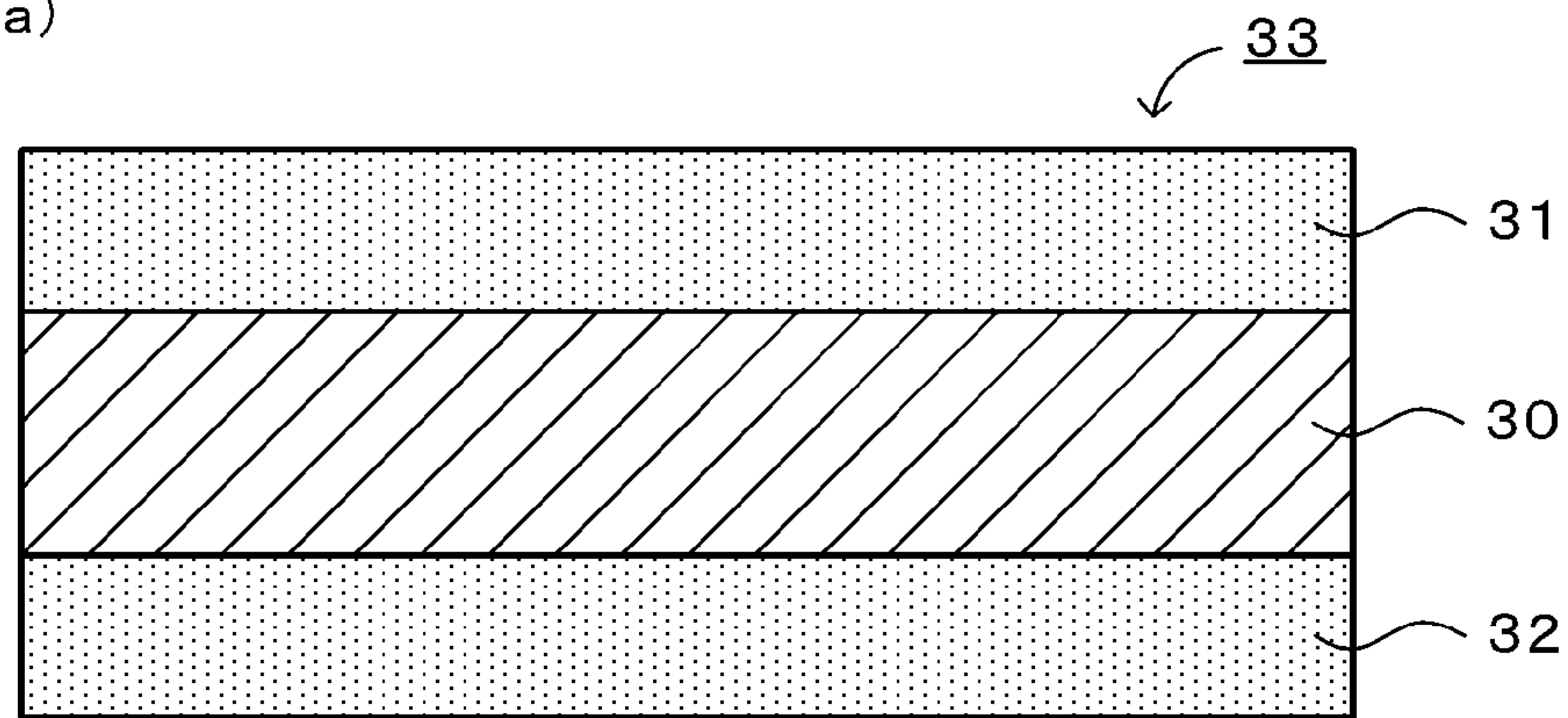
、両方の前記S i C配向前駆体層内の結晶を前記S i C種結晶基板の結晶成長面から配向させながら成長させる工程と、
を含むS i C基板の製法。

[図1]

