



(12) 发明专利申请



(10) 申请公布号 CN 117940620 A

(43) 申请公布日 2024. 04. 26

(21) 申请号 202180102294.7

(22) 申请日 2021.12.22

(30) 优先权数据

2021-167477 2021.10.12 JP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2024.03.12

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2021/047648 2021.12.22

(87) PCT国际申请的公布数据

W02023/062850 JA 2023.04.20

(71) 申请人 日本碍子株式会社

地址 日本国爱知县

(72) 发明人 宫风里纱 松岛洁 吉川润

(74) 专利代理机构 北京汇思诚业知识产权代理有限公司 11444

专利代理师 龚敏 王刚

(51) Int. Cl.

C30B 29/36 (2006.01)

C04B 35/577 (2006.01)

C30B 1/02 (2006.01)

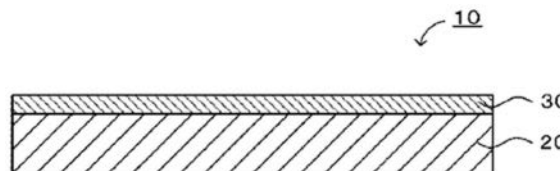
权利要求书1页 说明书11页 附图2页

(54) 发明名称

包含稀土的SiC基板和SiC复合基板

(57) 摘要

本发明提供一种能够减少基板加工时的破裂和裂纹的包含稀土的SiC基板。该包含稀土的SiC基板具备B的浓度 C_B 相对于稀土元素的浓度 C_{RE} 的比 C_B/C_{RE} 为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^5$ 的双轴取向SiC层。



1. 一种包含稀土的SiC基板,其特征在于,具备双轴取向SiC层,所述双轴取向SiC层的B的浓度 C_B 相对于稀土元素的浓度 C_{RE} 的比 C_B/C_{RE} 为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^5$ 。
2. 根据权利要求1所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述 C_B/C_{RE} 为 $1.0 \times 10^0 \sim 1.0 \times 10^4$ 。
3. 根据权利要求1或2所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述稀土元素的浓度 C_{RE} 为 $3.0 \times 10^{13} \sim 9.0 \times 10^{15}$ atoms/cm³。
4. 根据权利要求1~3中任一项所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述稀土元素的浓度 C_{RE} 为 $1.0 \times 10^{14} \sim 9.0 \times 10^{15}$ atoms/cm³。
5. 根据权利要求1~4中任一项所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述B的浓度 C_B 为 $4.5 \times 10^{14} \sim 1.0 \times 10^{18}$ atoms/cm³。
6. 根据权利要求1~5中任一项所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述B的浓度 C_B 为 $1.0 \times 10^{15} \sim 1.0 \times 10^{18}$ atoms/cm³。
7. 根据权利要求1~6中任一项所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述稀土元素为Y和/或Ce。
8. 根据权利要求1~7中任一项所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述稀土元素为Y。
9. 根据权利要求1~8的任一项所述的包含稀土的SiC基板,其中,所述双轴取向SiC层沿c轴方向和a轴方向取向。
10. 一种SiC复合基板,其特征在于,具备SiC单晶基板和所述SiC单晶基板上的权利要求1~9中任一项所述的包含稀土的SiC基板。

包含稀土的SiC基板和SiC复合基板

技术领域

[0001] 本发明涉及包含稀土的SiC基板和SiC复合基板。

背景技术

[0002] SiC(碳化硅)作为能够以低损耗控制大电压和大功率的宽带隙材料而受到关注。特别是近年来,使用了SiC材料的半导体功率器件(SiC功率器件)与使用Si半导体的半导体功率器件相比,在小型化、低消耗功率化以及高效率化方面表现优异,因此期待在各种用途中使用。例如,通过采用SiC功率器件,能够使适用于电动汽车(EV)、插电式混合动力车辆(PHEV)的转换器、变换器、车载充电器等小型化而提高效率。

[0003] 为了制作SiC功率器件,需要使SiC单晶在SiC单晶基板上外延生长。已有报道在作为SiC单晶的生长方法已知的液相生长法中,为了提高作为液相使用的溶剂的碳溶解度、增加生长速度而优选使用Y。例如,在专利文献1(日本特开2019-19037号公报)中,公开了使SiC晶种的晶体生长面与包含Si、Y和C的溶液接触,使SiC在该晶体生长面上生长晶体的SiC单晶的制造方法,实现了兼顾SiC单晶的晶体生长速度的提高和金属杂质(Cr、Ti)的浓度降低。另外,在该文献中,还记载了得到的SiC单晶的Y浓度可以为 $1 \times 10^{14} \sim 5 \times 10^{15}/\text{cm}^3$ 。另外,在专利文献2(日本特开2012-46384号公报)中,公开了利用含有60at%以上的稀土元素的熔液的溶液生长法的SiC单晶的制造方法。在该文献中,作为稀土元素的例子,记载了Sc、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb和Lu,其中优选Dy。

现有技术文献

专利文献

[0004] 专利文献1:日本特开2019-19037号公报

专利文献2:日本特开2012-46384号公报

发明内容

[0005] 通过如上所述使用稀土元素,能够提高SiC单晶的品质,但仅仅如此并不足够。例如,如果在SiC单晶中仅添加稀土元素(例如Y),则由于晶格常数的变化而在晶体中产生应变、在晶体生长中宏观台阶(macrostep)巨大化而产生溶剂的卷入、异质多型等宏观缺陷,从而在磨削、研磨等加工中可能在SiC基板中产生大量破裂、裂纹。

