

(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
2017年11月2日(02.11.2017)



(10) 国際公開番号

WO 2017/188381 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/36 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2017/016738
- (22) 国際出願日: 2017年4月27日(27.04.2017)
- (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 2016-092073 2016年4月28日(28.04.2016) JP
- (71) 出願人: 学校法人関西学院 (KWANSEI GAKUIN EDUCATIONAL FOUNDATION) [JP/JP]; 〒6628501 兵庫県西宮市上ヶ原一番町1番155号 Hyogo (JP).
- (72) 発明者: 金子 忠昭 (KANEKO, Tadaaki); 〒6691337 兵庫県三田市学園二丁目一番地 関西学院大学理工学部内 Hyogo (JP). 久津間 保徳 (KUTSUMA, Yasunori); 〒6691337 兵庫県三田市学園二丁目一番地 関西学院大学理工学部内 Hyogo (JP). 芦田 晃嗣 (ASHIDA,

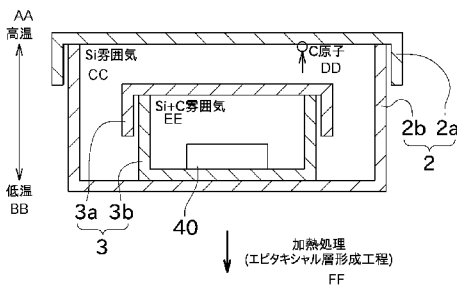
Koji); 〒6691337 兵庫県三田市学園二丁目一番地 関西学院大学理工学部内 Hyogo (JP). 橋本 遼 (HASHIMOTO, Ryo); 〒6691337 兵庫県三田市学園二丁目一番地 関西学院大学理工学部内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 桂川 直己 (KATSURAGAWA, Naoki); 〒5300012 大阪府大阪市北区芝田2-2-17 和光ビル 桂川国際特許事務所 Osaka (JP).

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

(54) Title: VAPOUR-PHASE EPITAXIAL GROWTH METHOD, AND METHOD FOR PRODUCING SUBSTRATE EQUIPPED WITH EPITAXIAL LAYER

(54) 発明の名称: 気相エピタキシャル成長方法及びエピタキシャル層付き基板の製造方法



(57) Abstract: An SiC container (3) formed from a material including polycrystalline SiC is accommodated in a TaC container (2) formed from a material including TaC. The TaC container (2) is heated in an environment in which a temperature gradient is generated, while a base substrate (40) is accommodated inside the SiC container (3), such that the inside of the TaC container (2) reaches Si vapour pressure. As a result, C atoms sublimated as a result of etching the inner surface of the SiC container (3), and Si atoms in the atmosphere bond with each other, and a monocrystalline 3C-SiC epitaxial layer (41) is grown on the base substrate (40).

(57) 要約: TaCを含む材料で構成されるTaC容器(2)に、多結晶SiCを含む材料で構成されるSiC容器(3)を收容し、当該SiC容器(3)の内部に下地基板(40)を收容した状態において、当該TaC容器(2)内がSi蒸気圧となるように、かつ、温度勾配が発生する環境でTaC容器(2)を加熱する。その結果、SiC容器(3)の内面がエッチングされることで昇華したC原子と、雰囲気中のSi原子と、が結合することで、下地基板(40)上に単結晶3C-SiCのエピタキシャル層(41)が成長する。

FIG. 3:
AA High temperature
BB Low temperature
CC Si atmosphere
DD C atom
EE Si+C atmosphere
FF Heat treatment (step for forming epitaxial layer)

WO 2017/188381 A1

ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

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

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：

気相エピタキシャル成長方法及びエピタキシャル層付き基板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、主として、下地基板に単結晶SiCのエピタキシャル層を気相成長させる方法に関する。

背景技術

[0002] 近年、半導体ウエハの材料として、炭化ケイ素（SiC）が注目されている。SiCは、機械的強度に優れるとともに、放射線にも強い。また、SiCは、不純物の添加によって電子や正孔の価電子制御も容易にできるとともに、広い禁制帯幅（例えば3C型の単結晶SiCで2.2eV）や高い絶縁破壊電界、電子の飽和ドリフト速度を有するという特徴を備えている。このような理由から、SiCは、上述した既存の半導体材料では実現できない高温、高周波、耐電圧・耐環境性を実現できる次世代のパワーデバイスの材料として期待されている。また、LED（発光ダイオード）のための基板としても注目されている。

[0003] 従来から、SiCを用いた半導体ウエハの製造方法において、エピタキシャル層を形成する方法が知られている。特許文献1及び2は、SiCのエピタキシャル層を形成する方法を開示する。

[0004] 特許文献1では、SiCのエピタキシャル層は、CVD（Chemical Vapor Deposition、化学気相成長）法により形成される。エピタキシャル層を成長させる工程では、成長速度を1 μ m/h以下に抑えた欠陥発生抑止層を導入することにより、欠陥の少ないエピタキシャル層を形成させることが可能となる。

[0005] また、エピタキシャル層を成長させる別の技術として、以下の方法が知られている。即ち、このエピタキシャル層の形成方法は、種結晶添加昇華技術を用いてSiCのバルク結晶を成長させる工程と、バルク結晶表面にエピタ

キシタル層を液相成長させる工程と、を含む。エピタキシタル層を成長させる工程では、液相成長を行うことで、前記種結晶からバルク結晶基板に伝播したマイクロパイプ欠陥を塞ぐことができ、マイクロパイプ欠陥の少ないSiCのエピタキシタル層を形成させることが可能となる。

先行技術文献

特許文献

[0006] 特許文献1：特開2007-284298号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] しかし、特許文献1のCVD法は成長速度が遅いため、特に比較的厚いエピタキシタル層を形成する場合は、処理時間が長くなる。従って、製造コストが上がるとともに、大量生産に適していない。また、CVD法を用いる場合、基板を配置する高さ、場所等に応じて原料ガスの供給量が異なるため、成長速度が不均一になる場合がある。

[0008] また、種結晶添加昇華技術を用いる上記の方法は、エピタキシタル層を成長させる工程において、シリコン融液中にSiCを溶融した溶融物の溶解度を上げる元素を混入させているため、エピタキシタル結晶中への前記元素の意図しない混入、及び、シリコン融液中での高い溶媒（炭素）濃度に起因した異種多形の混入が懸念される。従って、高純度のエピタキシタル層が形成できない可能性がある。

[0009] 本発明は以上の事情に鑑みてされたものであり、その主要な目的は、高純度のSiCのエピタキシタル層を短時間で形成する方法を提供することにある。

課題を解決するための手段及び効果

[0010] 本発明の解決しようとする課題は以上の如くであり、次にこの課題を解決するための手段とその効果を説明する。

[0011] 本発明の第1の観点によれば、以下の気相エピタキシタル成長方法が提供

される。即ち、T a Cを含む材料で構成されるT a C容器の内部に、多結晶S i Cを含む材料で構成されるS i C容器を収容し、当該S i C容器の内部に下地基板を収容した状態において、当該T a C容器内がS i 蒸気圧となるように、かつ、温度勾配を設けて前記T a C容器を加熱する。その結果、前記S i C容器の内面がエッチングされることで昇華したC原子と、雰囲気中のS i 原子と、が結合することで、前記下地基板上に単結晶S i Cのエピタキシャル層を成長させるエピタキシャル層成長工程が行われる。

[0012] 更に、S i Cは耐熱性に優れるため加熱時のプロセス温度を2000℃近くまで上昇することが可能であるため、高純度のS i Cエピタキシャル層を短時間で形成することができる。また、エピタキシャル層の原料はS i C容器であるため、原料ガスを導入するCVD等と比較して、エピタキシャル層を均一に成長させることができる。

[0013] 前記の気相エピタキシャル成長方法においては、前記下地基板の材料がA l化合物又はN化合物であることが好ましい。

[0014] これにより、本発明の方法を用いることで下地基板がS i Cに限られないので、汎用性が高いエピタキシャル成長方法が実現できる。

[0015] 前記の気相エピタキシャル成長方法においては、前記下地基板の材料がS i Cであり、 $\langle 11-20 \rangle$ 方向又は $\langle 1-100 \rangle$ 方向に対するオフ角が 1° 以下であっても良い。

[0016] これにより、下地基板がS i Cであってオフ角が小さい場合は、テラスが広くなり、下地基板の結晶多形を問わず、高品質のS i Cのエピタキシャル層が形成され易くなる。

[0017] 前記の気相エピタキシャル成長方法においては、エピタキシャル層成長工程では、温度勾配が $2^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下であることが好ましい。

[0018] これにより、本発明の方法を用いることでS i C容器内のC原子の圧力が高くなるため、上記のような低い温度勾配でもエピタキシャル層を十分に成長させることができる。従って、加熱装置又は加熱制御を単純化できる。

[0019] 前記の気相エピタキシャル成長方法においては、エピタキシャル層成長工

程では、前記S i C容器に複数枚の前記下地基板を配置して、当該複数枚の前記下地基板のそれぞれに前記エピタキシャル層を成長させることが好ましい。

[0020] これにより、複数枚の下地基板に同時にエピタキシャル層を形成できるので、処理を効率化できる。特に、本発明の方法を用いることでS i C容器内の位置に関係なく均一にエピタキシャル層を形成できるので、品質が低下することもない。

