

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02013/069067

発行日 平成27年4月2日(2015.4.2)

(43) 国際公開日 平成25年5月16日(2013.5.16)

(51) Int.Cl. F I テーマコード(参考)
 GO1Q 40/02 (2010.01) GO1Q 40/02 2G052
 GO1N 1/00 (2006.01) GO1N 1/00 1O2B

審査請求 有 予備審査請求 未請求 (全 33 頁)

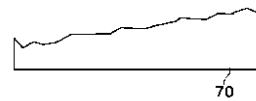
出願番号 特願2013-542694 (P2013-542694)	(71) 出願人 503092180
(21) 国際出願番号 PCT/JP2011/006313	学校法人関西学院
(22) 国際出願日 平成23年11月11日(2011.11.11)	兵庫県西宮市上ヶ原一番町1番155号
(81) 指定国 AP (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, T J, TM), EP (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, R O, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), 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, H U, ID, IL, IN, IS, JP, 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, N I, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SC, SD, SE, S G, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN	(74) 代理人 100118784 弁理士 桂川 直己
	(72) 発明者 金子 忠昭 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
	(72) 発明者 牛尾 昌史 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
	Fターム(参考) 2G052 AA39 FD06 GA36

(54) 【発明の名称】 ナノメーター標準原器及びナノメーター標準原器の製造方法

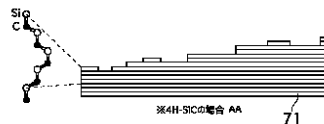
(57) 【要約】

ナノメーター標準原器としての標準試料(72)は、長さの基準となる標準長さを有している。この標準試料(72)は、ステップ/テラス構造が形成されたSiC層を有している。そして、ステップの高さが、SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又はSiC分子の積層方向の半周期分であるハーフユニットの高さと同一である。また、このステップの高さが前記標準長さとして用いられる。なお、測定環境が高温真空下であるSTM等の顕微鏡においては、STMに内蔵された真空炉で加熱することで、表面の自然酸化膜を除去しつつ表面再構成を形成させることができる。この表面再構成は、規則的な原子配列となっているので、ステップの高さの精度が低下しない。従って、高温真空下においても利用可能な標準試料が実現できる。

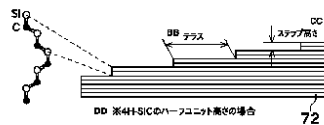
(a) 機械研磨後のSiC基板表面



(b) 気相エッチングによる平坦化後のSiC基板表面



(c) テラス幅が均一なステップが形成された後のSiC基板の表面



- (a) SiC substrate surface after mechanical polishing
- (b) SiC substrate surface after smoothing by one phase etching
- (c) SiC substrate surface after steps having uniform terrace width are formed
- AA: other etching is used
- BB: Terrace
- CC: Step height
- DD: When etching unit height is used

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

長さの基準となる標準長さを有するナノメーター標準原器において、
 ステップ/テラス構造が形成された単結晶の SiC 層を有する基板を備えており、
 前記 SiC 層に形成されたステップの高さは、単結晶 SiC 分子の積層方向の 1 周期分
 であるフルユニットの高さ、又は単結晶 SiC 分子の積層方向の半周期分であるハーフユ
 ニットの長さと同じであり、

前記ステップの高さが前記標準長さとして用いられることを特徴とするナノメーター標
 準原器。

【請求項 2】

請求項 1 に記載のナノメーター標準原器であって、

4 H 若しくは 6 H 多形を有する前記 SiC 層の (0001) Si 面又は (000-1)
 C 面上にオフ角を形成し、

温度範囲が 1500 以上 2300 以下の Si 蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行う
 ことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、単
 結晶 SiC 分子配列周期の 1 周期又は半周期のステップを形成させて、前記オフ角に整合
 するステップ/テラス構造を前記基板の表面に形成することを特徴とするナノメーター標
 準原器。

【請求項 3】

請求項 2 に記載のナノメーター標準原器であって、

ステップ/テラス構造を形成するための加熱処理は、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た収容容器内で行うことを特徴とするナノメーター標
 準原器。

【請求項 4】

請求項 1 に記載のナノメーター標準原器であって、

前記 SiC 層は、4 H - SiC 単結晶又は 6 H - SiC 単結晶で構成されていることを
 特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項 5】

請求項 1 に記載のナノメーター標準原器であって、

ステップ/テラス構造が形成される面のオフ角を調整することで、任意のテラス幅を形
 成可能なことを特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項 6】

請求項 1 に記載のナノメーター標準原器であって、

前記基板の表面は、4 H 若しくは 6 H 多形を有する前記 SiC 層の (0001) Si 面
 であり、

温度範囲が 1500 以上 2300 以下の Si 蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行う
 ことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、ス
 テップ/テラス構造が前記基板の表面に形成され、各テラスには、単結晶 SiC 分子配列
 構造からなる (3 × 3) - 30° 又は (6 × 3 × 6 × 3) - 30° のパターンを有す
 る表面構成が形成されていることを特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項 7】

請求項 6 に記載のナノメーター標準原器であって、

前記基板が大気中で保存されることで前記 SiC 層の表面に自然酸化膜が形成された場
 合であっても、前記基板を温度範囲が 800 以上 1400 以下の真空状態で加熱する
 ことで前記 SiC 層の表面の自然酸化膜が除去されるとともに、前記 SiC 層の表面の単
 結晶 SiC 分子配列が再構成されて (3 × 3) - 30° 又は (6 × 3 × 6 × 3) - 3
 0° のパターンが形成されることを特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項 8】

請求項 7 に記載のナノメーター標準原器であって、

前記 SiC 層が平坦化される前に、前記基板の表面である (0001) Si 面上に所定

10

20

30

40

50

のオフ角を形成させることで、前記SiC層を平坦化するとき、前記基板の表面にステップ/テラス構造を形成することを特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項9】

請求項6に記載のナノメーター標準原器であって、
前記基板は、不純物がドーピングされたことにより0.3 μm以下の抵抗率を有する導電性基板であることを特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項10】

