

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第5152887号
(P5152887)

(45) 発行日 平成25年2月27日(2013.2.27)

(24) 登録日 平成24年12月14日(2012.12.14)

(51) Int. Cl.			F I		
HO 1 L	21/324	(2006.01)	HO 1 L	21/324	X
HO 1 L	21/265	(2006.01)	HO 1 L	21/265	6 O 2 A
C 3 O B	29/36	(2006.01)	C 3 O B	29/36	A
C 3 O B	33/08	(2006.01)	C 3 O B	33/08	

請求項の数 17 (全 30 頁)

(21) 出願番号	特願2006-187415 (P2006-187415)	(73) 特許権者	503092180
(22) 出願日	平成18年7月7日(2006.7.7)		学校法人関西学院
(65) 公開番号	特開2008-16691 (P2008-16691A)		兵庫県西宮市上ヶ原一番町1番155号
(43) 公開日	平成20年1月24日(2008.1.24)	(74) 代理人	100089196
審査請求日	平成21年4月3日(2009.4.3)		弁理士 梶 良之
		(74) 代理人	100104226
			弁理士 須原 誠
		(72) 発明者	金子 忠昭
			兵庫県三田市学園3-1-A210
		審査官	岩田 行剛

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法、単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法、イオン注入アニール方法及び単結晶炭化ケイ素基板、単結晶炭化ケイ素半導体基板

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

単結晶炭化ケイ素基板の表面の平坦化工程としての機械的及び化学的研磨(CMP)を必要とせずに単結晶炭化ケイ素バルクインゴットより直接切り出した単結晶炭化ケイ素ウエファーの基板表面欠陥の除去を行うと共に切削加工により失われた表面ステップ形状モフォロジーを形成させる単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、

前記単結晶炭化ケイ素基板の結晶構造が4H-SiC及び6H-SiCのいずれかであって、表面改質される基板表面が(0001)Si面又は(000-1)C面であり、

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上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で1500以上2300以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、

単結晶炭化ケイ素基板表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、機械的切削加工により発生した表面損傷の基板表面欠陥を除去するとともに、基板表面全体にステップ高さが0.5nm以下の表面ステップ形状モフォロジーを形成して、基板表面の算術平均粗さを1.0nm以下とすることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

【請求項2】

単結晶炭化ケイ素基板の表面の平坦化工程で機械的及び化学的研磨により生ずる基板表面欠陥の除去を行うと共に研磨加工により失われた表面ステップ形状モフォロジーを形成

させる単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、

前記単結晶炭化ケイ素基板の結晶構造が $4H-SiC$ 及び $6H-SiC$ のいずれかであって、表面改質される基板表面が $(0001)Si$ 面又は $(000-1)C$ 面であり、

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上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空中に保った状態で 1500 以上 2300 以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、

単結晶炭化ケイ素基板表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、機械的及び化学的研磨により発生した表面損傷の基板表面欠陥を除去するとともに、基板表面全体にステップの高さが 0.5 nm 以下の表面ステップ形状モフォロジーを形成して、基板表面の算術平均粗さを 1.0 nm 以下とすることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法

10

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載された表面改質方法で改質された前記単結晶炭化ケイ素基板上に、気相法のエピタキシャル成長法で基板のマイクロパイプ欠陥を閉塞修復する単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、

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備える上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板に対向して多結晶炭化ケイ素基板を近接設置させて前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板との隙間にケイ素分子の気相雰囲気を介在させた複合体を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空中に保った状態で 1500 以上 2300 以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、

20

単結晶炭化ケイ素基板表面のマイクロパイプ欠陥を気相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜で閉塞修復することを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

【請求項 4】

請求項 1 または 2 に記載された表面改質方法で改質された前記単結晶炭化ケイ素基板上に、液相法のエピタキシャル成長法で基板のマイクロパイプ欠陥を閉塞修復する単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、

30

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備える上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板に対向して多結晶炭化ケイ素基板を近接設置させて前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板との隙間にケイ素分子の液相融液を介在させた複合体を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空中に保った状態で 1500 以上 2300 以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、

単結晶炭化ケイ素基板表面のマイクロパイプ欠陥を液相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜で閉塞修復することを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

【請求項 5】

40

請求項 3 または 4 に記載された単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法でマイクロパイプ欠陥を閉塞修復した単結晶炭化ケイ素薄膜の表面を平坦化し表面ステップ形状モフォロジーを形成させる単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、

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上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空中に保った状態で 1500 以上 2300 以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、

単結晶炭化ケイ素薄膜表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、前記単結晶炭化ケイ素薄膜表面にステップの高さが 0.5 nm 以下の表面ステップ形状モフォロジーを形成

50

して、単結晶炭化ケイ素基板薄膜の算術平均粗さを1.0 nm以下とすることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

【請求項6】

請求項3または4に記載された単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法でマイクロパイプ欠陥を閉塞修復した単結晶炭化ケイ素薄膜の表面に、p型又はn型半導体のドーピングイオンを注入し活性化熱アニールするイオン注入アニール方法であり、

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備える上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で1600以上2100以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、

p型又はn型半導体のドーピングイオンを活性化熱アニールすると同時にドーピングイオンが注入された前記単結晶炭化ケイ素薄膜表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、ドーピングイオンが注入された単結晶炭化ケイ素半導体基板の表面にステップの高さが0.5 nm以下の表面ステップ形状モフォロジーを均一に形成して、基板の算術平均粗さを1.0 nm以下とすることを特徴とするイオン注入アニール方法。

【請求項7】

請求項1、2、5の何れか一項に記載の単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の前において、前記単結晶炭化ケイ素基板を収納した前記収納容器を800以上の温度で加熱する予備加熱工程をさらに備えており、

前記加熱処理工程は、予め減圧下で1500以上2300以下の温度に調整された本加熱室で行われるものとし、

前記加熱処理工程は、前記予備加熱工程を行う予備加熱室から前記本加熱室へ前記収納容器を移動することにより行われることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

【請求項8】

請求項3または4に記載の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、

前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の前において、前記単結晶炭化ケイ素基板を収納した前記収納容器を800以上の温度で加熱する予備加熱工程をさらに備えており、

前記加熱処理工程は、予め減圧下で1500以上2300以下の温度に調整された本加熱室で行われるものとし、

前記加熱処理工程は、前記予備加熱工程を行う予備加熱室から前記本加熱室へ前記収納容器を移動することにより行われることを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

【請求項9】

請求項6に記載のイオン注入アニール方法であり、

前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の前において、前記単結晶炭化ケイ素基板を収納した前記収納容器を800以上の温度で加熱する予備加熱工程をさらに備えており、

前記加熱処理工程は、予め減圧下で1600以上2100以下の温度に調整された本加熱室で行われるものとし、

前記加熱処理工程は、前記予備加熱工程を行う予備加熱室から前記本加熱室へ前記収納容器を移動することにより行われることを特徴とするイオン注入アニール方法。

【請求項10】

請求項1、2、5の何れか一項に記載の単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、前記加熱処理工程は、前記収納容器の外部圧力が 10^{-4} Pa以下の減圧下で行われることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

【請求項11】

請求項3または4に記載の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、

前記加熱処理工程は、前記収納容器の外部圧力が 10^{-4} Pa以下の減圧下で行われることを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

【請求項12】

10

20

30

40

50

請求項 6 に記載のイオン注入アニール方法であり、
前記加熱処理工程は、前記収納容器の外部圧力が 10^{-4} Pa 以下の減圧下で行われることを特徴とするイオン注入アニール方法。

【請求項 13】

請求項 1、2、5 の何れか一項に記載の表面改質方法によって表面が改質された単結晶炭化ケイ素基板。

【請求項 14】

請求項 6 に記載のイオン注入アニール方法によって表面が改質された単結晶炭化ケイ素半導体基板。

【請求項 15】

請求項 4 に記載の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、
前記加熱処理工程は、前記単結晶炭化ケイ素基板とそれに対向して近接設置させた前記多結晶炭化ケイ素基板との間にスペーサで隙間を設けた状態でケイ素分子の液相融液を介在させ前記スペーサの厚みより液相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜が薄くなる様に制御して成長を終了して加熱を停止するものであり、

前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の後において、前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板の複合体を前記収納容器内に収納せずに直接真空加熱する工程をさらに備えており、

前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板との間のケイ素を真空中に蒸発気化させることで隙間が出来るので前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板が冷却後剥離が容易となることを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

【請求項 16】

請求項 6 に記載のイオン注入アニール方法であり、
p 型又は n 型半導体のドーピングイオンは、アルミニウム、ボロン、又はリンを少なくとも含むことを特徴とする単結晶炭化ケイ素半導体基板。

【請求項 17】

請求項 1 または 2 に記載の単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、
前記単結晶炭化ケイ素基板において表面改質される表面の結晶方位が、ジャスト面又はオフ角を持つことを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、主要には、単結晶炭化ケイ素 (SiC) 基板の表面を改質する方法に関する。

【背景技術】

【0002】

炭化ケイ素 (SiC) は、耐熱性及び機械的強度に優れ、放射線にも強く、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 (6H 型の単結晶 SiC で約 3.0 eV、4H 型の単結晶 SiC で 3.3 eV) を有するという特徴を備えている。従って、ケイ素 (Si) やガリウムヒ素 (GaAs) などの既存の半導体材料では実現できない高温、高周波、耐電圧・耐環境性を実現することが可能であるとされ、次世代のパワーデバイス、高周波デバイス用半導体の材料として期待が高まっている。

【0003】

この単結晶 SiC 基板から半導体デバイスを製造する方法に関し、当該単結晶 SiC 基板の表面を平坦化して表面改質を行う方法として、シラン (SiH₄) による化学エッチングを行う方法が従来から一般に知られている。

【特許文献 1】特開 2005 - 277229 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

10

20

30

40

50

【 0 0 0 4 】

しかし、上記従来技術シランによる化学エッチングは、単結晶 SiC 基板の表面のうち炭素面 (C 面) のエッチングを行うことしかできず、ケイ素面 (Si 面) のエッチングは不可能である。従って、半導体製造等のスループットの向上が阻害されるばかりでなく、単結晶 SiC 基板の向きを管理しなければならないので、表面改質時の単結晶 SiC 基板の取回しが不便である。また、シランを用いる方法では、近年高まっている環境負荷低減のニーズに応えることは困難が伴う。

【 0 0 0 5 】

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、単結晶 SiC 基板の C 面のみならず Si 面の平坦化を行うことが可能で、かつ環境への負荷も小さい単結晶炭化ケイ素基板の表面改質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 】

【 0 0 0 6 】

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。

【 0 0 0 7 】

本発明の第 1 の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法が提供される。即ち、単結晶炭化ケイ素基板の表面の平坦化工程としての機械的及び化学的研磨 (CMP) を必要とせず単結晶炭化ケイ素バルクインゴットより直接切り出した単結晶炭化ケイ素ウエファーの基板表面欠陥の除去を行うと共に切削加工により失われた表面ステップ形状モフォロジーを形成させる単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、前記単結晶炭化ケイ素基板の結晶構造が 4H-SiC 及び 6H-SiC のいずれかであって、表面改質される基板表面が (0001) Si 面又は (000-1) C 面であり、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上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で 1500 以上 2300 以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、単結晶炭化ケイ素基板表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、機械的切削加工により発生した表面損傷の基板表面欠陥を除去するとともに、基板表面全体にステップ高さが 0.5 nm 以下の表面ステップ形状モフォロジーを形成して、基板表面の算術平均粗さを 1.0 nm 以下とすることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法

。なお、表面改質される基板表面が (0001) Si 面又は (000-1) C 面であるとは、基板表面の結晶方位が、(0001) Si 面又は (000-1) C 面のジャスト面である場合と、(0001) Si 面又は (000-1) C 面にオフ角をつけた面である場合を含む。