[0006] 本发明人等此次得到了如下见解:通过使包含稀土的SiC基板以规定的浓度比含有硼(B),能够减少基板加工时的破裂和裂纹。

[0007] 因此,本发明的目的在于提供能够减少基板加工时的破裂和裂纹的包含稀土的SiC基板。

[0008] 根据本发明的一个方面,提供一种包含稀土类的SiC基板,其具备双轴取向SiC层,所述双轴取向SiC层的B的浓度 C_B 相对于稀土元素的浓度 C_{RE} 的比 C_B/C_{RE} 为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^5$ 。

[0009] 根据本发明的另一个方面,提供一种SiC复合基板,其具备SiC单晶基板和所述SiC

单晶基板上的所述包含稀土的SiC基板。

附图说明

- [0010] 图1是SiC复合基板10的纵向截面图。
图2是SiC复合基板10的制造工序图。
图3是表示气溶胶沉积(AD)装置50的结构示意图。

具体实施方式

[0011] 包含稀土的SiC基板

本发明涉及的包含稀土的SiC基板具备包含稀土元素和硼(B)的双轴取向SiC层。双轴取向SiC层中,B的浓度 C_B 相对于稀土元素的浓度 C_{RE} 的比 C_B/C_{RE} 为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^5$ 。这样,通过使包含稀土的SiC基板(具体而言为双轴取向SiC层)以规定的浓度比含有硼(B),能够减少基板加工时的破裂和裂纹。因此,本发明的包含稀土的SiC基板能够以高成品率进行制造和加工。

[0012] 如上所述,通过使用稀土元素,能够提高SiC单晶的品质,但如果在SiC单晶中仅添加稀土元素(例如Y),则在磨削、研磨等加工中在SiC基板上会产生大量破裂、裂纹。关于这一点,根据本发明,能够良好地消除该问题。其机理尚不清楚,但可以认为:通过在基板内部不仅存在稀土元素、还存在B, SiC晶体内的应变得得到缓和,结果加工时的破裂、裂纹减少。

[0013] 本发明的包含稀土的SiC基板所具备的双轴取向SiC层中,B的浓度 C_B 相对于稀土元素的浓度 C_{RE} 的比 C_B/C_{RE} 为 $1.0 \times 10^{-2} \sim 1.0 \times 10^5$ 。所述 C_B/C_{RE} 优选为 $1.0 \times 10^0 \sim 1.0 \times 10^4$ 。通过设为这样的浓度比,能够更有效地减少基板加工时的破裂和裂纹。

[0014] 稀土元素的浓度 C_{RE} 优选为 $3.0 \times 10^{13} \sim 9.0 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$,更优选为 $1.0 \times 10^{14} \sim 9.0 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 。B的浓度 C_B 优选为 $4.5 \times 10^{14} \sim 1.0 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$,更优选为 $1.0 \times 10^{15} \sim 1.0 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 。通过设为这样的稀土元素和B的浓度,能够更有效地减少基板加工时的破裂和裂纹。

[0015] 作为双轴取向SiC层中包含的稀土元素的例子,可举出Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、Sc和它们的组合。从减少破裂和裂纹的观点出发,所述稀土元素优选为Y和/或Ce,更优选为Y。

[0016] 双轴取向SiC层优选沿c轴方向和a轴方向取向。另外,包含稀土的SiC基板优选由双轴取向SiC层构成。双轴取向SiC层只要沿c轴和a轴的双轴方向取向,就既可以是SiC单晶,也可以是SiC多晶,还可以是镶嵌晶体。镶嵌晶体是指虽不具有清晰的晶界、但晶体的取向方位在c轴和a轴的一方或双方稍有不同的晶体的集合体。取向的评价方法没有特别限定,例如可以使用EBSD(Electron Back Scatter Diffraction Patterns;电子背散射衍射花样)法、X射线极图等公知的分析方法。例如,在使用EBSD法的情况下,测定双轴取向SiC层的表面(板面)或与板面正交的截面的反极图面分布图(Inverse Pole Figure mapping)。在得到的反极图面分布图中,在满足(A)沿板面的大致法线方向的特定方位(第一轴)取向、(B)沿与第一轴正交的大致板面内方向的特定方位(第二轴)取向、(C)从第一轴的倾斜角度分布在 $\pm 10^\circ$ 以内和(D)从第二轴的倾斜角度分布在 $\pm 10^\circ$ 以内这四个条件时,能够定义为沿大致法线方向和大致板面方向这2轴取向。换言之,在满足上述4个条件的情况下,判断为

沿c轴和a轴这2轴取向。例如在板面的大致法线方向沿c轴取向的情况下,大致板面内方向只要沿与c轴正交的特定方位(例如a轴)取向即可。双轴取向SiC层只要沿大致法线方向和大致板面内方向这2轴取向即可,但优选为大致法线方向沿c轴取向。大致法线方向和/或大致板面内方向的倾斜角度分布越小,双轴取向SiC层的镶嵌性越小,越接近于零则越接近单晶。因此,从双轴取向SiC层的可结晶性的观点出发,倾斜角度分布优选在大致法线方向及大致板面方向都小,例如更优选为 $\pm 5^\circ$ 以下,进一步优选为 $\pm 3^\circ$ 以下。

[0017] SiC复合基板

本发明的包含稀土的SiC基板优选为SiC复合基板的形态。即,根据本发明的优选方式,提供一种SiC复合基板,其具备SiC单晶基板和SiC单晶基板上的上述包含稀土的SiC基板。这样,通过使SiC复合基板具备具有以规定的浓度比包含稀土元素和硼(B)的双轴取向SiC层的包含稀土的SiC基板,能够减少基板加工时的破裂和裂纹。