請求項1又は6に記載のナノメーター標準原器であり、
前記基板のSi面とC面の両面にステップ/テラス構造が形成されていることを特徴とするナノメーター標準原器。

10

【請求項11】

請求項1又は6に記載のナノメーター標準原器であって、
測定器を校正するための標準試料として用いられることを特徴とするナノメーター標準原器。

【請求項12】

単結晶のSiC層を表面に有する基板上にステップ/テラス構造を形成し、ステップの高さが、単結晶SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又は単結晶SiC分子の積層方向の半周期分であるハーフユニットの高さと同一であり、前記ステップの高さが標準長さとして用いられるナノメーター標準原器を製造する方法において、
4H若しくは6H多形を有する前記SiC層の基板の表面の(0001)Si面又は(000-1)C面上にオフ角を形成するオフ角形成工程と、
温度範囲が1500℃以上2300℃以下のSi蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行うことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、単結晶SiC分子配列周期の1周期又は半周期のステップを形成させて、前記オフ角に整合するステップ/テラス構造を前記基板の表面に形成するステップ/テラス構造形成工程と、
を含むことを特徴とするナノメーター標準原器の製造方法。

20

【請求項13】

単結晶のSiC層を表面に有する基板上にステップ/テラス構造を形成し、ステップの高さが、単結晶SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又は単結晶SiC分子の積層方向の半周期分であるハーフユニットの高さと同一であり、前記ステップの高さが標準長さとして用いられるナノメーター標準原器を製造する方法において、
前記基板の表面である(0001)Si面上にオフ角を形成するオフ角形成工程と、
温度範囲が1500℃以上2300℃以下のSi蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行うことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、単結晶SiC分子配列周期の1周期又は半周期のステップを形成させて、前記オフ角に整合するステップ/テラス構造を前記基板の表面に形成し、各テラスに、単結晶SiC分子配列構造からなる(3×3)-30°又は(6×3×6×3)-30°のパターンを有する表面構成を形成する表面構成形成工程と、

30

を含むナノメーター標準原器の製造方法であって、

40

前記基板が大気中で保存されることで前記SiC層の表面に自然酸化膜が形成された場合であっても、前記基板を温度範囲が800℃以上1400℃以下の真空状態で加熱することで前記SiC層の表面の自然酸化膜が除去されるとともに、前記SiC層の表面の単結晶SiC分子配列が再構成されて(3×3)-30°又は(6×3×6×3)-30°のパターンが形成されることを特徴とするナノメーター標準原器の製造方法。

【請求項14】

請求項12又は13に記載のナノメーター標準原器の製造方法であって、
前記ナノメーター標準原器が測定器を校正するための標準試料として用いられることを特徴とするナノメーター標準原器の製造方法。

【発明の詳細な説明】

50

【技術分野】

【0001】

本発明は、主として、長さの基準となる標準長さを有するナノメーター標準原器に関する。

【背景技術】

【0002】

ナノメーター標準原器の一例として、原子間力顕微鏡（AFM）や走査型トンネル顕微鏡（STM）等の精度を校正するための標準試料が知られている。AFMやSTMは例えばナノオーダーの構造を計測するために用いられるので、この校正に用いる標準試料は、精度が非常に高い標準長さ（ステップの高さ等）を有する必要がある。特に近年では、ナノオーダーの微小領域で半導体結晶の表面等を精度良く観察・測定することが求められている。そのため、標準試料を用いてAFMやSTMを校正する際にはオングストロームオーダー以下の高い校正精度が必要とされている。非特許文献1及び特許文献1から3までは、この種の標準試料又は標準試料の製造方法を開示する。

10

【0003】

非特許文献1が開示する標準試料はシリコンステップ基板であり、主面にシングルステップ構造を有している。このステップの高さは、シリコンの2原子層分の高さ（0.31nm）となるように製造されている。このようなシングルステップ構造を主面に有したシリコンステップ基板は、単結晶シリコン基板から以下の方法によって製造される。

【0004】

即ち、初めに（111）面から[11-2]方向に微傾斜した面を主面に持った単結晶シリコン基板を適当な大きさに切り出す。次に、この基板に適宜の処理を行った後に、真空チャンバ内に入れて脱ガスを行う。そして、十分に脱ガスが行われて超高真空雰囲気（ 6.5×10^{-7} Pa未満程度）となったところで、1100~1200 に加熱して約10分間保持する。その後、室温まで急冷して真空チャンバを乾燥窒素で満たした状態で取り出すことで、シングルステップ構造を主面に有したシリコンステップ基板を製造できる。

20

【0005】

また、特許文献1が開示する標準試料は、シリコンウエハから以下の方法によって製造される。即ち、シリコンウエハを十分に平滑にした後に、熱酸化膜を成長させる。そして、フォトリソグラフィーによってパターンマスクを付けた後に、エッチングを行う。このとき、極低エッチング速度のエッチング剤を用いることで、エッチング速度の予測精度が向上するため、エッチング量を所定の値にすることができる。そして、パターンマスクを除去することで、高精度なパターン段差を形成することができる。

30

【0006】

特許文献2の標準試料は、主面として（0001）面、又は（0001）面から10度以内のオフ角を持った面を有する単結晶サファイア基板から、以下の方法によって製造される。即ち、単結晶サファイア基板に適切な研磨を施した後に、この基板の主面に複数の凹部を形成する。そして、凹部が形成された単結晶サファイア基板を大気中で熱処理することで、凹部の底を中心とした同心円状のステップ/テラス構造を形成することができる。なお、このステップの1段の高さは0.22nmとなっている。以上のようにして、高精度なステップを有するサファイア基板を製造できる。

40

【0007】

特許文献3の標準試料の製造方法は、特許文献2の方法で凹部を形成するときに、当該凹部を精度良く形成できる方法を開示する。この方法では、サファイアより硬い物質で形成された圧子をサファイア基板に押し付けることで凹部を形成する。この凹部の大きさ及び深さは、圧子を押し付ける荷重に応じて調整することができる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

50

【特許文献1】特開平5-196559号公報
【特許文献2】特開2006-284316号公報
【特許文献3】特開2006-327876号公報
【非特許文献】

【0009】

【非特許文献1】(社)電子情報技術産業協会規格「AFMにおける1nmオーダの高さ校正法」pp.3-5 2002年7月

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

ところで、標準試料を用いたAFMの校正は、通常は大気中で行われる。しかし、非特許文献1及び特許文献1に開示される標準試料は、シリコンで構成されているため、大気に触れると表面に酸化膜が生成されていく。表面に酸化膜が生成されていくとステップの高さの精度が低下してしまうので、非特許文献1及び特許文献1の標準試料は、時間の経過に従って精度が低下していく。そのため、シリコンで構成された標準試料は、有効使用期限が6ヶ月程度であることが多く、寿命が非常に短かった。その上、シリコンで構成された標準試料は、表面に付着している酸化膜のみを適切に除去することは難しいため、有効使用期限を過ぎると、標準試料として再生させることができなかつた。従って、大気中で使用した場合に長期間にわたって精度が維持できる標準試料が望まれていた。