【 0 0 0 8 】

本発明の第 2 の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法が提供される。即ち、単結晶炭化ケイ素基板の表面の平坦化工程で機械的及び化学的研磨により生ずる基板表面欠陥の除去を行うと共に研磨加工により失われた表面ステップ形状モフォロジーを形成させる単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、前記単結晶炭化ケイ素基板の結晶構造が 4H-SiC 及び 6H-SiC のいずれかであって、表面改質される基板表面が (0001) Si 面又は (000-1) C 面であり、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上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で 1500 以上 2300 以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、単結晶炭化ケイ素基板表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、機械的及び化学的研磨により発生した表面損傷の基板表面欠陥を除去するとともに、基板表面全体にステップの高さ

10

20

30

40

50

が0.5nm以下の表面ステップ形状モフォロジーを形成して、基板表面の算術平均粗さを1.0nm以下とすることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

【0009】

これにより、単結晶炭化ケイ素基板のC面のみならずSi面を平坦化できるので、柔軟性に優れた表面改質方法を提供できる。更に、加熱処理によって表面改質を行うため（熱エッチング）、上記の化学エッチング等に比べて環境への負荷を良好に低減することができる。また、加熱処理工程において他の不純物が容器内や単結晶炭化ケイ素基板中に侵入することを防止でき、品質の良好な単結晶炭化ケイ素基板を得ることができる。

また、加熱処理によって、単結晶炭化ケイ素基板の表面の不純物を原子レベルで除去してクリーニングできる。

10

【0010】

本発明の第3の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法が提供される。即ち、前記の表面改質方法で改質された前記単結晶炭化ケイ素基板上に、気相法のエピタキシャル成長法で基板のマイクロパイプ欠陥を閉塞修復する単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、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備える上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板に対向して多結晶炭化ケイ素基板を近接設置させて前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板との隙間にケイ素分子の気相雰囲気等を介在させた複合体を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で1500以上2300以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、単結晶炭化ケイ素基板表面のマイクロパイプ欠陥を気相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜で閉塞修復することを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

20

【0011】

これにより、上記の加熱処理工程だけでは除去することが困難なマイクロパイプを、単結晶炭化ケイ素の気相エピタキシャル成長によって埋めることができ、更に良好な表面品質の単結晶炭化ケイ素基板を提供できる。

【0012】

本発明の第4の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法が提供される。即ち、前記の表面改質方法で改質された前記単結晶炭化ケイ素基板上に、液相法のエピタキシャル成長法で基板のマイクロパイプ欠陥を閉塞修復する単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法であり、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備える上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板に対向して多結晶炭化ケイ素基板を近接設置させて前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板との隙間にケイ素分子の液相融液を介在させた複合体を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で1500以上2300以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、単結晶炭化ケイ素基板表面のマイクロパイプ欠陥を液相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜で閉塞修復することを特徴とする単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法。

30

40

【0013】

これにより、上記の加熱処理工程だけでは除去することが困難なマイクロパイプを、単結晶炭化ケイ素の液相エピタキシャル成長によって埋めることができ、更に良好な表面品質の単結晶炭化ケイ素基板を提供できる。

【0014】

本発明の第5の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法が提供される。即ち、前記の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法で前記マイクロパイプ欠陥を閉

50

塞修復した単結晶炭化ケイ素薄膜の表面を平坦化し表面ステップ形状モフォロジーを形成させる単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法であり、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上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で1500以上2300以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、単結晶炭化ケイ素薄膜表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、前記単結晶炭化ケイ素薄膜表面にステップの高さが0.5nm以下の表面ステップ形状モフォロジーを形成して、単結晶炭化ケイ素基板薄膜の算術平均粗さを1.0nm以下とすることを特徴とする単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法。

10

【0015】

これにより、単結晶炭化ケイ素の気相エピタキシャル成長又は液相エピタキシャル成長によってマイクロパイプを埋めた後で、再度、加熱処理により平坦化を行うことで、更に良好な表面品質の単結晶炭化ケイ素基板を提供できる。

【0016】

本発明の第6の観点によれば、以下のようなイオン注入アニール方法が提供される。即ち、前記の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法で前記マイクロパイプ欠陥を閉塞修復した単結晶炭化ケイ素薄膜の表面に、p型又はn型半導体のドーピングイオンを注入し活性化熱アニールするイオン注入アニール方法であり、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備える上下が嵌合した収納容器に前記単結晶炭化ケイ素基板を収納するとともに、前記収納容器の内部圧力を外部圧力よりも高く且つシリコンの飽和蒸気圧下の真空に保った状態で1600以上2100以下の温度で前記収納容器を均一に加熱処理する加熱処理工程を含む熱処理工程を備えており、p型又はn型半導体のドーピングイオンを活性化熱アニールすると同時にドーピングイオンが注入された前記単結晶炭化ケイ素薄膜表面を分子レベルの精度で熱エッチングして、ドーピングイオンが注入された単結晶炭化ケイ素半導体基板の表面にステップの高さが0.5nm以下の表面ステップ形状モフォロジーを均一に形成して、基板の算術平均粗さを1.0nm以下とすることを特徴とするイオン注入アニール方法。

20

30

【0017】

前記の単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の前において、前記単結晶炭化ケイ素基板を収納した前記収納容器を800以上の温度で加熱する予備加熱工程をさらに備えており、前記加熱処理工程は、予め減圧下で1500以上2300以下の温度に調整された本加熱室で行われるものとし、前記加熱処理工程は、前記予備加熱工程を行う予備加熱室から前記本加熱室へ前記収納容器を移動することにより行われる。

【0018】

前記の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の前において、前記単結晶炭化ケイ素基板を収納した前記収納容器を800以上の温度で加熱する予備加熱工程をさらに備えており、前記加熱処理工程は、予め減圧下で1500以上2300以下の温度に調整された本加熱室で行われるものとし、前記加熱処理工程は、前記予備加熱工程を行う予備加熱室から前記本加熱室へ前記収納容器を移動することにより行われる。

40

【0019】

前記のイオン注入アニール方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の前において、前記単結晶炭化ケイ素基板を収納した前記収納容器を800以上の温度で加熱する予備加熱工程をさらに備えており、前記加熱処理工程は、予め減圧下で1600以上2100以下の温度に調整された本加熱室で行われるものとし、前記加熱処理工程は、前記予備加熱工程を行う予備加熱室から前

50

記本加熱室へ前記収納容器を移動することにより行われる。

【0020】

このように、事前の予備加熱工程を行うこと、及び予備加熱室から本加熱室への容器の移動により加熱処理工程を行うことで、本加熱室での加熱を急速かつスムーズに行うことができる。

【0021】

前記の単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記加熱処理工程は、前記収納容器の外部圧力が 10^{-4} Pa以下の減圧下で行われる。

【0022】

前記の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記加熱処理工程は、前記収納容器の外部圧力が 10^{-4} Pa以下の減圧下で行われる。

【0023】

前記のイオン注入アニール方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記加熱処理工程は、前記収納容器の外部圧力が 10^{-4} Pa以下の減圧下で行われる。

【0024】

これにより、加熱処理工程において他の不純物が容器内や単結晶炭化ケイ素基板中に侵入することを防止でき、品質の良好な単結晶炭化ケイ素基板を得ることができる。

【0031】

本発明の第7の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素基板が提供される。即ち、前記の表面改質方法によって表面が改質された単結晶炭化ケイ素基板。

【0032】

【0033】

本発明の第8の観点によれば、以下のような単結晶炭化ケイ素半導体基板が提供される。即ち、前記のイオン注入アニール方法によって表面が改質された単結晶炭化ケイ素半導体基板。

【0034】

これらにより、良好な平坦度を実現でき、例えば発光ダイオードや各種半導体ダイオード、電子デバイス等として好適な単結晶炭化ケイ素基板を提供できる。

【0035】

前記の単結晶炭化ケイ素薄膜の形成方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記加熱処理工程は、前記単結晶炭化ケイ素基板とそれに対向して近接設置させた前記多結晶炭化ケイ素基板との間にスペーサで隙間を設けた状態でケイ素分子の液相融液を介在させ前記スペーサの厚みより液相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜が薄くなる様に制御して成長を終了して加熱を停止するものであり、前記熱処理工程は、前記加熱処理工程の後において、前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板の複合体を前記収納容器内に収納せずに直接真空加熱する工程をさらに備えている。これにより、前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板との間のケイ素を真空中に蒸発気化させることで隙間が出来るので前記単結晶炭化ケイ素基板と前記多結晶炭化ケイ素基板が冷却後剥離が容易となる。

【0036】

前記のイオン注入アニール方法においては、p型又はn型半導体のドーピングイオンは、アルミニウム、ボロン、又はリンを少なくとも含むことが好ましい。

【0041】

【0043】

【0044】

前記の単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法においては、以下のようにすることが好ましい。即ち、前記単結晶炭化ケイ素基板において表面改質される表面の結晶方位が、ジャスト面又はオフ角を持つ。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 5 】

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 4 6 】

以下、図面を参照しつつ、本発明に係る単結晶炭化ケイ素基板の表面改質方法の一実施形態を説明する。まず、本実施形態の表面改質方法を行うのに好適な熱処理装置としての加熱炉の一例を、図 1 の模式断面図を参照して説明する。

【 0 0 4 7 】

図 1 において、加熱炉 1 は、本加熱室 2 と、予備加熱室 3 と、この予備加熱室 3 から前記本加熱室 2 に続く部分にある前室 4 とを主要部分として構成されている。この構成で、単結晶 SiC 基板 15 等が収納された収納容器 16 が予備加熱室 3 から前室 4、本加熱室 2 へと順次移動することで、単結晶 SiC 基板 15 を短時間で所定の温度 (1 5 0 0 ~ 2 3 0 0 、好ましくは 1 7 0 0 ~ 1 9 0 0 、例えば約 1 8 0 0) で加熱できるようになっている。

10

【 0 0 4 8 】

この加熱炉 1 では、図 1 に示すように、本加熱室 2 と前室 4 との接続部分、及び、前室 4 と予備加熱室 3 との接続部分が、それぞれ連通部を有して仕切られている。このため、上記の各室 2・3・4 は予め所定の圧力下に制御することが可能である。また必要な場合には、各室毎にゲートバルブ 7 を設けることによって、各室 2・3・4 毎に圧力調整を行うようにすることもできる。これによって、単結晶 SiC 基板 15 等を収納した収納容器 16 の移動時において、外気に触れることなく、所定圧力下の炉内を適宜の移動手段 (図略) によって移動させることができ、不純物の混入を抑制することができる。

20

【 0 0 4 9 】

予備加熱室 3 には、加熱手段としてのハロゲンランプ 6 が設けられており、この構成により、約 10^{-2} Pa 以下の減圧下で所定の範囲の温度 (例えば、約 8 0 0 ~ 1 0 0 0 の範囲内) に急速に加熱することができる。また前述したように、予備加熱室 3 と前室 4 との接続部分にはゲートバルブ 7 が設けられて、予備加熱室 3 及び前室 4 の圧力制御を容易なものにしている。

【 0 0 5 0 】

単結晶 SiC 基板 15 等が収納された収納容器 16 は、この予備加熱室 3 で、テーブル 8 に載置された状態で約 8 0 0 以上に予め加熱される。その後、予備加熱室 3 と前室 4 との圧力調整が行われ、調整完了後、前室 4 に設けられている昇降式のサセプタ 9 に載置されるように移動する。

30

【 0 0 5 1 】

前室 4 に移動した収納容器 16 は、一部図示している昇降式の移動手段 10 によって、サセプタ 9 とともに前室 4 から本加熱室 2 へ移動する。本加熱室 2 は、図示しない真空ポンプによって予め約 10^{-4} Pa の減圧下に調整され、また、加熱ヒータ 11 によって所望の温度 (例えば、1 8 0 0) となるように温度調節されている。

