(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2011 年 12 月 22 日(22.12.2011)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2011/158532 A1

(51) 国際特許分類:
H01L 21/20 (2006.01) *H01L 21/02* (2006.01)
C30B 29/36 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2011/054307

(22) 国際出願日: 2011 年 2 月 25 日(25.02.2011)

(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 2010-136209 2010 年 6 月 15 日(15.06.2010) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 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３３号 Osaka (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 西口 太郎 (NISHIGUCHI, Taro) [JP/JP]; 〒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). 原田 真 (HARADA, Shin) [JP/JP]; 〒5540024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目１番３号 住友電気工業株式会社 大阪製作所内 Osaka (JP). 佐々木 信 (SASAKI, Makoto) [JP/JP]; 〒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, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

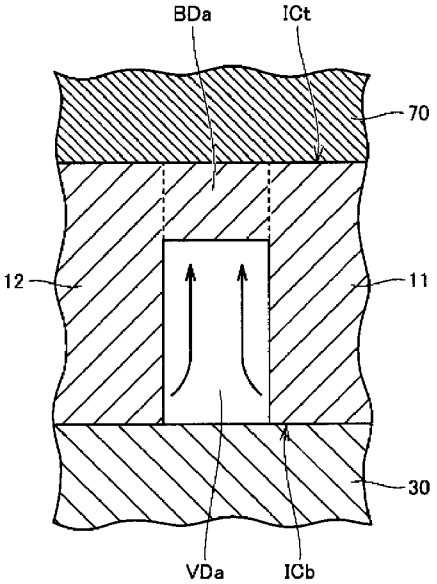
(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI

[続葉有]

(54) **Title**: PROCESS FOR PRODUCTION OF SILICON CARBIDE SINGLE CRYSTAL, AND SILICON CARBIDE SUBSTRATE

(54) 発明の名称 : 炭化珪素単結晶の製造方法および炭化珪素基板

[図6]



(57) **Abstract**: Each of first and second material substrates (11, 12) both made from single crystalline silicon carbide has first and second back surfaces, first and second side surfaces, and first and second front surfaces. The first and second back surfaces are bound to a support (30). The first and second side surfaces face to each other through a gap having an opening between the first and second front surfaces. A sealing part (70) for sealing the gap is formed on the opening. A sublimated material from the first and second side surfaces is deposited on the sealing part (70) to form a bonding part (BDa) for sealing the opening. The sealing part (BDa) is removed. In this manner, silicon carbide single crystals can be grown on the first and second front surfaces.

(57) 要約: 単結晶炭化珪素から作られた第１および第２の材料基板（１１、１２）のそれぞれは、第１および第２の裏面と、第１および第２の側面と、第１および第２の表面とを有する。第１および第２の裏面は支持部（３０）に接合されている。第１および第２の側面は、第１および第２の表面の間に開口を有する隙間を介して互いに対向している。開口上で隙間を閉塞する閉塞部（７０）が形成される。第１および第２の側面からの昇華物を閉塞部（７０）上に堆積させることで、開口を塞ぐ接合部（ＢＤａ）が形成される。閉塞部（ＢＤａ）が除去される。第１および第２の表面の上に炭化珪素単結晶が成長させられる。

WO 2011/158532 A1

(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

明　細　書

発明の名称 ： 炭化珪素単結晶の製造方法および炭化珪素基板

技術分野

[0001] 本発明は炭化珪素単結晶の製造方法および炭化珪素基板に関するものである。

背景技術

[0002] 近年、半導体装置の製造に用いられる半導体基板として炭化珪素基板の採用が進められつつある。炭化珪素は、半導体基板の材料としてより一般的に用いられているシリコンに比べて大きなバンドギャップを有する。そのため炭化珪素基板を用いた半導体装置は、耐圧が高く、オン抵抗が低く、また高温環境下での特性の低下が小さい、といった利点を有する。

[0003] 半導体装置を効率的に製造するためには、ある程度以上の基板の大きさが求められる。米国特許第７３１４５２０号明細書（特許文献１）によれば、７６ｍｍ（３インチ）以上の炭化珪素基板を製造することができるとされている。この明細書に記載の技術においては、昇華法によって種結晶の上に炭化珪素単結晶が成長させられる。この種結晶は、その結晶欠陥密度が小さく、かつ、得ようとする炭化珪素基板の大きさよりも大きい必要がある。しかし一般に結晶欠陥密度を小さくしつつ結晶の大きさを大きくすることは難しい。

[0004] そこで、ひとつの種結晶を用いる代わりに、各々が種結晶として機能する複数の膜を含む基板（種基板）を用いる方法が提案されている。米国特許出願公開第２００４／０１８７７６６号明細書（特許文献２）によれば、複数の膜が転写された基板を種基板として用いて炭化珪素単結晶を成長させることが開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：米国特許第７３１４５２０号明細書

特許文献2：米国特許出願公開第２００４／０１８７７６６号明細書

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら上記の種基板上にエピタキシャル成長が行われる場合、種基板上に転写された複数の膜の境界部分の上に多くの欠陥が発生しやすいので、欠陥の少ない単結晶を得ることが困難である。

[0007] 本発明は、上記の問題点に鑑みてなされたものであり、その目的は、欠陥の少ない炭化珪素単結晶を得ることができる炭化珪素単結晶の製造方法と、この単結晶から作られた炭化珪素基板とを提供することである。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明の炭化珪素単結晶の製造方法は、以下の工程を有する。

まず、支持部と、単結晶構造を有する炭化珪素から作られた第１および第２の材料基板とを有する種基板が準備される。第１の材料基板は、支持部に接合された第１の裏面と、第１の裏面に対向する第１の表面と、第１の裏面および第１の表面をつなぐ第１の側面とを有する。第２の材料基板は、支持部に接合された第２の裏面と、第２の裏面に対向する第２の表面と、第２の裏面および第２の表面をつなぐ第２の側面とを有する。第１および第２の材料基板は、第１および第２の側面が隙間を介して互いに対向するように配置されている。隙間は第１および第２の表面の間に開口を有する。

[0009] 次に、開口上で隙間を閉塞する閉塞部が形成される。次に、第１および第２の側面からの炭化珪素の昇華物を閉塞部上に堆積させることで、開口を塞ぐ接合部が種基板に設けられる。次に閉塞部が除去される。次に、第１および第２の表面の上に、接合部によって塞がれた開口をまたぐ炭化珪素単結晶がエピタキシャル成長させられる。次に、種基板が除去される。

[0010] 本発明の炭化珪素単結晶の製造方法によれば、炭化珪素単結晶が成長させられる前に、種基板の隙間内における炭化珪素の昇華および再結晶によって、開口を塞ぐ接合部が形成される。この接合部の結晶構造は、隙間を挟む第１および第２の材料基板の結晶構造の影響を受けて第１および第２の材料基

板とほぼ同様のものとなる。これにより、第１および第２の表面を含む面が、第１および第２の表面の境界部分、すなわち開口であった部分を含めて結晶学的にほぼ均一な面となる。よってこの第１および第２の表面を含む面の上にエピタキシャル成長が行なわれる際に、第１および第２の表面の境界部の上における欠陥の発生を抑えることができる。これにより欠陥の少ない炭化珪素単結晶を得ることができる。

[0011] 好ましくは、支持部は炭化珪素から作られている。これにより支持部の材料を第１および第２の材料基板と同様のものとすることができる。

[0012] 好ましくは、種基板を準備する工程は、支持部を昇華法によって形成する工程を含む。これにより第１および第２の材料基板の各々と支持部とを容易に接合することができる。

[0013] 好ましくは、第１および第２の材料基板の各々は支持部よりも結晶欠陥密度が小さい。これにより、第１および第２の材料基板の上に形成される炭化珪素単結晶の結晶欠陥密度を小さくすることができる。

[0014] 好ましくは、結晶欠陥密度はマイクロパイプ密度によって規定される。これにより炭化珪素のエピタキシャル成長において特に問題となりやすいマイクロパイプの発生を抑えることができる。

[0015] 好ましくは、エピタキシャル成長させる工程は昇華法によって行われる。これにより炭化珪素単結晶を昇華法によって製造することができる。

[0016] 好ましくは、第１および第２の材料基板との各々は六方晶系の結晶構造を有する。これにより炭化珪素単結晶の結晶構造を、半導体装置、特に電力用半導体装置の製造用に適したものとすることができる。

[0017] 第１および第２の表面の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は１０°以下であってもよい。第１および第２の表面の各々は｛０００１｝面であってもよい。これにより第１および第２の表面上での炭化珪素のエピタキシャル成長における欠陥の発生を抑えることができる。

[0018] 第１および第２の表面の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は８０°以上であってもよい。これにより、たとえば{１１－２０}面または{１－１００

}面などのチャネル移動度の高い面を有する炭化珪素単結晶を成長させることができる。

[0019] 第１および第２の表面の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は５０°以上６０°以下であってもよい。これにより、たとえば{０３－３８}面などのチャネル移動度の高い面を有する炭化珪素単結晶を成長させることができる。

[0020] 本発明の炭化珪素基板は、上記の炭化珪素単結晶の製造方法によって得られた炭化珪素単結晶から作られたものである。これにより欠陥の少ない炭化珪素基板が得られる。

[0021] 好ましくは、炭化珪素基板は六方晶系の結晶構造を有する。これにより炭化珪素基板の結晶構造が、半導体装置、特に電力用半導体装置などの製造用に適したものとなる。

[0022] なお上記において、第１および第２の材料基板、すなわち２つの材料基板について言及しているが、このことは３つ以上の材料基板が用いられる形態を排除することを意味しない。

発明の効果

[0023] 本発明の炭化珪素単結晶の製造方法によれば、上記のように、欠陥の少ない炭化珪素単結晶を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0024] [図1]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第１工程を概略的に示す平面図である。

[図2]図１の線ＩＩ－ＩＩに沿う概略断面図である。

[図3]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第２工程を概略的に示す断面図である。

[図4]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第３工程を概略的に示す断面図である。

[図5]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第４工程を概略的に示す部分断面図である。

[図6]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第５工程を概略的に示す部分断面図である。

[図7]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第６工程を概略的に示す断面図である。

[図8]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第７工程を概略的に示す平面図である。

[図9]図８の線ＩＸ－ＩＸに沿う概略断面図である。

[図10]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第８工程を概略的に示す断面図である。

[図11]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第９工程を概略的に示す断面図である。

[図12]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第１０工程を概略的に示す断面図である。

[図13]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第１１工程を概略的に示す断面図である。

[図14]本発明の実施の形態１における炭化珪素単結晶の製造方法の第１２工程を概略的に示す断面図である。

[図15]比較例の炭化珪素単結晶の製造方法の一工程を示す部分断面図である。

[図16]本発明の実施の形態２における炭化珪素単結晶の製造方法の第１工程を概略的に示す断面図である。

[図17]本発明の実施の形態２における炭化珪素単結晶の製造方法の第２工程を概略的に示す断面図である。

[図18]本発明の実施の形態３における炭化珪素単結晶の製造方法の第１工程を概略的に示す断面図である。

[図19]本発明の実施の形態３における炭化珪素単結晶の製造方法の第２工程を概略的に示す断面図である。

[図20]本発明の実施の形態３における炭化珪素単結晶の製造方法の第３工程

を概略的に示す断面図である。

[図21]本発明の実施の形態３の第１の変形例の炭化珪素単結晶の製造方法の一工程を概略的に示す断面図である。

[図22]本発明の実施の形態３の第２の変形例の炭化珪素単結晶の製造方法の一工程を概略的に示す断面図である。

[図23]本発明の実施の形態３の第３の変形例の炭化珪素単結晶の製造方法の一工程を概略的に示す断面図である。

[図24]本発明の実施の形態４における炭化珪素単結晶の製造方法の一工程を概略的に示す断面図である。

[図25]本発明の実施の形態４の変形例の炭化珪素単結晶の製造方法の第１工程を概略的に示す断面図である。

[図26]本発明の実施の形態４の変形例の炭化珪素単結晶の製造方法の第２工程を概略的に示す断面図である。

[図27]本発明の実施の形態４の変形例の炭化珪素単結晶の製造方法の第３工程を概略的に示す断面図である。

発明を実施するための形態

[0025] 以下、図面に基づいて本発明の実施の形態を説明する。

（実施の形態１）

まず本実施の形態の炭化珪素単結晶の製造方法について説明する。

[0026] 図１および図２を参照して、まず種基板８０Ｐが準備される。種基板８０Ｐは、材料基板１１～１９を有する材料基板群１０と、支持部３０とを有する。材料基板１１～１９の各々は、単結晶構造を有する炭化珪素から作られている。なお以下において説明を簡略化するために材料基板１１～１９のうち材料基板１１および１２に関してのみ言及する場合があるが、材料基板１３～１９も材料基板１１および１２と同様に扱われる。