【0011】

また、STMは、探針と試料表面との間に流れるトンネル電流に基づいて試料の形状を測定するため、STM校正用の標準試料には導電性が必須である。従って、絶縁膜として働くことがある標準試料の表面の酸化膜は、STMの校正を行う前に除去する必要がある。そのため、標準試料の酸化膜は容易に除去できることが望ましい。

【0012】

また、酸化膜が除去された標準試料を真空中に配置した場合、標準試料を保護するものがないので、当該試料の表面は不安定となる。その結果、標準試料の表面の原子同士が結合する等して表面再構成が生じ、安定な状態へ移行することがある。表面再構成が起こると、素材によってはテラスの平坦度が悪化してしまうことがあつた。テラスの平坦度が悪化してしまうと、ステップの高さの精度が低下するので、標準試料の精度が悪化してしまう。

【0013】

以上から、STMの校正のための標準試料としては、酸化膜を容易に除去可能であるとともに、表面再構成が起こつた場合であってもテラスの平坦度を維持できる構成が望まれていた。

【0014】

また、非特許文献1及び特許文献1から3までの構成は、テラスの平坦度に限界があり、AFMやSTM等の校正を精度良く行うことができず、この点においても改善の余地があつた。

【0015】

更に、AFMやSTM等の高さ校正に用いる標準試料において、現在商業的に利用可能である校正高さは、最も微小な値から主に上記0.31nmの他、石英試料の8.0nmなどが存在するが、この間(0.31~8.0nm)の値を校正值として提供可能な標準試料が存在しなかつた。AFMを用いて対象を正確に評価するためには、少なくとも2点の異なる値を持つ標準試料を測定することにより、評価装置の測定値に対する線形特性を検証することが求められる。よって、ナノオーダの高低差をより高精度に測定するためには、0.31nmから8.0nmの間において、十分な信頼性を有する複数の絶対値を提供可能な標準試料が求められていた。

【0016】

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、大気中又は真空中

10

20

30

40

50

で使用可能であるとともに、測定器を高精度に校正可能なナノメーター標準原器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】

【0017】

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。

【0018】

本発明の第1の観点によれば、以下の構成のナノメーター標準原器が提供される。即ち、ナノメーター標準原器は、長さの基準となる標準長さを有する。また、ナノメーター標準原器は、ステップ/テラス構造が形成された単結晶のSiC層を有する基板を備えている。前記SiC層に形成されたステップの高さは、単結晶SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又は単結晶SiC分子の積層方向の半周期分であるハーフユニットの高さと同一である。そして、前記ステップの高さが前記標準長さとして用いられる。

10

【0019】

これにより、素材としてSiCを用いているため、耐熱性に優れたナノメーター標準原器が実現できる。また、SiCは、大気中の物質と反応しにくいので、ステップの高さの精度を長期間にわたって維持可能なナノメーター標準原器が実現できる。

【0020】

前記のナノメーター標準原器においては、以下のように製造されることが好ましい。即ち、初めに、4H若しくは6H多形を有する前記SiC層の(0001)Si面又は(000-1)C面上にオフ角を形成する。そして、温度範囲が1500以上2300以下のSi蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行うことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、単結晶SiC分子配列周期の1周期又は半周期のステップを形成させて、前記オフ角に整合するステップ/テラス構造を前記基板の表面に形成する。

20

【0021】

これにより、テラスの表面が分子レベルに平坦化されるため、高精度な標準長さを有するナノメーター標準原器が実現できる。

【0022】

前記のナノメーター標準原器においては、ステップ/テラス構造を形成するための加熱処理は、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た収容容器内で行うことが好ましい。

30

【0023】

これにより、収容容器に炭素ゲッター機能を良好に発揮させて収容容器内を高純度のSi雰囲気と保つことができるので、好適な環境で加熱処理を行うことができる。

【0024】

前記のナノメーター標準原器においては、前記SiC層は、4H-SiC単結晶又は6H-SiC単結晶で構成されていることが好ましい。

【0025】

これにより、必要な標準長さに応じて以下の4種類の高さを用いることができる。即ち、4種類の高さとは、4H-SiC単結晶のフルユニットの高さ、4H-SiC単結晶のハーフユニットの高さ、6H-SiC単結晶のフルユニットの高さ、及び、6H-SiC単結晶のハーフユニットの高さである。そのため、様々な用途に柔軟に対応することができる。

40

【0026】

前記のナノメーター標準原器においては、ステップ/テラス構造が形成される面のオフ角を調整することで、任意のテラス幅を形成可能なことが好ましい。

【0027】

これにより、必要なテラス幅が形成されたナノメーター標準原器を製造することができ

50

る。また、ナノメーター標準原器で測定器の校正を行う場合は、テラス幅を広くすることにより、テラスの表面の微細な凹凸の影響を相対的に減らすことができる。従って、より正確な校正を行うことができる。

【0028】

前記のナノメーター標準原器においては、以下の構成とすることが好ましい。即ち、このナノメーター標準原器が備える前記基板の表面は、4H若しくは6H多形を有する前記SiC層の(0001)Si面である。また、温度範囲が1500以上2300以下のSi蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行うことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、ステップ/テラス構造が前記基板に形成される。各テラスには、単結晶SiC分子配列構造からなる(3×3)-30°又は(6

10

【0029】

これにより、基板に形成される表面構成は周期的なパターンを有するため、本発明のナノメーター標準原器は、顕微鏡を用いて高温真空下の環境で試料を測定する場合等において、SiC層の表面の自然酸化膜が取り除かれて単結晶SiC分子表面の再構成が生じた場合であっても、基板の表面の平坦度には全く影響しない。従って、高温真空下においても精度の高い標準長さを提供可能なナノメーター標準原器が実現できる。また、Si面にステップ/テラス構造が形成されるので、当該Si面に自然酸化膜が生じていた場合であっても、当該自然酸化膜を良好に除去しつつステップ/テラス構造を維持して単結晶SiC分子表面の再構成を形成できる。