【 0 0 5 2 】

なお、前記本加熱室 2 の圧力環境は、約 10^{-4} Pa 以下の真空とするのが好ましいが、例えば約 10^{-2} Pa 以下の真空としても良い。また、例えば約 10^{-2} Pa 以下の真空、好ましくは約 10^{-4} Pa 以下の真空にした後に、若干の不活性ガスが導入された希薄ガス雰囲気下であっても良い。

40

【 0 0 5 3 】

上記本加熱室 2 の状態をこのように設定しておき、収納容器 16 を前室 4 から本加熱室 2 内へ前記移動手段 10 によって高速で移動させることによって、収納容器 16 を前記の所望の温度に急速に短時間で加熱することができる。

【 0 0 5 4 】

本加熱室 2 内には、加熱ヒータ 11 の周囲に反射鏡 12 が設置されており、加熱ヒータ 11 からの熱を反射して、当該加熱ヒータ 11 の内部に位置する単結晶 SiC 基板 15 側に熱が集中するようにしている。この反射鏡 12 は、金メッキした W、Ta、Mo 等の高

50

融点金属や、W C、T a C、M o C等の高耐熱炭化物で形成されていることが好ましい。また、本加熱室2には窓17が設けられており、本加熱室2の外部に設置された赤外線放射温度計18によって本加熱室2の内部温度を計測できるようになっている。

【0055】

また、移動手段10と本加熱室2との嵌合部25は、移動手段10に設けられている凸状の段付き部21と、本加熱室2に形成されている凹状の段付き部22とで構成されている。また、本加熱室2の密閉のために、移動手段10の段付き部21の各段部には図略のシール部材(例えば、リング)が設けられている。

【0056】

本加熱室2内の加熱ヒータ11の内側には、汚染物除去機構29が設けられている。この汚染物除去機構29は、熱処理中に単結晶S i C基板15等から収納容器16の外に排出される不純物を、加熱ヒータ11と接触しないように除去する。これによって、加熱ヒータ11が上記不純物と反応し劣化することを防止できる。なお、この汚染物除去機構29は、単結晶S i C基板15等から排出する不純物を吸着するものであれば、特に限定されるものではない。

10

【0057】

加熱ヒータ11は、W又はT a等の金属製の抵抗加熱ヒータであり、前記サセプタ9側に設置されたベースヒータ11aと、本加熱室2側に設けられた上部ヒータ11bとで構成されている。前記移動手段10によって収納容器16がベースヒータ11aとともに本加熱室2側へ上昇移動すると、収納容器16が加熱ヒータ11によって取り囲まれる形となる。このような加熱ヒータ11のレイアウトにより、前述の反射鏡12ともあいまって、加熱領域の温度分布を高精度で均一になるよう制御することができる。この結果、収納容器16を均一に加熱でき、内部の単結晶S i C基板15の表面改質のバラツキやムラを低減できる。なお、本加熱室2の加熱方式としては、抵抗加熱ヒータに限定せず、例えば高周波誘導加熱式のものを採用することができる。

20

【0058】

次に、図2等を参照しつつ、収納容器16及びその内部に配置される単結晶S i C基板15等について説明する。図2は収納容器の上容器と下容器とを取り外した状態の斜視図である。図3は熱処理前の収納容器の様子を示す模式断面図である。

【0059】

前述の収納容器16は、図2や図3に示すような上容器16aと下容器16bとを嵌め合わせることにより構成されている。収納容器16の形状は図示されるようにほぼ六面体状とされているが、これは一例であって、例えば円筒状に構成されていても良い。

30

【0060】

この収納容器16としては、タンタル金属から構成されており、図3に示すようにその表面全体を炭化タンタル層31で覆った構成になっている。この炭化タンタル層31のうち、上容器16a及び下容器16bの内面を覆う部分は、収納容器16の内部空間に露出している。

【0061】

そして、この内部空間に、処理対象としての単結晶S i C基板15と、S i供給源としてのシリコンペレット14が配置されている。単結晶S i C基板15は、表面の平坦化工程としての機械的及び化学的研磨(C M P)を必要とせずに単結晶炭化ケイ素バルクインゴットより直接切り出したものでもよいし、表面の平坦化工程としての機械的及び化学的研磨(C M P)が行われたものでもよい。単結晶S i C基板15の結晶構造としては、本実施形態では4H-S i Cを使用しているが、6H-S i Cを用いても良い。また、単結晶S i C基板15の表面結晶方位がジャスト面又はオフ角を有していても良い。

40

【0062】

この単結晶S i C基板15は、上面がS i面(例えば(0001)面、符号15S i)、下面がC面(例えば(000-1)面、符号15C)となるように配置されている。S i面及びC面は、鏡面に研磨加工するとともに、その表面に付着した油類、酸化膜、金属

50

等を洗淨等によって除去しておく。

【0063】

単結晶SiC基板15と下容器16bの内底面との間にはスペーサ13が介在され、単結晶SiC基板15の下方には適宜の隙間が形成されている。従って、単結晶SiC基板15の上面(符号15Siで示すSi面)及び下面(符号15Cで示すC面)の双方が、収納容器16の内部空間に対し十分に露出した構成になっている。

【0064】

なお、上容器16aと下容器16bとを図3に示すように嵌め合わせたときの嵌合部分の遊びは、約2mm以下であることが好ましい。これによって、実質的な密閉状態が実現され、前記本加熱室2での加熱処理工程において収納容器16内のSi圧力を高めて外部圧力(本加熱室2内の圧力)よりも高い圧力とし、不純物がこの嵌合部分を通じて収納容器16内に侵入するのを防止することができる。

【0065】

図4(a)は、前記収納容器16の材料基板としてのタンタル金属とその表面を覆うタンタル層の形態の一例を示す結晶断面拡大図である。この図4(a)に示すようにタンタル金属Taの表面側(図中左側)に炭化タンタル層が形成されるが、第1層としてTa₂C層が形成され、更にその表面に第2層としてTa₄C₃層が形成され、最外部の第3層にTaC層が形成されており、傾斜組成が実現されている。

【0066】

図4(b)には、前記炭化タンタル層の第1層から第3層までの各々の炭素分子濃度分布の一例がグラフとして示される。なお、このグラフには、炭素分子が収納容器16の炭化タンタル層31の表面に吸着されて容器材料の内部に拡散・浸炭していく初期段階(実線)と、安定段階(破線)と、の2つの場合の濃度分布が示されている。また、このグラフは、上記の図4(a)の断面拡大図と位置関係をほぼ対応させて示している。

【0067】

このグラフの実線で示すように、炭化ケイ素蒸気が炭化タンタル層の表面に付着した状況で初期段階においては、炭化タンタル層の表面(TaC層の表面であって、深さがゼロの部分)で高温触媒反応が起こり炭化ケイ素蒸気が炭素分子とケイ素分子に分解され、炭素分子が選択的に炭化タンタル層に吸着されたが、炭化タンタル層の炭素分子の吸着濃度は炭素とタンタルの化学量論比1:1に相当する50%が限界であり、それ以上は炭素分子を吸着することはできない。しかしながら、収納容器を例えば1800の温度で真空度約 10^{-4} Paの減圧下に保持すると、炭素原子とタンタル分子が安定化合物にイコライズされて結合し、グラフの破線で示すように、Ta₂C層・Ta₄C₃層・TaC層がそれぞれ平衡濃度となる(安定段階)。これに伴い、炭化タンタル層の表面(TaC層の表面)の炭素分子の濃度が50%から低下し、炭素分子を再び吸着できるようになる。

【0068】

このように、本実施形態の収納容器16は、真空下で高温処理を続ける限りにおいて、炭化タンタル層31の表面から連続的に炭素分子を吸着して取り込む機能を奏する。この意味で、本実施形態の収納容器16は炭素分子吸着イオンポンプ機能(イオンゲッター機能)を有するといえることができる。

【0069】

上記本加熱室2及び予備加熱室3の温度制御の一例が図5にグラフとして示され、以下、この図5に沿って予備加熱工程及び加熱処理工程(熱エッチング工程)を説明する。即ち、上記の単結晶SiC基板15及びシリコンペレット14を収容した収納容器16を、予備加熱室3のハロゲンランプ6により、約 10^{-2} Pa以下の減圧下で所定の温度(例えば約800)に加熱する(予備加熱工程)。なお、これと並行して、本加熱室2では加熱ヒータ11によって所定の温度(例えば約1800)に加熱するとともに、約 10^{-4} Pa以下の減圧下となるように調整しておく。

【0070】

10

20

30

40

50

その後、予備加熱室 3 内の収納容器 16 を移動手段 10 等によって本加熱室 2 へ移動させ、1800 に急速に加熱する（加熱処理工程）。すると、収納容器 16 内のシリコンペレット 14 は 1450 程度に到達した時点で溶融する。そして、上容器 16 a と下容器 16 b との嵌合部分の遊びが約 2 mm 以下に設定されていることともあいまって、収納容器 16 の内部空間はシリコン飽和蒸気圧下の真空中に保たれる。

【0071】

なお、本加熱室 2 は上述したように約 10^{-4} Pa 以下の減圧下とされているため、他の不純物が収納容器 16 内や単結晶 SiC 基板 15 中に侵入することは防止されている。

【0072】

上記のように収納容器 16 の内部空間をシリコン飽和蒸気圧下の真空中に維持したまま、単結晶 SiC 基板 15 を 1800 程度に加熱処理すると、その表面（Si 面及び C 面）が分子レベルの平坦度となるように熱エッチングされ、分子レベルに滑らかな単結晶 SiC 基板 15 を得ることができる。即ち、処理前の単結晶 SiC 基板 15 の表面に形成されていた界面欠陥やウエハー研磨の研磨痕やキズ、表面荒れ等の表面欠陥を改良でき、極めて平坦な表面を有する単結晶 SiC 基板 15 が得られる。

10

【0073】

なお、このような表面改質が実現される原理としては、以下の如くである。即ち、仮に単結晶 SiC 基板 15 を単純に加熱して熱エッチングした場合、SiC の蒸発は以下の基本的な反応を示す。

20

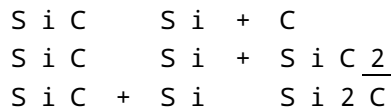


図 6 に示す様に真空中での単結晶 SiC 基板表面上での分圧は温度 1,600 で Si が約 1 Pa、 Si_2C が約 10^{-1} Pa、 SiC_2 が約 10^{-2} Pa であり、シリコンの分圧が 1 桁或いは 2 桁炭化シリコンより高い値を示す。

又別の見方で比較すると単結晶 SiC 基板表面上での分圧が 1 Pa となるそれぞれに必要な温度は Si が 1,600 で、 Si_2C が 1,800、 SiC_2 が 2,000 であり、シリコンが低い温度で蒸発が開始され炭化シリコンの蒸発はシリコンより 200 ~ 400 高い温度で蒸発が開始する。