[0018] SiC单晶基板典型的是由SiC单晶构成的层,具有晶体生长面。SiC单晶的多型、偏角和极性没有特别限定,多型优选4H或6H,偏角优选为从单晶SiC的[0001]轴起 $0.1 \sim 12^\circ$,极性优选为Si面。更优选地,多型为4H、偏角为从单晶SiC的[0001]轴起 $1 \sim 5^\circ$ 、极性为Si面。

[0019] 本发明的包含稀土的SiC基板可以是双轴取向SiC层单独的自支撑基板的形态,也可以是伴有SiC单晶基板的SiC复合基板的形态。因此,根据需要,双轴取向SiC层也可以最终从SiC单晶基板分离。SiC单晶基板的分离通过公知的方法进行即可,没有特别限定。例如,可举出用线锯分离双轴取向SiC层的方法、通过放电加工分离双轴取向SiC层的方法、利用激光分离双轴取向SiC层的方法等。另外,在SiC单晶基板上使双轴取向SiC层外延生长的方式的情况下,也可以在将SiC单晶基板分离后,将双轴取向SiC层设置在其它支撑基板上。其它支撑基板的材质没有特别限定,从材料物性的观点出发选择合适的材质即可。例如从热导率的观点出发,可举出Cu等金属基板;SiC、AlN等陶瓷基板等。

[0020] SiC复合基板的制造方法

具备本发明的包含稀土的SiC基板的SiC复合基板可以优选通过如下方式制造:(a)在SiC单晶基板上形成规定的取向驱体层,(b)在SiC单晶基板上对取向驱体层进行热处理,将其中至少SiC单晶基板附近的部分转换为包含稀土的SiC基板(双轴取向SiC层),根据期望(c)实施磨削、研磨等加工,使双轴取向SiC层的表面露出。然而,SiC复合基板的制造方法没有限定,只要能够得到包含稀土元素的SiC基板即可。例如,既可以是CVD、升华法那样的气相法,也可以是溶液法那样的液相法。双轴取向SiC层中的B的浓度可以通过调节在原料中添加的硼、硼化合物(例如碳化硼)的量、或预烧原料、或向SiC单晶蒸镀金属硼来控制。根据这样的制造方法,能够优选地制作具备控制了稀土元素与B的浓度比的双轴取向SiC层的包含稀土的SiC基板,能够有效地减少包含稀土的SiC基板或使用其的SiC复合基板加工时的破裂和裂纹。

[0021] 以下,说明SiC复合基板的优选制造方法。图1是SiC复合基板10的纵截面图(以包含SiC复合基板10的中心轴的面纵向切断SiC复合基板10后的截面图),图2是SiC复合基板10的制造工序图。

[0022] 如图1所示,本实施方式的SiC复合基板10具备SiC单晶基板20和SiC单晶基板上的包含稀土的SiC基板30(相当于本发明的包含稀土的SiC基板)。

[0023] (a)取向驱体层的形成工序(参照图2(a))

取向前驱体层40通过后述的热处理而成为包含稀土的SiC基板(双轴取向SiC层)30。在取向前驱体层40的形成工序中,在SiC单晶基板20的晶体生长面形成取向前驱体层40。

[0024] 取向前驱体层40的形成方法可以采用公知的方法。取向前驱体层40的形成方法例如可举出AD(气溶胶沉积)法、HPPD(超音速等离子体粒子沉积法)法等固相成膜法;溅射法、蒸镀法、升华法、各种CVD(化学气相生长)法等气相成膜法;溶液生长法等液相成膜法,可以使用将取向前驱体层40直接形成在SiC单晶基板20上的方法。作为CVD法,例如能够使用热CVD法、等离子体CVD法、雾化(mist)CVD法、MO(有机金属)CVD法等。另外,作为取向前驱体层40,可以使用预先通过升华法、各种CVD法、烧结等制作的多晶体,载置在SiC单晶基板20上的方法。或者,也可以是预先制作取向前驱体层40的成型体,将该成型体载置在SiC单晶基板20上的方法。这样的取向前驱体层40可以通过流延成型而制作的流延成型体,也可以是通过单轴压制等加压成型而制作的压粉体。

[0025] 在形成这些取向前驱体层40时,优选在取向前驱体层40的原料中包含稀土化合物。作为稀土化合物,没有特别限定,可举出上述17种稀土元素中的至少1种元素的氧化物、氮化物、碳化物和氟化物等。作为稀土化合物,优选稀土元素的氧化物,更优选Y的氧化物(氧化钇)、Ce的氧化物(氧化铈)。如上所述,最终得到的双轴取向SiC层中的稀土元素与B的浓度比例例如可以通过调节在原料中添加的硼、硼化合物(例如碳化硼)的量,或预烧原料,或向SiC单晶蒸镀金属硼而控制。

[0026] 需要说明的是,在SiC单晶基板20上直接形成取向前驱体层40的方法中,在使用各种CVD法、升华法、溶液生长法等的情况下,有时不经过后述的热处理工序而在SiC单晶基板20上发生外延生长,使包含稀土的SiC基板30成膜。但是,取向前驱体层40优选在形成时为不取向的状态、即非晶态、无取向的多晶,在后段的热处理工序中以SiC单晶作为晶种而使其取向。由此,能够有效地减少到达包含稀土的SiC基板30的表面的晶体缺陷。其原因尚不清楚,但认为有可能是因为暂时成膜的固相的取向前驱体层以SiC单晶为晶种而发生晶体结构的重排,这一过程也能对晶体缺陷的消除产生效果。因此,在使用各种CVD法、升华法、溶液生长法等的情况下,优选选择在取向前驱体层40的形成工序中不发生外延生长的条件。