[0021] 前記の気相エピタキシャル成長方法においては、前記T a C容器の内面をS i又はS i化合物とし、前記エピタキシャル層の成長時の加熱により、当該T a C容器の内面からS i原子が昇華することで、当該T a C容器内をS i蒸気圧とすることが好ましい。

[0022] これにより、固体のS i等をT a C容器内に投入する方法と比較して、作業者の手間を軽減できる。また、T a Cの内面の広範囲にわたってS i等を形成することで、均一なS i雰囲気を実現できる。

[0023] 前記の気相エピタキシャル成長方法においては、前記エピタキシャル層の結晶多形が3 C - S i Cであることが好ましい。

[0024] あるいは、前記の気相エピタキシャル成長方法においては、前記エピタキシャル層の結晶多形が4 H - S i C又は6 H - S i Cであっても良い。

[0025] これにより、本発明の効果を発揮させつつ、様々な結晶多形のエピタキシャル層を成長させることができる。

[0026] 本発明の第2の観点によれば、前記の気相エピタキシャル成長方法を用いるエピタキシャル層付き基板の製造方法が提供される。

[0027] これにより、高純度のエピタキシャル層付き基板を効率的に製造できる。

[0028] 前記のエピタキシャル層付き基板の製造方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記下地基板の材料はS i Cである。前記下地基板を、S i C容器を介さずに前記T a C容器に収容してS i蒸気圧下で加熱することで当該下地基板をエッチングする。

[0029] これにより、T a C容器をエピタキシャル層の形成時だけでなく、エッチ

ング時にも用いることができる。

図面の簡単な説明

- [0030] [図1]加熱処理に用いられる高温真空炉を示す模式図。
[図2]高温真空炉の本加熱室及び予備加熱室を詳細に示す断面構造図。
[図3]T a C容器及びS i C容器を用いてエピタキシャル層を成長させる処理を示す断面模式図。
[図4]3 C - S i C単結晶及び4 H - S i C単結晶の原子配列と積層周期を説明するための断面模式図。
[図5]S i C基板のオフ角を説明する図。
[図6]T a C容器の内側と外側にS i C容器を配置してエピタキシャル層を成長させたときの様子を示す図。
[図7]T a C容器の内側と外側にS i C容器を配置して成長させたエピタキシャル層のS i面とC面の顕微鏡写真。
[図8]処理条件（特に下地基板から原料までの距離）が異なる4つのパターンの加熱処理を示す断面模式図。
[図9]下地基板の位置と成長速度の関係を示すグラフ。
[図10]T a Cを用いてエッチングを行う処理を示す断面模式図。
[図11]複数枚の下地基板に同時に3 C - S i Cのエピタキシャル層を形成する様子を示す断面模式図。

発明を実施するための形態

- [0031] 次に、図面を参照して本発明の実施の形態を説明する。
- [0032] 初めに、加熱処理を行うための高温真空炉11と、T a C容器2と、S i C容器3と、について、図1から図3までを参照して説明する。図1は、加熱処理に用いられる高温真空炉11を示す模式図である。図2は、高温真空炉11の本加熱室及び予備加熱室を詳細に示す断面図である。図3は、T a C容器2及びS i C容器3を用いてエピタキシャル層を成長させる処理を示す断面模式図である。
- [0033] 図1及び図2に示すように、高温真空炉11は、被処理物（下地基板等）

を1000℃以上2300℃以下の温度に加熱することが可能な本加熱室21と、被処理物を500℃以上の温度に予備加熱可能な予備加熱室22と、を備えている。予備加熱室22は本加熱室21の下方に配置され、本加熱室21に対して上下方向に隣接している。また、高温真空炉11は、予備加熱室22の下方に配置された断熱室23を備えている。この断熱室23は予備加熱室22に対して上下方向に隣接している。

[0034] 高温真空炉11は真空チャンバ19を備え、前記本加熱室21と予備加熱室22は、この真空チャンバ19の内部に備えられている。真空チャンバ19には真空形成装置としてのターボ分子ポンプ34が接続されており、例えば 10^{-2} Pa以下、望ましくは 10^{-7} Pa以下の真空を真空チャンバ19内に得ることができるようになっている。ターボ分子ポンプ34と真空チャンバ19との間には、ゲートバルブ25が介設される。また、ターボ分子ポンプ34には、補助のためのロータリポンプ26が接続される。

[0035] 高温真空炉11は、予備加熱室22と本加熱室21との間で被処理物を上下方向に移動させることが可能な移動機構27を備えている。この移動機構27は、被処理物を支持可能な支持体28と、この支持体28を上下動させることが可能なシリンダ部29と、を備えている。シリンダ部29はシリンダロッド30を備え、このシリンダロッド30の一端が前記支持体28に連結されている。また、高温真空炉11には、真空度を測定するための真空計31、及び、質量分析法を行うための質量分析装置32が設けられている。

[0036] 前記真空チャンバ19は、被処理物を保管しておくための図略のストック室と、搬送路65を通じて接続されている。この搬送路65は、ゲートバルブ66によって開閉可能になっている。

[0037] 前記本加熱室21は、平面断面視で正六角形に形成されるとともに、真空チャンバ19の内部空間の上部に配置される。図2に示すように、本加熱室21の内部には、加熱ヒータとしてのメッシュヒータ33が備えられている。また、本加熱室21の側壁や天井には第1多層熱反射金属板71が固定され、この第1多層熱反射金属板71によって、メッシュヒータ33の熱を本

加熱室 2 1 の中央部に向けて反射させるように構成されている。

[0038] これにより、本加熱室 2 1 内において、加熱処理対象としての被処理物を取り囲むようにメッシュヒータ 3 3 が配置され、更にその外側に多層熱反射金属板 7 1 が配置されるレイアウトが実現されている。また、メッシュヒータ 3 3 は、例えば上側に向かうにつれて幅が大きくなるように構成されている、あるいは、上側に向かうにつれて供給される電力を大きくすることが可能に構成されている。これにより、本加熱室 2 1 内に温度勾配を設けることができる。なお、本加熱室 2 1 は、例えば 1 0 0 0℃以上 2 3 0 0℃以下の温度まで昇温させることができる。

[0039] 本加熱室 2 1 の天井側は第 1 多層熱反射金属板 7 1 によって閉鎖される一方、底面の第 1 多層熱反射金属板 7 1 には貫通孔 5 5 が形成されている。被処理物は、この貫通孔 5 5 を介して、本加熱室 2 1 と、この本加熱室 2 1 の下側に隣接する予備加熱室 2 2 との間で移動できるようになっている。

[0040] 前記貫通孔 5 5 には、移動機構 2 7 の支持体 2 8 の一部が挿入されている。この支持体 2 8 は、上から順に、第 2 多層熱反射金属板 7 2、第 3 多層熱反射金属板 7 3、及び第 4 多層熱反射金属板 7 4 を互いに間隔をあけて配置した構成となっている。

[0041] 3つの多層熱反射金属板 7 2～7 4 は、何れも水平に配置されるとともに、垂直方向に設けた柱部 3 5 によって互いに連結されている。そして、第 2 多層熱反射金属板 7 2 及び第 3 多層熱反射金属板 7 3 とで挟まれたスペースに受け台 3 6 が配置され、この受け台 3 6 上に被処理物が収容された T a C 容器 2 を載置できるように構成されている。本実施形態において、この受け台 3 6 はタンタルカーバイドにより構成されている。

[0042] 前記シリンダ部 2 9 のシリンダロッド 3 0 の端部にはフランジが形成されて、このフランジが第 4 多層熱反射金属板 7 4 の下面に固定される。この構成により、前記シリンダ部 2 9 を伸縮させることで、受け台 3 6 上の被処理物を前記 3 つの多層熱反射金属板 7 2～7 4 とともに上下動させることができる。

- [0043] 前記予備加熱室 2 2 は、本加熱室 2 1 の下側の空間を、多層熱反射金属板 7 6 で囲うことにより構成されている。この予備加熱室 2 2 は、平面断面視で円状となるように構成されている。なお、予備加熱室 2 2 内には、前記メッシュヒータ 3 3 のような加熱手段は備えられていない。
- [0044] 図 2 に示すように、予備加熱室 2 2 の底面部においては、前記多層熱反射金属板 7 6 に貫通孔 5 6 が形成されている。また、予備加熱室 2 2 の側壁をなす多層熱反射金属板 7 6 において、前記搬送路 6 5 と対面する部位に通路孔 5 0 が形成されている。更に、前記高温真空炉 1 1 は、前記通路孔 5 0 を閉鎖可能な開閉部材 5 1 を備えている。
- [0045] 予備加熱室 2 2 の下側で隣接する前記断熱室 2 3 は、上側が前記多層熱反射金属板 7 6 によって区画され、下側及び側部が多層熱反射金属板 7 7 によって区画されている。断熱室 2 3 の下側を覆う多層熱反射金属板 7 7 には貫通孔 5 7 が形成されて、前記シリンダロッド 3 0 を挿通できるようになっている。
- [0046] 前記貫通孔 5 7 の上端部に相当する位置において、多層熱反射金属板 7 7 には収納凹部 5 8 が形成される。この収納凹部 5 8 には、前記支持体 2 8 が備える第 4 多層熱反射金属板 7 4 を収納可能になっている。
- [0047] 多層熱反射金属板 7 1 ~ 7 4, 7 6, 7 7 は何れも、金属板（タングステン製）を所定の間隔をあけて積層した構造になっている。前記開閉部材 5 1 においても、通路孔 5 0 を閉鎖する部分には、同様の構成の多層熱反射金属板が用いられている。
- [0048] 多層熱反射金属板 7 1 ~ 7 4, 7 6, 7 7 の材質としては、メッシュヒータ 3 3 の熱輻射に対して十分な加熱特性を有し、また、融点が雰囲気温度より高い物質であれば、任意のものをを用いることができる。例えば、前記タングステンのほか、タンタル、ニオブ、モリブデン等の高融点金属材料を多層熱反射金属板 7 1 ~ 7 4, 7 6, 7 7 として用いることができる。また、タングステンカーバイド、ジルコニウムカーバイド、タンタルカーバイド、ハフニウムカーバイド、モリブデンカーバイド等の炭化物を、多層熱反射金属