30

この蒸発のタイムラグが生ずるため、単結晶 SiC 基板 15 の表面のシリコン分子が失われ、表面荒れの原因となっている。

【0074】

一方、本実施形態の加熱処理工程では、前記収納容器 16 の内部に設置したシリコンペレット 14 からのシリコン蒸気の蒸発により、収納容器 16 の内部空間はシリコン飽和蒸気圧に保たれ、このために単結晶 SiC 基板 15 の表面からのシリコン分子の蒸発が抑制される。また、収納容器 16 の内部空間には炭化タンタル層 31 が露出しているため、単結晶 SiC 基板 15 から蒸発して収納容器 16 の内部空間に存在する炭化シリコン蒸気の中から、炭素分子だけが選択的に収納容器 16 の表面の炭化タンタル層 31 に取り込まれる。この現象は炭化タンタルが熱触媒の働きをして炭化シリコンをシリコン分子と炭素分子に分解して炭素分子だけを炭化タンタル層 31 を通してタンタル金属内部に拡散吸収される性状が確認された。この時シリコン分子は炭化タンタル層 31 とは全く反応を起こさないことも確認された。更に言えば、例えば 1800 に加熱されるとともに約 10^{-4} Pa 以下の減圧下の環境置かれることにより、炭素分子は、収納容器 16 の炭化タンタル材料内部のタンタル金属に前述のように傾斜組成を形成する各層の安定相境界を跨ぎながら内部に取り込まれ、収納容器 16 の材料内部に加熱処理中は連続的に吸蔵されることになる。

40

【0075】

この結果、収納容器 16 の内部空間は、単結晶 SiC 基板 15 の表面からシリコン蒸気の蒸発を抑制して、炭化シリコン蒸気のみが蒸発する雰囲気中に保たれる。この結果、単結

50

晶 SiC 基板 15 の表面から炭化シリコンのみが蒸発する。加えて、炭素分子は炭化タングスタルの触媒作用でシリコン分子と分離され選択的に収納容器 16 の表面の炭化タングスタル層 31 に取り込まれるので、収納容器 16 の内部空間はシリコン蒸気圧が常に高く保たれ自動的にシリコン飽和蒸気圧に保たれる。以上により、シリコン蒸発による荒れの生じない極めて平坦な表面を得ることができるのである。

【0076】

なお、実際の加熱処理工程後の収納容器 16 を取り出してその内面（炭化タングスタル層 31 の表面）を観察したところ、凝縮相のシリコンが一面に付着していることが認められた。この事実も上記の原理を裏付けるものと考えられる。

【0077】

図 7 (a) は、表面機械研磨加工後の単結晶炭化ケイ素表面基底面欠陥（無数の機械切削キズ発生）の A F M 拡大写真であり、図 7 (b) は、熱エッチング表面改質加工後の単結晶炭化ケイ素表面 0.25nm 高ステップの均一形成 A F M 写真である。図 7 (b) では、単結晶炭化ケイ素基板表面が分子レベルの精度で熱エッチングされることで、機械的切削加工により発生した表面損傷の基板表面欠陥が除去されるとともに切削加工工程で失われた結晶成長を促す表面ステップ形状モフォロジーが全面に均一に形成されている。そのため、単結晶炭化ケイ素基板の表面平坦度がサブナノオ - ダ - の分子レベルに改質される。

【0078】

そして、本実施形態の表面改質方法で注目すべきは、単結晶 SiC 基板 15 の表面のうち、C 面（符号 15 C）のみならず、従来の SiH4 での化学エッチングでは不可能であった Si 面（符号 15 Si）も平坦化できることである。これにより、表面改質の柔軟性が高まって C 面と Si 面を同時に表面改質することも可能になり、極めて優れたスループットを得ることができる。また、Si 面と C 面を区別して取り扱う必要がなくなるので、単結晶 SiC 基板 15 のハンドリングが容易になる。

【0079】

図 8 (a) は、本加熱室 2 での加熱時間を 15 分で一定とし、加熱温度を 1000 から 2000 まで段階的に増大させた場合の単結晶 SiC 基板 15 の Si 面を原子間力顕微鏡（A F M）で撮影した表面写真である。

【0080】

なお、単結晶 SiC 基板 15 としては 4 H - SiC のものを使用し、各写真は表面の 10 × 10 μ m の範囲を撮影した。また、いくつかの条件については、得られた表面の算術平均粗さ Raを測定し、結果を写真の右下に数値（単位は nm）で示した。これは後述する図 8 (b)、図 9 (a)、図 9 (b) においても同様である。

【0081】

この図 8 (a) に示すように、1000 や 1200 での処理では、表面に研磨キズがあることが認められ、表面の算術平均粗さも 1.01 ~ 1.17 nm と大きな値を示している。一方、処理温度を 1600 以上に上げていくと、写真からは研磨キズが認められなくなり、表面の算術平均粗さも 0.17 ~ 0.62 nm の良好な値（分子サイズレベルの超微細表面均一品質）を示すようになる。なお、2000 より大きな温度での実験結果は図示していないが、2100 の処理温度でも良好な結果が得られることが判っている。即ち、本加熱室 2 での処理温度は 1500 以上 2300 以下であることが好ましい。また、より良好な表面を得る観点からは、処理温度は 1700 以上 2000 以下であることが好ましい。

【0082】

図 8 (b) は、本加熱室 2 での加熱温度は 1800 で一定とし、加熱時間を 3 分から 60 分まで段階的に増大させていった場合の単結晶 SiC 基板 15 の Si 面を原子間力顕微鏡（A F M）で撮影した表面写真である。この図 8 (b) で示すように、処理温度が 1800 である場合、処理温度が 3 分以上 60 分以内の範囲にあれば良好な表面粗さが得られることが判る。

10

20

30

40

50

【 0 0 8 3 】

図 9 (a) 及び図 9 (b) は、図 8 (a) 及び図 8 (b) の実験において単結晶 S i C 基板 1 5 の C 面の様子を示したものである。この実験結果から、本加熱室 2 での処理温度を 1 5 0 0 以上 2 3 0 0 以下とすることで、C 面についても良好な平坦度が得られることが判る。また、処理温度を 1 8 0 0 の近傍とすれば、処理時間を 3 分から 6 0 分までの範囲で変化させても、良好な平坦度の C 面が得られることが判る。

【 0 0 8 4 】

図 1 0 (a) の A F M 表面写真は、上述の熱エッチング処理を施した、結晶構造が 4 H - S i C の単結晶 S i C 基板の S i 面を示す。同様に、図 1 0 (b) の A F M 表面写真は、同様に熱エッチング処理を施した 6 H - S i C 基板の S i 面を示す。何れの写真においても、研磨キズ等が観察されない良好な表面が得られていることが判る。これらの写真に示すように、本実施形態の表面改質方法は、4 H - S i C、6 H - S i C の何れの結晶構造についても好適に適用することができる。

10

【 0 0 8 5 】

なお、図 1 0 (a) に示すように、4 H - S i C の単結晶 S i C 基板の S i 面のステップ構造において、各ステップは、紙面の左から右へと、所定の方向に延在するように形成されている。図 1 0 (b) に示すように、6 H - S i C の単結晶 S i C 基板の S i 面のステップ構造において、各ステップは、紙面の左下から右上へと、所定の方向に延在するように形成されている。何れの結晶構造の単結晶 S i C 基板においても、複数のステップは、上記の延在方向と交差する方向に規則的に並んでいる。

20

【 0 0 8 6 】

図 1 1 は、前述の方法によって表面改質が行われた単結晶 4 H - S i C の S i 面、具体的には (0 0 0 1) 面のモフォロジーを示す走査型電子顕微鏡 (S E M) 写真である。この図 1 1 に示すように、上記の表面改質が施された単結晶 S i C 基板 1 5 の表面には、非常に平坦なテラスとステップ構造を観察することができる。なお、上記ステップの高さは、S i C 分子 (S i C の 1 分子層の高さは 0 . 2 5 n m) の単位格子の半分の高さを基本とした整数倍の高さとなっており、約 0 . 5 n m 以下のモフォロジー表面 (超微細モフォロジー表面) が実現されている。

30

【 0 0 8 7 】

ここで「テラス」とは、複数のステップの中で広い幅を有するステップをいう。図 1 1 の各写真の白抜き矢印で示すように、処理温度 1 5 0 0 と 1 7 0 0 との比較では、1 5 0 0 での処理時に形成されるテラス幅よりも、1 7 0 0 の処理時に形成されるテラス幅の方が大きいことが判る。

【 0 0 8 8 】

次に、気相エピタキシャル成長処理を説明する。即ち、上述の熱エッチング処理を行った単結晶 S i C 基板に対しては、当該基板を種結晶として、その表面に更に気相エピタキシャル成長させるように処理することもできる。

【 0 0 8 9 】

この気相エピタキシャル成長処理について具体的に説明すると、図 1 2 に示すように、上記の熱エッチング処理を行った単結晶 S i C 基板 1 5 a ・ 1 5 b を、今度は多結晶 S i C 基板 3 2 と近接又は密接させつつ、収納容器 1 6 の内部に収納して配置する。この収納容器 1 6 は、上容器 1 6 a と下容器 1 6 b とを嵌合させた構成とし、その嵌合部分の遊びは約 2 m m 以下に設定している。この収納容器 1 6 は、タンタル又はタンタルカーバイドで構成されていることが好ましい。また、収納容器 1 6 の形状としては、例えば六面体状、円筒状等とすることが考えられる。

40

【 0 0 9 0 】

図 1 2 には、多結晶 S i C 基板 3 2 と単結晶 S i C 基板 1 5 a ・ 1 5 b を交互に配置し

50

た積層例が開示されている。一方の単結晶SiC基板15aは6H-SiCの結晶構造のものとし、他方の単結晶SiC基板15bは4H-SiCの結晶構造のものとしている。図12では2枚の単結晶SiC基板15a・15bを一度に処理する場合が示されているが、1枚の基板を単独で処理しても良いし、3枚以上の基板を一度に処理するように積層しても良い。

【0091】

上記多結晶SiC基板32としては、例えば、CVD法で作製されたSi半導体製造工程でダミーウエハとして使用されるSiCから所望の大きさに切り出されたものを使用することができる。また、この多結晶SiC基板32としては、平均粒子径が1μm以上10μm以下で、粒子径が揃っているものが好ましい。更に、この多結晶SiC基板32の結晶構造としては、4H-SiC、6H-SiC、3C-SiCの何れも使用することができる。

10

【0092】

また、多結晶SiC基板32の単結晶SiC基板15a・15b側を向く表面は、予め鏡面に研磨加工するとともに、その表面に付着した油類、酸化膜、金属等を洗浄等によって除去しておく。

【0093】

各単結晶SiC基板15a・15bと上下の多結晶SiC基板32とは、互いに近接して配置されている。具体的には、各単結晶SiC基板15a・15bと上下の多結晶SiC基板32の間にはスペーサ13が介在され、このスペーサ13によって両基板の間には所定の隙間が形成されている。具体的には、上記隙間の大きさは0.6mm以内とすることが好ましく、0.3mm以内とすると更に好ましい。また、スペーサ13を省略し、隙間をゼロ（即ち、密接）としても良い。

20

【0094】

以上のように、内部に単結晶SiC基板15a・15bと多結晶SiC基板32とを積層した収納容器16を、加熱炉1の予備加熱室3にセットする。そして、この収納容器16を予備加熱室3で800以上予備加熱するとともに、本加熱室2を、所定の温度（1500以上2300以下の温度とすることが好ましく、1700以上1900以下の温度とすることが更に好ましい）に昇温しておく。また、本加熱室2は、所定の減圧下（ 10^{-4} Pa以下が好ましい）に調整される。

30

【0095】

そして、予備加熱室3の収納容器16を本加熱室2へ移動させ、加熱ヒータ11で上記所定の温度に急速に加熱する。この昇温処理を行うことで、多結晶SiC基板32からSiC分子が昇華し、この昇華したSiC分子が前記単結晶SiC基板15a・15bの表面に気相エピタキシャル成長し、単結晶SiC薄膜を形成する。その後、スペーサ13及び多結晶SiC基板32を取り去ることで、処理後の単結晶SiC基板15a・15bを得る。

【0096】

なお、単結晶SiC基板15a・15bには熱エッチング処理の前の段階から多数のマイクロパイプが含まれており、このマイクロパイプは上記の熱エッチング処理で除去することは困難である。従って、熱エッチング処理後も、前記単結晶SiC基板15a・15bの表面にはマイクロパイプが開口していることになる。