[0027] 材料基板１１（第１の材料基板）は、支持部３０に接合された裏面Ｂ１（第１の裏面）と、裏面Ｂ１に対向する表面Ｆ１（第１の表面）と、裏面Ｂ１および表面Ｆ１をつなぐ側面Ｓ１（第１の側面）とを有する。材料基板１２

（第２の材料基板）は、支持部３０に接合された裏面Ｂ２（第２の裏面）と、裏面Ｂ２に対向する表面Ｆ２（第２の表面）と、裏面Ｂ２および表面Ｆ２をつなぐ側面Ｓ２（第２の側面）とを有する。

[0028] また材料基板１１～１９は、隣り合う材料基板の側面が隙間を介して互いに対向するように配置されている。たとえば材料基板１１および１２は、側面Ｓ１およびＳ２が隙間ＧＰを介して互いに対向するように配置されている。隙間ＧＰは表面Ｆ１およびＦ２の間に開口ＣＲを有する。なお隙間ＧＰは側面Ｓ１およびＳ２の間を完全に隔てている必要はない。すなわち側面Ｓ１の一部と側面Ｓ２の一部とが互いに接触する部分があってもよい。

[0029] 本実施の形態においては、材料基板１１～１９の各々は、単結晶構造を有する炭化珪素から作られており、かつ各々の結晶の面方位が同じとされている。すなわち材料基板１１～１９の各々は、同じ面方位を有する単結晶基板であり、たとえば、その表面（図１に示す面）がポリタイプ４Ｈの（０００－１）面となるように形成されている。

[0030] また好ましくは材料基板１１～１９の各々のマイクロパイプ密度は１００$0\,cm^{-2}$以下であり、たとえば０．２cm^{-2}である。また好ましくは、材料基板１１～１９の各々の積層欠陥密度は１cm^{-1}未満である。また材料基板１１～１９の各々は、たとえば、ポリタイプ４Ｈ、長さ３０ｍｍ、幅３０ｍｍ、厚さ２００μｍ、およびｎ型不純物濃度$1\times10^{19}\,cm^{-3}$を有する。

[0031] 支持部３０は、１８００℃以上の温度に耐えることができる材料から作られていることが好ましく、本実施の形態においては炭化珪素から作られている。

[0032] また支持部３０は、たとえば、ポリタイプ４Ｈの（０００－１）面の面方位、マイクロパイプ密度$1\times10^{4}\,cm^{-2}$、積層欠陥密度$1\times10^{5}\,cm^{-1}$、長さ９０ｍｍ、幅９０ｍｍ、厚さ２ｍｍ、およびｎ型不純物濃度$1\times10^{20}\,cm^{-3}$を有する。

[0033] 図３を参照して、表面Ｆ１およびＦ２上に、レジスト液７０Ｐが塗布される。レジスト液７０Ｐは、有機物を含有する液体であり、よって炭素元素を

含有する流動体である。ここで開口ＣＲの幅を十分に小さくしておき、かつレジスト液７０Ｐの粘度を十分に大きくしておけば、レジスト液７０Ｐは隙間ＧＰにはほとんど侵入せずに開口ＣＲを塞ぐように塗布される。

[0034] さらに図４を参照して、レジスト液７０Ｐが炭化されることにより、炭素からなる蓋７０（閉塞部）が形成される。この炭化工程は、たとえば、以下のように行われる。

[0035] まず塗布されたレジスト液７０Ｐ（図３）が１００～３００℃で１０秒～２時間の間、仮焼成される。これによりレジスト液７０Ｐが硬化されることで、レジスト層が形成される。

[0036] 次にこのレジスト層が熱処理されることで炭化され、その結果、蓋７０（図４）が形成される。熱処理の条件は、雰囲気が大気圧以下の不活性ガスまたは窒素ガスであり、温度が３００℃超１７００℃未満であり、処理時間が１分超１２時間未満である。なお温度が３００℃以下であると炭化が不十分となりやすく、逆に温度が１７００℃以上であると材料基板１１および１２の表面Ｆ１およびＦ２が劣化しやすい。また処理時間が１分以下ではレジスト層の炭化が不十分になりやすく、より長い時間、処理することが好ましい。ただしこの処理時間は長くても１２時間未満で十分である。

[0037] 好ましくは、レジスト液７０Ｐ（図３）の厚さは、蓋７０の厚さが０．１μｍ超１ｍｍ未満となるように調整される。厚さが０．１μｍ以下であると、蓋７０が開口ＣＲ上でとぎれてしまうことがある。また蓋７０の厚さが１ｍｍ以上であると、その除去に要する時間が長くなってしまう。

[0038] 以上のようにレジスト液７０Ｐが炭化されることで、開口ＣＲ上で隙間ＧＰを閉塞する蓋７０が形成される。

[0039] さらに図５を参照して、蓋７０が形成された種基板８０Ｐ（図４）が、炭化珪素が昇華し得る温度まで加熱される。この加熱は、材料基板群１０（図４）の蓋７０に面する側である蓋側ＩＣｔの温度が、材料基板群１０の支持部３０に面する側である支持側ＩＣｂの温度に比して低くなるように、材料基板群１０の厚み方向（図５の縦方向）に温度勾配が生じるように行われる

。このような温度勾配は、たとえば、蓋７０の温度が支持部３０の温度よりも低くなるように加熱を行うことで得られる。

[0040] この加熱により、蓋７０によって閉塞された隙間ＧＰ内における材料基板１１および１２の面、すなわち側面Ｓ１およびＳ２のうち、支持側ＩＣｂに近い比較的高温の領域から、蓋側ＩＣｔに近い比較的低温の領域へと、矢印（図５）で示すように、昇華にともなう物質移動が生じる。この物質移動にともない、隙間ＧＰ内において、側面Ｓ１、Ｓ２からの昇華物が蓋７０上に堆積する。なお支持部３０が炭化珪素から作られている場合、蓋７０上にさらに支持部３０からの昇華物が堆積してもよい。

[0041] さらに図６を参照して、上記の堆積により、隙間ＧＰの開口ＣＲ（図５）を塞ぐように側面Ｓ１およびＳ２をつなぐ接合部ＢＤａが形成される。この結果、隙間ＧＰ（図５）は、接合部ＢＤａによって開口ＣＲ（図５）が閉塞された隙間ＶＤａ（図６）となる。接合部ＢＤａの結晶構造は、開口ＣＲを挟む材料基板１１および１２の結晶構造の影響を受けて材料基板１１および１２とほぼ同様のものとなる。たとえば材料基板１１および１２の各々が蓋７０に面する面の面方位が（０００－１）の場合、接合部ＢＤａが蓋７０に面する面の面方位も（０００－１）となる。

[0042] なお上記の加熱の温度の検討実験を行ったところ、１６００℃では接合部ＢＤａが十分に形成されないという問題があり、３０００℃では材料基板１１および１２の表面にダメージが生じるという問題があった。これらの問題は、１８００℃、２０００℃、および２５００℃の各々では見られなかった。

[0043] また加熱の温度を２０００℃に固定して、上記の加熱の際の圧力についての検討を行った。この結果、１００ｋＰａでは接合部ＢＤａが形成されず、また５０ｋＰａでは接合部ＢＤａが形成されにくいという問題があった。この問題は、１０ｋＰａ、１００Ｐａ、１Ｐａ、０．１Ｐａ、０．０００１Ｐａでは見られなかった。

[0044] 図７を参照して、次に蓋７０が除去される。蓋７０は、蓋７０に含まれる

炭素を酸化することで、すなわちアッシングによって、容易に除去することができる。なお蓋７０は他の方法によって除去されてもよく、たとえば研削によって除去されてもよい。

[0045] なお図５において仮に蓋７０が設けられないとすると、昇華した気体の流れ（図中矢印）を遮る蓋７０がないので、この気体は隙間ＧＰの外に抜けやすくなる。この結果、接合部ＢＤａ（図６）が形成されにくくなるので、開口ＣＲが塞がりにくくなる。

[0046] 図８および図９を参照して、上記の工程によって、材料基板群１０から、接合部ＢＤａが設けられた材料基板群１０ａ（図８および図９）が得られる。すなわち材料基板群１０の代わりに材料基板群１０ａを有する種基板８０ａが得られる。

[0047] 材料基板群１０ａにおいて、材料基板１１～１９の間には隙間ＶＤａが存在し、この隙間ＶＤａの表面側（図９の上側）は接合部ＢＤａによって閉塞されている。接合部ＢＤａは、表面Ｆ１およびＦ２の間に位置する部分を含み、これにより表面Ｆ１およびＦ２が滑らかにつながっている。

[0048] 次に、種基板８０ａの裏面（図９における支持部３０の下面）の平坦性を向上させるために研磨が行われてもよい。この研磨にはダイヤモンドスラリーを用いることができる。このスラリーはダイヤモンド粒子を含有し、その粒径は、たとえば５μｍ以上１００μｍ以下であり、より好ましくは１０μｍ以上２０μｍ以下である。

[0049] 図１０を参照して、種基板８０ａの裏面（図中、上面）上に、炭素を含む被覆膜２１が形成される。好ましくは、この形成は液体材料の塗布によって行われ、より好ましくは、この液体材料は微粒子のような固体物を含有しない。これにより薄い被覆膜２１を容易かつ均一に形成することができる。

[0050] 被覆膜２１は、本実施の形態においては有機膜である。この有機膜は、好ましくは有機樹脂から形成される。有機樹脂としては、たとえば、アクリル樹脂、フェノール樹脂、尿素樹脂、エポキシ樹脂などを用いることができ、また光の作用で架橋または分解される感光性樹脂として組成されたものを用

いることもできる。この感光性樹脂としては、半導体装置の製造用に用いられているポジ型またはネガ型フォトレジストを用いることができ、これらについてはスピンコート法による塗布技術が確立されているので、被覆膜２１の厚さを容易に制御することができる。スピンコート法は、たとえば、以下のように行われる。

[0051] まず種基板８０ａがホルダーに吸着される。このホルダーが所定の回転速度で回転することで、種基板８０ａが回転させられる。回転している種基板８０ａ上にフォトレジストが滴下された後、所定時間回転が継続されることで、薄く均一にフォトレジストが塗布される。種基板８０ａ全面に渡る均一性を確保するためには、たとえば、回転速度は１０００～１００００回転／分、時間は１０～１００秒、塗布厚は０．１μｍ以上とされる。

[0052] 次に塗布されたフォトレジストが乾燥されることで固化される。乾燥温度および時間は、フォトレジストの材料および塗布厚によって適宜選択され得る。好ましくは、乾燥温度は１００℃以上４００℃以下であり、乾燥時間は５分以上６０分以下である。たとえば乾燥温度が１２０℃の場合、揮発に要する時間は、たとえば、厚さ５μｍで１５分間、厚さ２μｍで８分間、厚さ１μｍで３分間である。

[0053] なお、上記の塗布および乾燥からなる工程を１回行えば被覆膜２１を形成することができるが、この工程が繰り返されることで、より厚い被覆膜２１が形成されてもよい。繰り返しの回数が多すぎるとこの工程に必要以上に時間を要してしまう点で好ましくなく、通常、２～３回程度の繰り返しに留めることが好ましい。

[0054] 図１１を参照して、種基板８０ａが取り付けられることになる取付面を有する台座４１が準備される。好ましくは、この取付面は、炭素からなる面を含み、たとえば台座４１がグラファイトによって形成される。好ましくは取付面の平坦性を向上させるために取付面が研磨される。

[0055] 次に接着剤３１を挟んで被覆膜２１と台座４１とが互いに接触させられる。好ましくはこの接触は、５０℃以上１２０℃以下の温度で、また０．０１

Ｐａ以上１ＭＰａ以下の圧力で両者が互いを押し付け合うように行われる。接着剤３１は種基板８０ａおよび台座４１に挟まれた領域からはみ出さないことが好ましく、これにより、後述する、種基板８０ａを用いた単結晶の成長工程において、接着剤３１による悪影響を抑制することができる。

[0056] 接着剤３１は、好ましくは、加熱されることによって炭化されることで難黒鉛化炭素となる樹脂と、耐熱性微粒子と、溶媒とを含み、より好ましくは、さらに炭水化物を含む。