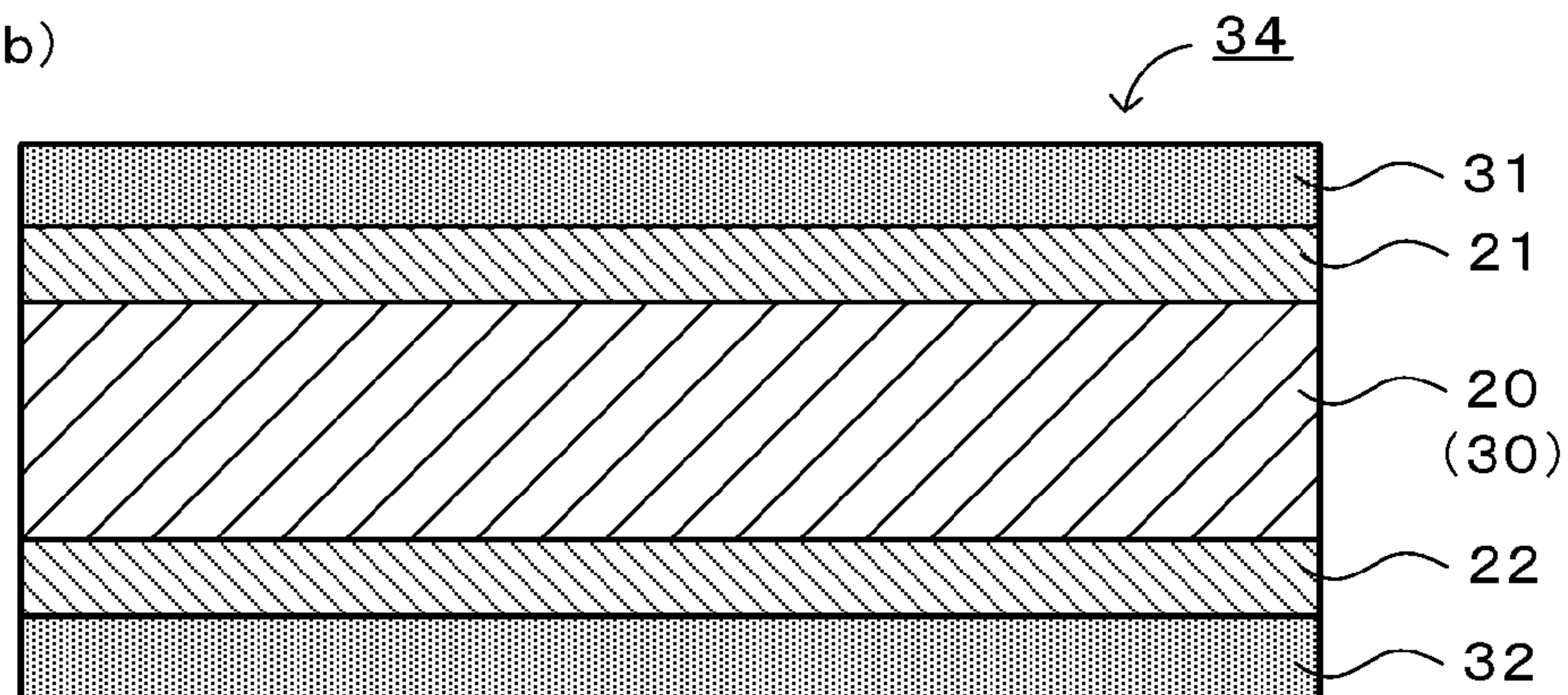


[図2]

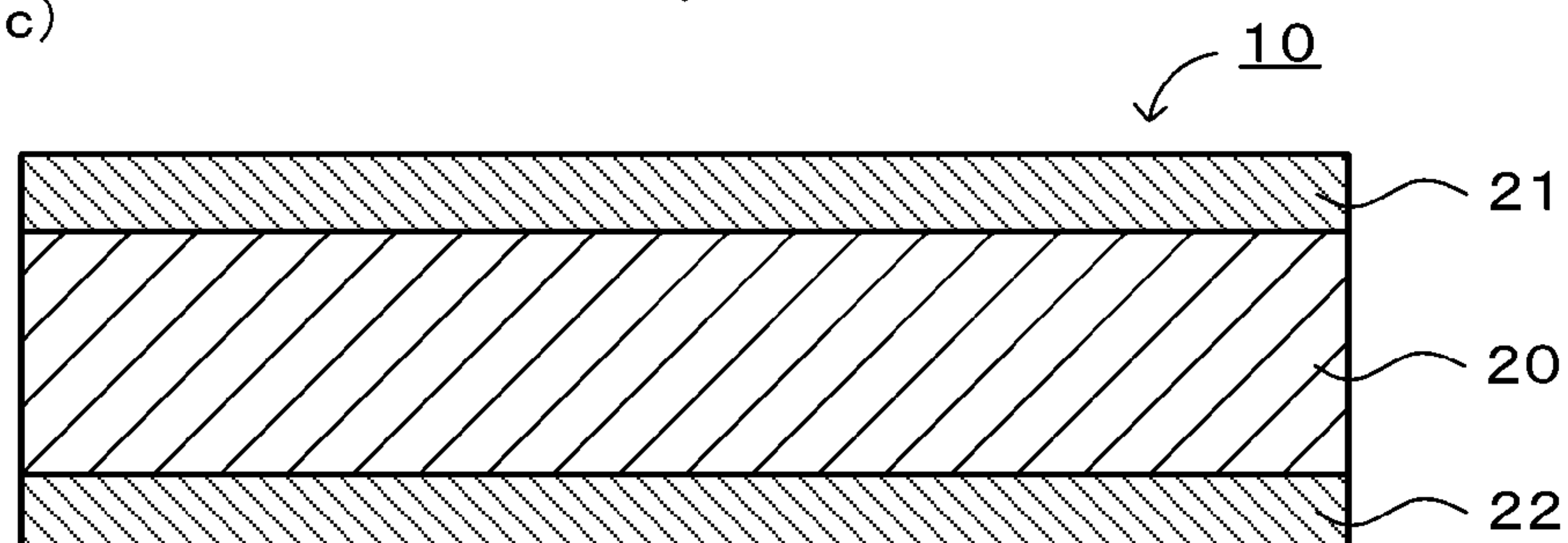
(a)