40

【0097】

しかしながら、図12(A)の状態では熱処理することにより、昇華SiC分子による気相エピタキシャル成長が行われて、上記マイクロパイプの開口を埋めるようにしながら単結晶SiC基板15a・15bの表面に単結晶SiC薄膜が形成される。即ち、図12(B)の単結晶SiC基板15a・15bの基板表面のマイクロパイプ欠陥(a)が単結晶SiC気相薄膜により修復されることになる(b)。図12(C)は、気相エピタキシャル成長がマイクロパイプの開口を埋める様子と熱処理温度条件の関係を示すグラフ図を示

50

す。

【0098】

この結果、表面改質された極めて平坦な表面を有するとともに、マイクロパイプ欠陥も少ない、高品質、高性能な単結晶SiC基板15a・15bを提供することができる。

【0099】

次に、液相エピタキシャル成長処理を説明する。即ち、上述の気相エピタキシャル成長処理を行った単結晶SiC基板に対しては、その表面に更に液相エピタキシャル成長させるように処理することもできる。

【0100】

この液相エピタキシャル成長処理について具体的に説明すると、図13に示すように、上記の気相エピタキシャル成長処理を行った単結晶SiC基板15aを、2枚の多結晶SiC基板32・32の間で挟むようにし、収納容器16の内部に収納して配置する。なお、図13では6H-SiCの結晶構造の単結晶SiC基板15aの場合を説明するが、4H-SiCの結晶構造の単結晶SiC基板15bについても同様の液相エピタキシャル成長処理を行うことができる。

【0101】

以上のように、内部に単結晶SiC基板15aと多結晶SiC基板32とを積層した収納容器16を、加熱炉1の予備加熱室3にセットする。そして、この収納容器16を予備加熱室3で800以上予備加熱するとともに、本加熱室2を、所定の温度(1500以上2300以下の温度とすることが好ましく、1700以上1900以下の温度とすることが更に好ましい)に昇温しておく。また、本加熱室2は、所定の減圧下(10⁻⁴Pa以下が好ましい)に調整される。

【0102】

そして、予備加熱室3の収納容器16を本加熱室2へ移動させ、加熱ヒータ11で上記所定の温度に急速に加熱する。この昇温処理を行うことで、多結晶SiC基板32・32と単結晶SiC基板15aとの間に、極薄の金属Si融液19が形成される。上記のように多結晶SiC基板32・32と単結晶SiC基板15aとの間に極薄の金属Si融液19が介在されることにより、単結晶SiC基板15aの表面に単結晶SiCが液相エピタキシャル成長する。この液相エピタキシャル成長層の厚みは、熱処理時間を増減することで所望の厚みとなるように調整することができる。

【0103】

ここで、単結晶SiC基板15aと多結晶SiC基板32との間にスペーサを配置することもできる。つまり、図13(b)に示すように、支持基板41、単結晶SiC基板15a、少なくとも1つのスペーサ13、多結晶SiC基板32、Si基板42、重石43の順に下から上へと積層しつつ、収納容器16の内部に収納して配置する。支持基板41は多結晶SiC基板32と同様な基板によって形成されている。そして、単結晶SiC基板15aと多結晶SiC基板32の間には、熱処理時、スペーサ13の厚みに極薄金属Si融液層19が形成される。ここで、単結晶炭化ケイ素基板15aと多結晶SiC基板32との間にスペーサ13を介在することで金属SiC融液層19の厚みを制御することができる。

【0104】

ここで、本加熱室2での昇温処理では、液相エピタキシャル成長した単結晶炭化ケイ素薄膜がスペーサ13の厚みより薄くなる様に制御して成長を終了して加熱を停止する。その後、単結晶炭化ケイ素基板15aと多結晶炭化ケイ素基板32の複合体を収納容器16内に収納せずに直接真空加熱する。これにより、単結晶炭化ケイ素基板15aと多結晶炭化ケイ素基板32との間のケイ素を真空中に蒸発気化させることで隙間が出来るので、単結晶炭化ケイ素基板15aと多結晶炭化ケイ素基板32が冷却後剥離が容易となる。

【0105】

図14(a)は、熱エッチング表面改質加工後の単結晶炭化ケイ素表面AFM写真であり、図14(b)は、気相又は液相エピタキシャル成長工程後の単結晶炭化ケイ素表面A

10

20

30

40

50

F M写真である。

【 0 1 0 6 】

また、上述の気相エピタキシャル成長処理及び液相エピタキシャル成長処理を行った単結晶S i C基板に対しては、その表面に更に熱エッチング処理を行うこともできる。熱エッチング処理の方法は、上述と同様である。

【 0 1 0 7 】

次に、イオン注入アニール処理を説明する。即ち、上述の気相エピタキシャル成長処理及び液相エピタキシャル成長処理を行った単結晶S i C基板に対しては、その表面に更に

10

p型又はn型半導体のドーピングイオンを注入し活性化熱アニールを行うこともできる。

【 0 1 0 8 】

先ず最初に、単結晶S i C基板の表面にp型又はn型半導体のドーピングイオンを注入し活性化熱アニールする方法について、図15を参照しながら概観する。図15において先ず、適宜のS i C基板15aに対し、CVD法、LPE法等を用いてS i C単結晶15bをエピタキシャル成長させ、単結晶S i C基板15とする(図15(a))。次に、基板表面のS i C単結晶15bに対し、適宜のイオン打込み装置を用いて、アルミニウム(A l)やボロン(B)等のドーパントを注入する(図15(b))。このイオン注入は、本実施形態では常温で行っている。更に、ポストアニール処理(熱アニール処理)により、S i C単結晶15bに打ち込んだイオンを電氣的に活性化させ、イオンドーブ層15c

20

【 0 1 0 9 】

図16には、アニール温度とイオンドーブの電氣的活性化率との関係の一例が示されている。この図16に示すように、アニール温度が1,500の場合、2分間のアニール処理では活性化率は殆どゼロであり、アニール処理を30分間行った場合でも30%程度である。一方、高いアニール温度での処理では活性化率が大きく上昇する傾向がみられ、上記実施形態で示した1,800でのアニール処理では、30分間、2分間の何れのアニール処理でも、ほぼ100%の活性化率が得られることが判った。1,900でのアニール処理でも同様に、ほぼ100%の活性化率が得られた。

【 0 1 1 0 】

その後、イオンドーブ層15cが形成された単結晶S i C基板15を収納した収納容器16を、加熱炉1の予備加熱室3にセットする。この収納容器16を予備加熱室3で800以上に予備加熱するとともに、本加熱室2を、所定の温度(1600以上2100以下の温度とすることが好ましく、1700以上1900以下の温度とすることが更に好ましい)に昇温しておく。また、本加熱室2は、所定の減圧下(10⁻⁴Pa以下が好ましい)に調整される。

30

【 0 1 1 1 】

そして、予備加熱室3の収納容器16を本加熱室2へ移動させ、加熱ヒータ11で上記所定の温度に急速に加熱する。この昇温処理を行うことで、その表面が分子レベルの平坦度となるように熱エッチングされ、分子レベルに滑らかな単結晶S i C基板15を得ることが

40

【 0 1 1 2 】

図17(a)は、気相又は液相エピタキシャル成長後の単結晶炭化ケイ素薄膜表面に半導体イオンドーブのイオン注入した後のA F M拡大写真であり、図17(b)は、上記単結晶炭化ケイ素薄膜表面に半導体イオンドーブのイオン注入した後に熱アニールして活性化した単結晶炭化ケイ素半導体薄膜表面のA F M拡大写真である。

【 0 1 1 3 】

以上に本発明の好適な実施形態を示したが、上記は一例であって、例えば以下のように変更することができる。

50

【0114】

加熱処理工程に用いられる収納容器16は、その表面全体に炭化タンタル層31を露出させることのほか、収納容器16の内部空間にのみ露出させたり、収納容器16の内面の一部にのみ露出させるように構成しても良い。

【0115】

加熱処理工程に用いられるSi供給源としては、シリコンペレット14のようなペレット状のものに限定されず、例えば粉末状のものを採用することができる。

【0116】

単結晶SiC基板15の結晶構造としては、3C-SiCを用いてもよい。また、単結晶SiC基板15において気相エピタキシャル成長または液相エピタキシャル成長が行われる表面は、(111)Si面又は(-1-1-1)C面でもよい。

10

【0117】

単結晶SiC基板15の熱エッチング処理後、上述の気相エピタキシャル成長工程のみを行い、液相エピタキシャル成長工程を省略しても良い。また、気相エピタキシャル成長工程を行わずに液相エピタキシャル成長工程のみを行うようにしても良い。しかしながら、上述のように気相エピタキシャル成長工程及び液相エピタキシャル成長工程の双方を行うようにすると、単結晶SiC基板のマイクロパイプを気相エピタキシャル成長で効率的に埋めることができるとともに、この気相エピタキシャル成長で形成された薄い単結晶SiC薄膜(通常は厚み30 μ m~50 μ m程度)の上に液相エピタキシャル成長の厚い膜を容易に形成できる点で有利である。

20

【図面の簡単な説明】

【0118】

【図1】本発明の一実施形態に係る表面改質方法を行う加熱炉の一例を示す模式断面図。

【図2】加熱炉にセットされる収納容器の構成を示す斜視図。

【図3】収納容器内の単結晶SiC基板の配置例を示す断面図。

【図4】図4(a)は、収納容器(炭化タンタル)の材料の断面の傾斜組成の一例を示す拡大図。図4(b)は、炭素分子の吸着初期段階と安定段階の2つの場合における炭化タンタルの傾斜組成の各々の炭素濃度を示すグラフ図。

【図5】加熱処理工程の温度制御の例を示すグラフ図。

30

【図6】真空中でのSiC表面上の分圧と温度の関係を示すグラフ図。

【図7】図7(a)は、表面機械研磨加工後の単結晶炭化ケイ素表面基底面欠陥(無数の機械切削キズ発生)のAFM拡大写真。図7(b)は、熱エッチング表面改質加工後の単結晶炭化ケイ素表面0.25nm高ステップの均一形成AFM写真。

【図8】図8(a)は、加熱処理工程の処理温度を変化させた場合の単結晶SiC基板のSi面を示すAFM写真。図8(b)は、同じく処理時間を変化させた場合のSi面を示すAFM写真。

【図9】図9(a)は、加熱処理工程の処理温度を変化させた場合の単結晶SiC基板のC面を示すAFM写真。図9(b)は、同じく処理時間を変化させた場合のC面を示すAFM写真。

40

【図10】図10(a)は、加熱処理工程が行われた4H-単結晶SiC基板のSi面を示すAFM写真。図10(b)は、6H-単結晶SiC基板のSi面を示すAFM写真。

【図11】1500及び1700での加熱処理工程が行われた4H-単結晶SiC基板の(0001)面を示す顕微鏡写真。

【図12A】加熱処理平坦化工程後の気相エピタキシャル成長工程の収納容器内の単結晶SiC基板の配置例を示す断面図。

【図12B】単結晶SiC基板表面の気相エピタキシャル成長によりマイクロパイプが修復される検証説明図。(a)気相エピタキシャル成長後の単結晶SiC基板のX線透過拡大写真(b)気相エピタキシャル成長後の単結晶SiC基板表面の光学拡大写真