板 7 1 ~ 7 4, 7 6, 7 7 として用いることもできる。また、その反射面に、金やタングステンカーバイド等からなる赤外線反射膜を更に形成しても良い。

[0049] そして、支持体 2 8 に備えられる多層熱反射金属板 7 2 ~ 7 4 は、小さな貫通孔を多数有するパンチメタル構造のタングステン板を、当該貫通孔の位置を異ならせつつ所定の間隔をあけて積層した構造になっている。

[0050] また、支持体 2 8 の最も上層に備えられる第 2 多層熱反射金属板 7 2 の積層枚数は、本加熱室 2 1 の第 1 多層熱反射金属板 7 1 の積層枚数よりも少なくなっている。

[0051] この状態で被処理物を搬送路 6 5 から真空チャンバ 1 9 の内部へ導入し、予備加熱室 2 2 内にある前記受け台 3 6 上に載置する。この状態で前記メッシュヒータ 3 3 を駆動すると、本加熱室 2 1 が 1 0 0 0 °C 以上 2 3 0 0 °C 以下の所定の温度（例えば約 1 9 0 0 °C）に加熱される。またこのとき、前記ターボ分子ポンプ 3 4 の駆動によって、真空チャンバ 1 9 内の圧力は $1 0^{-3}$ Pa 以下、好ましくは $1 0^{-5}$ Pa 以下となるように調整されている。

[0052] ここで前述したとおり、支持体 2 8 の第 2 多層熱反射金属板 7 2 の積層枚数は、前記第 1 多層熱反射金属板 7 1 の積層枚数よりも少なくなっている。従って、メッシュヒータ 3 3 が発生する熱の一部が第 2 多層熱反射金属板 7 2 を介して予備加熱室 2 2 に適度に供給（分配）され、予備加熱室 2 2 内の被処理物を 5 0 0 °C 以上の所定の温度（例えば 8 0 0 °C）となるように予備加熱することができる。即ち、予備加熱室 2 2 にヒータを設置しなくても予備加熱を実現でき、予備加熱室 2 2 の簡素な構造が実現できている。

[0053] 上記の予備加熱処理を所定時間行った後、シリンダ部 2 9 を駆動し、支持体 2 8 を上昇させる。この結果、被処理物が下側から貫通孔 5 5 を通過して本加熱室 2 1 内に移動する。これにより、直ちに本加熱処理が開始され、本加熱室 2 1 内の被処理物を所定の温度（約 1 9 0 0 °C）に急速に昇温させることができる。

[0054] T a C 容器 2 は、図 3 に示すように、互いに嵌合可能な上容器 2 a と下容

器 2 b とを備える嵌合容器である。この構成により、T a C 容器 2 の内部空間は密閉されているが、若干の気体原子は、T a C 容器 2 の内部から外部（又はその逆）へ移動することができる。また、この T a C 容器 2 は、真空下で高温処理を行う場合に後述の C 原子吸着イオンポンプ機能を発揮するように構成されており、具体的には、タンタル金属からなるとともに、炭化タンタル層を内部空間に露出させるようにして構成されている。

[0055] 更に詳細に説明すると、T a C 容器 2 は、最も内側の層（被処理物に最も近い側の層）の部分に T a C 層が形成され、この T a C 層の外側に T a₂C 層が形成され、更にその外側に基材としてのタンタル金属が形成された構成となっている。従って、上述のように真空下で高温処理を続ける限りにおいて、T a C 容器 2 は、炭化タンタル層の表面から連続的に炭素原子を吸着して取り込む機能を奏する。この意味で、本実施形態の T a C 容器 2 は C 原子吸着イオンポンプ機能（イオンゲッター機能）を有する。また、最も内側の層の T a C 層には、S i が付与されている。これにより、加熱処理時に当該 S i が昇華して S i 蒸気が発生する。そして、T a C 容器 2 内の雰囲気に含まれている S i 蒸気及び C 蒸気のうち、C 蒸気だけが T a C 容器 2 に選択的に吸蔵されるので、T a C 容器 2 内を高純度の S i 雰囲気に保つことができる。

[0056] なお、S i の供給源としては、T a C 容器 2 の内壁に S i を付与する構成に限られず、例えば T a C 容器 2 の内壁を T a_xS i_y（例えば、T a S i₂又は T a₅S i₃）で構成しても良いし、他の S i 化合物で構成しても良い。更には、T a C 容器 2 の内部に固体の S i（S i ペレット）を配置しても良い。

[0057] S i C 容器 3 は、3 C - S i C 等の多結晶 S i C を含んで構成されている。本実施形態では、S i C 容器 3 の全体が S i C で構成されている。ただし、S i C 容器 3 は、加熱処理時に S i 蒸気及び C 蒸気を内部空間に発生させる構成であれば、S i C 容器 3 の一部（例えば内面）が多結晶 S i C 製であっても良い。

[0058] S i C 容器 3 は、T a C 容器 2 と同様に、互いに嵌合可能な上容器 3 a と

下容器3bとを備える嵌合容器である。この構成により、SiC容器3の内部空間は密閉されているが、若干の気体原子は、SiC容器3の内部から外部（又はその逆）へ移動することができる。これにより、TaC容器2の内部で発生したSi蒸気は、SiC容器3の外部から内部へ移動し、SiC容器3の内部空間にSi蒸気を供給することができる。また、図3に示すように、SiC容器3は、TaC容器2の内部に配置されるため、TaC容器2よりも小型である。また、SiC容器3には、少なくとも1枚の下地基板40が収容される。

[0059] 下地基板40は、エピタキシャル層41を形成するための土台又は下地となる基板である。下地基板40は、SiC基板であっても良いし、SiC以外の材料（例えばAl化合物又はN化合物）からなる基板であっても良い。また、SiC基板である場合、結晶多形は任意であり、例えば、3C-SiC、4H-SiC、又は6H-SiCで構成することができる。なお、下地基板40がSiC基板の場合、 $\langle 11-20 \rangle$ 方向又は $\langle 1-100 \rangle$ 方向に対するオフ角（図5を参照）が 1° 以下であっても良いし、 1° より大きくても良い。また、下地基板40のSi面又はC面の何れにエピタキシャル層41を形成しても良い。

[0060] 次に、エピタキシャル成長工程について説明する。本実施形態では、気相エピタキシャル成長方法により、下地基板40に、単結晶3C-SiCのエピタキシャル層41を形成する。具体的には、図3に示すように、下地基板40をSiC容器3に収容し、このSiC容器3を更にTaC容器2に収容する。また、TaC容器2の上側（エピタキシャル層41を形成する側）が高温となるように、温度勾配を設ける。温度勾配は、 $2^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下であることが好ましく、 $1^\circ\text{C}/\text{mm}$ 程度であることが更に好ましい。この状態で、TaC容器2を 1600°C 以上 2300°C 以下の高温で加熱する。

[0061] この加熱処理により、TaC容器2の内面に付与したSiが昇華して、TaC容器2の内部がSiの平衡蒸気圧になる。他のSi源を用いた場合であってもSiの昇華によりTaC容器2の内部がSiの平衡蒸気圧となる。従

って、SiC容器3は、Si蒸気圧下で高温で加熱されることとなるので、SiC容器3はエッチング（Si蒸気圧エッチング）される。具体的には、以下に示す反応が行われる。簡単に説明すると、SiCがSi蒸気圧下で加熱されることで、SiCが熱分解ならびにSiとの化学反応によってSi₂C又はSiC₂等になって昇華する。また、SiC容器3の内部では高いC分圧が発生し、2℃/mm以下の温度勾配を駆動力として下地基板40の表面にC成分が輸送され3C-SiCが結晶化する。

[0062] SiC容器3がSi蒸気圧エッチングされることで、SiC容器3の炭化を防止して、SiC容器3からC原子（又はC化合物）を昇華させることができる。ここで、上述のようにTaC容器2は、C原子吸着イオンポンプ機能を有しているため、TaC容器2の内部であってSiC容器3の外部は、高純度のSi雰囲気となる。一方、SiC容器3の内部は、C原子が吸収されないのでC雰囲気となる。更に、TaC容器2のSi源から発生したSi蒸気は、SiC容器3の上容器3aと下容器3bの隙間から、SiC容器3の内部にも侵入する。従って、SiC容器3の内部は、Si+C雰囲気となる。従って、温度勾配を設けつつ加熱処理を行うことで、下地基板40の表面に単結晶3C-SiCのエピタキシャル層41を形成することができる（エピタキシャル層成長工程）。また、これにより、エピタキシャル層付き基板を製造することができる。