[0057] 難黒鉛化炭素となる樹脂としては、たとえば、ノボラック樹脂、フェノール樹脂、またはフルフリルアルコール樹脂がある。

[0058] 耐熱性微粒子は、接着剤３１が高温加熱されることで形成される固定層中において、上記の難黒鉛化炭素を均一に分布させることでこの固定層の充填率を高める機能を有する。耐熱性微粒子の材料としては、グラファイトなどの炭素（Ｃ）、炭化珪素（ＳｉＣ）、窒化ホウ素（ＢＮ）、窒化アルミニウム（ＡｌＮ）などの耐熱材料を用いることができる。またこれ以外の材料として、高融点金属、またはその炭化物もしくは窒化物などの化合物を用いることもできる。高融点金属としては、たとえば、タングステン（Ｗ）、タンタル（Ｔａ）、モリブデン（Ｍｏ）、チタン（Ｔｉ）、ジルコニウム（Ｚｒ）、またはハフニウム（Ｈｆ）を用いることができる。耐熱性微粒子の粒径は、たとえば０．１～１０μｍである。

[0059] 炭水化物としては、糖類またはその誘導体を用いることができる。この糖類は、グルコースのような単糖類であっても、セルロースのような多糖類であってもよい。

[0060] 溶媒としては、上記の樹脂および炭水化物を溶解・分散させることができるものが適宜選択される。またこの溶媒は、単一の種類の液体からなるものに限られず、複数の種類の液体の混合液であってもよい。たとえば、炭水化物を溶解させるアルコールと、樹脂を溶解させるセロソルブアセテートとを含む溶媒が用いられてもよい。

[0061] 接着剤３１中における、樹脂、炭水化物、耐熱性微粒子、および溶媒の間

の比率は、種基板８０ａの適切な接着と固定強度とが得られるように適宜選択される。また接着剤３１の成分は、上述した成分以外の成分を含んでもよく、たとえば、界面活性剤および安定剤などの添加材を含んでもよい。また接着剤３１の塗布量は、好ましくは、１０ｍｇ／ｃｍ^{2}以上１００ｍｇ／ｃｍ^{2}以下である。 また接着剤３１の厚さは、好ましくは１００μｍ以下であり、より好ましくは５０μｍ以下である。

[0062] 次に、好ましくは接着剤３１のプリベークが行われる。プリベークの温度は、好ましくは１５０℃以上である。

[0063] さらに図１２を参照して、被覆膜２１および接着剤３１（図１１）が加熱される。この加熱によって被覆膜２１は、炭化されることで炭素膜２２となる。すなわち種基板８０ａ上に炭素膜２２が設けられる。またこの加熱によって、炭素膜２２および台座４１の間において接着剤３１が硬化されることで固定層３２となる。これにより種基板８０ａが台座４１に固定される。

[0064] 好ましくは上記の加熱は、８００℃以上１８００℃以下の温度で、１時間以上１０時間以下の時間で、０．１３ｋＰａ以上大気圧以下の圧力で、また不活性ガス雰囲気中で行なわる。不活性ガスとしては、たとえば、ヘリウム、アルゴン、または窒素ガスが用いられる。

[0065] 図１３を参照して、坩堝４２内に、昇華法による炭化珪素単結晶の形成のための原料５１が収められる。たとえば、坩堝４２はグラファイト坩堝であり、原料５１は炭化珪素粉末である。次に坩堝４２の内部へ種基板８０ａが面するように、台座４１が取り付けられる。なお図１３に示すように、台座４１が坩堝４２の蓋として機能してもよい。

[0066] 次に、種基板８０ａ上に炭化珪素単結晶５２が昇華法によって成長させられる。すなわち、図中矢印で示すように原料５１を昇華させ、さらにこの昇華した気体を再結晶させることで、表面Ｆ１およびＦ２の上に、炭化珪素単結晶５２がエピタキシャル成長させられる。炭化珪素単結晶５２は接合部ＢＤａをまたぐように形成される。この昇華法における温度は、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。また好ましくは炭化珪素単結晶５２の厚さは１μｍ以上とされる。

[0067] さらに図１４を参照して、台座４１が坩堝４２（図１３）から取り出される。次に、破線Ｔ０に示すように炭化珪素単結晶５２がスライスされることによって、種基板８０ａが除去される。これにより炭化珪素単結晶５２が得られる。また炭化珪素単結晶５２を破線Ｔ１に示すようにスライスすることによって、炭化珪素単結晶５２から炭化珪素基板５２ｗが作られてもよい。

[0068] 次に比較例（図１５）について説明する。本比較例では、種基板８０ａ（図８および図９）の代わりに種基板８０Ｐ（図１および図２）を用いて炭化珪素単結晶がエピタキシャル成長させられる。種基板８０Ｐは塞がれていない開口ＣＲを有するので、エピタキシャル成長の際にこの開口ＣＲの上に多くの欠陥ＤＦが生じてしまう。よって得られる炭化珪素単結晶５２ｚの結晶欠陥密度が大きくなってしまう。

[0069] これに対して本実施の形態によれば、炭化珪素単結晶５２（図１３）が成長させられる前に、隙間ＧＰ（図５）内における炭化珪素の昇華および再結晶によって、開口ＣＲを塞ぐ接合部ＢＤａ（図６）が形成される。すなわち種基板８０Ｐ（図１および図２）から、接合部ＢＤａを有する種基板８０ａ（図８および図９）が形成される。この接合部ＢＤａの結晶構造は、隙間ＧＰを挟む材料基板１１および１２の結晶構造の影響を受けて材料基板１１および１２とほぼ同様のものとなる。これにより、表面Ｆ１およびＦ２を含む面が、表面Ｆ１およびＦ２の境界部分、すなわち開口ＣＲであった部分を含めて結晶学的にほぼ均一な面となる。よってこの表面Ｆ１およびＦ２を含む面の上に炭化珪素単結晶５２（図１３）がエピタキシャル成長させられる際に、表面Ｆ１およびＦ２の境界部の上における欠陥の発生を抑えることができる。これにより欠陥の少ない炭化珪素単結晶５２を得ることができる。

[0070] また蓋７０が炭素からなるので、接合部ＢＤａの形成時（図６）の高温に耐えるだけの耐熱性を蓋７０に付与することができる。

[0071] また蓋７０の形成は、レジスト液７０Ｐの塗布（図３）および炭化（図４）という、実施が容易な工程により行うことができる。またレジスト液７０Ｐは液体であるので、蓋７０の形成に塗布法を用いることができる。

[0072] また種基板８０ａ上に炭素膜２２（図１２）が設けられ、固定層３２は、この炭素膜２２と台座４１との間を固定する。つまり固定層３２は、種基板８０ａではなく炭素膜２２に接合される。よって種基板８０ａの材料に直接的には依存せずに接着が行われるので、種基板８０ａと台座４１とをより強固に固定し得る。特に台座４１がグラファイトなどの炭素から形成される場合、台座４１および炭素膜２２が共に炭素から形成されるので、炭素系の接着剤を用いて両者を強固に接着することができる。

[0073] なお本実施の形態においては接着剤３１が硬化される際に被覆膜２１が炭化されるが、接着剤３１が形成される前に被覆膜２１が炭化されてもよい。

[0074] また表面Ｆ１およびＦ２の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は１０°以下であってもよい。表面Ｆ１およびＦ２の各々は｛０００１｝面であってもよい。これにより表面Ｆ１およびＦ２上での炭化珪素のエピタキシャル成長における欠陥の発生を抑えることができる。

[0075] あるいは表面Ｆ１およびＦ２の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は８０°以上であってもよい。これにより、たとえば{１１－２０}面または{１－１００}面などのチャネル移動度の高い面を有する炭化珪素基板５２ｗを切り出すのに適した炭化珪素単結晶５２を成長させることができる。

[0076] あるいは表面Ｆ１およびＦ２の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は５０°以上６０°以下であってもよい。これにより、たとえば{０３－３８}面などのチャネル移動度の高い面を有する炭化珪素基板５２ｗを切り出すのに適した炭化珪素単結晶５２を成長させることができる。

[0077] 次に本実施の形態の変形例について説明する。本変形例においては、蓋７０（図４）を形成するために塗布される流動体として、レジスト液７０Ｐ（図３）の代わりに、接着剤が用いられる。この接着剤は、炭素粉末を含有する懸濁液（カーボン接着剤）である。

[0078] 塗布されたカーボン接着剤は、５０℃～４００℃で１０秒～１２時間の間、仮焼成される。これによりカーボン接着剤が硬化されることで、接着層が形成される。

[0079] 次にこの接着層が熱処理されることで炭化され、その結果、蓋７０が形成される。熱処理の条件は、雰囲気が大気圧以下の不活性ガスまたは窒素ガスであり、温度が３００℃超２５００℃未満であり、処理時間が１分超１２時間未満である。なお温度が３００℃以下であると炭化が不十分となりやすく、逆に温度が２５００℃以上であると材料基板１１および１２の表面が劣化しやすい。また処理時間が１分以下では接着層の炭化が不十分になりやすく、より長い時間、処理することが好ましいが、この処理時間は長くても１２時間未満で十分である。その後は、上述した本実施の形態と同様の工程が行われる。

[0080] 本変形例によれば、炭素粉末を含有する懸濁液から蓋７０が形成されるので、蓋７０の炭化をより確実に行うことができる。つまり蓋７０の材料をより確実に炭素とすることができる。

[0081] （実施の形態２）

本実施の形態の炭化珪素単結晶の製造方法においては、まず実施の形態１と同様に種基板８０Ｐ（図１および図２）が準備される。

[0082] 主に図１６を参照して、スパッタリング法によって炭素が堆積されることで、蓋７０（図４）の代わりに蓋７１（閉塞部）が形成される。

[0083] 蓋７１の厚さは０．１μｍ超１ｍｍ未満が好ましい。厚さが０．１μｍ以下であると蓋７１が開口ＣＲ上でとぎれてしまうことがある。また蓋７１の厚さが１ｍｍ以上であると、その除去に要する時間が長くなってしまう。

[0084] さらに図１７を参照して、実施の形態１と同様の工程（図５および図６）を経ることで、隙間ＧＰが、接合部ＢＤａによって閉塞された隙間ＶＤａとされる。次に蓋７１を除去することで、種基板８０ａ（図８および図９）が得られる。

[0085] 次に実施の形態１と同様の工程（図１０～図１４）が行われることで、炭

化珪素単結晶５２および炭化珪素基板５２ｗが得られる。

[0086] 本実施の形態によれば、炭化を行うことなく、はじめから炭素からなる蓋７１が形成されるので、蓋７１の材料をより確実に炭素とすることができる。

[0087] また蓋７１の形成が表面Ｆ１およびＦ２（図１６）上に物質を堆積することによって行われるので、蓋７１が表面Ｆ１およびＦ２の各々に確実に接触する。よって表面Ｆ１およびＦ２の間の開口ＣＲをより確実に閉塞することができる。

[0088] 次に本実施の形態の第１の変形例について説明する。本変形例においては、蓋７１（図１６）として、予め準備されたカーボン板が、表面Ｆ１およびＦ２上に開口ＣＲをまたがるように配置される。本変形例によれば、蓋７１を設ける工程と、接合部ＢＤａ（図１７）の形成後に蓋７１を除去する工程とを容易に行うことができる。

[0089] 次に本実施の形態の第２の変形例について説明する。本変形例においては、上述したようにカーボン板が配置される代わりに、高融点金属からなる金属板が配置される。高融点金属としては、融点が１８００℃以上の金属が好ましく、たとえば、モリブデン、タンタル、タングステン、ニオビウム、イリジウム、ルテニウム、またはジルコニウムを用いることができる。本変形例によれば、蓋７１が高融点金属からなるので、蓋７１に、接合部ＢＤａの形成時の高温に耐えるだけの耐熱性を付与することができる。

[0090] なお上記第１および第２の変形例において、種基板８０Ｐが準備される代わりに、支持部３０と、支持部３０に接合されていない材料基板１１および１２とが準備されてもよい。この場合においては、接合部ＢＤａが高温下で形成される際に、同時に、裏面Ｂ１およびＢ２の各々が支持部３０に接合される。

[0091] 次に本実施の形態の第３の変形例について説明する。本変形例においては、上述したように炭素が堆積される代わりに、炭化珪素が堆積される。堆積法としては、たとえばＣＶＤ法を用いることができる。本変形例によれば、

蓋７１が炭化珪素からなるので、接合部ＢＤａの形成時の高温に耐えるだけの耐熱性を蓋７１に付与することができる。

[0092] 次に本実施の形態の第４の変形例について説明する。本変形例においては、上述したように炭素が堆積される代わりに、第３の変形例と同様の高融点金属が堆積される。堆積法としては、たとえばスパッタ法を用いることができる。

[0093] （実施の形態３）

本実施の形態においては、実施の形態１または２で用いられる種基板８０Ｐ（図１および図２）の製造方法について詳しく説明する。なお以下において説明を簡略化するために材料基板１１～１９のうち材料基板１１および１２に関してのみ言及する場合があるが、材料基板１３～１９も材料基板１１および１２と同様に扱われる。