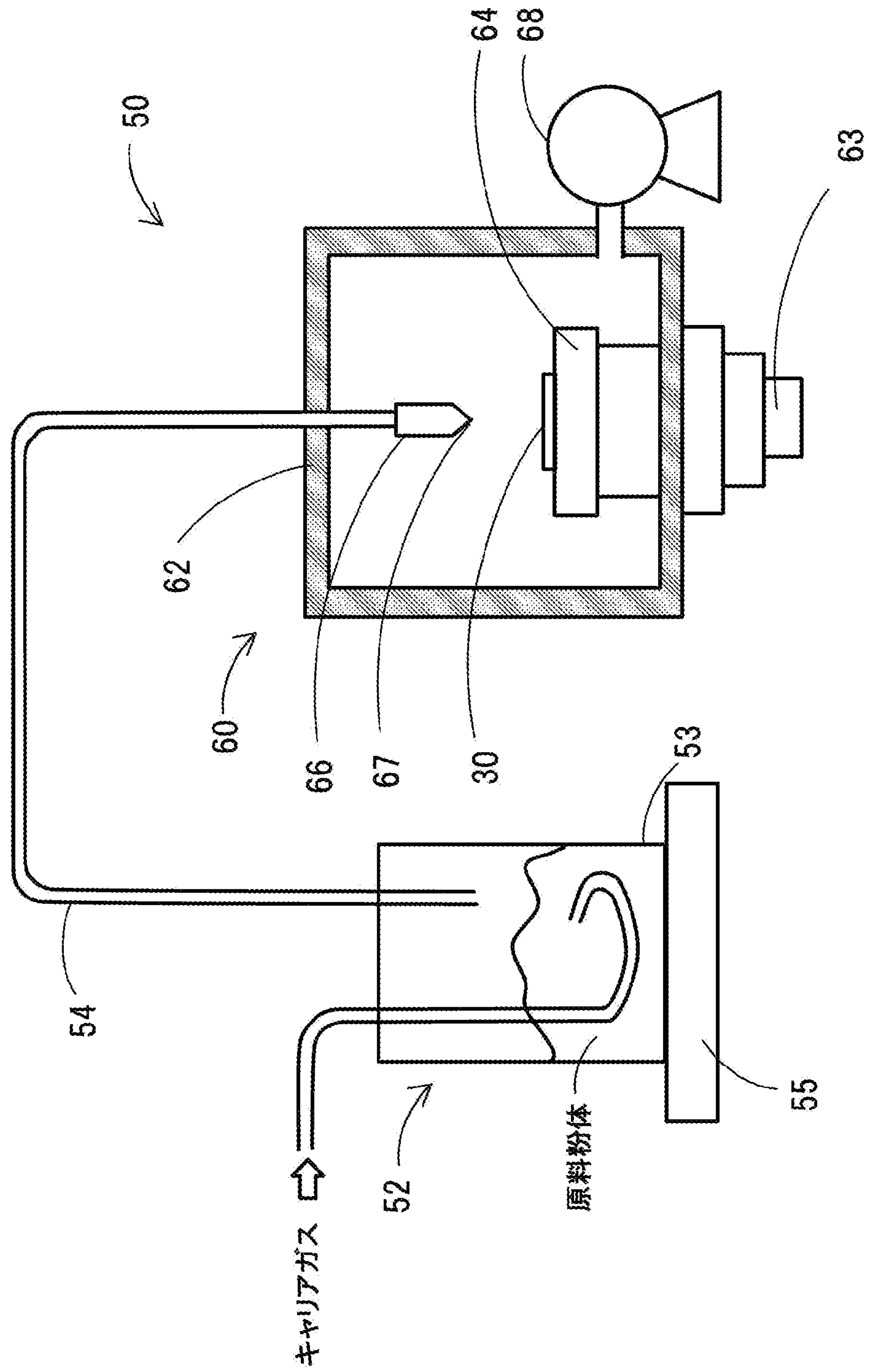
(b)