[0063] ここで、図4を参照して、4H-SiCと3C-SiCの分子配列について簡単に説明する。3C-SiCは、図4（a）に示すように、Si原子とC原子が積層するように構成されており、SiとCからなる単分子層の高さは0.25nmである。また、4H-SiCは、図4（b）に示すように2分子層毎に配列方向が反転するが、3C-SiCは配列方向が反転せず一定である。

[0064] ここで、上記のようにTaC容器2及びSiC容器3で下地基板40を覆うことで、SiC容器3の内部のC蒸気分圧を高くすることができる。従って、温度勾配が1℃/mm程度でも、エピタキシャル層41を十分成長さ

せることができる。なお、従来から知られている昇華法等では、有効な成長速度を実現するためには、より高低差が大きい温度勾配が必要となる。しかし、温度勾配の高低差を大きくするためには、精密な加熱装置及び細かな制御が必要となり製造コストが高くなってしまう。この点、本実施形態では、温度勾配が $2^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下、 $1^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 程度、又は $1^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以下で良いため、製造コストを低くすることができる。

[0065] また、本実施形態の方法でエピタキシャル層41を成長させることで、下地基板40がSiC以外であっても、単結晶3C-SiCのエピタキシャル層41を形成することができる。また、下地基板40が3C-SiC以外であっても、単結晶3C-SiCのエピタキシャル層41を形成することができる。MBE法（分子線エピタキシー法）及びCVD法（化学気相成長法）を行うことによっても、4H-SiC上にSiCを成長させることができる。しかし、MBE法及びCVD法は、例えば 1600°C 以上の高温での加熱処理に不向きであるため、成長速度に上限がある。一方で、近接昇華法は成長温度の高温化や高い成長速度を期待できるが、基板面内の均一性が問題となる。これに対し、本実施形態の方法では、 1600°C 以上の高温での加熱処理に適しており、かつ、SiCのエピタキシャル成長がPoly-SiC容器という準閉鎖系で行われるために、均一性が高い。

[0066] なお、SiC基板のオフ角が大きい場合（例えば 1° より大きい場合）は、ステップフロー成長が生じるため、下地基板40の結晶多形を引き継ぎ易くなるため、下地基板40である4H-SiC上に、エピタキシャル層41としての4H-SiCが成長する。従って、3C-SiCのエピタキシャル層41が必要となる場合は、SiC基板のオフ角が小さい（例えば 1° 以下）ことが好ましい。

[0067] 次に、SiC容器3をTaC容器2に収容する効果を確認した実験について、図6及び図7を参照して説明する。この実験は、図6に示すように、TaC容器2の内側と外側にSiC容器3を配置して、それぞれのSiC容器3の内部の下地基板40にエピタキシャル層41を成長させる。

[0068] この実験の結果が図7に示されている。図7(a)は、T a C容器2の外側にS i C容器3を配置してエピタキシャル成長させたときのエピタキシャル層41のS i面とC面の顕微鏡写真である。図7(b)は、T a C容器2の内側にS i C容器3を配置してエピタキシャル成長させたときのエピタキシャル層41のS i面とC面の顕微鏡写真である。このように、T a C容器2の内側にS i C容器3を配置することで、エピタキシャル層41の表面が平坦になり、高品質なエピタキシャル層41を形成できる。また、成長速度についても、T a C容器2の内側にS i C容器3を配置した方が、5倍程度速くなった。このように、下地基板40をS i C容器3及びT a C容器2で覆うことで、高品質のエピタキシャル層41を高速で形成できる。

[0069] 次に、S i C容器3の内部の位置によらず、エピタキシャル層41が均一に形成されることを確かめた実験について、図8及び図9を参照して説明する。この実験は、図8に示すように、様々な環境で下地基板40を配置し、1800℃かつ温度勾配が約1℃/mmで加熱して、エピタキシャル層41の成長量を比較した。特に、下地基板40の表面から原料(S i C容器3又は多結晶S i Cプレート45)までの距離Lを変えて実験を行った。また、図8(a)及び図8(b)では1つのS i C容器3に1枚の下地基板40が収容されるが、図8(c)及び図8(d)では、1つのS i C容器3に2枚の下地基板40が収容される。なお、図8では、T a C容器2を省略しているが、それぞれのS i C容器3はT a C容器2に収容されている。

[0070] この実験の結果が図9に示されている。図9には、図8(a)から図8(d)で用いた下地基板40について、下地基板40の表面から原料までの距離Lと、下地基板40に形成されたエピタキシャル層41の成長速度と、を対応付けたグラフである。図9に示すように、全ての下地基板40は、おおむね同程度の成長速度となっている。従って、温度勾配が一樣であれば、S i C容器3の内部の位置によらずエピタキシャル層41が均一に形成されることが確かめられた。なお、図8(c)及び図8(d)のように、1つのS i C容器3に複数枚の下地基板40を収容することで、エピタキシャル層4

1 を効率的に形成できる。

[0071] 図9に示すように、エピタキシャル層41の成長速度は、1800℃で6～8μm/hであり、特許文献1のCVD法の6倍から8倍である。なお、本実施形態の方法では、加熱温度を1800℃以上にすることができるので、更に速い成長速度を実現できる。また、温度勾配を1℃/mmより更に大きくすることによっても、更に速い成長速度を実現できる。

[0072] 本実施形態のTaC容器2は、エピタキシャル層41を形成する工程だけでなく、下地基板40（SiC基板）をエッチングする工程にも使用可能である。上述のように、TaC容器2は、内部を高純度のSi雰囲気を保つことができるので、図10に示すように、TaC容器2に直接（SiC容器3を介さずに）SiC基板を配置して、1600℃以上で加熱することで、SiC基板をエッチング（上述のSi蒸気圧エッチング）することができる。

[0073] エッチング工程を行うタイミングは任意であり、例えばインゴットから切り出して機械研磨を行った後のSiC基板を平坦にするために（即ちエピタキシャル層41の形成前に）エッチングを行っても良いし、イオン（不純物）を注入することで荒れたエピタキシャル層41を平坦化するために（即ちエピタキシャル層41の形成後に）エッチングを行っても良い。

[0074] 上記では、TaC容器2の内部にSiC容器3を収容し、SiC容器3の内部に下地基板40を収容して気相エピタキシャル成長を行うことで、単結晶3C-SiCをエピタキシャル層41として下地基板40に成長させたが、同様の方法を用いて、単結晶4H-SiC及び単結晶6H-SiC等をエピタキシャル層41として下地基板40に成長させることもできる。また、例えば下地基板40のオフ角及び温度等を変更させることで、成長させるエピタキシャル層41の結晶多形を選択することもできる。

[0075] また、図11は、1つのSiC容器3に、複数枚の下地基板40を収容し、それをTaC容器2に収容した実施形態を示している。上述のように、本発明の方法を用いることで、SiC容器3の位置に関係なく同様の成長速度及び品質を有する単結晶3C-SiCのエピタキシャル層41を形成できる

ので、エピタキシャル層41付き基板を効率的に形成できる。

[0076] 以上に説明したように、本実施形態では、TaCを含む材料で構成されるTaC容器2の内部に、多結晶SiCを含む材料で構成されるSiC容器3を収容し、当該SiC容器3の内部に下地基板40を収容した状態において、当該TaC容器2内がSi蒸気圧となるように、かつ、温度勾配を設けてTaC容器2を加熱する。その結果、SiC容器3の内面がエッチングされることで昇華したC原子と、SiC容器3の内部の雰囲気中のSi原子と、が結合することで、下地基板40上に単結晶SiC（3C-SiC、4H-SiC、6H-SiC等）のエピタキシャル層41が成長する。

[0077] これにより、高純度の単結晶SiCのエピタキシャル層41を高速で形成することができる。また、エピタキシャル層41の原料はSiC容器3であるため、原料ガスを導入するCVD等と比較して、エピタキシャル層41を均一に成長させることができる。

[0078] また、本実施形態の気相エピタキシャル成長方法においては、下地基板40の材料は、Al化合物又はN化合物であっても良いし、エピタキシャル層41の材料がSiCであり、 $\langle 11-20 \rangle$ 方向又は $\langle 1-100 \rangle$ 方向に対するオフ角が 1° 以下であっても良い。

[0079] これにより、本発明の方法を用いることで下地基板40がSiCに限られないので、汎用性が高いエピタキシャル成長方法が実現できる。これにより、下地基板40がSiCであってオフ角が小さい場合は、テラスが広くなり、下地基板40の結晶多形を問わず、高品質の単結晶SiCのエピタキシャル層が形成され易くなる。

[0080] また、本実施形態の気相エピタキシャル成長方法においては、温度勾配が $2^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下となることが好ましい。

[0081] これにより、本発明の方法を用いることでSiC容器3内のC原子の圧力が高くなるため、上記のような低い温度差でもエピタキシャル層を十分に成長させることができる。従って、加熱装置又は加熱制御を単純化できる。

[0082] また、本実施形態の気相エピタキシャル成長方法においては、SiC容器

3に複数枚の下地基板40を配置して、当該複数枚の下地基板40のそれぞれにエピタキシャル層41を成長させる。

[0083] これにより、複数枚の下地基板40に同時にエピタキシャル層41を形成できるので、処理を効率化できる。特に、本発明の方法を用いることでSiC容器3内の位置に関係なく均一にエピタキシャル層41を形成できるので、品質が低下することもない。