[0027] 然而,优选通过AD法、各种CVD法在SiC单晶基板20上直接形成取向前驱体层40的方法、或者将通过升华法、各种CVD法、烧结等另行制作的多晶体载置于SiC单晶基板20上的方法。通过使用这些方法,能够在比较短的时间内形成取向前驱体层40。AD法不需要高真空的工艺,成膜速度也相对快,因此特别优选。在使用预先制作的多晶体作为取向前驱体层40的方法中,为了提高多晶体与SiC单晶基板20的密合性,需要设法预先使多晶体的表面充分平滑等。因此,从成本方面考虑,优选直接形成取向前驱体层40的方法。另外,将预先制作的成型体载置于SiC单晶基板20上的方法作为简易的方法也是优选的,但由于取向前驱体层40由粉末构成,因此需要在后述的热处理工序中将其进行烧结的工艺。任一方法均可以使用公知的条件,以下对通过AD法或热CVD法在SiC单晶基板20上直接形成取向前驱体层40的方法和将预先制作的成型体载置于SiC单晶基板20上的方法进行说明。

[0028] AD法是将微粒、微粒原料与气体混合而气溶胶化,将该气溶胶从喷嘴高速喷射而与基板碰撞,形成被膜的技术,具有能够在常温下形成被膜的特征。将这样的AD法中使用的

成膜装置(AD装置)的一例示于图3。图3所示的AD装置50被构成为在比大气压低的气压的气氛下将原料粉末喷射到基板上的AD法中使用的装置。该AD装置50具备:生成包含原料成分的原料粉末的气溶胶的气溶胶生成部52;以及向SiC单晶基板20喷射原料粉末而形成包含原料成分的膜的成膜部60。气溶胶生成部52具备:收容原料粉末,接收来自未图示的储气瓶的载气的供给而生成气溶胶的气溶胶生成室53;将生成的气溶胶向成膜部60供给的原料供给管54;和对空气溶胶生成室53和其中的气溶胶以10~100Hz的振动频率施加振动的激振器55。成膜部60具备:向SiC单晶基板20喷射气溶胶的成膜腔62、配设于成膜腔62的内部并固定SiC单晶基板20的基板架64、以及使基板架64沿X轴-Y轴方向移动的X-Y工作台63。另外,成膜部60具备:在前端形成狭缝67并将气溶胶向SiC单晶基板20喷射的喷射喷嘴66和对成膜腔62进行减压的真空泵68。喷射喷嘴66安装于原料供给管54的前端。

[0029] 已知AD法根据成膜条件有可能出现在膜中产生气孔的情况、膜成为压粉体的情况。例如,容易受到原料粉末对基板的碰撞速度、原料粉末的粒径、气溶胶中的原料粉末的凝聚状态、单位时间的喷射量等的影响。关于原料粉末对基板的碰撞速度,受到成膜腔62与喷射喷嘴66内的压差、喷射喷嘴的开口面积等的影响。因此,为了得到致密的取向前驱体层,需要适当地控制这些因素。

[0030] 在热CVD法中,成膜装置可以利用市售的装置等公知的装置。原料气体没有特别限定,作为Si的供给源,可以使用四氯化硅(SiCl_4)气体、硅烷(SiH_4)气体;作为C的供给源,可以使用甲烷(CH_4)气体、丙烷(C_3H_8)气体等。成膜温度优选为1000~2200℃,更优选为1100~2000℃,进一步优选为1200~1900℃。

[0031] 已知在使用热CVD法在SiC单晶基板20上成膜的情况下,有时在SiC单晶基板20上发生外延生长,形成包含稀土的SiC基板30。但是,取向前驱体层40优选在其制作时不为取向的状态、即非晶态或无取向的多晶,在热处理工序时以SiC单晶作为晶种而发生晶体的重排。已知成膜温度、Si源、C源的气体流量和它们的比率、成膜压力等会影响使用热CVD法在SiC单晶上形成非晶态、多晶的层的过程。成膜温度的影响大,从形成非晶态或多晶层的观点出发,优选成膜温度低,优选小于1700℃,更优选为1500℃以下,进一步优选为1400℃以下。但是,成膜温度过低时,成膜速率自身也降低,因此,从成膜速率的观点出发,优选成膜温度高。

[0032] 在使用预先制作的成型体作为取向前驱体层40的情况下,可以将取向前驱体的原料粉末成型而制作。例如,在使用压制成型的情况下,取向前驱体层40为压制成型体。压制成型体可以通过基于公知的方法对取向前驱体的原料粉末进行压制成型来制作,例如,将原料粉末放入模具中,优选以100~400kgf/cm²、更优选以150~300kgf/cm²的压力进行压制来制作即可。此外,成型方法没有特别限定,除了压制成型以外,可以使用流延成型、挤出成型、浇铸成型、刮板法和它们的任意的组合。例如,在使用流延成型的情况下,优选在原料粉末中适当加入粘结剂、增塑剂、分散剂、分散介质等添加物而浆料化,使该浆料通过狭缝状的细的输出口,从而输出并成型为片状。成型为片状的成型体的厚度没有限定,从处理性(handling)的观点出发,优选为5~500μm。此外,在需要厚的取向前驱体层的情况下,将所述片状成型体重叠多片,制成所希望的厚度而使用即可。这些成型体通过之后的在SiC单晶基板20上的热处理,使SiC单晶基板20附近的部分成为包含稀土的SiC基板30。这样的方法中,需要在后述的热处理工序中将成型体烧结。优选在经过将成型体烧结并使其作为多晶