50

【図 1 2 C】気相エピタキシャル成長温度とマイクロパイプ修復程度を示すグラフ図。

【図 1 3】図 1 3 (a) は、気相エピタキシャル成長工程後に行う液相エピタキシャル成長工程の収納容器内の単結晶 Si C 基板と多結晶 Si C 基板の隙間に融液シリコンを配置する一例を示す断面図。図 1 3 (b) は、容器内の単結晶 Si C 基板と多結晶 Si C 基板の隙間にスペーサーを配置して融液シリコンの厚みを制御する一例を示す断面図。図 1 3 (c) は、容器内の単結晶 Si C 基板と多結晶 Si C 基板の隙間にスペーサーを配置して融液シリコンの厚みを制御する一例を示す平面図。

【図 1 4】図 1 4 (a) は、熱エッチング表面改質加工後の単結晶炭化ケイ素表面 A F M 写真。図 1 4 (b) は、気相又は液相エピタキシャル成長工程後の単結晶炭化ケイ素表面 A F M 写真。

10

【図 1 5】図 1 5 (a) は、単結晶 Si C 基板に単結晶 Si C を成長させる概念図。図 1 5 (b) は、単結晶 Si C 基板に単結晶 Si C を成長させた表面に半導体イオンドープのイオン注入を行う概念図。図 1 5 (c) は、単結晶 Si C 基板表面のイオンドープを高温加熱して活性化して半導体回路を製造する概念図。

【図 1 6】単結晶 Si C 基板表面のイオンドープを高温加熱して活性化して半導体回路を製造する時の高温加熱アニル温度とイオンドープ活性化率の関係を示すグラフ図。

【図 1 7】図 1 7 (a) は、気相又は液相エピタキシャル成長後の単結晶炭化ケイ素薄膜表面に半導体イオンドープのイオン注入した後の A F M 拡大写真。図 1 7 (b) は、上記単結晶炭化ケイ素薄膜表面に半導体イオンドープのイオン注入した後に熱アニルして活性化した単結晶炭化ケイ素半導体薄膜表面の A F M 拡大写真。

20

【符号の説明】

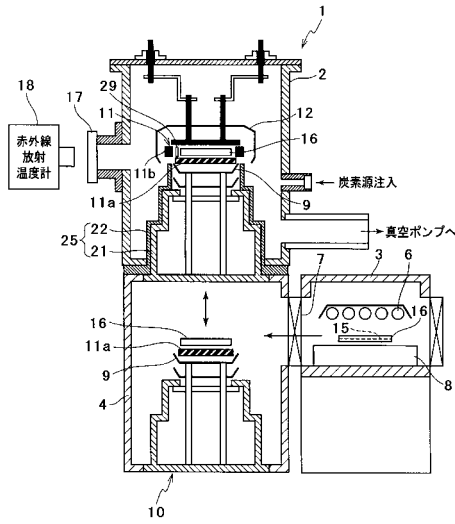
【 0 1 1 9 】

- 1 加熱炉
- 2 本加熱室
- 3 予備加熱室
- 4 前室
- 5 表面にエピタキシャル単結晶 Si C 薄膜を成長させた単結晶 Si C 基板
- 5 a 単結晶 Si C 種基板
- 5 b 単結晶 Si C 種基板表面にエピタキシャル成長した単結晶 Si C 薄膜
- 1 3 スペーサー
- 1 4 シリコンペレット
- 1 5 単結晶 Si C 基板
- 1 5 C 炭素面 (C 面)
- 1 5 S i ケイ素面 (S i 面)
- 1 6 収納容器
- 1 9 金属 Si 融液
- 3 1 炭化タンタル層
- 3 2 多結晶 Si C 基板
- 4 1 支持基板
- 4 2 金属 Si 基板
- 4 3 重し

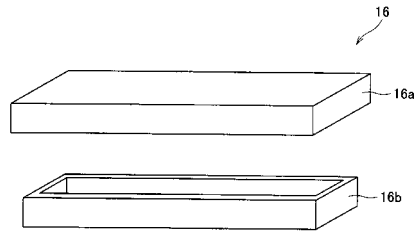
30

40

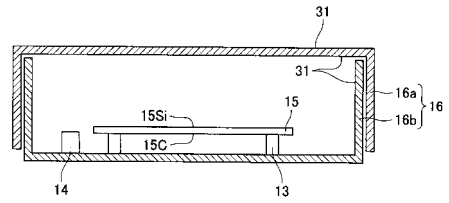
【図1】



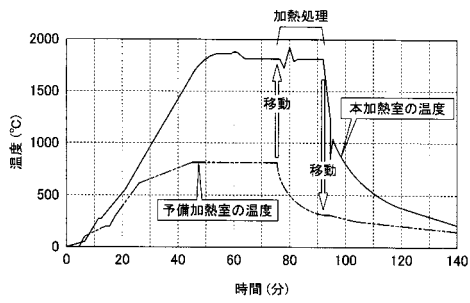
【図2】



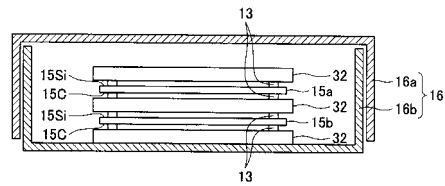
【図3】



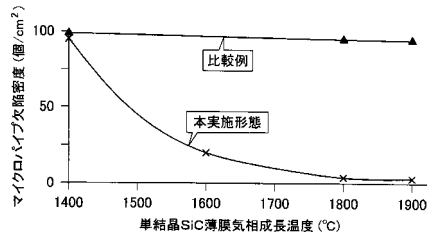
【図5】



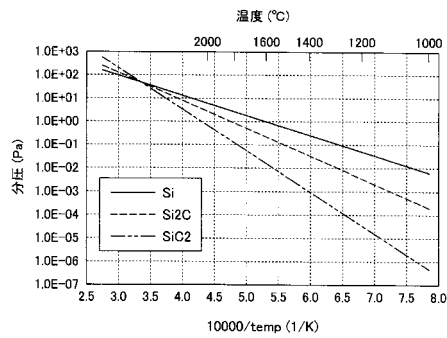
【図12A】



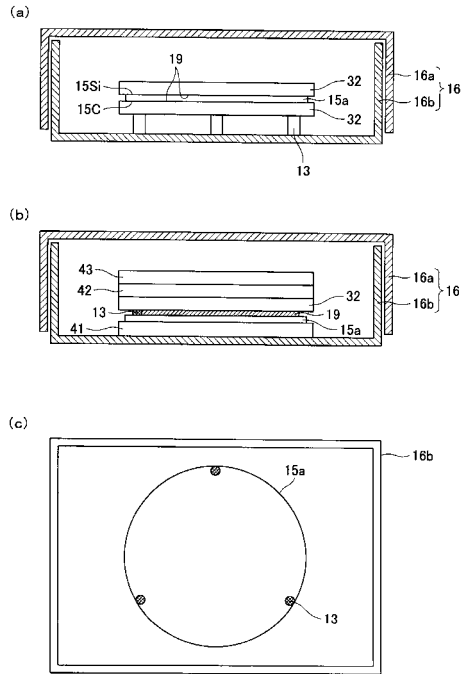
【図12C】



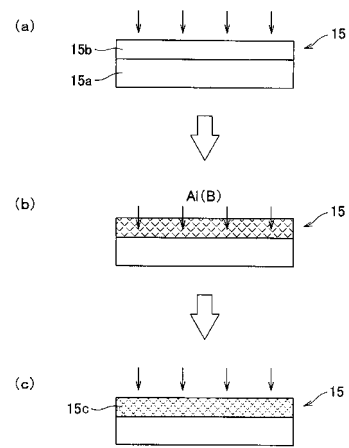
【図6】



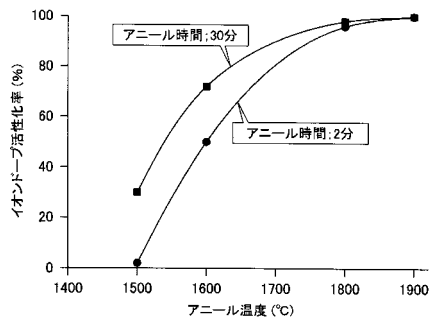
【図13】



【図15】

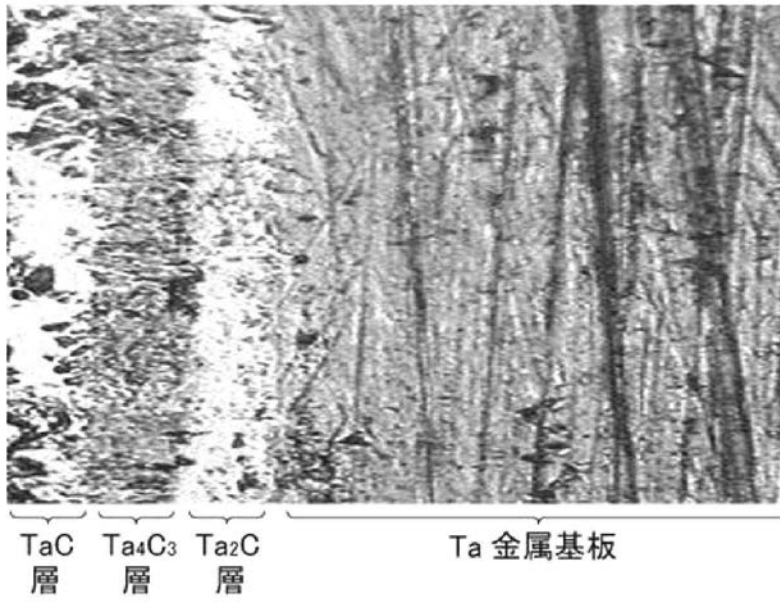


【図16】

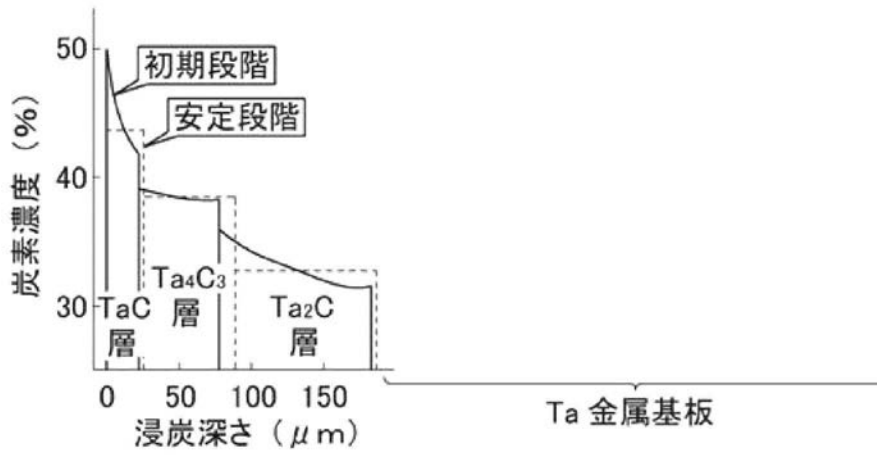


【図4】

(a)

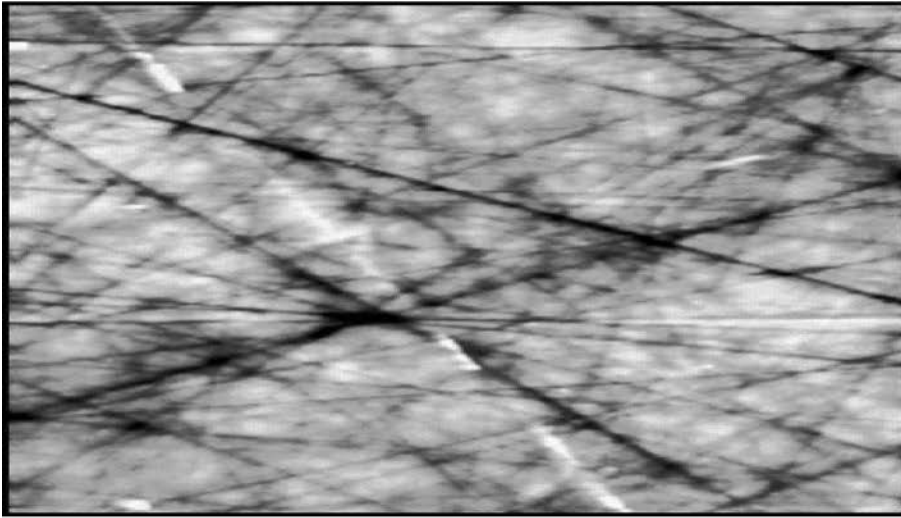


(b)