20

【0030】

前記のナノメーター標準原器においては、以下の構成とすることが好ましい。即ち、前記基板が大気中で保存されることでSiC層の表面に自然酸化膜が形成された場合であっても、当該基板を温度範囲が800以上1400以下の真空状態で加熱することで前記SiC層の表面の自然酸化膜が除去されるとともに、前記SiC層の表面の単結晶SiC分子配列が再構成されて(3×3)-30°又は(6 3×6 3)-30°のパターンを有する表面が再構成されることを特徴とするナノメーター標準原器。

【0031】

これにより、基板が長期間大気中で保存されて表面に自然酸化膜が形成された場合であっても、上記のように加熱処理を行うことで自然酸化膜を剥離しつつ表面を再構成することができるので、ナノメーター標準原器の長寿命化を実現できる。

30

【0032】

前記のナノメーター標準原器においては、前記SiC層が平坦化される前に、前記基板の表面である(0001)Si面上に所定のオフ角を形成させることで、前記SiC層を平坦化するとき、前記基板の表面にステップ/テラス構造を形成することが好ましい。

【0033】

これにより、オフ基板を使ってナノメーター標準原器を作成することで、ステップ/テラス構造を確実に形成することができる。

【0034】

前記のナノメーター標準原器においては、前記基板は、不純物がドーブされたことにより0.3 cm以下の抵抗率を有する導電性基板であることが好ましい。

40

【0035】

これにより、基板に導電性をもたせることができるので、トンネル電流によって試料の形状を検出する測定器の校正にナノメーター標準原器を使用することができる。また、基板の表面の酸化膜は、上述のように良好に除去されるので、基板の導電性が低下することを防止できる。

【0036】

前記のナノメーター標準原器においては、前記基板のSi面とC面の両面にステップ/テラス構造が形成されていることが好ましい。

【0037】

50

これにより、例えば測定環境が高温真空下であるSTM等にはSi面を使用し、測定環境が常温の大気圧下であるAFM等にはC面を使用することができる。従って、測定環境の違いにも柔軟に対応できる多機能なナノメーター標準原器が実現できる。

【0038】

前記のナノメーター標準原器においては、測定器を校正するための標準試料として用いられることが好ましい。

【0039】

これにより、測定器（例えばAFMやSTM）を校正可能な標準試料を実現することができる。

【0040】

本発明の第2の観点によれば、単結晶のSiC層を表面に有する基板上にステップ/テラス構造を形成し、ステップの高さが、単結晶SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又は単結晶SiC分子の積層方向の半周期分であるーフユニットの高さと同一であり、前記ステップの高さが標準長さとして用いられるナノメーター標準原器を製造する方法において、以下の製造方法が提供される。即ち、このナノメーター標準原器の製造方法は、オフ角形成工程と、ステップ/テラス構造形成工程と、を含む。前記オフ角形成工程では、4H若しくは6H多形を有する前記SiC層の基板の表面の(0001)Si面又は(000-1)C面上にオフ角を形成する。前記ステップ/テラス構造形成工程では、温度範囲が1500以上2300以下のSi蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行うことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、単結晶SiC分子配列周期の1周期又は半周期のステップを形成させて、前記オフ角に整合するステップ/テラス構造を前記基板の表面に形成する。

10

20

【0041】

これにより、素材としてSiCを用いているため、耐熱性に優れたナノメーター標準原器が実現できる。また、SiCは、大気中の物質と反応しにくいという特性も有しているので、ステップの高さの精度を長期間にわたって維持可能なナノメーター標準原器が実現できる。

【0042】

本発明の第3の観点によれば、単結晶のSiC層を表面に有する基板上にステップ/テラス構造を形成し、ステップの高さが、単結晶SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又は単結晶SiC分子の積層方向の半周期分であるーフユニットの高さと同一であり、前記ステップの高さが標準長さとして用いられるナノメーター標準原器を製造する方法において、以下の製造方法が提供される。即ち、このナノメーター標準原器の製造方法は、オフ角形成工程と、ステップ/テラス構造形成工程と、表面再構成形成工程と、を含む。前記オフ角形成工程では、前記基板の表面である(0001)Si面上にオフ角を形成する。前記ステップ/テラス構造形成工程では、温度範囲が1500以上2300以下のSi蒸気圧下で前記基板の加熱処理を行うことにより、当該基板の表面を気相エッチングして分子レベルに平坦化するとともに、単結晶SiC分子配列周期の1周期又は半周期のステップを形成させて、前記オフ角に整合するステップ/テラス構造を前記基板の表面に形成する。このとき、各テラスには、単結晶SiC分子配列構造からなる(3×3)-30°又は(6×3×6×3)-30°のパターンを有する表面構成が形成される。また、前記基板が大気中で保存されることでSiC層の表面に自然酸化膜が形成された場合であっても、前記基板を温度範囲が800以上1400以下の真空状態で加熱することで前記SiC層の表面の自然酸化膜が除去されるとともに、前記SiC層の表面の単結晶SiC分子配列が再構成されて(3×3)-30°又は(6×3×6×3)-30°のパターンが形成される。

30

40

【0043】

これにより、基板が長期間大気中で保存されて表面に自然酸化膜が形成された場合であっても、上記のように加熱処理を行うことで自然酸化膜を剥離しつつ表面を再構成することができるので、ナノメーター標準原器の長寿命化を実現できる。

50

【 0 0 4 4 】

前記のナノメーター標準原器の製造方法においては、前記ナノメーター標準原器が測定器を校正するための標準試料として用いられることが好ましい。

【 0 0 4 5 】

これにより、測定器（例えば A F M や S T M ）を校正可能な標準試料を実現することができる。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 4 6 】

【 図 1 】 A F M の測定原理を概略的に示す説明図。

【 図 2 】 S T M の測定原理を概略的に示す説明図。

10

【 図 3 】 S T M の 2 種類 の測定方法を示す説明図。

【 図 4 】 標準試料を製造するための加熱処理に用いられる高温真空炉を示す模式図。

【 図 5 】 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 6 】 炭素ゲッター効果を有する坩堝の外観写真及び断面写真。

【 図 7 】 炭素ゲッター効果を説明する模式図。

【 図 8 】 A F M を校正するための標準試料の製造工程を示す概念図。（ a ）単結晶 S i C 基板表面を所定のオフ角に機械研磨した基板の模式断面図。（ b ）気相エッチングして基板表面を分子レベルに平坦化させた模式断面図。（ c ）基板表面のオフ角に整合するステップ/テラス構造を形成した模式断面図。