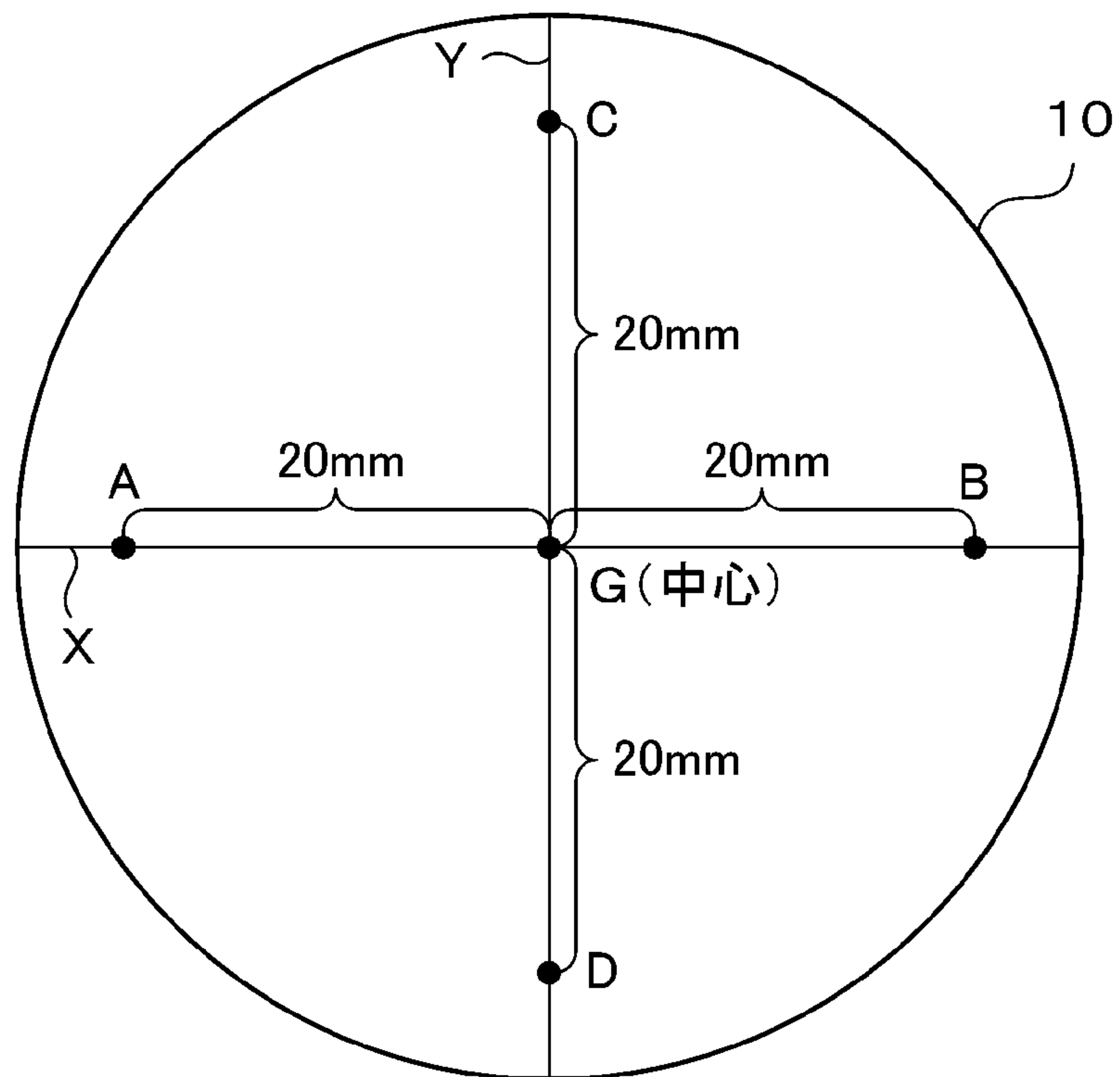
(c)