[0094] 図１８を参照して、単結晶構造を有する炭化珪素から作られた材料基板１１および１２が準備される。具体的には、たとえば、（０００－１）面で成長したポリタイプ４Ｈの炭化珪素インゴットを（０００－１）面に沿ってスライスすることによって、材料基板１１および１２の各々が準備される。

[0095] 好ましくは、裏面Ｂ１およびＢ２のラフネスはＲａとして１００μｍ以下である。裏面Ｂ１およびＢ２の各々は、上記のスライスによって形成された面（いわゆるアズスライス面）、すなわち上記スライス後に研磨が行われていない面であってもよく、この場合、裏面Ｂ１およびＢ２に適度な凹凸が残され得る。

[0096] 次に処理室内において第１の加熱体８１上に、裏面Ｂ１およびＢ２の各々が一の方向（図１８における上方向）に露出するように材料基板１１および１２が配置される。すなわち材料基板１１および１２が、平面視において並ぶように配置される。

[0097] 好ましくは、上記の配置は、裏面Ｂ１およびＢ２の各々が同一平面上に位置するか、または表面Ｆ１およびＦ２の各々が同一平面上に位置するように行なわれる。

[0098] また好ましくは材料基板１１および１２の間の最短間隔（図１８における横方向の最短間隔）は５ｍｍ以下とされ、より好ましくは１ｍｍ以下とされ、さらに好ましくは１００μｍ以下とされ、さらに好ましくは１０μｍ以下とされる。具体的には、たとえば、同一の矩形形状を有する基板が１ｍｍ以下の間隔を空けてマトリクス状に配置されればよい。

[0099] 次に裏面Ｂ１およびＢ２を互いにつなぐ支持部３０（図２）が形成される。この支持部３０を形成する工程には昇華法が用いられ、好ましくは近接昇華法が用いられる。以下にこの支持部３０を形成する工程について詳しく説明する。

[0100] まず一の方向（図１８における上方向）に露出する裏面Ｂ１およびＢ２の各々と、裏面Ｂ１およびＢ２に対して一の方向（図１８における上方向）に配置された固体原料２０の表面ＳＳとが、間隔Ｄ１を空けて対向させられる。好ましくは、間隔Ｄ１の平均値は昇華法における昇華ガスの平均自由行程よりも小さくされ、たとえば１μｍ以上１ｃｍ以下とされる。この昇華ガスは、固体ＳｉＣが昇華することによって形成されるガスであって、たとえばＳｉ、Si_2C、およびSiC_2を含む。

[0101] 固体原料２０は炭化珪素からなり、好ましくは一塊の炭化珪素の固形物であり、具体的には、たとえば炭化珪素ウエハである。固体原料２０の炭化珪素の結晶構造は特に限定されない。また好ましくは、固体原料２０の表面ＳＳのラフネスはＲａとして１ｍｍ以下である。

[0102] なお間隔Ｄ１（図１８）をより確実に設けるために、間隔Ｄ１に対応する高さを有するスペーサ８３（図２１）が用いられてもよい。この方法は、間隔Ｄ１の平均値が１００μｍ程度以上の場合に特に有効である。

[0103] 次に第１の加熱体８１によって材料基板１１および１２が所定の基板温度まで加熱される。また第２の加熱体８２によって固体原料２０が所定の原料温度まで加熱される。固体原料２０が原料温度まで加熱されることによって、固体原料の表面ＳＳにおいて炭化珪素が昇華することで、昇華物、すなわち気体が発生する。この気体は、一の方向（図１８における上方向）から、

裏面Ｂ１およびＢ２の各々の上に供給される。

[0104] 好ましくは基板温度は原料温度よりも低くされ、より好ましくは両温度の差は１℃以上１００℃以下とされる。また好ましくは、基板温度は１８００℃以上２５００℃以下である。

[0105] 図１９を参照して、上記のように供給された気体は、裏面Ｂ１およびＢ２の各々の上で、固化させられることで再結晶化される。これにより裏面Ｂ１およびＢ２を互いにつなぐ支持部３０ｐが形成される。また固体原料２０（図１８）は、消耗して小さくなることで固体原料２０ｐになる。

[0106] 主に図２０を参照して、さらに昇華が進むことで、固体原料２０ｐ（図１９）が消失する。これにより裏面Ｂ１およびＢ２を互いにつなぐ支持部３０が形成される。

[0107] 以上により種基板８０Ｐが得られる。この種基板８０Ｐを用いて、たとえば実施の形態１または２の方法により、炭化珪素単結晶を製造することができる。

[0108] なお支持部３０が形成される際、処理室内の雰囲気は、大気雰囲気を減圧することにより得られた雰囲気であってもよい。この場合、雰囲気の圧力は、好ましくは、10^{-1}Ｐａよりも高く10^{4}Ｐａよりも低くされる。

[0109] 上記の雰囲気は不活性ガスであってもよい。不活性ガスとしては、たとえば、Ｈｅ、Ａｒなどの希ガス、窒素ガス、または希ガスと窒素ガスとの混合ガスを用いることができる。この混合ガスが用いられる場合、窒素ガスの割合は、たとえば６０％である。また処理室内の圧力は、好ましくは５０ｋＰａ以下とされ、より好ましくは１０ｋＰａ以下とされる。

[0110] また好ましくは支持部３０は単結晶構造を有する。より好ましくは、裏面Ｂ１の結晶面に対して裏面Ｂ１上の支持部３０の結晶面の傾きは１０°以内であり、また裏面Ｂ２の結晶面に対して裏面Ｂ２上の支持部３０の結晶面の傾きは１０°以内である。これらの角度関係は、裏面Ｂ１およびＢ２の各々に対して支持部３０がエピタキシャル成長することによって容易に実現される。

[0111] また材料基板１１および１２の結晶のポリタイプは、たとえば、４Ｈ、６Ｈ、１５Ｒ、または３Ｃであり、特に４Ｈまたは６Ｈが好ましい。また、材料基板１１、１２と支持部３０とは、同一の結晶構造を有する炭化珪素単結晶からなっていることが好ましい。

[0112] 材料基板（材料基板１１、１２など）と、支持部３０とが同一の結晶構造を有する炭化珪素単結晶からなっている場合に、両者の間に結晶学的な特性の差異が存在してもよい。このような特性としては、たとえば、結晶欠陥密度、結晶の品質、および不純物濃度がある。このことについて、以下に説明する。

[0113] 支持部３０の結晶欠陥密度は、材料基板１１～１９の結晶欠陥密度より大きくてもよく、よって支持部３０は、その大きさが材料基板１１～１９の各々に比して大きいにもかかわらず、容易に形成され得る。具体的には、支持部３０のマイクロパイプ密度は、材料基板１１～１９のマイクロパイプ密度より大きくてもよい。また支持部３０の貫通らせん転位密度は、材料基板１１～１９の貫通らせん転位密度より大きくてもよい。また支持部３０の貫通刃状転位密度は、材料基板１１～１９の貫通刃状転位密度より大きくてもよい。また支持部３０の基底面転位密度は、材料基板１１～１９の基底面転位密度より大きくてもよい。また支持部３０の混合転位密度は、材料基板１１～１９の混合転位密度より大きくてもよい。また支持部３０の積層欠陥密度は、材料基板１１～１９の積層欠陥密度より大きくてもよい。また支持部３０の点欠陥密度は、材料基板１１～１９の点欠陥密度より大きくてもよい。

[0114] また支持部３０の結晶の品質は、材料基板１１～１９の結晶の品質より低くてもよく、よって支持部３０は、その大きさが材料基板１１～１９の各々に比して大きいにもかかわらず、容易に形成され得る。具体的には、支持部３０のＸ線ロッキングカーブの半値幅は、材料基板１１～１９のＸ線ロッキングカーブの半値幅より大きくてもよい。

[0115] 本実施の形態によれば、図２に示すように、材料基板１１および１２が支持部３０を介して１つの種基板８０Ｐとして一体化される。種基板８０Ｐは

、炭化珪素単結晶５２（図１３）が成長させられる成長面として、材料基板１１および１２のそれぞれが有する表面Ｆ１およびＦ２の両方を含む。すなわち種基板８０Ｐは、材料基板１１および１２のいずれかが単体で用いられる場合に比して、より大きな成長面を有する。よって種基板８０Ｐを用いることにより、より大きな炭化珪素単結晶５２を形成することができる。

[0116] また裏面Ｂ１およびＢ２の各々の上に形成される支持部３０が材料基板１１および１２と同様に炭化珪素からなるので、材料基板１１および１２の各々と支持部３０との間で諸物性が近くなる。よってこの諸物性の相違に起因した種基板８０Ｐの反りや割れを抑制できる。

[0117] また昇華法を用いることで、支持部３０を高い品質で、かつ高速で形成することができる。また昇華法が特に近接昇華法であることにより、支持部３０をより均一に形成することができる。

[0118] また裏面Ｂ１およびＢ２の各々と固体原料２０の表面との間隔Ｄ１（図１８）の平均値が１ｃｍ以下とされることにより、支持部３０の膜厚分布を小さくすることができる。また、間隔Ｄ１の平均値が１ｍｍ以下とされることにより、支持部３０の膜厚分布をさらに小さくすることができる。またこの間隔Ｄ１の平均値が１μｍ以上とされることにより、炭化珪素が昇華する空間を十分に確保することができる。

[0119] また支持部３０を形成する工程（図１８～図２０）において、材料基板１１および１２の温度は、固体原料２０（図１８）の温度よりも低くされる。これにより、昇華された炭化珪素を材料基板１１および１２上において効率よく固化させることができる。

[0120] また好ましくは、材料基板１１および１２を配置する工程は、材料基板１１および１２の間の最短間隔が１ｍｍ以下となるように行なわれる。これにより支持部３０を、材料基板１１の裏面Ｂ１と、材料基板１２の裏面Ｂ２とをより確実につなぐように形成することができる。

[0121] また好ましくは、支持部３０は単結晶構造を有する。これにより、支持部３０の諸物性を、単結晶構造を有する材料基板１１および１２の各々の諸物

性に近づけることができる。

[0122] より好ましくは、裏面Ｂ１の結晶面に対して裏面Ｂ１上の支持部３０の結晶面の傾きは１０°以内である。また裏面Ｂ２の結晶面に対して裏面Ｂ２上の支持部３０の結晶面の傾きは１０°以内である。これにより支持部３０の異方性を、材料基板１１および１２の各々の異方性に近づけることができる。

[0123] なお上記において固体原料２０として炭化珪素ウエハを例示したが、固体原料２０はこれに限定されるものではなく、たとえば炭化珪素粉体または炭化珪素焼結体であってもよい。

[0124] また第１および第２の加熱体８１、８２としては、対象物を加熱することができるものであれば用いることができ、たとえば、グラファイトヒータを用いるような抵抗加熱方式のもの、または誘導加熱方式のものを用いることができる。

[0125] また図１８においては、裏面Ｂ１およびＢ２の各々と、固体原料２０の表面ＳＳとの間は、全体に渡って間隔が空けられる。しかし本明細書において「間隔を空ける」ということは、より広い意味を有し、上記間隔の平均値がゼロを超えるようにするということである。よって裏面Ｂ１およびＢ２と、固体原料２０の表面ＳＳとの間が一部接触しつつ、裏面Ｂ１およびＢ２の各々と固体原料２０の表面ＳＳとの間に間隔が空けられる、という場合もあり得る。この場合に相当する２つの変形例について、以下に説明する。

[0126] 図２２を参照して、この例においては、固体原料２０としての炭化珪素ウエハの反りによって、上記間隔が確保される。より具体的には、本例においては、間隔Ｄ２は、局所的にはゼロになるが、平均値としては必ずゼロを超える。また好ましくは、間隔Ｄ１の平均値と同様に、間隔Ｄ２の平均値は昇華法における昇華ガスの平均自由行程よりも小さくされ、たとえば１μｍ以上１ｃｍ以下とされる。

[0127] 図２３を参照して、この例においては、材料基板１１～１３の反りによって、上記間隔が確保される。より具体的には、本例においては、間隔Ｄ３は

、局所的にはゼロになるが、平均値としては必ずゼロを超える。また好ましくは、間隔Ｄ１の平均値と同様に、間隔Ｄ３の平均値は昇華法における昇華ガスの平均自由行程よりも小さくされ、たとえば１μｍ以上１ｃｍ以下とされる。

[0128] なお、図２２および図２３の各々の方法の組み合わせによって、すなわち、固体原料２０としての炭化珪素ウエハの反りと、材料基板１１～１３の反りとの両方によって、上記間隔が確保されてもよい。