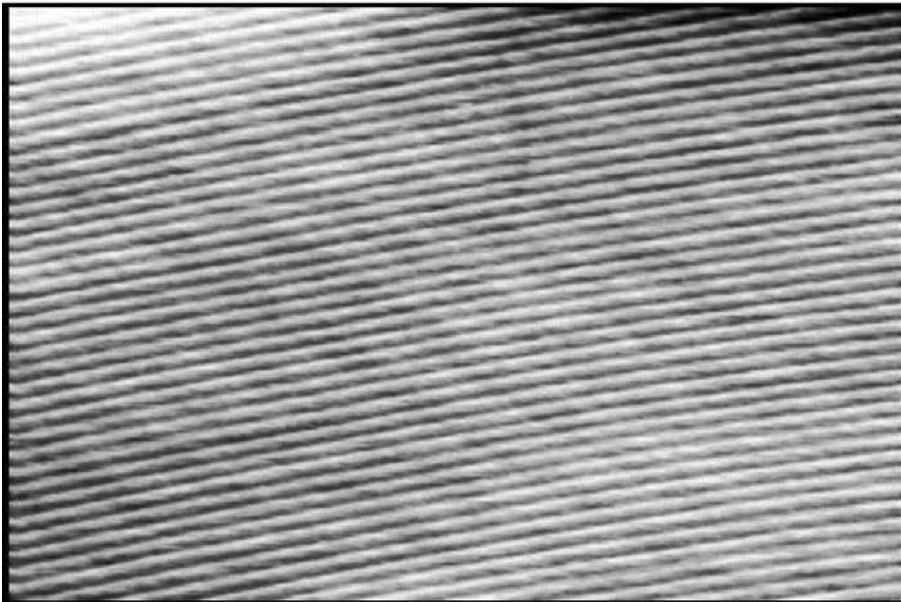


【図7】

(a)

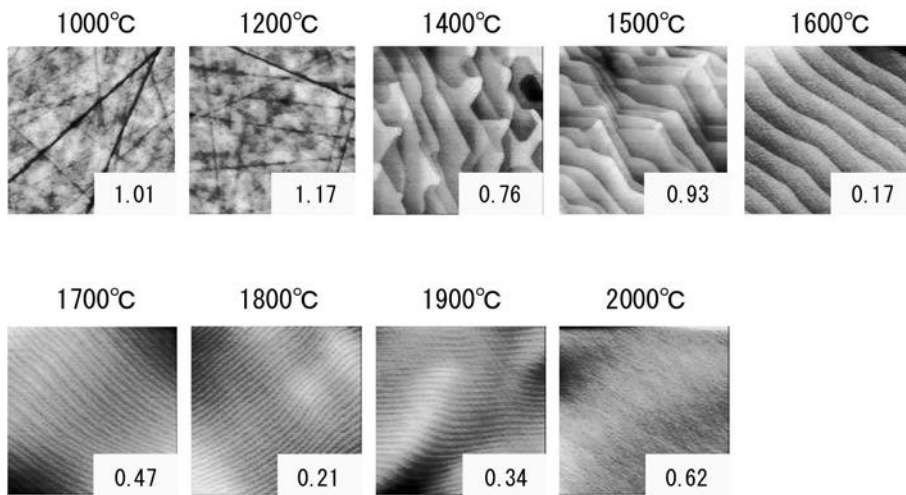


(b)

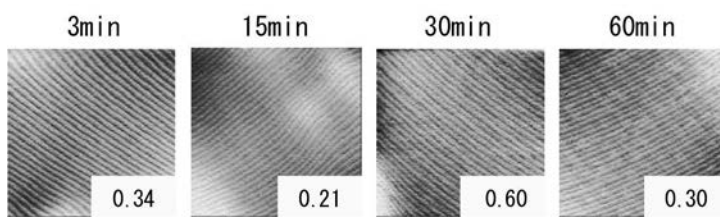


【 図 8 】

(a) 4H-SiC Si面 処理時間 : 15min

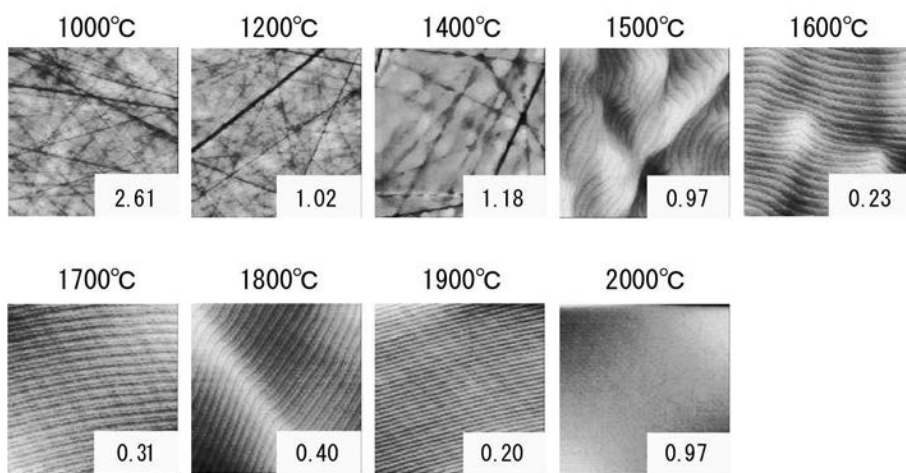


(b) 4H-SiC Si面 処理温度 : 1800°C

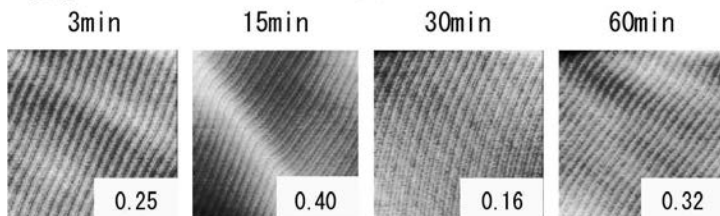


【 図 9 】

(a) 4H-SiC C面 処理時間 : 15min

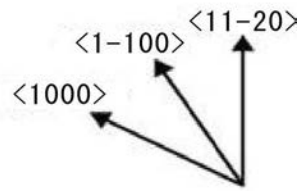
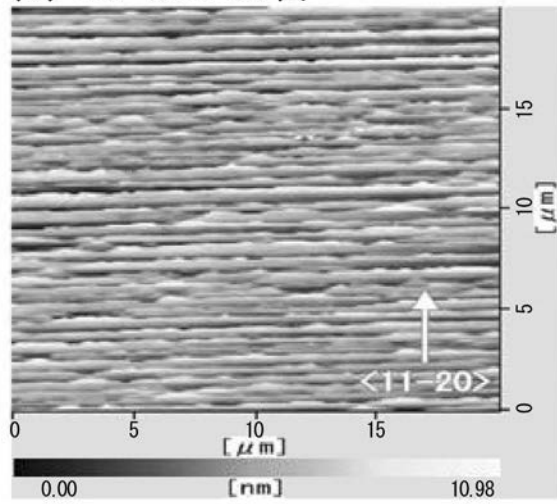


(b) 4H-SiC C面 処理温度 : 1800°C

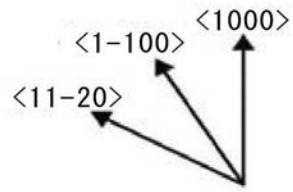
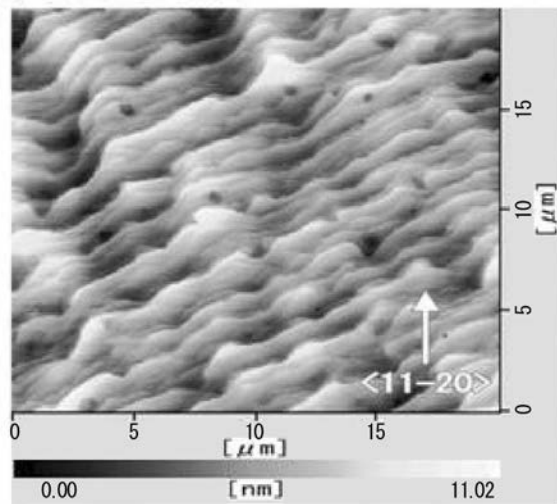