体与SiC单晶基板20成为一体的工序之后,形成包含稀土的SiC基板30。在成型体未经过烧结的状态的情况下,有时无法充分发生以SiC单晶作为晶种的外延生长。因此,成型体除了SiC原料以外,还可以包含烧结助剂等添加物。

[0033] (b) 热处理工序(参照图2(b))

在热处理工序中,通过对在SiC单晶基板20上层叠或载置有取向前驱体层40的层叠体进行热处理,生成包含稀土的SiC基板30。热处理方法只要发生以SiC单晶基板20为晶种的外延生长就没有特别限定,可以在管式炉、加热板等公知的热处理炉中实施。另外,不仅可以使这些常压(无加压)下的热处理,还可以使用热压、HIP等加压热处理、常压热处理和加压热处理的组合。热处理的气氛能够从真空、氮和不活泼气体气氛中选择。热处理温度优选为1700~2700℃。通过提高温度,取向前驱体层40容易以SiC单晶基板20为晶种沿c轴和a轴取向并生长。因此,热处理温度优选为1700℃以上,更优选为1800℃以上,进一步优选为1900℃以上,特别优选为2200℃以上。另一方面,如果温度过高,则有可能导致SiC的一部分因升华而损失,或者SiC发生塑性变形而产生翘曲等不良情况。因此,热处理温度优选为2700℃以下,更优选为2500℃以下。然而,热处理条件会对双轴取向SiC层中的稀土元素、B的含量造成影响,因此优选适当控制其条件(例如热处理温度、保持时间)。从这样的观点出发,热处理温度优选为1900~2700℃,更优选为2200~2600℃,进一步优选为2400~2500℃。另外,其保持时间优选为2小时~30小时,更优选为4小时~20小时。另外,热处理也可以分为多个阶段进行。例如,可以在氮气中以1950℃进行3小时热处理,然后在氩气中以2400℃进行3小时热处理等条件下实施。即使在这样的情况下,热处理温度和合计保持时间也优选在上述范围内。进而,热处理温度、保持时间也与外延生长中产生的包含稀土的SiC基板30的厚度有关,可以适当调整。

[0034] 其中,在使用预先制作的成型体作为取向前驱体层40的情况下,需要在热处理中将其烧结,优选高温下的常压烧成、热压、HIP或它们的组合。例如,在使用热压的情况下,面压优选为50kgf/cm²以上,更优选为100kgf/cm²以上,进一步优选为200kgf/cm²以上,没有特别的上限。另外,只要发生烧结和外延生长,烧成温度也没有特别限定。然而,烧成条件会对双轴取向SiC层中的稀土元素、B的含量造成影响,因此优选适当控制其条件(例如烧成温度、保持时间)。从这样的观点出发,烧成温度优选为1700~2700℃。另外,其保持时间优选为2小时~18小时。烧成时的气氛可以从真空、氮气、不活泼气体气氛、或氮气与不活泼气体的混合气体中选择。另外,与上述同样地,烧成可以分为多个阶段进行,烧成温度和合计保持时间优选为上述范围内。作为原料的SiC粉末可以由 α -SiC和 β -SiC中的至少一者构成,但优选由 β -SiC构成。SiC粉末优选由具有0.01~100 μ m的平均粒径的SiC颗粒构成。需要说明的是,平均粒径是指:用扫描电子显微镜观察粉末,计测100个一次粒子的固定方向最大直径而得到的平均值。

[0035] 在热处理工序中,取向前驱体层40内的晶体一边从SiC单晶基板20的晶体生长面沿c轴和a轴取向一边生长,因此取向前驱体层40从晶体生长面逐渐变为包含稀土的SiC基板30。具备所生成的包含稀土的SiC基板30的SiC复合基板减少了基板加工时的破裂和裂纹。其理由尚不明确,但可以认为通过在基板内部存在稀土元素和B, SiC晶体内的应变得到缓和,由此,基板加工时的破裂、裂纹减少。

[0036] (c) 磨削工序(参照图2(c))

磨削工序中,将热处理工序后残留在包含稀土的SiC基板30上的取向前驱体层40磨削除去,使包含稀土的SiC基板30的表面露出,使用金刚石磨粒对露出的表面进行研磨加工,进而进行CMP(化学机械研磨)精加工。由此,得到SiC复合基板10。

[0037] 需要说明的是,本发明不受上述实施方式的任何限定,只要属于本发明的技术范围,当然能够以各种方式实施。例如,在上述实施方式中,在SiC单晶基板20上仅设置了1层包含稀土的SiC基板30,但也可以设置2层以上。具体而言,通过在SiC复合基板10的包含稀土的SiC基板30上层叠取向前驱体层40,依次进行热处理和磨削,能够在包含稀土的SiC基板30上设置第2层的包含稀土的SiC基板30。

实施例

[0038] 通过以下的示例进一步具体地说明本发明。

[0039] 例1

(1) 取向前驱体层的制作

相对于100重量%的市售的微细 β -SiC粉末(体积基准D50粒径:0.7 μm),将9.0重量%的氧化钇粉末(体积基准D50粒径:0.1 μm)、15.0重量%的碳化硼粉末(体积基准D50粒径:0.5 μm)使用SiC球在乙醇中进行球磨机混合24小时,进行干燥,由此得到混合粉末(原料粉末)。作为SiC单晶层,准备市售的SiC单晶基板(n型4H-SiC、直径约100mm(4英寸)、Si面、(0001)面、偏离角4°、厚度0.35mm、无定向平面(日语:オリフラなし)),利用图3所示的AD装置50将混合粉末喷射到SiC单晶基板上,形成AD膜(取向前驱体层)。