[0129] 以上、図２２および図２３の各々の方法、または両方法の組み合わせによる方法は、上記間隔の平均値が１００μｍ以下の場合に特に有効である。

[0130] （実施の形態４）

以下に、本実施の形態の種基板の製造方法およびその変形例について説明する。なお以下において説明を簡略化するために材料基板１１～１９（図１）のうち材料基板１１および１２に関してのみ言及する場合があるが、材料基板１３～１９も材料基板１１および１２と同様に扱われる。

[0131] 図２４を参照して、本実施の形態においては、第１の加熱体８１上に、可とう性を有する黒鉛シート７２（閉塞部）が敷かれる。次に処理室内において、裏面Ｂ１およびＢ２の各々が一の方向（図２４における上方向）に露出するように、黒鉛シート７２を介して第１の加熱体８１上に材料基板１１および１２が配置される。以降、実施の形態３と同様の工程が行われる。

[0132] なお、上記以外の構成については、上述した実施の形態３の構成とほぼ同じであるため、同一または対応する要素について同一の符号を付し、その説明を繰り返さない。

[0133] 本実施の形態によれば、実施の形態３と同様の支持部３０の形成（図１８～図２０）の際に、実施の形態１において蓋７０（図６）上に形成された接合部ＢＤａと同様の接合部が、黒鉛シート７２（図２４）上に形成される。すなわち、隙間ＧＰの開口ＣＲ（図５）を塞ぐように側面Ｓ１およびＳ２をつなぐ接合部を形成する工程を、支持部３０に裏面Ｂ１およびＢ２の各々を接合する工程に続いて連続的に行うことができる。よって、接合部を形成す

る工程と、裏面Ｂ１およびＢ２の各々を接合する工程とが互いに別個に行われる場合に比して、工程を簡略化することができる。

[0134] また黒鉛シート７２（図２４）は可とう性を有するので、隙間ＧＰを開口ＣＲにおいて、より確実に閉塞することができる。

[0135] 次に本実施の形態の変形例について説明する。

図２５を参照して、材料基板１１の表面Ｆ１上に、レジスト液７０Ｐ（図３）と同様のレジスト液９０が塗布される。次にレジスト液７０Ｐが炭化されたのと同様の方法によって、レジスト液９０が炭化される。

[0136] 図２６を参照して、上記の炭化により、材料基板１１の第１の表面Ｆ１を被覆する保護膜９１が形成される。また材料基板１２の第２の表面Ｆ２を被覆する保護膜も、同様に形成される。

[0137] 図２７を参照して、本実施の形態と同様に、材料基板１１および１２が、黒鉛シート７２を介して第１の加熱体８１上に配置される。ただし本変形例においては、この配置の時点で、黒鉛シート７２に面する表面Ｆ１上に保護膜９１が形成されており、また黒鉛シート７２に面する表面Ｆ２上に、保護膜９１と同様の保護膜９２が形成されている。

[0138] 本変形例によれば、黒鉛シート７２上に上述した接合部が形成される際に、保護膜９１および９２のそれぞれによって、表面Ｆ１およびＦ２上において昇華・再固化が発生することを避けることができる。よって表面Ｆ１およびＦ２が荒れることが防止される。

[0139] なお上記の各実施の形態においては種基板が四角形状を有しているが、種基板の形状は、たとえば円形形状を有してもよい。この場合、円形形状の直径は、好ましくは５ｃｍ以上であり、より好ましくは１５ｃｍ以上である。

[0140] 今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって、制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて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が含まれることが意図される。

符号の説明

[0141] １０，１０ａ　材料基板群、１１　材料基板（第１の材料基板）、１２　材料基板（第２の材料基板）、１３～１９　材料基板、２０，２０ｐ　固体原料、２１　被覆膜、２２　炭素膜、３０，３０ｐ　支持部、３１　接着剤、３２　固定層、４１　台座、４２　坩堝、５１　原料、５２　炭化珪素単結晶、５２ｗ　炭化珪素基板、７０Ｐ　レジスト液、７０，７１　蓋（閉塞部）、７２　黒鉛シート（閉塞部）、８０ａ，８０Ｐ　種基板、８１　第１の加熱体、８２　第２の加熱体、８３　スペーサ、９０　レジスト液、９１，９２　保護膜、Ｂ１　裏面（第１の裏面）、Ｂ２　裏面（第２の裏面）、ＢＤａ　接合部、ＣＲ　開口、ＤＦ　欠陥、Ｆ１　表面（第１の表面）、Ｆ２　表面（第２の表面）、ＧＰ，ＶＤａ　隙間、Ｓ１　側面（第１の側面）、Ｓ２　側面（第２の側面）。

請求の範囲

[請求項1] 支持部（３０）と、単結晶構造を有する炭化珪素から作られた第１および第２の材料基板（１１、１２）とを有する種基板（８０Ｐ）を準備する工程を備え、

前記第１の材料基板は、前記支持部に接合された第１の裏面（Ｂ１）と、前記第１の裏面に対向する第１の表面（Ｆ１）と、前記第１の裏面および前記第１の表面をつなぐ第１の側面（Ｓ１）とを有し、前記第２の材料基板は、前記支持部に接合された第２の裏面（Ｂ２）と、前記第２の裏面に対向する第２の表面（Ｆ２）と、前記第２の裏面および前記第２の表面をつなぐ第２の側面（Ｓ２）とを有し、前記第１および第２の材料基板は、前記第１および第２の側面が隙間（ＧＰ）を介して互いに対向するように配置され、前記隙間は前記第１および第２の表面の間に開口（ＣＲ）を有し、さらに

前記開口上で前記隙間を閉塞する閉塞部（７０）を形成する工程と、

前記第１および第２の側面からの炭化珪素の昇華物を前記閉塞部上に堆積させることで、前記開口を塞ぐ接合部（ＢＤａ）を前記種基板に設ける工程と、

前記接合部を設ける工程の後に、前記閉塞部を除去する工程と、

前記閉塞部を除去する工程の後に、前記第１および第２の表面の上に、前記接合部によって塞がれた前記開口をまたぐ炭化珪素単結晶（５２）をエピタキシャル成長させる工程と、

前記種基板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] 前記支持部は炭化珪素から作られている、請求項１に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項3] 前記種基板を準備する工程は、前記支持部を昇華法によって形成する工程を含む、請求項２に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項4] 前記第１および第２の材料基板の各々は前記支持部よりも結晶欠陥密度が小さい、請求項２に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項5] 前記結晶欠陥密度はマイクロパイプ密度によって規定される、請求項４に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項6] 前記エピタキシャル成長させる工程は昇華法によって行われる、請求項１に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項7] 前記炭化珪素単結晶と前記第１および第２の材料基板との各々は六方晶系の結晶構造を有する、請求項１に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項8] 前記第１および第２の表面の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は１０°以下である、請求項７に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項9] 前記第１および第２の表面の各々は｛０００１｝面である、請求項８に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

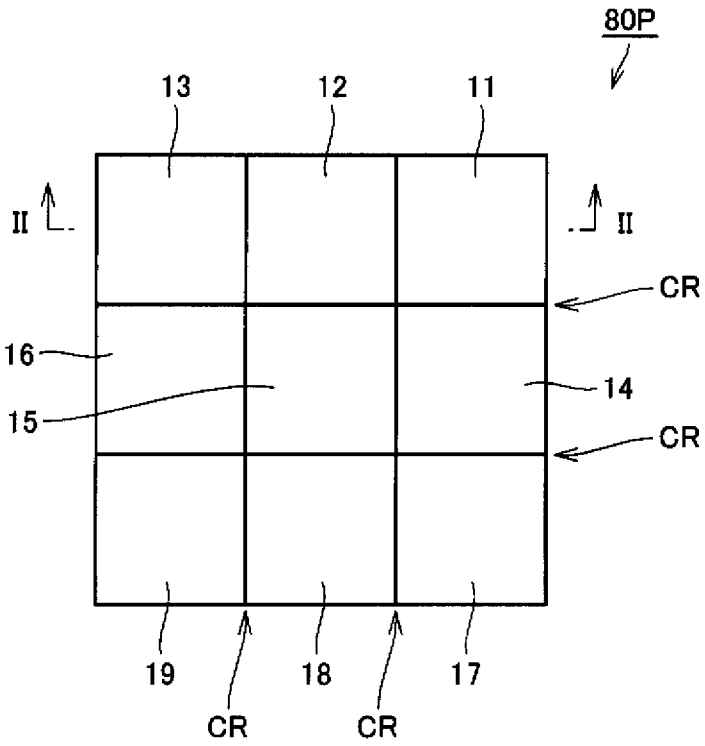
[請求項10] 前記第１および第２の表面の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は８０°以上である、請求項７に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

[請求項11] 前記第１および第２の表面の各々の｛０００１｝面からのオフ角度は５０°以上６０°以下である、請求項７に記載の炭化珪素単結晶の製造方法。

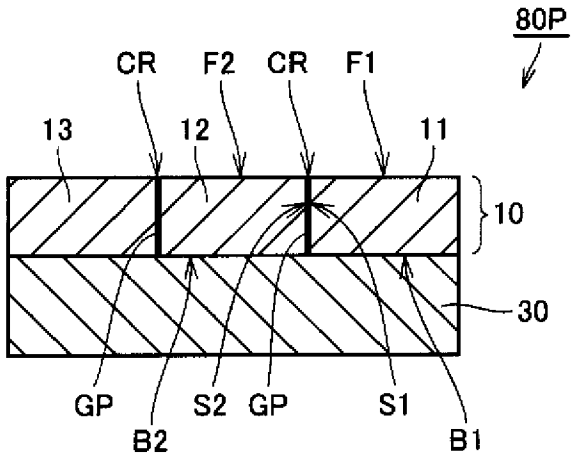
[請求項12] 請求項１に記載の炭化珪素単結晶の製造方法によって得られた炭化珪素単結晶から作られた炭化珪素基板（５２ｗ）。

[請求項13] 前記炭化珪素基板は六方晶系の結晶構造を有する、請求項１２に記載の炭化珪素基板。

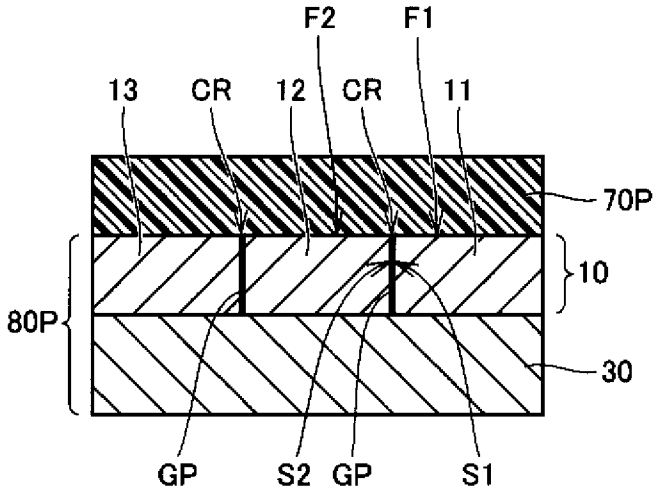
[図1]


80P
13
12
11
II
II
CR
16
14
15
CR
19
CR
18
CR
17

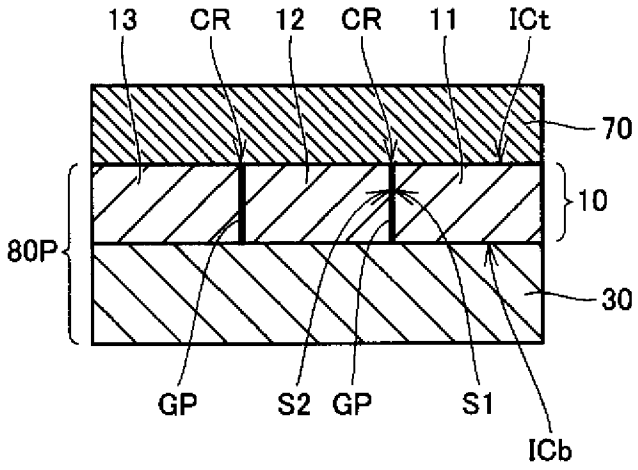
[図2]