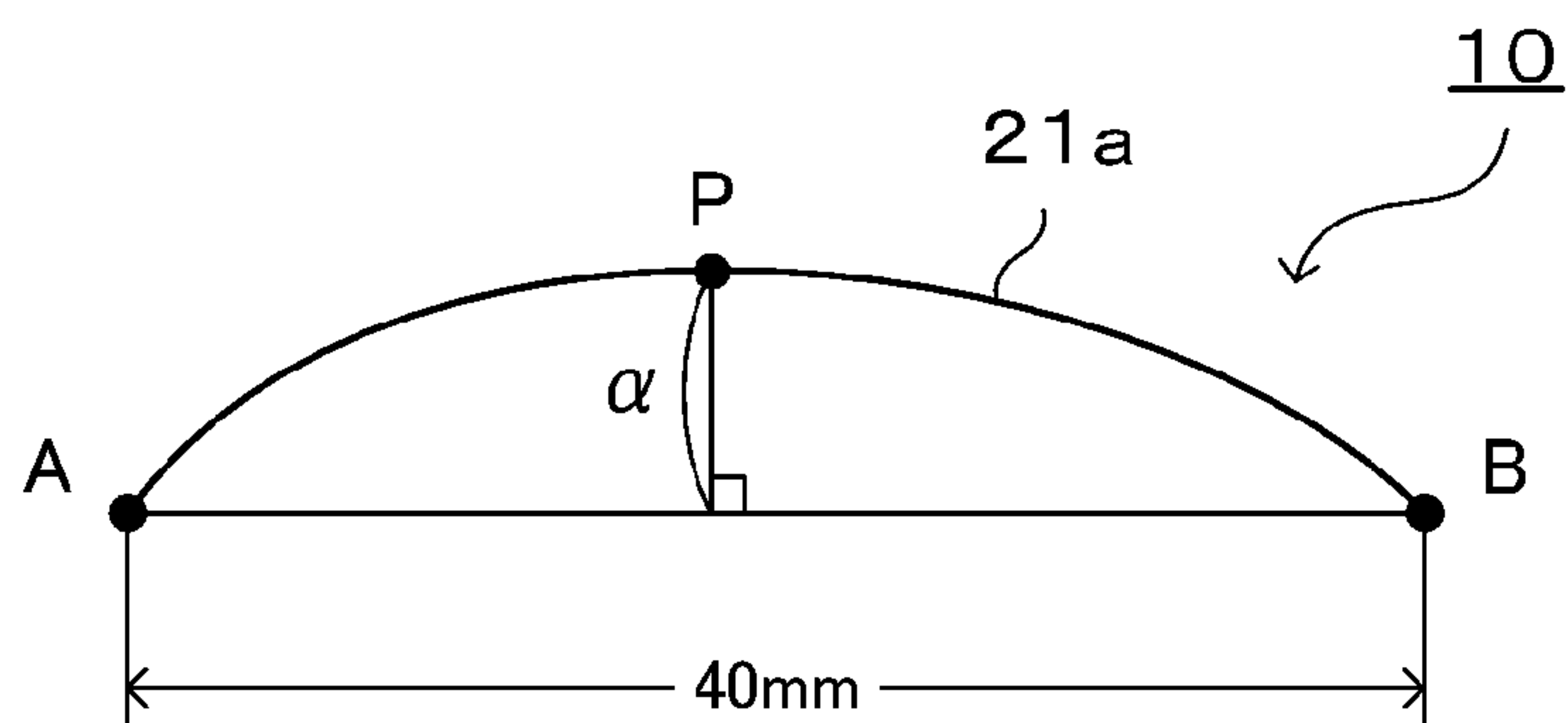
[図3]