[0084] また、本実施形態の気相エピタキシャル成長方法においては、TaC容器2の内面をSi又はSi化合物とし、エピタキシャル層41の成長時の加熱により、当該TaC容器2の内面からSi原子が昇華することで、当該TaC容器2内をSi蒸気圧とする。

[0085] これにより、固体のSi等をTaC容器2内に投入する方法と比較して、作業者の手間を軽減できる。また、TaCの内面の広範囲にわたってSi等を形成することで、均一なSi雰囲気を実現できる。

[0086] 以上に本発明の好適な実施の形態を説明したが、上記の構成は例えば以下のように変更することができる。

[0087] 上述したTaC容器2及びSiC容器3の形状は任意であり、適宜変更可能である。例えば、TaC容器2とSiC容器3は異なる形状であっても良いし、同じ（相似）形状であっても良い。また、TaC容器2又はSiC容器3は、図8（d）に示すように、複数の空間を有していても良い。また、1つのTaC容器2に複数のSiC容器3を収容したり、このSiC容器3に、更に複数枚の下地基板40を収容してエピタキシャル層41を形成しても良い。

[0088] 例えば、エピタキシャル層41の成長量を正確に制御したい場合は、エピタキシャル層41の形成時に不活性ガス（Arガス等）を導入して、エピタキシャル層41の成長速度を低下させることもできる。

[0089] TaC容器2の内部空間及びSiC容器3の内部空間の雰囲気（特にSiとCの分圧）は、Si源の量、TaCの炭素吸着機能の程度、TaC容器2の容積、SiC容器3の容積等によって異なるため、それらを異ならせるこ

とで、エピタキシャル層41の成長速度及び品質等を制御することができる。
。

符号の説明

- [0090] 2 TaC容器
2a 上容器
2b 下容器
3 SiC容器
3a 上容器
3b 下容器
11 高温真空炉
40 SiC基板
41 エピタキシャル層
45 多結晶SiCプレート

請求の範囲

- [請求項1] T a Cを含む材料で構成されるT a C容器の内部に、多結晶S i Cを含む材料で構成されるS i C容器を収容し、当該S i C容器の内部に下地基板を収容した状態で、
- 当該T a C容器内がS i 蒸気圧となるように、かつ、温度勾配を設けて前記T a C容器を加熱することで、
- 前記S i C容器の内面がエッチングされることで昇華したC原子と、雰囲気中のS i 原子と、が結合することで、前記下地基板上に単結晶S i Cのエピタキシャル層を成長させるエピタキシャル層成長工程を行うことを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。
- [請求項2] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、
- 前記下地基板の材料がA l 化合物又はN化合物であることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。
- [請求項3] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、
- 前記下地基板の材料がS i Cであり、 $\langle 11-20 \rangle$ 方向又は $\langle 1-100 \rangle$ 方向に対するオフ角が 1° 以下であることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。
- [請求項4] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、
- エピタキシャル層成長工程では、温度勾配が $2^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以下であることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。
- [請求項5] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、
- エピタキシャル層成長工程では、前記S i C容器に複数枚の前記下地基板を配置して、当該複数枚の前記下地基板のそれぞれに前記エピタキシャル層を成長させることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。
- [請求項6] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、
- 前記T a C容器の内面をS i 又はS i 化合物とし、前記エピタキシャル層の成長時の加熱により、当該T a C容器の内面からS i 原子が

昇華することで、当該T a C容器内をS i 蒸気圧とすることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。

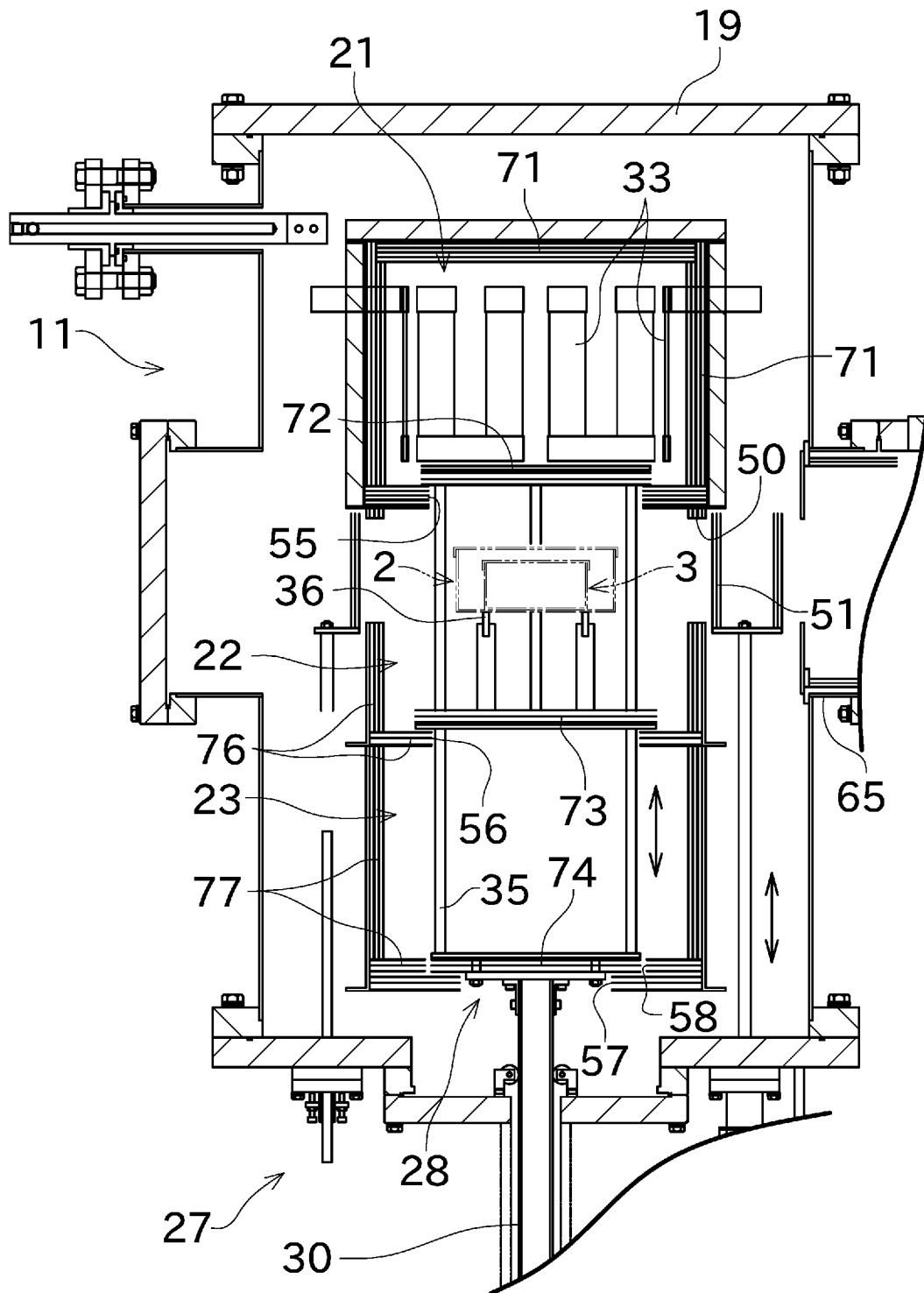
[請求項7] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、前記エピタキシャル層の結晶多形が3 C - S i Cであることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。

[請求項8] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法であって、前記エピタキシャル層の結晶多形が4 H - S i C又は6 H - S i Cであることを特徴とする気相エピタキシャル成長方法。