80P
CR
F2
CR
F1
13
12
11
10
30
GP
B2
S2
GP
S1
B1

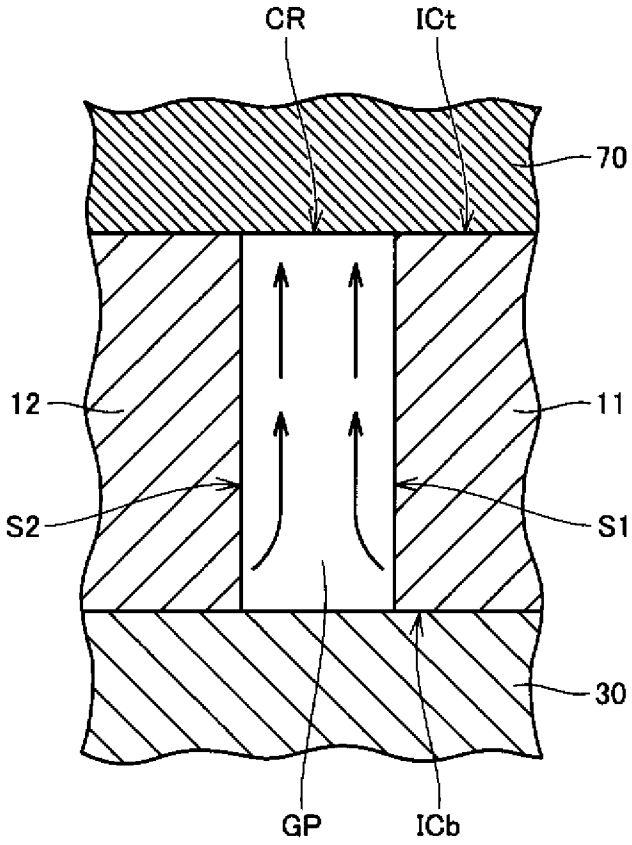
[図3]


F2
F1
13
CR
12
CR
11
70P
10
80P
30
GP
S2
GP
S1

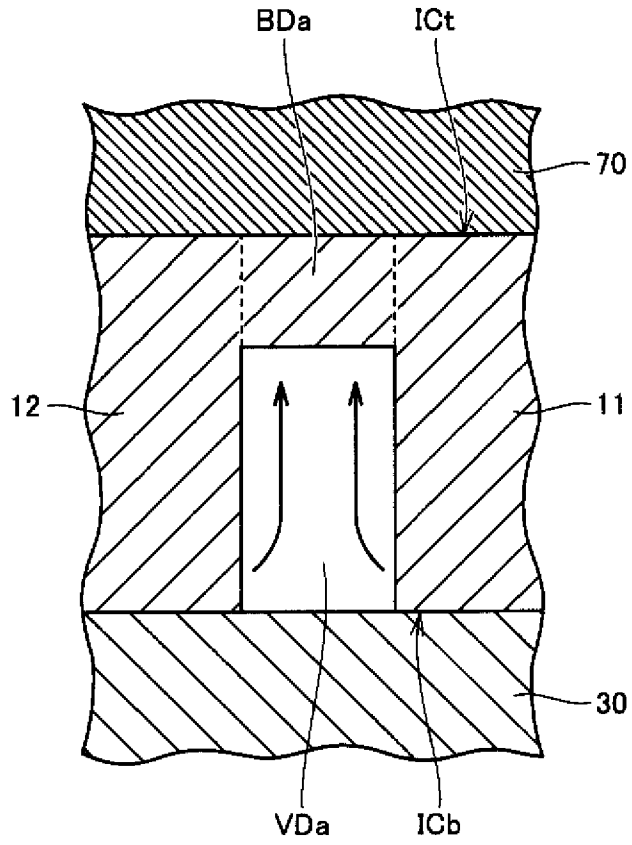
[図4]


13
CR
12
CR
11
ICt
70
10
80P
30
GP
S2
GP
S1
ICb

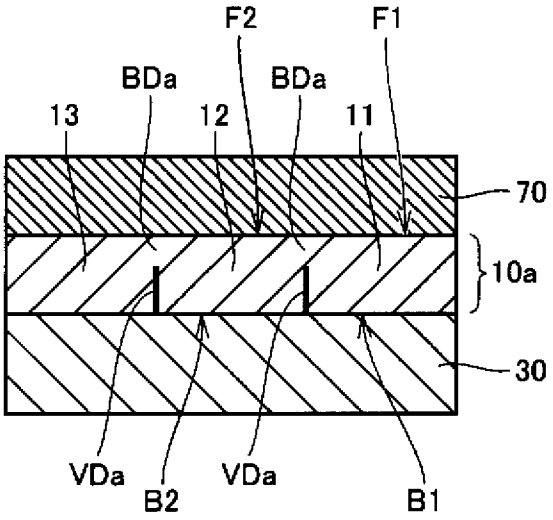
[図5]



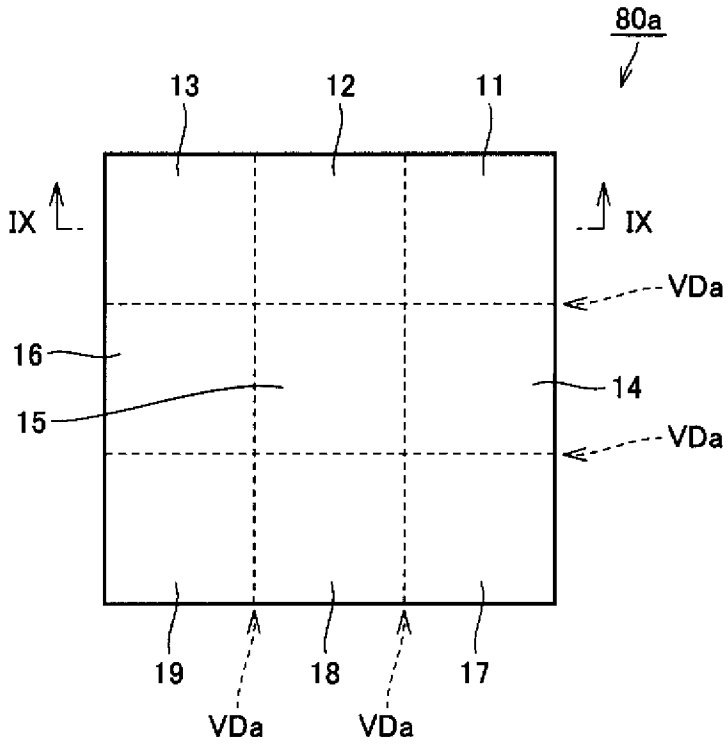
[図6]



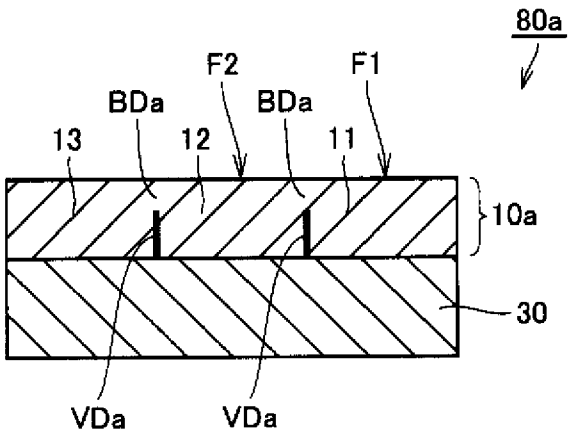
[図7]


F2
F1
BDa
BDa
13
12
11
70
10a
30
VDa
B2
VDa
B1

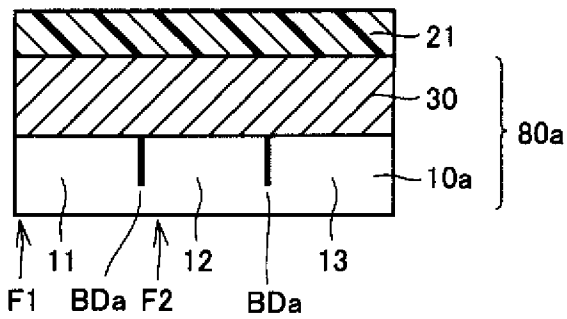
[図8]


80a
13
12
11
IX
IX
VDa
16
14
15
VDa
19
18
17
VDa
VDa

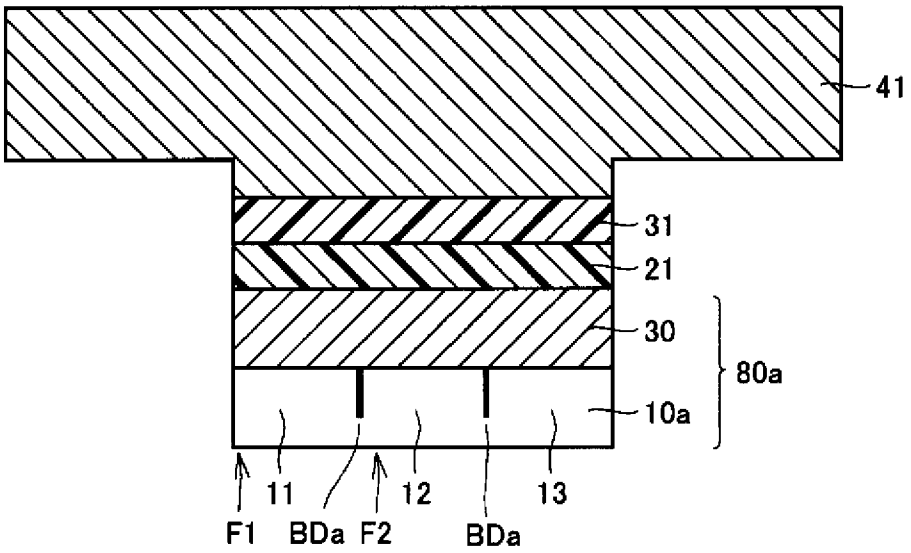
[図9]


80a
F2
F1
BDa
BDa
13
12
11
10a
30
VDa
VDa

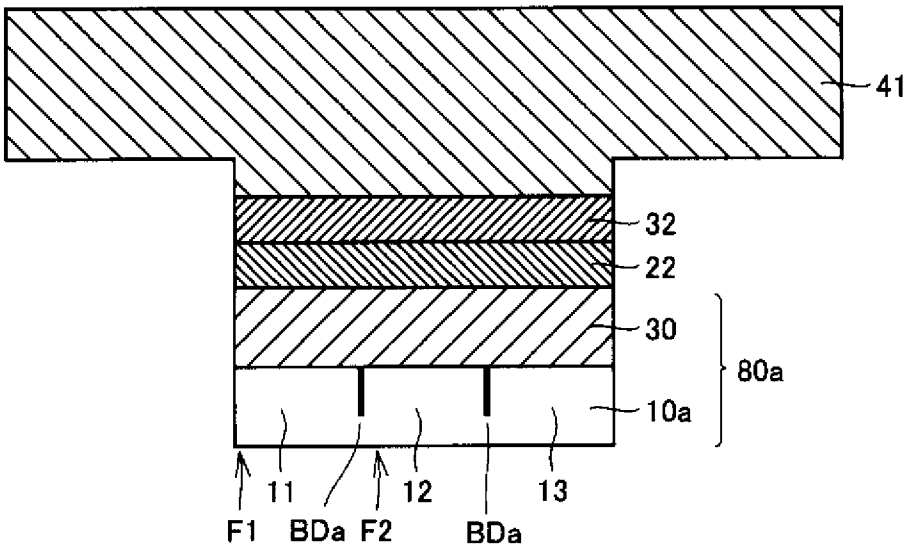
[図10]