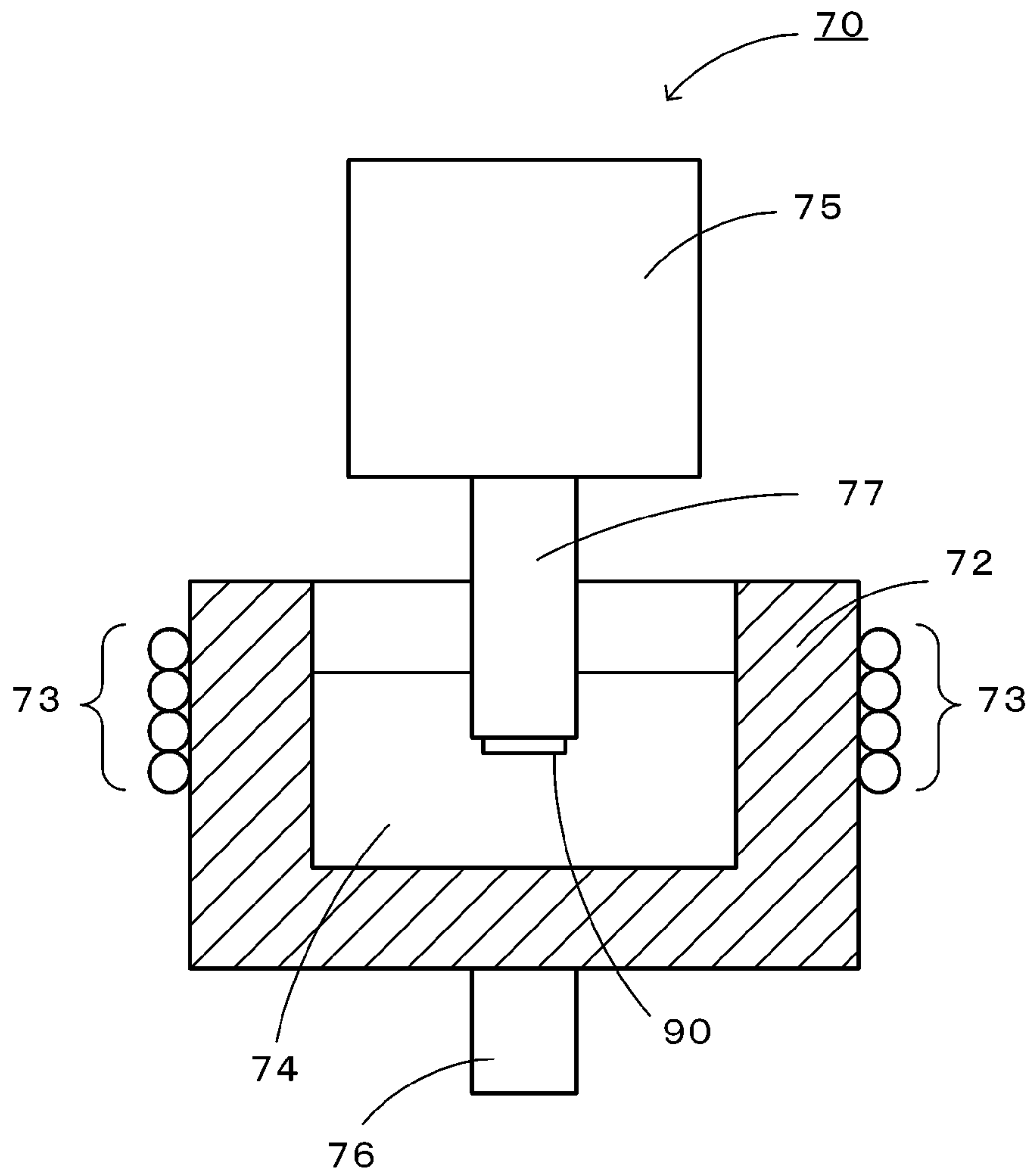
[図4]



[図5]