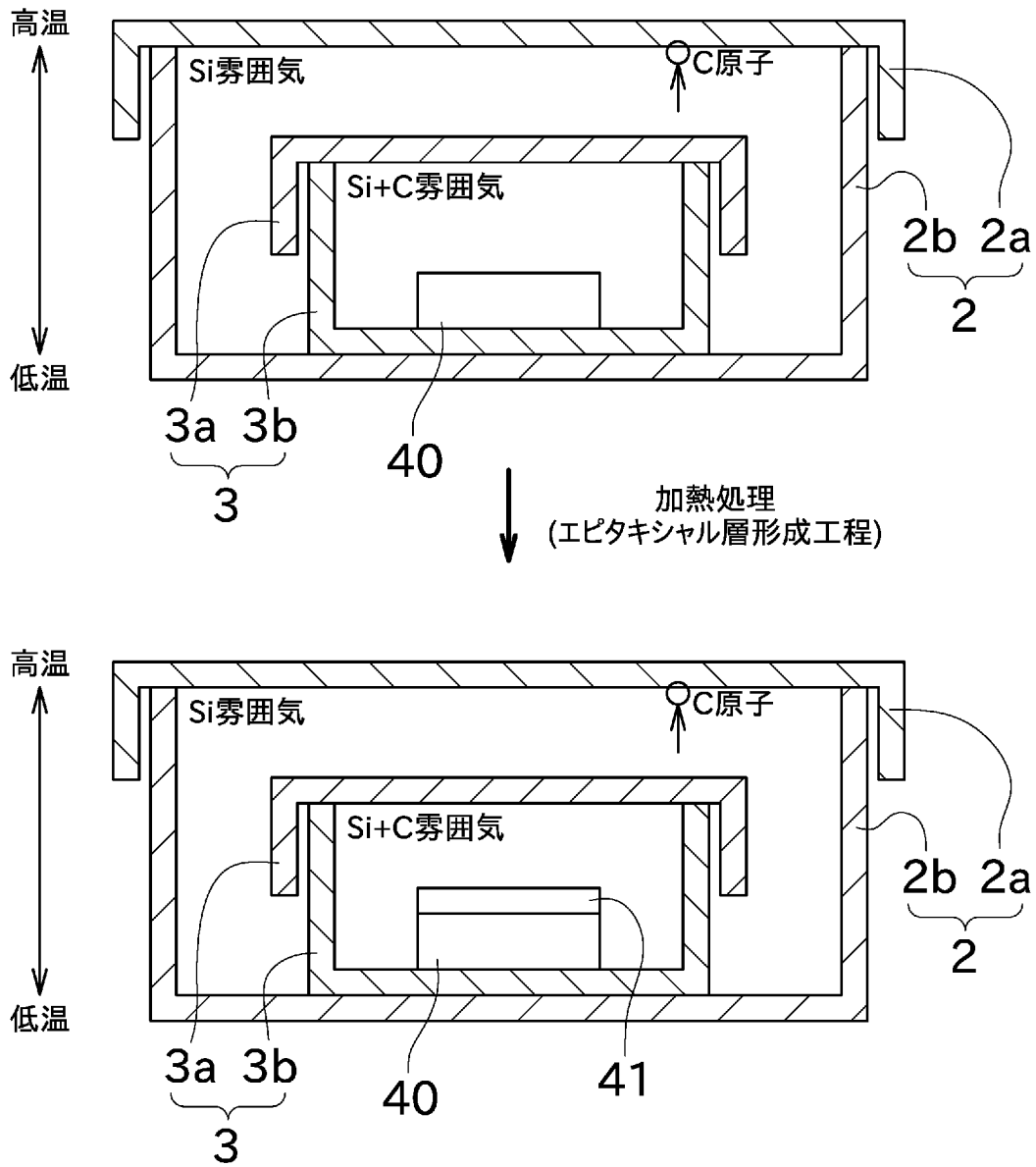
[請求項9] 請求項1に記載の気相エピタキシャル成長方法を用いることを特徴とするエピタキシャル層付き基板の製造方法。

[請求項10] 請求項9に記載のエピタキシャル層付き基板の製造方法であって、前記下地基板の材料はS i Cであり、前記下地基板をS i C容器を介さず前記T a C容器に収容してS i 蒸気圧下で加熱することで当該下地基板をエッチングすることを特徴とするエピタキシャル層付き基板の製造方法。

[図2]

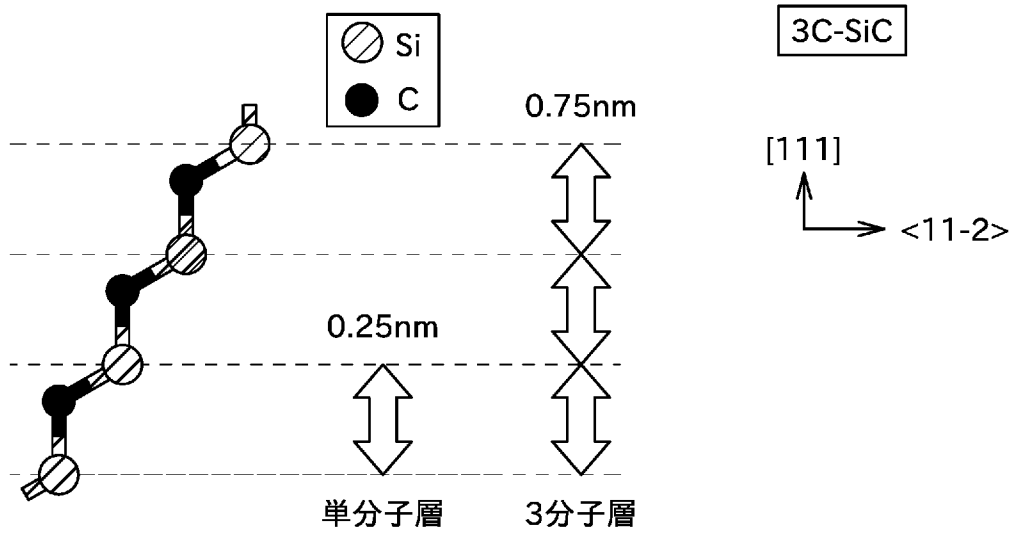


[図3]

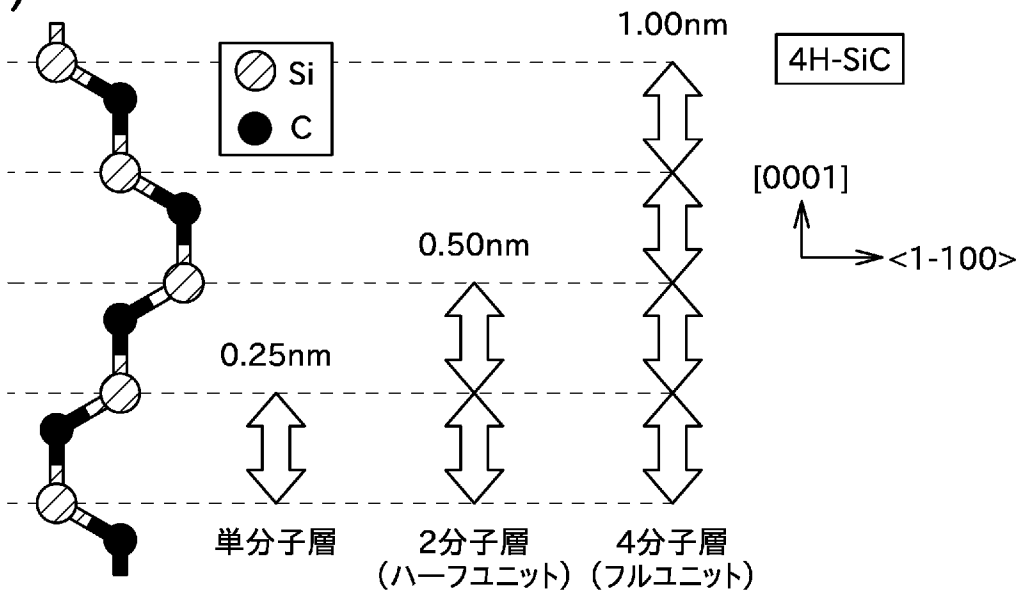


[図4]

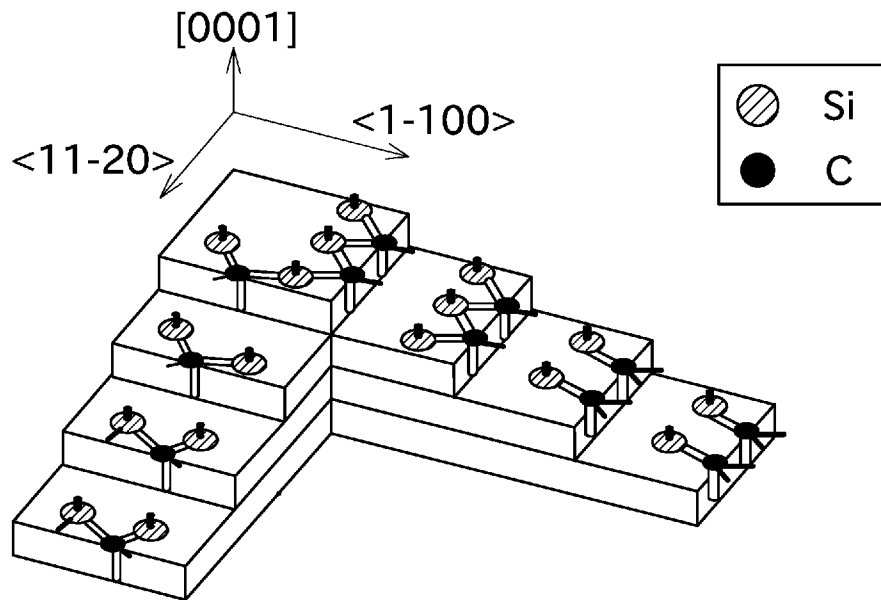
(a)