21
30
80a
10a
11
12
13
F1
BDa
F2
BDa

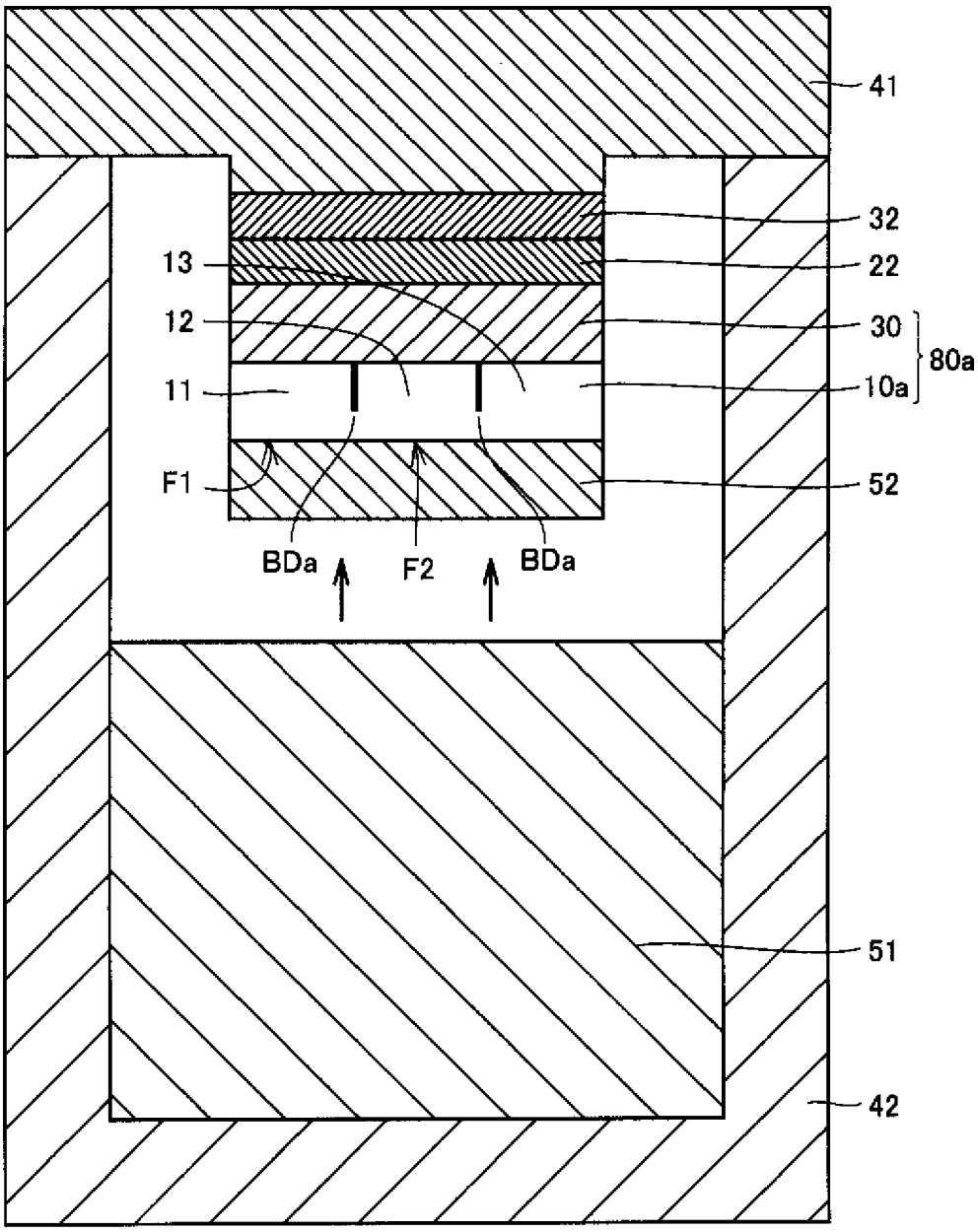
[図11]


41
31
21
30
80a
10a
11
12
13
F1
BDa
F2
BDa

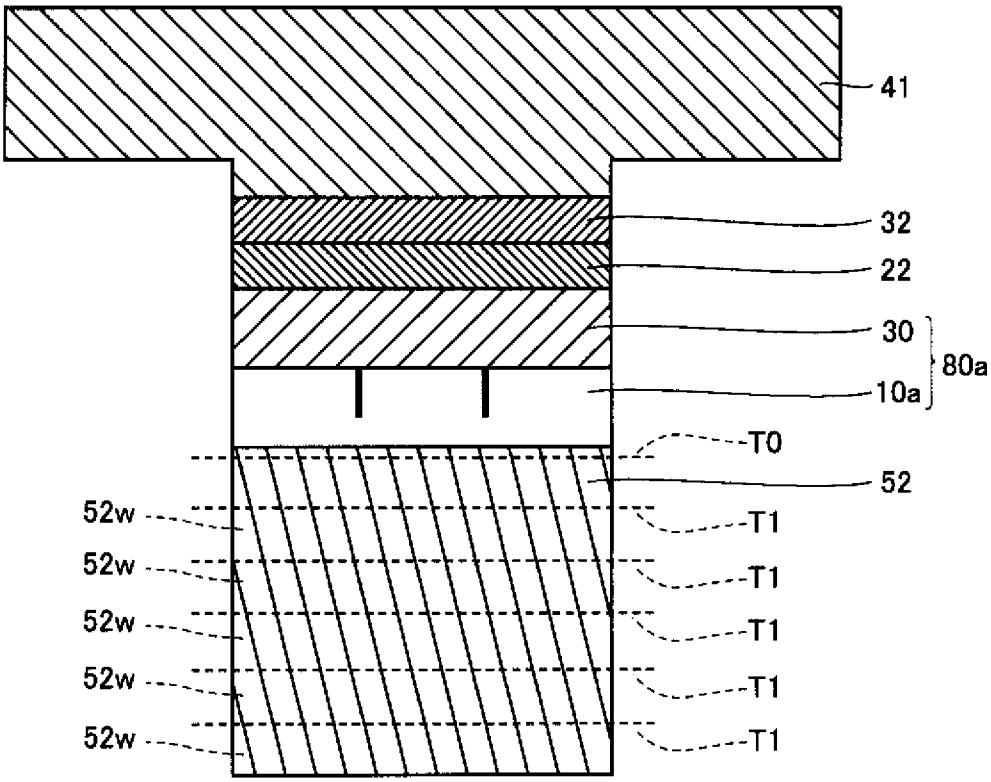
[図12]


41
32
22
30
80a
10a
11
12
13
F1
BDa
F2
BDa

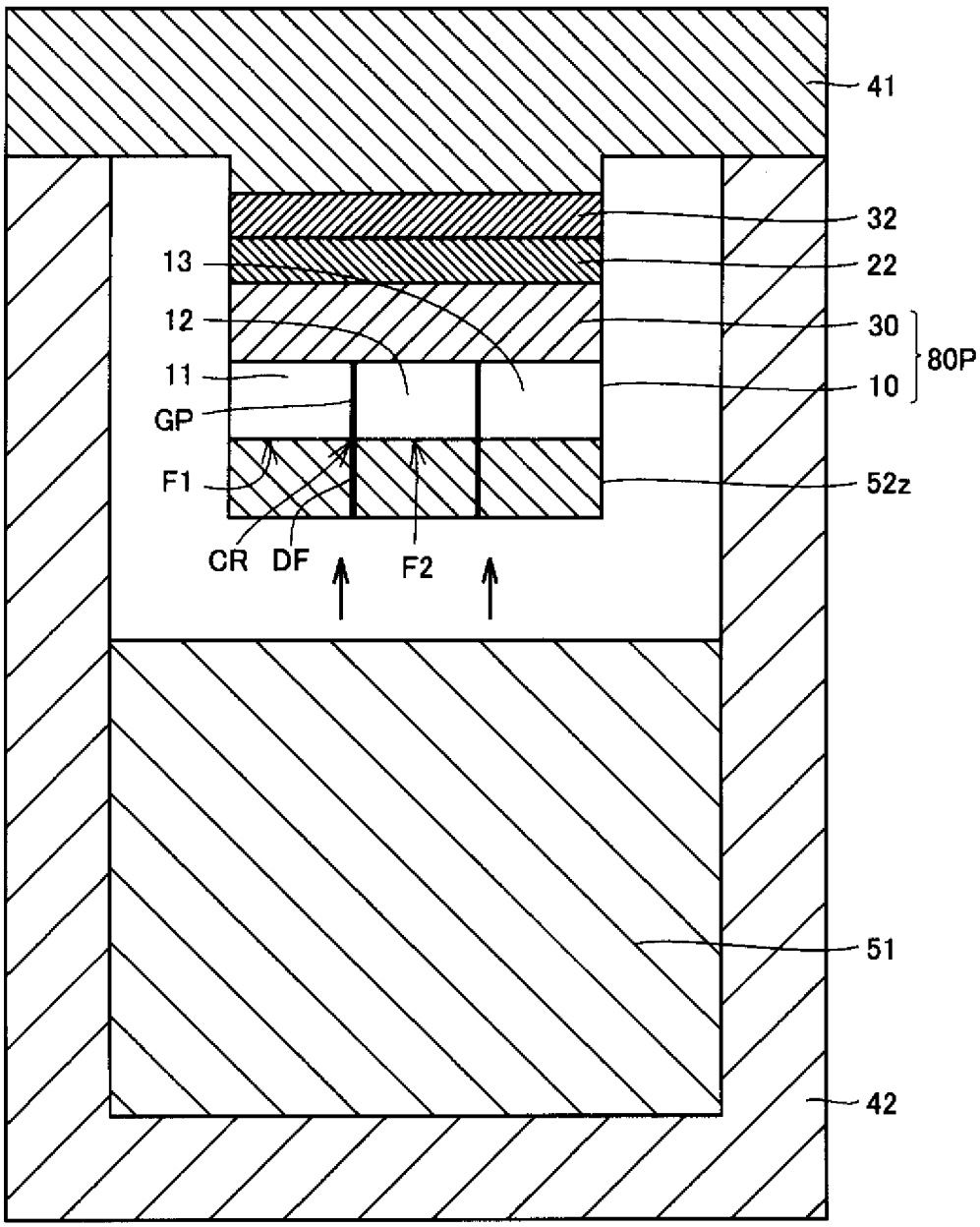
[図13]



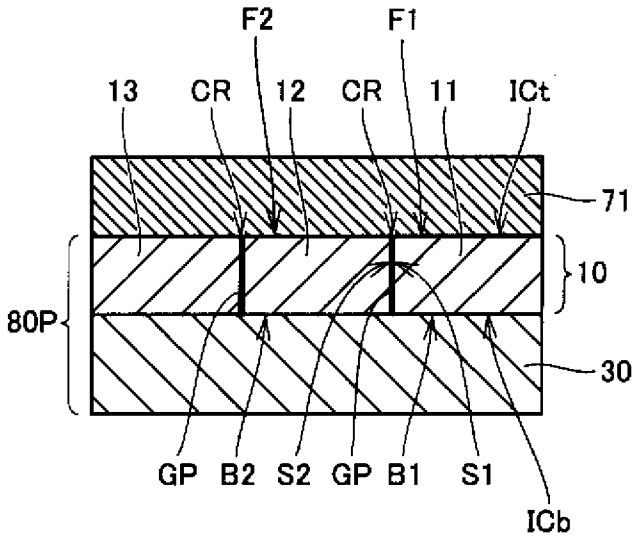
[図14]



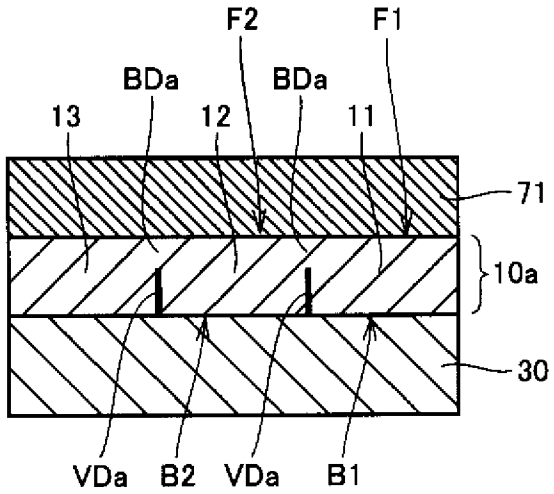
[図15]



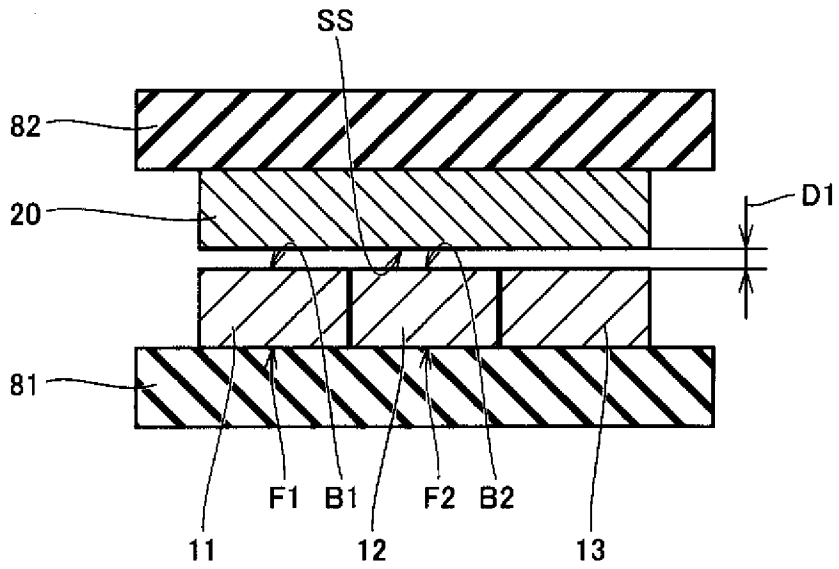
[図16]