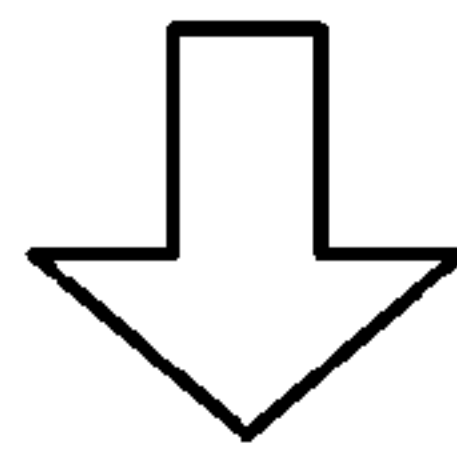
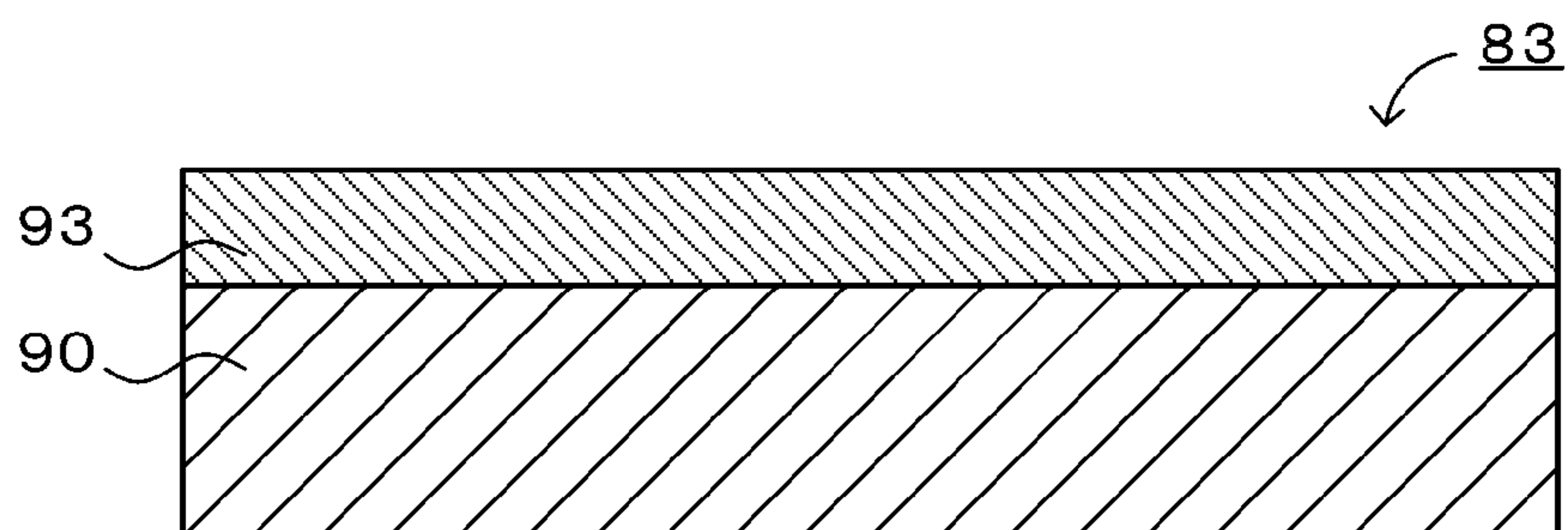


[図6]

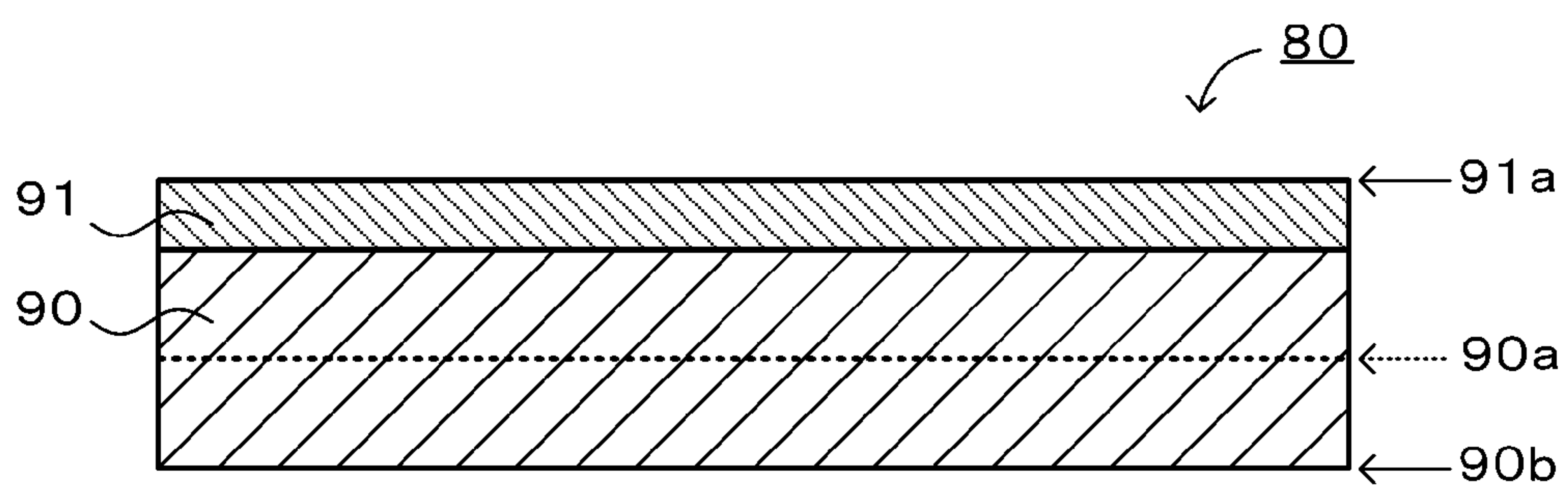


[図7]