【 図 9 】 単結晶 S i C 基板が加熱される様子を示す模式図。

20

【 図 1 0 】 機械研磨した単結晶 S i C 基板の（ 0 0 0 1 ）若しくは（ 0 0 0 - 1 ）ジャスト面を気相アニール工程で基板表面を分子レベルに平坦化させる処理温度と基板表面粗さの関係を示すグラフ。

【 図 1 1 】 単結晶 S i C 基板の（ 0 0 0 1 ） S i 面を気相アニールして得られる S i C 分子配列周期の 1 周期及び半周期のステップ高さの実測例と A F M 表面拡大写真の一例。

【 図 1 2 】 4 H - S i C 単結晶及び 6 H - S i C の分子配列と周期を示す模式図。

【 図 1 3 】 単結晶 S i C 基板の（ 0 0 0 1 ） S i 面を気相アニールして S i C 分子配列周期の 1 周期のステップを形成させたテラスの電子顕微鏡表面拡大写真の一例。

【 図 1 4 】 従来技術の S i 基板を使用した標準試料の拡大図。（ a ） S i 基板を使用した標準試料の表面の拡大図。（ b ） S i 基板を使用した標準試料の模式断面図。

30

【 図 1 5 】 単結晶 S i C 基板を使用したナノメーター標準原器の拡大図。（ a ）単結晶 S i C 基板を使用した標準試料の表面の拡大図。（ b ）単結晶 S i C 基板を使用した標準試料の拡大断面図。（ c ）単結晶 S i C 基板を使用した標準試料のステップとテラスの模式断面図。

【 図 1 6 】 S T M を校正するための標準試料の製造工程を示す概念図。（ a ）単結晶 S i C 基板表面を所定のオフ角に機械研磨した基板の模式断面図。（ b ）気相エッチングして基板表面を分子レベルに平坦化させた模式断面図。（ c ）基板表面のオフ角に整合するステップ/テラス構造を形成した模式断面図。

【 図 1 7 】 S i C 結晶格子の（ 3 × 3 ） - 3 0 ° 又は（ 6 3 × 6 3 ） - 3 0 ° のパターンを概念的に示す模式平面図。

40

【 図 1 8 】 基板の S i 面と C 面の両方にステップ/テラス構造を形成した模式断面図。

【 発明を実施するための形態 】

【 0 0 4 7 】

次に、図面を参照して本発明の実施の形態を説明する。

【 0 0 4 8 】

初めに、原子間力顕微鏡（ A F M 、測定器）及び走査型トンネル顕微鏡（ S T M 、測定器）の測定原理について説明する。初めに、図 1 を参照して A F M の測定原理について説明する。図 1 は、 A F M の測定原理を概略的に示す説明図である。

【 0 0 4 9 】

A F M とは、図 1 に示すカンチレバー 9 2 （探針）と、検出対象の試料 1 0 と、の原子

50

間力に基づいて、当該試料10の表面の形状を検出する装置である。より詳細に説明すると、カンチレバー92は光を反射可能な反射面92aを備えており、AFMが備えるレーザー発生器91は、この反射面92aにレーザーを照射している。この反射面92aで反射したレーザーは、4分割されたフォトダイオード93で測定される。フォトダイオード93の各領域で発生した光起電力は増幅器94で増幅され、適宜の信号処理装置へ送られる。

【0050】

この構成により、カンチレバー92が試料10に近づくと、カンチレバー92と試料10との原子間力によりカンチレバー92が試料10に引き寄せられることで、当該カンチレバー92が変形する。この変形によって、反射面92aで反射するレーザーの進行方向が変わり、フォトダイオード93の各領域の光起電力に差が生じる。そして、この光起電力の差がなくなる（カンチレバー92の変形量を一定にする）ようにカンチレバー92を上下させながら、試料10の表面を移動させていく。そして、試料10のどの位置でカンチレバー92をどれくらい上下させたかに基づいて、試料10の表面の形状を検出することができる。

10

【0051】

次に、図2を参照して、STMの測定原理について簡単に説明する。図2は、STMの測定原理を概略的に示す説明図である。STMは、探針と試料との間に発生するトンネル電流を利用して、試料の表面の形状を検出する装置である。そのため、STMは、導電性を有する試料についてのみ測定を行うことができる。

20

【0052】

STMは、図2に示すように、走査部95と、電流増幅部96と、制御部97と、表示部98と、を主要な構成として備えている。

【0053】

走査部95は、制御部97により電圧が印加されている。走査部95は、制御部97から印加された電圧の圧電効果によって試料10に近づく方向又は離れる方向（高さ方向）に移動可能である。また、走査部95は、適宜の駆動手段により試料10の表面に沿う方向に移動可能である。走査部95の先端には、探針95aが形成されている。この探針95aを試料10に原子レベルで近づけることにより、当該探針95aと試料10との間にトンネル電流が流れる。このトンネル電流は、電流増幅部96によって増幅された後に制御部97に入力される。

30

【0054】

制御部97は、走査部95に印加する電圧を変化させることで、走査部95の前記高さ方向の位置を制御可能である。また、トンネル電流は、探針95aが試料10に近づくにつれて、大きな値を示すことが知られている。そのため、制御部97は、走査部95に印加した電圧と、トンネル電流の大きさと、の関係性に基づいて試料10の表面の形状を検出することができる。具体的には、制御部97は、以下に示す2つの方法の何れかによって試料10の表面の形状を検出する。

【0055】

1つ目の方法は、図3(a)に示すように、探針95aの高さを一定に保つ方法である。この方法では、試料10の凹凸に応じて、流れるトンネル電流が変化する。制御部97は、このトンネル電流の変化に基づいて、試料10の表面の形状を検出することができる。

40

【0056】

2つ目の方法は、図3(b)に示すように、流れるトンネル電流を一定に保つ方法である。この方法では、制御部97は、流れるトンネル電流が一定になるように、走査部95へ印加する電圧を調整する。制御部97は、走査部95へ印加する電圧に基づいて、試料10の表面の形状を検出することができる。

【0057】

なお、STMを用いて計測を行う場合、試料10の周囲を真空にして計測を行うことが一般的である。真空中で計測を行うことにより、試料10が気体分子と反応し得ないので

50

、試料そのものの表面を計測することができる。特に、高温雰囲気下では試料 10 は気体分子と反応し易くなるため、試料 10 の周囲を真空にしないと、試料 10 の表面を適切に計測することができない。