[0040] AD成膜条件如下。首先,以 N_2 为载气,使用形成有长边5mm \times 短边0.4mm的狭缝的陶瓷制的喷嘴进行成膜。喷嘴的扫描条件为:以0.5mm/s的扫描速度,反复进行在垂直于狭缝的长边且前进的方向上移动105mm、在狭缝的长边方向上移动5mm、在垂直于狭缝的长边且返回的方向上移动105mm、在狭缝的长边方向且与初始位置相反的方向上移动5mm的扫描,在狭缝的长边方向上从初始位置移动了105mm的时刻,向与之前相反的方向进行扫描,返回至初始位置,将这样的循环作为1个循环,将其反复进行1200个循环。这样形成的AD膜的厚度约为120 μm 。

[0041] (2) 取向前驱体层的热处理

将形成有作为取向前驱体层的AD膜的SiC单晶基板从AD装置中取出,在 N_2 气氛中以1950 $^\circ\text{C}$ 退火3小时,然后在氩气氛中以2400 $^\circ\text{C}$ 退火3小时。即,对取向前驱体层进行热处理而形成热处理层。

[0042] (3) 磨削和研磨

以得到的热处理层的表面的整个区域与背面(SiC单晶基板的底面)平行的方式用研磨机(1000~6000粒度号的金刚石砂轮)进行平面磨削。接着,按照粒度从大到小的顺序使用金刚石磨粒(粒度为3.0 μm 、1.0 μm 、0.5 μm 和0.1 μm 的金刚石磨粒)对热处理层的表面的整个区域进行研磨加工后,进行化学机械研磨(CMP)精加工,形成目标的厚度和面状态,结束磨削和研磨加工。这样得到SiC基板。

[0043] (4) SiC基板的评价

(4-1) 研磨后的破裂和裂纹发生率

使用工业用显微镜(Nikon制造,ECLIPSE, LV150N),将目镜设为10倍,将物镜设为5倍。以偏振模式和微分干涉模式观察SiC基板的表面整体,在确认到破裂、裂纹的情况下视

为存在破裂、裂纹的基板。此时,仅将长度100 μm 以上的破裂和裂纹计数为破裂和裂纹。在与如上所述制作的SiC基板相同的条件下制作的100片SiC基板中,求出具有长度100 μm 以上的破裂和裂纹的SiC基板的数量,由此算出破裂和裂纹的发生率(%)。

[0044] (4-2) 热处理层(双轴取向SiC层)内的稀土元素和B的含量

在上述(4-1)的评价后,从制作的100片SiC基板中抽取1片,对SiC基板的研磨面进行动态二次离子质谱(D-SIMS)。稀土元素(本例中为Y)和B的分析装置使用CAMECA公司制造的IMS-7f,以一次离子种 O_2^+ 和加速电压11.0kv实施测定。所述测定在热处理层(双轴取向SiC层)的研磨面上实施10个部位。在所述10个部位的各个部位中,测定稀土元素的浓度的最大值和B的浓度的最大值,算出这10个部位的各个最大值的平均值。将该平均值作为双轴取向SiC层中的稀土元素的浓度 C_{RE} (atoms/ cm^3)和B的浓度 C_{B} (atoms/ cm^3)。另外,还求出B的浓度 C_{B} 相对于稀土元素的浓度 C_{RE} 的比 $C_{\text{B}}/C_{\text{RE}}$ 。将得到的结果示于表1。

[0045] (5) 磨削和研磨

在上述(4-2)的评价后,将SiC基板以在与板面正交的方向上通过基板的中心部的方式切断。对切断的试样进行使用金刚石磨粒的研磨加工以使截面平滑化,通过化学机械研磨(CMP)进行镜面精加工。

[0046] (6) SiC基板的评价

(6-1) 双轴取向性

使用EBSD(Electron Back Scatter Diffraction Patterns;电子背散射衍射花样)法,通过以下所示的条件,测定与上述(5)中制作的热处理层的表面(板面)和与板面正交的截面的反极图面分布图,结果倾斜角度分布在大致法线方向和大致板面方向均为 0.01° 以下,因此判断热处理层为沿c轴和a轴取向的双轴取向SiC层。

[0047] <EBSD测定条件>

- 加速电压:15kv
- 点强度:70
- 工作距离:22.5mm
- 步长:0.5 μm
- 试样倾斜角: 70°
- 测定程序:Aztec(version 3.3)

[0048] 例2(比较)

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含10.0重量%的氧化钇粉末、35.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0049] 例3

上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含10.0重量%的氧化钇粉末、34.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0050] 例4

上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含10.0重量%的氧化钇粉末、30.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。

确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0051] 例5

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含11.0重量%的氧化钇粉末、30.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0052] 例6

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含10.0重量%的氧化钇粉末、15.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0053] 例7

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含6.0重量%的氧化钇粉末、15.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0054] 例8

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含5.0重量%的氧化钇粉末、15.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0055] 例9

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含2.0重量%的氧化钇粉末、15.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0056] 例10

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含1.0重量%的氧化钇粉末、15.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0057] 例11

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含7.0重量%的氧化钇粉末、21.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0058] 例12

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含7.0重量%的氧化钇粉末、19.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0059] 例13

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含7.0重量%的氧化钇粉末、9.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0060] 例14