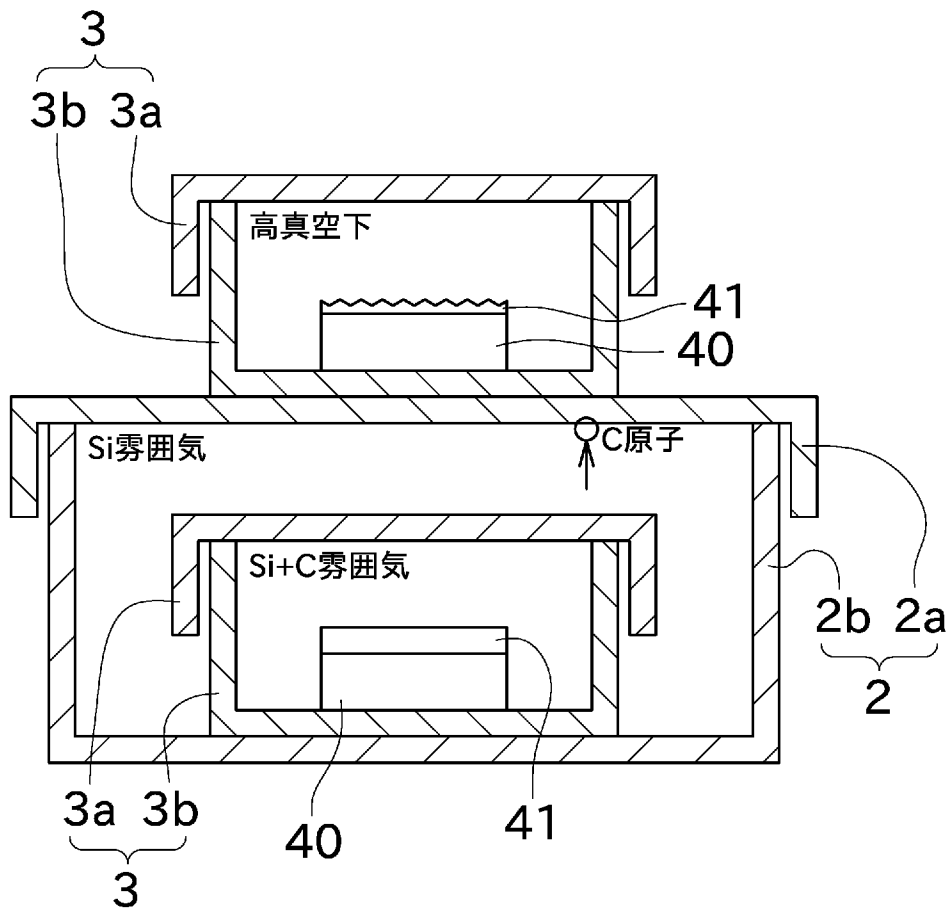
(b)



[図5]

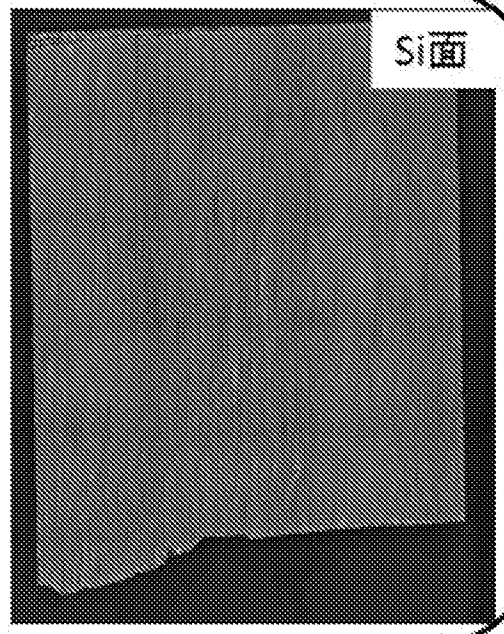
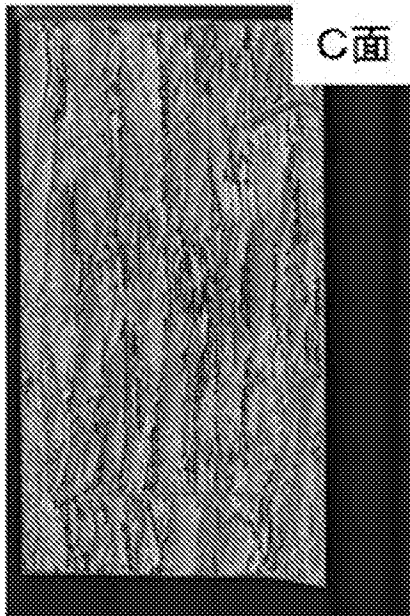


[図6]

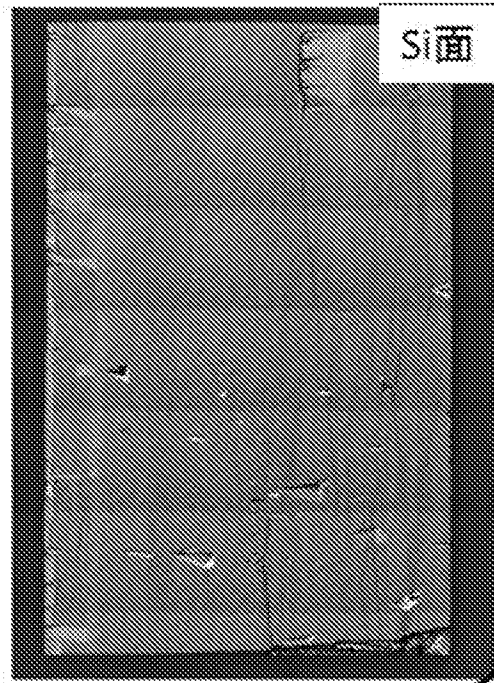
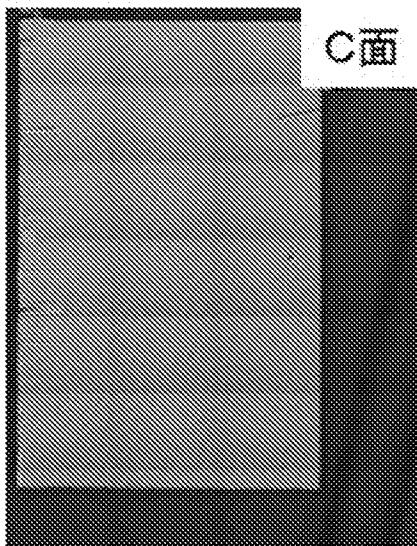


[図7]

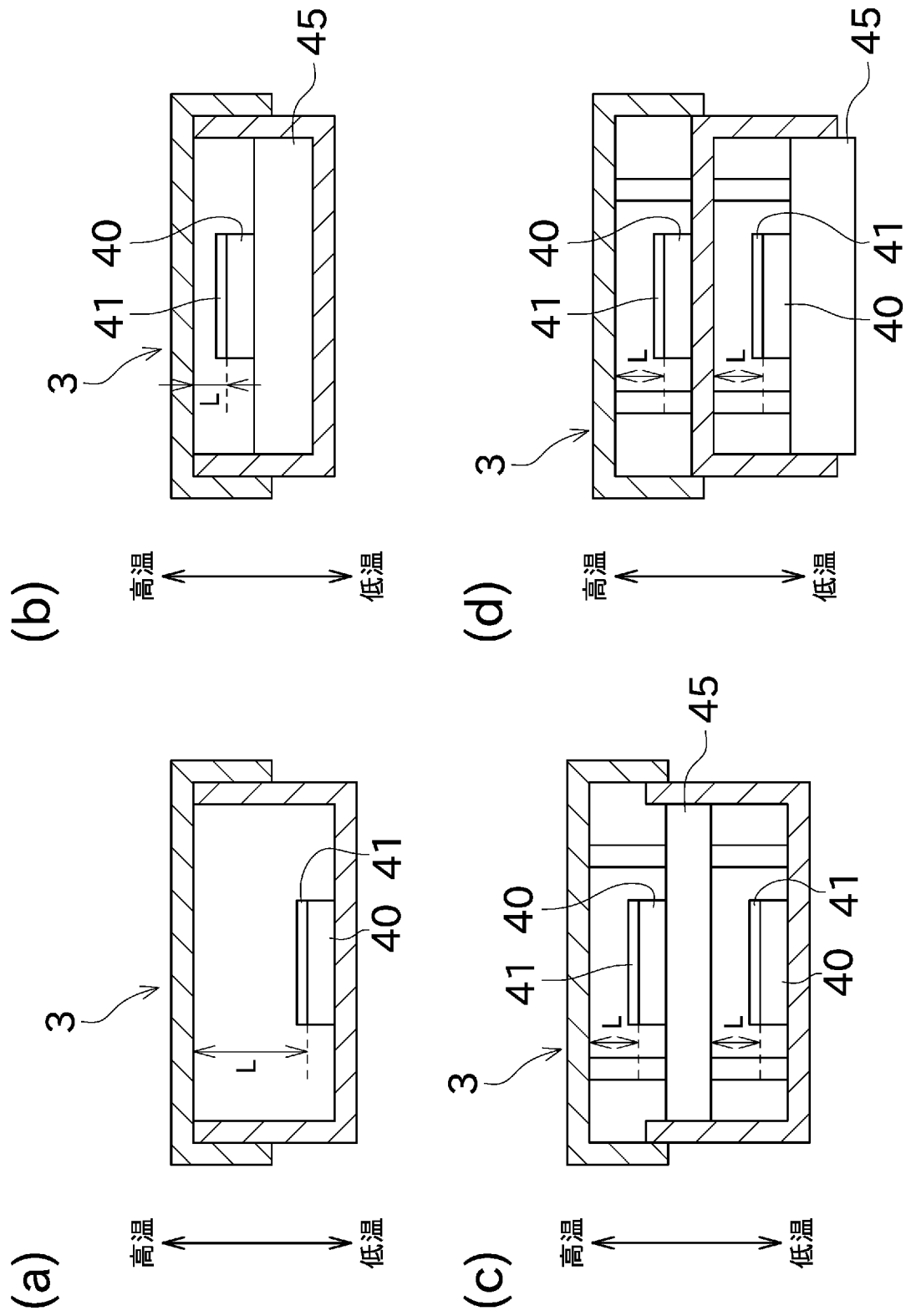
(a)