【0058】

また、AFMやSTMでは、試料の表面の形状を精度良く検出できるようにするために、一定期間毎に校正が行われることがある。この校正は、後述の図14及び図15に示すように、所定の高さのステップが形成された標準試料を用いて行われる。

【0059】

この校正作業は、初めに標準試料のステップが形成された位置を把握した後に、当該テラスの表面をAFM又はSTMによって測定する。次に、測定したテラスの表面が水平になるように画像処理を行う。各テラスは通常は平行であるため、1つのテラスの表面が水平になるようにすることで、全てのテラスの表面を水平にして測定を行うことができる。そして、測定したテラスに隣接するテラスの測定を行う。このとき、AFM又はSTMに基づいて測定された高さを、標準試料の標準長さ（シリコンステップ基板の場合は、0.31nm）と一致するように当該AFM又はSTMを設定することで、校正を行うことができる。また、異なる標準長さを有する標準試料を更に測定することにより、AFM又はSTMの測定値に対する線形特性を検証しても良い。

10

【0060】

次に、AFMやSTMの校正を行うための標準試料（ナノメーター標準原器）の製造に用いる高温真空炉11と坩堝（収容容器）2について、図4から図7までを参照して説明する。図4は、標準試料を製造するための加熱処理に用いられる高温真空炉を示す模式図である。図5は、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図である。図6（a）は坩堝2を上方から撮影した外観写真であり、図6（b）は坩堝2の断面顕微鏡写真である。図7は、炭素ゲッター効果を説明する模式図である。

20

【0061】

図4及び図5に示すように、高温真空炉11は、被処理物を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。

30

【0062】

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。

【0063】

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。

40

【0064】

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。

【0065】

50

前記本加熱室 2 1 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 1 9 の内部空間の上部に配置される。図 5 に示すように、本加熱室 2 1 の内部には、加熱ヒータとしてのメッシュヒータ 3 3 が備えられている。また、本加熱室 2 1 の側壁や天井には第 1 多層熱反射金属板 4 1 が固定され、この第 1 多層熱反射金属板 4 1 によって、メッシュヒータ 3 3 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。

【 0 0 6 6 】

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、更にもその外側に多層熱反射金属板 4 1 が配置されるレイアウトが実現されている。従って、被処理物を強力且つ均等に加熱し、1000 以上 2300 以下の温度まで昇温させることができる。

10

【 0 0 6 7 】

本加熱室 2 1 の天井側は第 1 多層熱反射金属板 4 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 4 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。

【 0 0 6 8 】

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 4 2、第 3 多層熱反射金属板 4 3、及び第 4 多層熱反射金属板 4 4 を互いに間隔をあけて配置した構成となっている。

20

【 0 0 6 9 】

3 つの多層熱反射金属板 4 2 ~ 4 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 4 2 及び第 3 多層熱反射金属板 4 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。

【 0 0 7 0 】

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 4 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 4 2 ~ 4 4 とともに上下動させることができる。

30

【 0 0 7 1 】

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 4 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。

【 0 0 7 2 】

図 5 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 4 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 4 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。

40

【 0 0 7 3 】

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 4 6 によって区画され、下側及び側部が多層熱反射金属板 4 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 4 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。

【 0 0 7 4 】

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 4 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 4 4 を収納可能になっている。

【 0 0 7 5 】

50

多層熱反射金属板 4 1 ~ 4 4 , 4 6 , 4 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。

【 0 0 7 6 】

多層熱反射金属板 4 1 ~ 4 4 , 4 6 , 4 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 4 1 ~ 4 4 , 4 6 , 4 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、ジリ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 4 1 ~ 4 4 , 4 6 , 4 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。

10

【 0 0 7 7 】

そして、支持体 2 8 に備えられる多層熱反射金属板 4 2 ~ 4 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。

【 0 0 7 8 】

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 4 2 の積層枚数は、本加熱室 2 1 の第 1 多層熱反射金属板 4 1 の積層枚数よりも少なくなっている。

【 0 0 7 9 】

この構成で、真空チャンバ 1 9 内の汚染を防止するために適宜の容器に被処理物 (例えば SiC 基板) を収納する。なお、容器は後述の坩堝 2 であっても良いし、それ以外の容器であっても良い。そして、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 以上 2 3 0 0 以下の所定の温度 (例えば約 1 9 0 0) 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。

20

【 0 0 8 0 】

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 4 2 の積層枚数は、前記第 1 多層熱反射金属板 4 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 4 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 以上の所定の温度 (例えば 8 0 0) 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。

30

【 0 0 8 1 】

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) に急速に昇温させることができる。

40

【 0 0 8 2 】

次に、坩堝 (收容容器) 2 について説明する。図 6 (a) に示すように、坩堝 2 は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。また、この坩堝 2 は、高温処理を行う場合に後述の炭素ゲッター効果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備えている。この坩堝 2 に、シリコン供給源としての図略のシリコンペレットを收容する。これにより、坩堝 2 に炭素ゲッター機能を良好に発揮させて、その内部空間を高純度のシリコン雰囲気を保つことができる。

【 0 0 8 3 】

更に詳細に説明すると、坩堝 2 は図 6 (b) に示すように、その最表層の部分に T a C

50

層を形成し、このT a C層の内側にT a₂C層を形成し、更にその内側に基材としてのタンタル金属を配置した構成となっている。なお、タンタルと炭素の結合状態は温度依存性を示すため、前記坩堝2は、炭素濃度が高いT a Cを最も表層の部分に配置するとともに、炭素濃度が若干低いT a₂Cが内側に配置される。そして、T a₂Cの更に内側には、炭素濃度がゼロである基材のタンタル金属を配置した構成となっている。

【0084】

坩堝2を加熱処理する際には、図5の鎖線で示すように高温真空炉11の予備加熱室22に配置し、適宜の温度（例えば約800）で予備加熱する。次に、予め設定温度（例えば、約1900）まで昇温させておいた本加熱室21へ、予備加熱室22内の坩堝2をシリンダ部29の駆動によって移動させ、急速に昇温させる。