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含7.0重量%的氧化钇粉末、

8.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0061] 例15

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含7.0重量%的氧化钇粉末、7.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0062] 例16

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含7.0重量%的氧化钇粉末、6.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0063] 例17

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含15.0重量%的氧化钇粉末、20.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0064] 例18

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含16.0重量%的氧化钇粉末、20.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0065] 例19

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含25.0重量%的氧化钇粉末、20.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0066] 例20(比较)

在上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含26.0重量%的氧化钇粉末、20.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0067] 例21

上述(1)中,使用相对于100重量%的 α -SiC粉末(体积基准D50粒径:0.7 μm)包含9.0重量%的氧化钇粉末、15.0重量%的碳化硼粉末的原料粉体,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0068] 例22

上述(1)中,使用相对于100重量%的 β -SiC粉末包含9.0重量%的氧化铈粉末(体积基准D50粒径:0.5 μm)、15.0重量%的碳化硼粉末,除此以外,与例1同样地进行SiC基板的制作和评价。确认了得到的热处理层为双轴取向SiC层。结果如表1所示。

[0069] [表1]

表1

	双轴取向SiC层					包含稀土的SiC基板
	各元素的浓度(atoms/cm ³)			各元素的浓度比		破裂和裂纹的发生率 (%)
	C _{RE}		C _B	C _B /C _{RE}		
	Y	Ce	B	B/Y	B/Ce	
例 1	8.7 × 10 ¹⁵	-	1.0 × 10 ¹⁶	1.1 × 10 ⁰	-	2
例 2*	9.8 × 10 ¹⁵	-	1.1 × 10 ²¹	1.1 × 10 ⁵	-	86
例 3	1.1 × 10 ¹⁶	-	9.7 × 10 ²⁰	8.8 × 10 ⁴	-	42
例 4	1.2 × 10 ¹⁶	-	1.3 × 10 ²⁰	1.1 × 10 ⁴	-	43
例 5	1.4 × 10 ¹⁶	-	1.3 × 10 ²⁰	9.3 × 10 ³	-	26
例 6	9.9 × 10 ¹⁵	-	1.2 × 10 ¹⁶	1.2 × 10 ⁰	-	14
例 7	1.6 × 10 ¹⁴	-	1.1 × 10 ¹⁶	6.9 × 10 ¹	-	3
例 8	9.9 × 10 ¹³	-	1.0 × 10 ¹⁶	1.0 × 10 ²	-	10
例 9	3.2 × 10 ¹³	-	1.2 × 10 ¹⁶	3.8 × 10 ²	-	9
例 10	2.8 × 10 ¹³	-	1.1 × 10 ¹⁶	3.9 × 10 ²	-	15
例 11	4.2 × 10 ¹⁴	-	2.8 × 10 ¹⁸	6.7 × 10 ³	-	13
例 12	4.1 × 10 ¹⁴	-	7.7 × 10 ¹⁷	1.9 × 10 ³	-	3
例 13	4.4 × 10 ¹⁴	-	1.3 × 10 ¹⁵	3.0 × 10 ⁰	-	1
例 14	4.1 × 10 ¹⁴	-	9.5 × 10 ¹⁴	2.3 × 10 ⁰	-	11
例 15	4.3 × 10 ¹⁴	-	4.7 × 10 ¹⁴	1.1 × 10 ⁰	-	8
例 16	4.0 × 10 ¹⁴	-	4.4 × 10 ¹⁴	1.1 × 10 ⁰	-	16
例 17	1.1 × 10 ¹⁸	-	1.2 × 10 ¹⁸	1.1 × 10 ⁰	-	25
例 18	1.2 × 10 ¹⁸	-	1.1 × 10 ¹⁸	9.2 × 10 ⁻¹	-	45
例 19	9.8 × 10 ¹⁹	-	1.3 × 10 ¹⁸	1.3 × 10 ⁻²	-	41
例 20*	1.4 × 10 ²⁰	-	1.2 × 10 ¹⁸	8.6 × 10 ⁻³	-	95
例 21	8.5 × 10 ¹⁵	-	1.1 × 10 ¹⁶	1.3 × 10 ⁰	-	2
例 22	-	8.6 × 10 ¹⁵	1.2 × 10 ¹⁶	-	1.4 × 10 ⁰	4

*表示比较例

[0070] 由例1、例3~例19、例21和例22可知, SiC基板加工时的破裂和裂纹的减少是通过在双轴取向SiC层中, 将B的浓度C_B相对于稀土元素的浓度C_{RE}的比C_B/C_{RE}设为1.0 × 10⁻² ~ 1.0 × 10⁵而达成的。另一方面, 由例2和例20(比较)可知, 如果C_B/C_{RE}偏离上述范围, 则SiC基板的破裂和裂纹增加。另外可见, 如果C_B/C_{RE}为1.0 × 10⁰ ~ 1.0 × 10⁴, 则破裂和裂纹进一步减少。可知C_{RE}为3.0 × 10¹³ ~ 9.0 × 10¹⁵ atoms/cm³、进一步为1.0 × 10¹⁴ ~ 9.0 × 10¹⁵ atoms/cm³; C_B为4.5 × 10¹⁴ ~ 1.0 × 10¹⁸ atoms/cm³、进一步为1.0 × 10¹⁵ ~ 1.0 × 10¹⁸ atoms/cm³可以更有效地减少破裂和裂纹。