F2
F1
13
CR
12
CR
11
ICt
71
10
80P
30
GP
B2
S2
GP
B1
S1
ICb

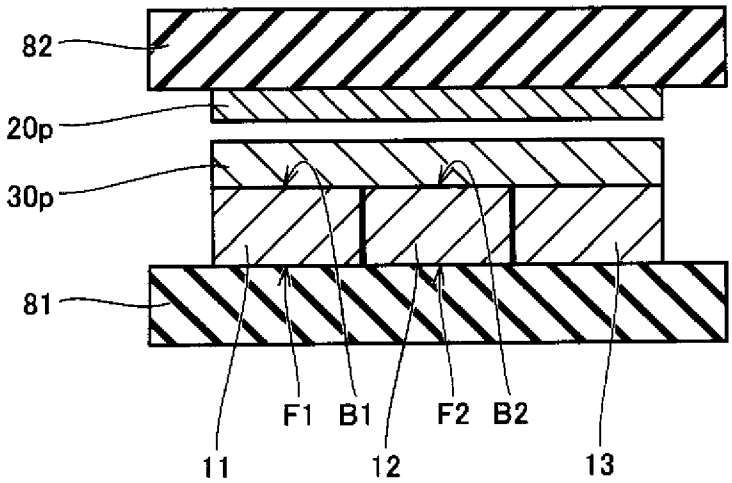
[図17]


F2
F1
BDa
BDa
13
12
11
71
10a
30
VDa
B2
VDa
B1

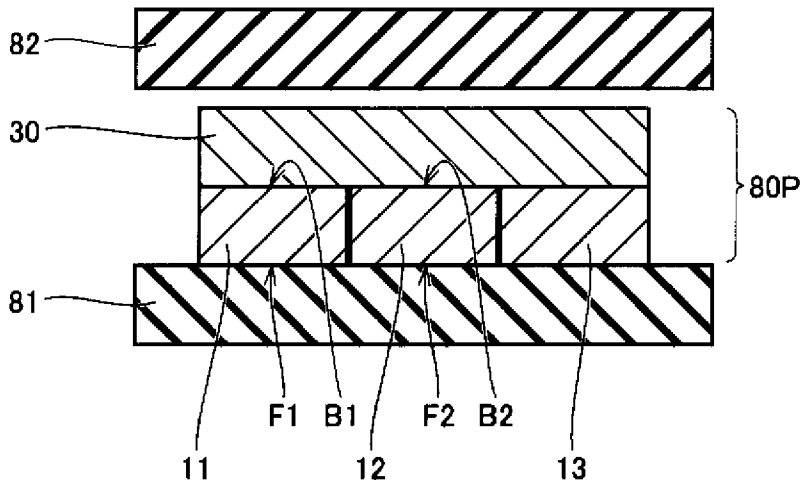
[図18]


SS
82
20
D1
81
F1
B1
F2
B2
11
12
13

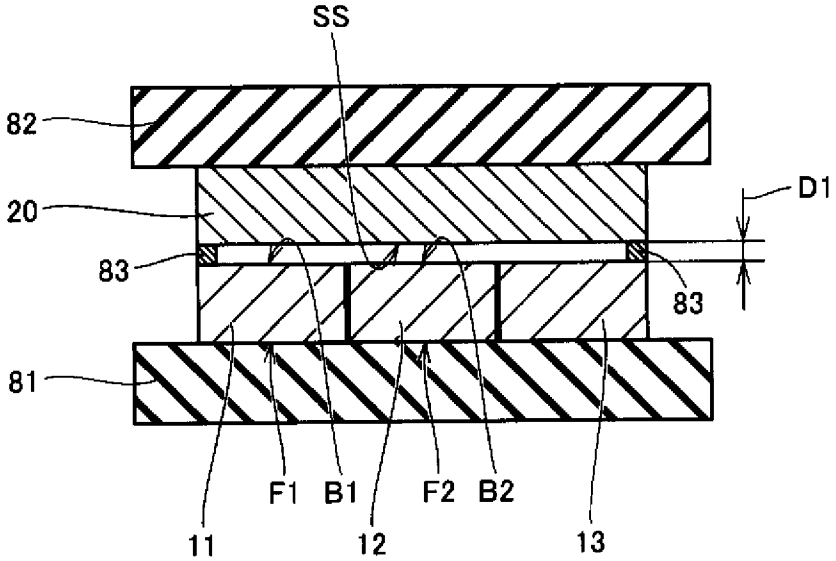
[図19]


82
20p
30p
81
F1
B1
F2
B2
11
12
13

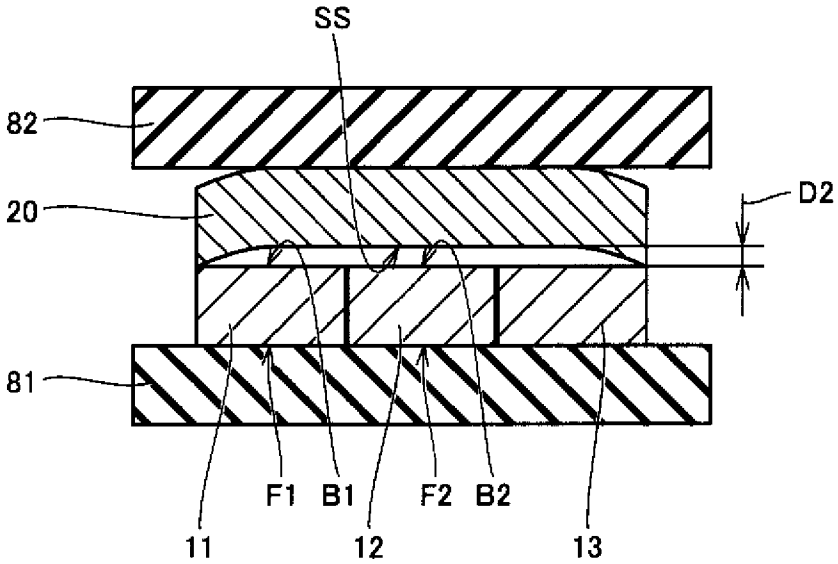
[図20]


82
30
80P
81
F1
B1
F2
B2
11
12
13

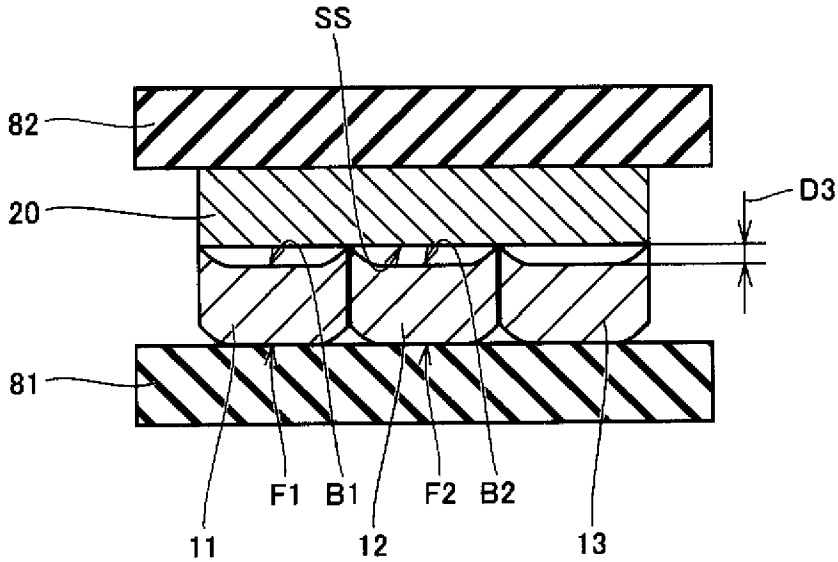
[図21]


SS
82
20
83
83
D1
81
F1
B1
F2
B2
11
12
13

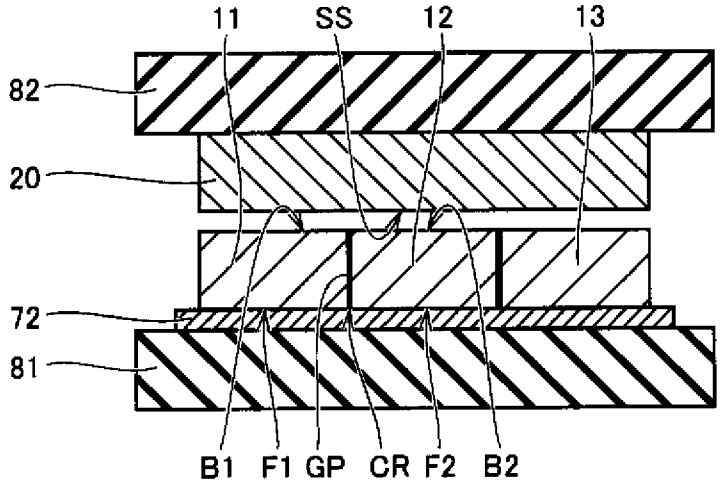
[図22]


SS
82
20
D2
81
F1
B1
F2
B2
11
12
13

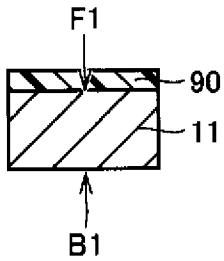
[図23]


SS
82
20
D3
81
F1
B1
F2
B2
11
12
13

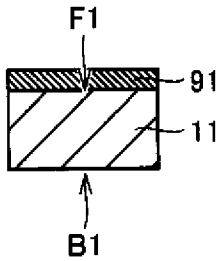
[図24]



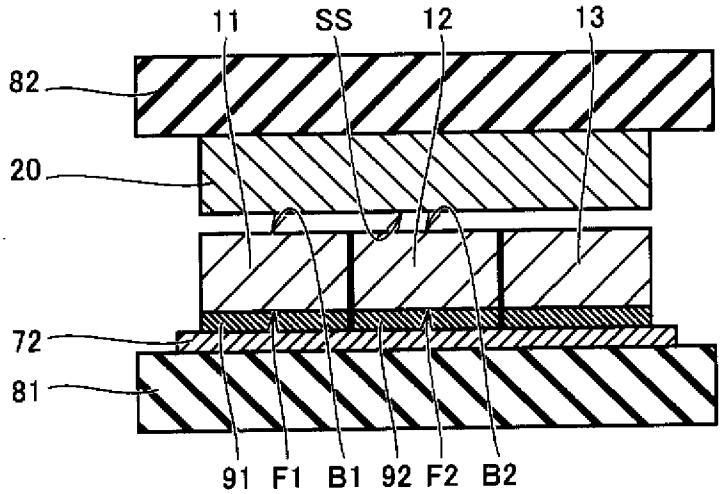
[図25]



[図26]



[図27]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/054307

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01L21/20(2006.01)i, *C30B29/36*(2006.01)i, *H01L21/02*(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)
H01L21/20, C30B29/36, H01L21/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 11-228296 A (Nippon Pillar Packing Co., Ltd.), 24 August 1999 (24.08.1999), paragraph [0017]; fig. 5 (Family: none)	1-13
A	WO 01/018872 A1 (Sixon Inc.), 15 March 2001 (15.03.2001), page 13, line 11 to page 17, line 12; fig. 1 to 4 & JP 3854508 B & EP 1215730 A1 & DE 60033829 D & TW 565630 B	1-13
A	JP 2003-068592 A (Toshiba Corp.), 07 March 2003 (07.03.2003), paragraphs [0017] to [0027]; fig. 1 to 3 (Family: none)	1-13

☒ 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	Date of mailing of the international search report
19 May, 2011 (19.05.11)	31 May, 2011 (31.05.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/054307

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 11-029397 A (Nippon Pillar Packing Co., Ltd.), 02 February 1999 (02.02.1999), paragraphs [0012] to [0016]; fig. 1 to 5 & US 6153166 A & EP 922792 A1 & WO 1999/000538 A1 & CA 2263339 A & RU 2160329 C & CN 1231003 A	1-13

国際調査報告

国際出願番号 PCT／JP2011／054307

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. H01L21/20(2006.01)i, C30B29/36(2006.01)i, H01L21/02(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（IPC））

Int.Cl. H01L21/20, C30B29/36, H01L21/02

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	1971－2011年
日本国実用新案登録公報	1996－2011年
日本国登録実用新案公報	1994－2011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 11-228296 A（日本ピラー工業株式会社）1999.08.24, 段落【0017】, 第5図（ファミリーなし）	1-13
A	WO 01/018872 A1（株式会社シクスオン）2001.03.15, 第13頁第11行－第17頁第12行, 第1－4図 & JP 3854508 B & EP 1215730 A1 & DE 60033829 D & TW 565630 B	1-13
A	JP 2003-068592 A（株式会社東芝）2003.03.07, 段落【0017】－【0027】, 第1－3図（ファミリーなし）	1-13

☑ 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 19.05.2011	国際調査報告の発送日 31.05.2011
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ISA／JP） 郵便番号100－8915 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） 4L 9835 萩原 周治 電話番号 03－3581－1101 内線 3498

Ｃ（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 11-029397 A（日本ピラー工業株式会社）1999.02.02, 段落【００１２】－【００１６】, 第１－５図 & US 6153166 A & EP 922792 A1 & WO 1999/000538 A1 & CA 2263339 A & RU 2160329 C & CN 1231003 A	1-13