10

【0085】

なお、本加熱室21での加熱時において、坩堝2内の雰囲気は約1Pa以下に維持されることが好ましい。また、上容器2aと下容器2bとを嵌め合わせたときの嵌合部分の遊びは、約3mm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21での加熱処理において坩堝2内のシリコン圧力を高めて外部圧力（本加熱室21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坩堝2内に侵入するのを防止することができる。

【0086】

この昇温により、坩堝2の内部空間がシリコンの蒸気圧に保たれる。また、前記坩堝2は上述したように、その表面が炭化タンタル層に覆われており、当該炭化タンタル層（T a C層）が坩堝2の内部空間に露出する構成になっている。従って、上述のように真空中で高温処理を続ける限りにおいて、坩堝2は図7に示すように、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、本実施形態の坩堝2は炭素原子吸着イオンポンプ機能（イオンゲッター機能）を有するということができる。これにより、加熱処理時に坩堝2内の雰囲気に含まれているシリコン蒸気及び炭化珪素蒸気のうち、炭素だけが坩堝2に選択的に吸蔵されるので、坩堝2内を高純度のシリコン雰囲気に保つことができる。

20

【0087】

本実施形態においては、以上のように構成される高温真空炉11と坩堝2を用いて、SiC基板70から標準試料72を製造する。以下の説明において、単に加熱処理等といった場合は上述した高温真空炉11を用いて行うものとする。

30

【0088】

次に、標準試料の製造方法について説明する。標準試料に求められる特性は、校正を行う雰囲気や、校正の対象の測定器等によって異なる。以下では、初めに、大気中で計測及び校正が行われる測定器（例えばAFM等）を校正するための標準試料72について説明し、次に、高温真空中で計測及び校正が行われる測定器（例えばSTM等）を校正するための標準試料102について説明する。

【0089】

以下、上記標準試料72の製造方法について、図8及び図9を参照して説明する。図8は、AFMを校正するためのナノメーター標準原器の製造工程を示す概念図である。図9は、機械研磨後のSiC基板70が坩堝2に収容された様子を示す模式図である。

40

【0090】

本実施形態では、所定のオフ角を有するSiC基板70を用いて標準試料72の製造を行う。この種のSiC基板70は、所定のオフ角を有する既製品を購入する他、表面がジャスト面であるSiC基板を研磨することで形成することもできる。なお、オフ角が形成される面は、(0001)Si面であっても良いし、(000-1)C面であっても良い。

【0091】

表面に所定のオフ角が形成された基板であっても、その表面に機械研磨等が施されていれば、SiC基板70の表面は巨視的には平坦なように見える。しかし、ミクロ的には、

50

図 8 (a) に模式的に示すように凹凸が形成されており、この S i C 基板 7 0 を標準試料として用いるためには、この凹凸を分子レベルで平坦化させる平坦化処理を行う必要がある。

【 0 0 9 2 】

この平坦化処理は、図 4 で説明した高温真空炉 1 1 を用いて、S i C 基板 7 0 を S i 蒸気圧下で高温加熱することにより行う。この加熱処理は、1 5 0 0 以上 2 3 0 0 以下の温度範囲で行うことが好ましい。また、この加熱処理は、図 9 に示すように、S i C 基板 7 0 を坩堝 2 内に収容して行うことが好ましい。

【 0 0 9 3 】

この平坦化のための加熱処理を具体的に説明する。この加熱処理は、予備加熱工程と、本加熱工程と、によりなる。前記予備加熱工程では、S i C 基板 7 0 を収容した坩堝 2 を、予備加熱室 2 2 において 8 0 0 以上の温度で加熱する。前記本加熱工程では、予め所定の温度で加熱されている本加熱室 2 1 に前記予備加熱室から坩堝 2 を移動し、この状態で、S i C 基板 7 0 を 1 5 0 0 以上 2 3 0 0 以下の温度で所定時間（例えば 1 0 分）加熱する。このように、S i C 基板 7 0 を坩堝 2 に収容して事前に予備加熱しておき、予備加熱室 2 2 から本加熱室 2 1 へ移動させることで、S i C 基板 7 0 を急速に昇温させて加熱処理を行うことができる。

【 0 0 9 4 】

この処理により、機械研磨によって凹凸が形成された S i C 基板 7 0 の表面部分が図 8 (b) のように気相エッチングされて分子レベルに平坦化し、ステップ/テラス構造が形成された S i C 基板 7 1 を生成することができる。即ち、S i 蒸気圧下で高温加熱することによって、S i C 基板 7 0 の表面の S i C が S i₂C 又は S i C₂ になって昇華することにより、平坦化される。なお、このときの加熱温度は、上述のとおり 1 5 0 0 以上 2 3 0 0 以下とすることが好ましい。分子レベルに平坦化させた S i C 基板 7 1 を更に S i 蒸気圧下で 1 8 0 0 以上 2 0 0 0 以下の気相雰囲気中で加熱処理することにより、図 8 (c) に示すように、テラス幅が均一なステップが形成される。以上により、標準試料 7 2 を製造することができる。

【 0 0 9 5 】

このとき形成されるテラス幅の値は、形成されるステップの高さ（下記で示すように温度、S i C 基板 7 0 の種類等により選択することができると、S i C 基板 7 0 のオフ角と、に基づいて定まる。例えば、オフ角を大きくしたり、ステップの高さを低くしたりする場合は、形成されるテラス幅は小さくなる。一方、オフ角を小さくしたり、ステップの高さを高くしたりする場合は、形成されるテラス幅は大きくなる。

【 0 0 9 6 】

次に、図 1 0 から図 1 3 までを参照して、加熱温度と平坦化の関係について説明する。

【 0 0 9 7 】

図 1 0 は、S i 蒸気圧下の気相アニール処理温度と平均表面粗さの関係を示したグラフである。図 1 0 のグラフでは、単結晶 S i C (4 H - S i C) において、(0 0 0 1) S i 面の加熱処理の温度（アニール温度）に対する平均粗さ（n m）の関係と、(0 0 0 - 1) C 面の加熱処理の温度に対する平均粗さ（n m）の関係と、が示されている。図 1 0 のグラフに示すように、1 5 0 0 以上の高温で加熱処理した場合、平均粗さが 1 . 0 n m 以下に収まる結果になった。このことから、高温環境下では、S i C 基板 7 0 の表面の平坦化が効率的に進むことが判る。