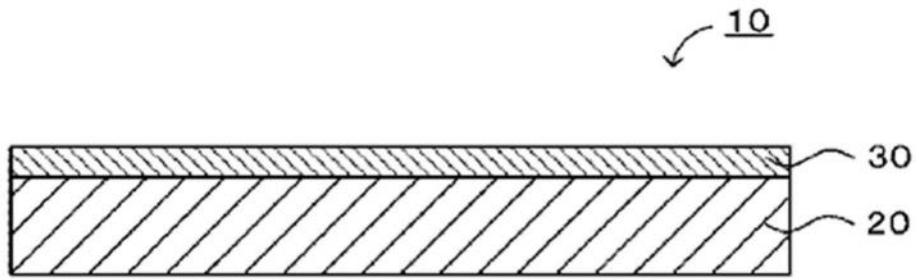


图1

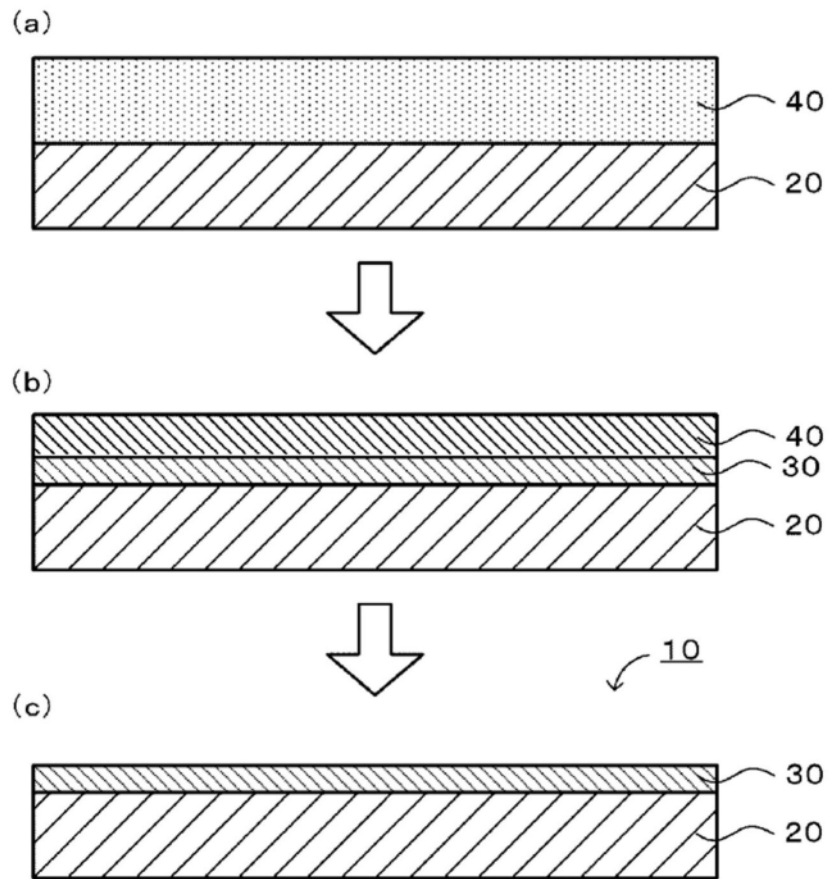


图2

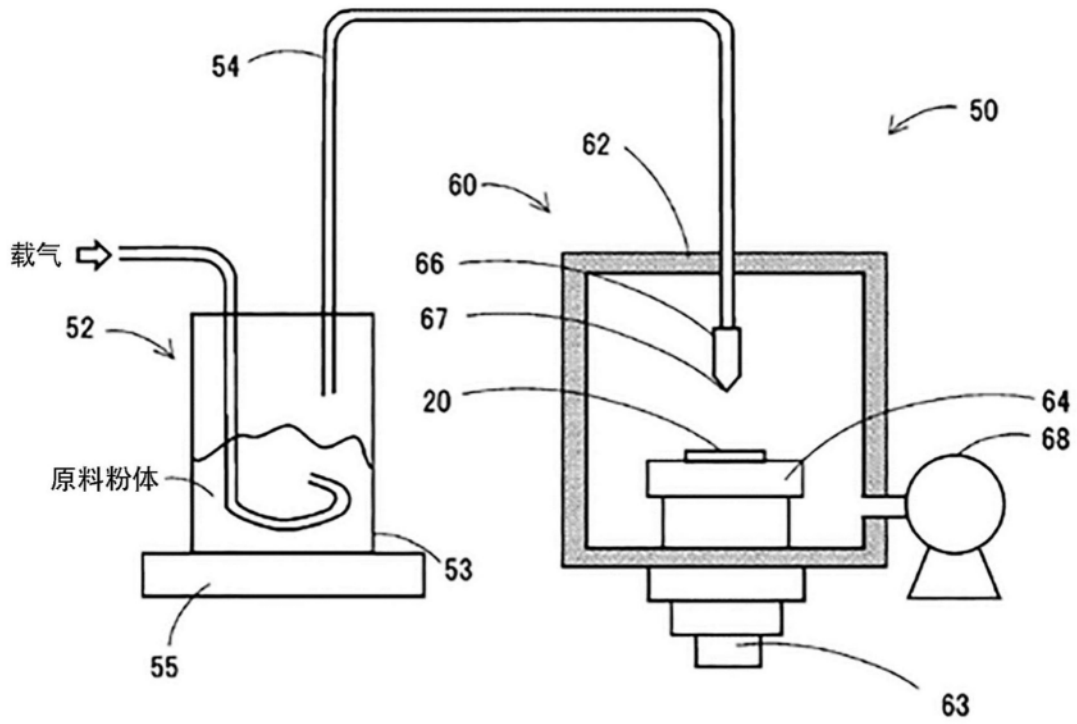


图3