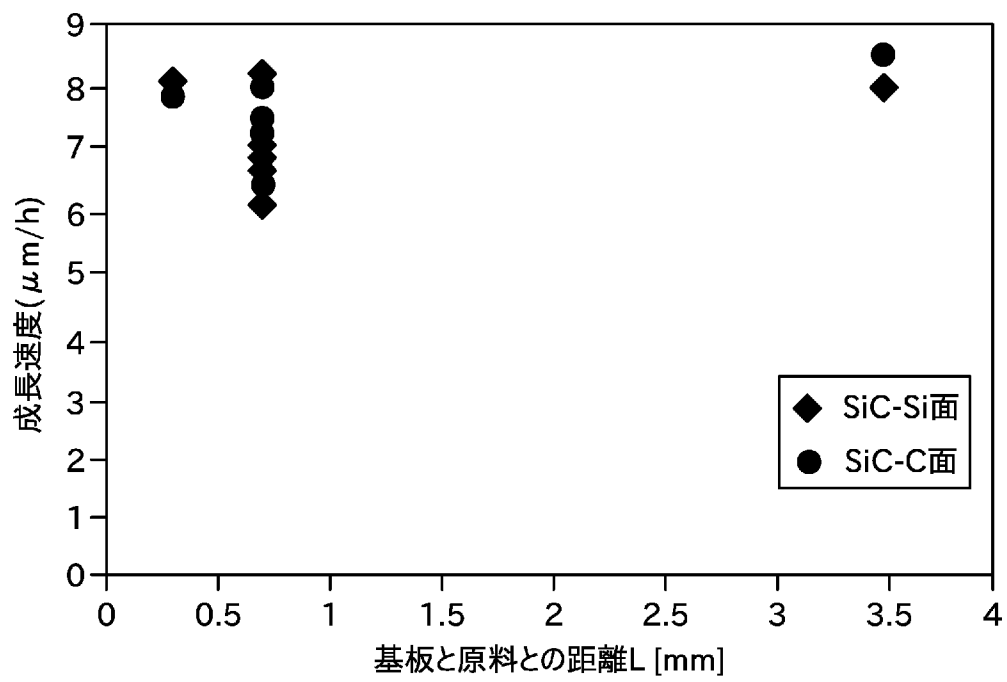
(b)



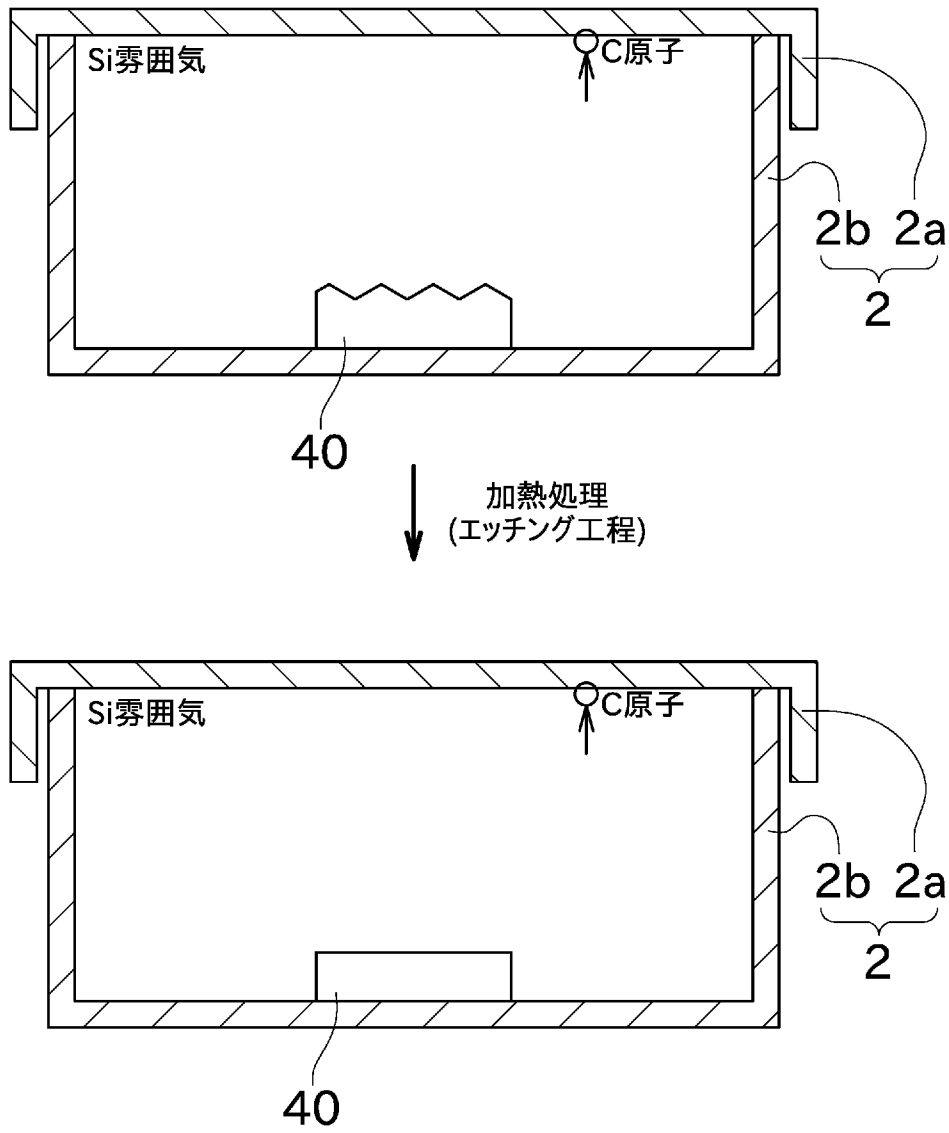
[図8]



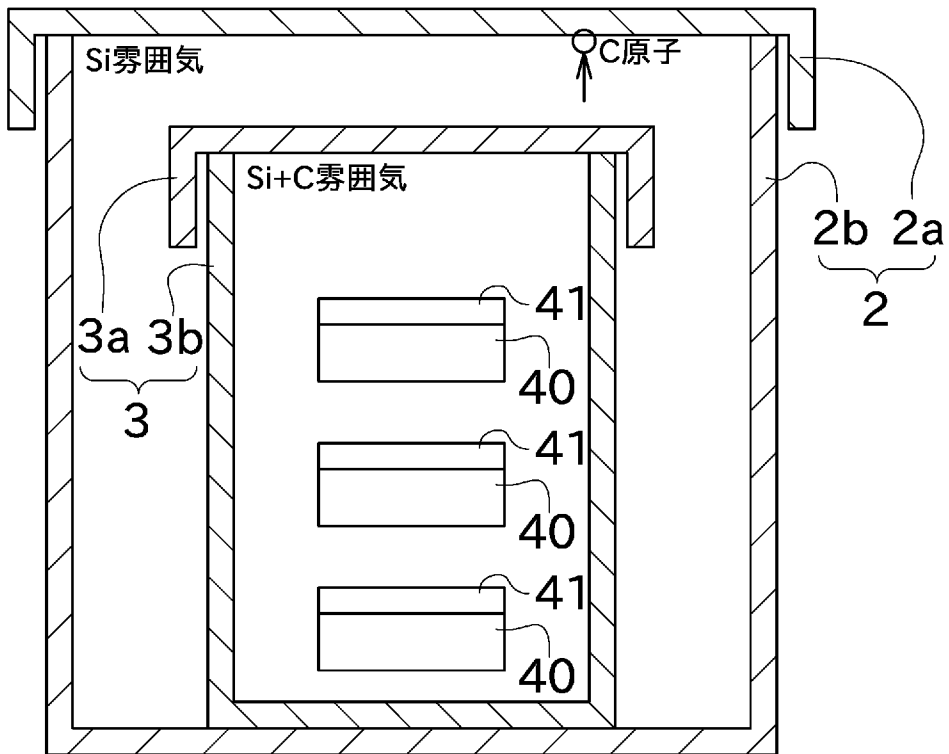
[図9]



[図10]



[図11]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2017/016738

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C30B29/36(2006.01) i

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

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
C30B29/36

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	1996-2017
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2017	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2017

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 2009-7193 A (KWANSEI GAKUIN UNIVERSITY), 15 January 2009 (15.01.2009), paragraphs [0081] to [0168] (Family: none)	1-10
A	JP 2010-64919 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 25 March 2010 (25.03.2010), paragraphs [0021] to [0106] (Family: none)	1-10
A	JP 2013-189323 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 26 September 2013 (26.09.2013), paragraphs [0022] to [0058] (Family: none)	1-10

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* 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 15 June 2017 (15.06.17)	Date of mailing of the international search report 27 June 2017 (27.06.17)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Authorized officer Telephone No.
--	---

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））

Int.Cl. C30B29/36(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. C30B29/36

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2017年
日本国実用新案登録公報	1996-2017年
日本国登録実用新案公報	1994-2017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 2009-7193 A（学校法人関西学院）2009.01.15, [0081]～[0168] （ファミリーなし）	1-10
A	JP 2010-64919 A（昭和電工株式会社）2010.03.25, [0021]～[0106] （ファミリーなし）	1-10
A	JP 2013-189323 A（住友電気工業株式会社）2013.09.26, [0022]～ [0058]（ファミリーなし）	1-10

☐ 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

15.06.2017

国際調査報告の発送日

27.06.2017

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（ISA/J P）
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）

今井 淳一

4G

9055

電話番号 03-3581-1101 内線 3416