【図10】

(a) 4H-SiC Si面



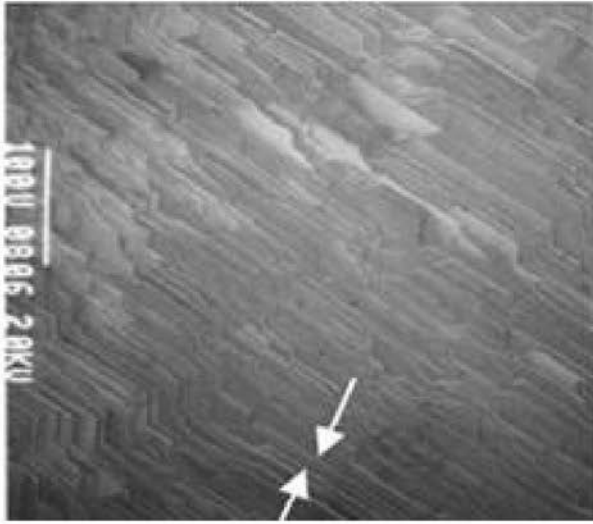
(b) 6H-SiC Si面



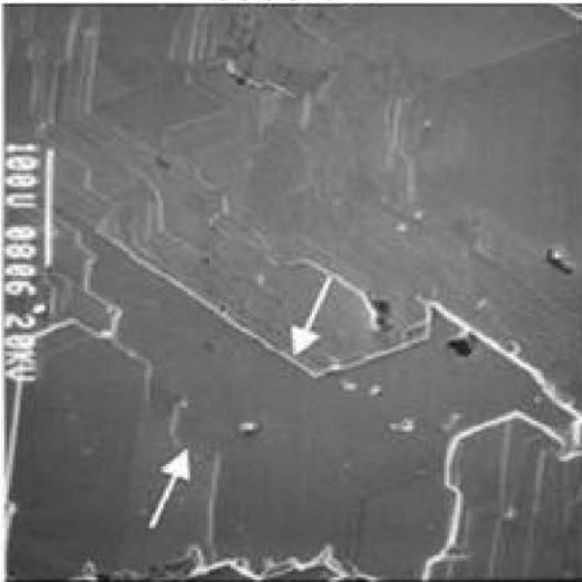
【図 11】

4H-SiC (0001) 面

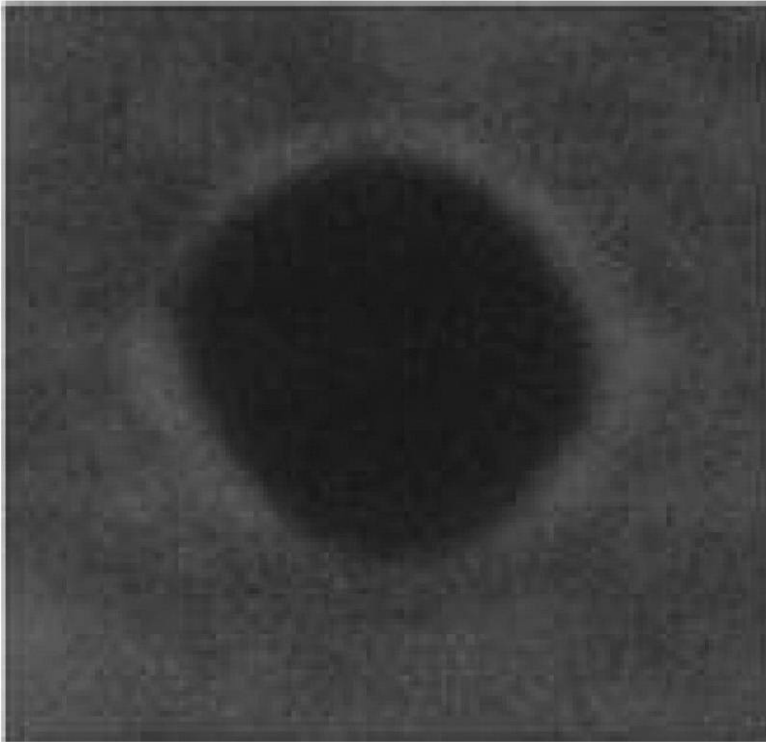
1500°C



1700°C

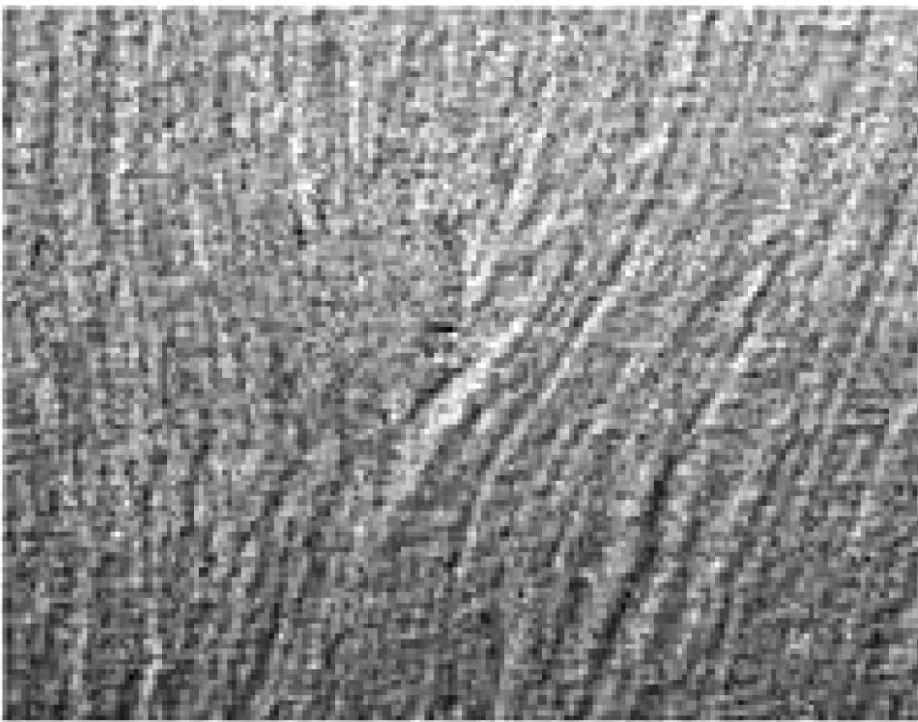


【 1 2 B】



(a)

20 μ m

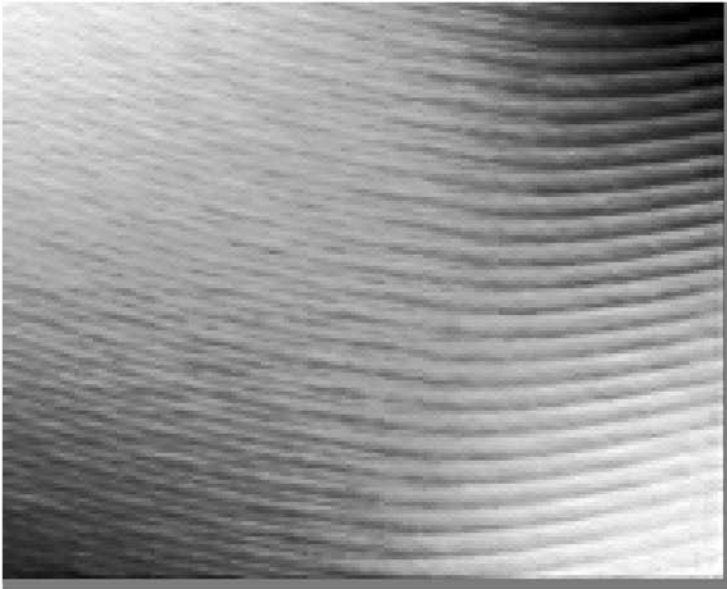


(b)

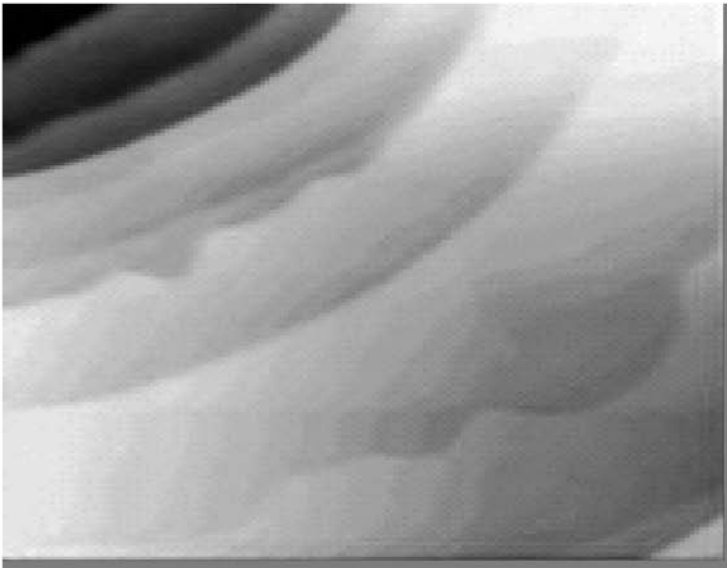
20 μ m

【図 14】

(a)

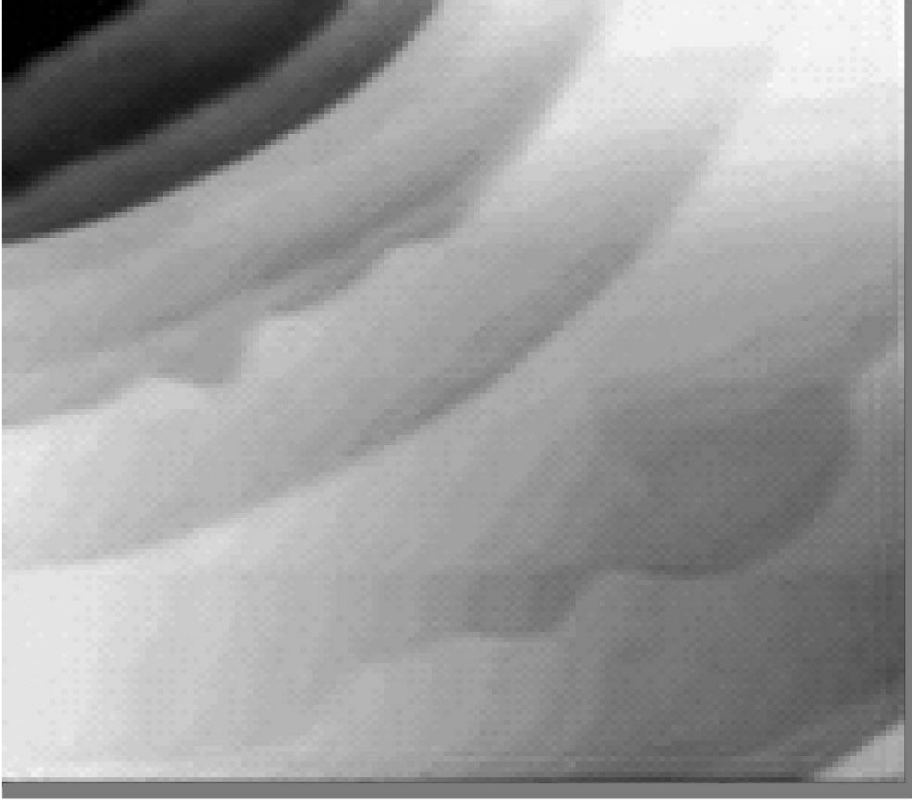


(b)

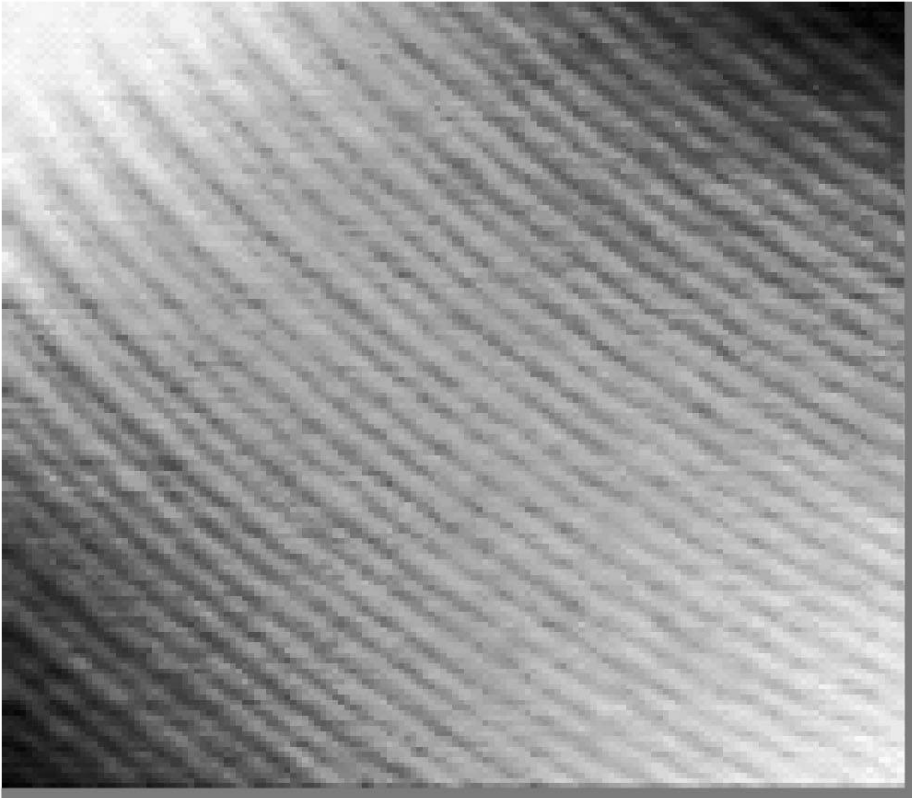


【図 17】

(a)



(b)



フロントページの続き

(56)参考文献 特開昭55-056637(JP,A)

特開2004-297034(JP,A)

特開2005-116870(JP,A)

特開平11-087257(JP,A)

特開2003-234313(JP,A)

特開2004-292305(JP,A)

特開2001-077030(JP,A)

特開2005-353771(JP,A)

特表平11-503567(JP,A)

S.Yu.Karpov, "Analysis of sublimation growth of bulk SiC crystals in tantalum container", Journal of Crystal Growth, 2000年, vol211, 347-351

Effect of Tantalum in Crystal Growth of Silicon Carbide by Sublimation Close Space Technique, Japanese Journal of Applied Physics

Analysis of sublimation growth of bulk SiC crystals in tantalum container, Journal of Crystal Growth

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 21/324

C30B 29/36

C30B 33/08

H01L 21/265