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2020/041998

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER C30B 29/36(2006.01)i; C30B 25/20(2006.01)i; H01L 21/02(2006.01)i; H01L 21/20(2006.01)i; H01L 21/203(2006.01)i; H01L 21/205(2006.01)i FI: C30B29/36 A; C30B25/20; H01L21/203 Z; H01L21/20; H01L21/02 B; H01L21/205 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; C30B25/20; H01L21/02; H01L21/20; H01L21/203; H01L21/205 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 1971-2021 Registered utility model specifications of Japan 1996-2021 Published registered utility model applications of Japan 1994-2021 Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)														
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT														
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.												
Y	JP 2001-158696 A (TOYOTA CENTRAL R&D LABS., INC.) 12 June 2001 (2001-06-12) paragraphs [0023]-[0062], fig. 3-5	1-6												
Y	JP 11-147794 A (NIPPON PILLARPACKING CO., LTD.) 02 June 1999 (1999-06-02) paragraphs [0011]-[0015]	1-6												
Y	JP 2000-053500 A (NIPPON PILLARPACKING CO., LTD.) 22 February 2000 (2000-02-22) paragraphs [0010]-[0017]	1-6												
☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.														
<table><tr><td>* Special categories of cited documents:</td><td>"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</td></tr><tr><td>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</td><td>"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</td></tr><tr><td>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</td><td>"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</td></tr><tr><td>"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)</td><td>"&" document member of the same patent family</td></tr><tr><td>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</td><td></td></tr><tr><td>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</td><td></td></tr></table>			* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention	"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone	"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art	"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family	"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention													
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone													
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art													
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family													
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means														
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed														
Date of the actual completion of the international search 13 January 2021 (13.01.2021)		Date of mailing of the international search report 26 January 2021 (26.01.2021)												
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer Telephone No.												

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2020/041998

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
JP 2001-158696 A	12 Jun. 2001	(Family: none)	
JP 11-147794 A	02 Jun. 1999	US 6053973 A	
		columns 3-4	
		EP 916750 A1	
		TW 446765 B	
		CA 2252980 A1	
JP 2000-053500 A	22 Feb. 2000	JP 2936479 B1	

A.

発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

C30B 29/36(2006.01)i; C30B 25/20(2006.01)i; H01L 21/02(2006.01)i; H01L 21/20(2006.01)i;
H01L 21/203(2006.01)i; H01L 21/205(2006.01)i
FI: C30B29/36 A; C30B25/20; H01L21/203 Z; H01L21/20; H01L21/02 B; H01L21/205

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））

C30B29/36; C30B25/20; H01L21/02; H01L21/20; H01L21/203; 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

1922 - 1996 年

日本国公開実用新案公報

1971 - 2021 年

日本国実用新案登録公報

1996 - 2021 年

日本国登録実用新案公報

1994 - 2021 年

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

C.

関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2001-158696 A（株式会社豊田中央研究所）12.06.2001（2001 - 06 - 12） [0023]-[0062], 図3-図5	1-6
Y	JP 11-147794 A（日本ピラー工業株式会社）02.06.1999（1999 - 06 - 02） [0011]-[0015]	1-6
Y	JP 2000-053500 A（日本ピラー工業株式会社）22.02.2000（2000 - 02 - 22） [0010]-[0017]	1-6

☐ 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

13.01.2021

国際調査報告の発送日

26.01.2021

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）

▲高▼橋 真由 4G 4490

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

様式 PCT/ISA/210（第2ページ）（2015年1月）

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/JP2020/041998

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2001-158696	A	12.06.2001	(ファミリーなし)	
JP	11-147794	A	02.06.1999	US	6053973 A
				第3欄-第4欄	
				EP	916750 A1
				TW	446765 B
				CA	2252980 A1
JP	2000-053500	A	22.02.2000	JP	2936479 B1