【 0 0 9 8 】

図 1 1 は、S i 蒸気圧下の気相アニール処理温度と表面に形成されたステップの高さの関係を示したグラフである。図 1 1 中の (a) は、フルユニット高さに終端した標準試料 7 2 の表面の顕微鏡写真である。また、図 1 1 中の (b) は、ハーフユニット高さに終端した標準試料 7 2 の表面の顕微鏡写真である。図 1 1 のグラフに示すように、高温領域では、フルユニット高さ及びハーフユニット高さでのステップの終端が進んでいることが判る。

10

20

30

40

50

【0099】

ここで、図12を参照して、-halfユニット高さ及びフルユニット高さについて説明する。図12は、4H-SiC単結晶及び6H-SiCの分子配列と周期を説明するための模式図である。「フルユニット高さ」とは、図12に示すように、SiとCからなるSiC単分子層が積層方向に積み重ねられる1周期分の前記積層方向の高さをいう。従って、フルユニット高さのステップとは、4H-SiCの場合は1.01nmのステップを意味する。「halfユニット高さ」とは、前記1周期の半分の時点での積層方向の高さをいう。従って、halfユニット高さのステップとは、4H-SiCの場合0.50nmのステップを意味する。6H-SiCの場合は、フルユニット高さのステップとは1.51nmのステップを意味し、halfユニット高さのステップとは0.76nmのステップを意味する。

10

【0100】

図13は、SiC層の(0001)Si面に、C軸方向に1周期分の高さのステップを形成させたときの表面を示すSEM写真である。図13では、ステップが形成された箇所(曲線)が細くなっていることから、形成された各ステップが鋭く立ち上がることが判る。また、各テラスに凹凸が見られないことから、精度良く平坦化が行われたことが判る。

【0101】

以上に示してきた実験結果(グラフ及び写真)から判るように、Si蒸気圧下で所定時間高温加熱することによって、機械的な研磨やエッチングでは極めて困難な分子レベル(フルユニット高さ又はhalfユニット高さ)での平坦化を行うことができる。

20

【0102】

次に、図14から図15までを参照して、本実施形態の製造方法により製造された標準試料72と、従来の方法で製造された標準試料81と、を比較する。

【0103】

図14(a)はSi基板を用いた従来標準試料81の表面の形状を示す図であり、図14(b)はSi基板を用いた従来標準試料81の模式断面図である。図15(a)は本実施形態の標準試料72の表面の形状を示す図であり、図15(b)は本実施形態の標準試料72のステップの断面形状を示す図であり、図15(c)は本実施形態の標準試料72の模式断面図である。

【0104】

初めに、従来標準試料81について簡単に説明する。標準試料81は、シリコンステップ基板であり、従来技術として上記で説明した方法によって製造される。標準試料81に形成されたステップの高さは、シリコン2原子層分の高さであり、0.31nmとなっている。

30

【0105】

しかし、実際には、シリコン表面の酸化等によりテラスに凹凸が生じているため、テラス幅が図14(a)に示すように不均一になっており、ステップの高さの値も0.31nmを高精度に実現できている訳ではない。更に言えば、このステップ形状の精度は、シリコンが時間の経過に従って大気中の酸素と反応して酸化することで、徐々に低下してしまう。

40

【0106】

次に、本実施形態の標準試料72について説明する。なお、図15で示した標準試料72は、オフ角が1度の4H-SiC基板70を用いて、halfユニット高さのステップを形成させたものである。

【0107】

図15(b)に示すように、標準試料72に形成されたテラスは、平坦となっている。しかも、この標準試料72に形成されたステップは、時間が経過しても、表面が粗くなることはない。加えて、SiCはSiよりも融点が高いので、本実施形態の標準試料72は、従来標準試料81が利用できないような高温環境下であっても、問題なく校正等に用いることができる。

50

【0108】

また、この標準試料72に形成されるテラス幅は、図15(a)に示すように均一になっている。ここで、AFMの校正は、標準試料72, 81に形成されたステップの高さを用いて行われるので、テラス幅の均一具合が直接的にAFMの校正の精度に影響を与える訳ではない。しかし、テラス幅が狭い箇所が形成されると、その箇所においてはテラスの表面の微細な凹凸の影響が相対的に強まってしまうため、AFMの校正を安定的に行う観点からは好ましくない。この点、本実施形態の標準試料72はテラス幅が均一なため、標準試料72のどの部分で校正を行った場合においても、良好な精度で校正を行うことができる。

【0109】

また、上記特許文献2及び3が開示する単結晶サファイア基板から製造される標準試料は、大気と反応しにくいいため、この点では本実施形態の標準試料72と同等であるといえることができる。しかし、特許文献2の図面に示すように、単結晶サファイア基板から製造される標準試料のテラス幅は不均一であり、更にステップの平坦度に関しても本願発明の標準試料72の方が優れている。

【0110】

前述のように、本実施形態の製造方法では、温度等を変更することで、形成されるステップの高さを4種類から選択できる。この結果、4つの異なる標準長さを校正のために提供することができる。そして、得られる4つの標準長さは何れも非常に高精度であるので、通常は0.1nm程度であるAFMの測定精度を大幅に向上させることができる。また、この標準長さのうち少なくとも2つを用いて校正を行うことで、評価装置の測定値に対する線形特性をナノオーダー以下で検証することが可能となる。

【0111】

以上に説明したように、ナノメーター標準原器としての標準試料72は、長さの基準となる標準長さを有している。また、この標準試料72は、ステップ/テラス構造が形成されたSiC層を有している。そして、ステップの高さが、SiC分子の積層方向の1周期分であるフルユニットの高さ、又はSiC分子の積層方向の半周期分であるハーフユニットの高さと同一である。また、このステップの高さが前記標準長さとして用いられる。

【0112】

これにより、素材としてSiCを用いているため、耐熱性に優れた標準試料72が実現できる。また、SiCは、酸素等の大気中の物質と反応しにくいので、ステップの高さの精度を長期間にわたって維持可能な標準試料72が実現できる。

【0113】

次に、STMを校正するための標準試料の製造方法について図16及び図17を参照して説明する。図16は、STMを校正するためのナノメーター標準原器の製造工程を示す概念図である。図17は、SiC結晶格子の(3×3)-30°又は(6×6)-30°のパターンを概念的に示す模式平面図である。

【0114】

上述のように、STMは、高温かつ真空中で測定及び校正を行うことが多いので、当該環境においても利用できる標準試料が求められている。以下では、STMの校正用の標準試料を符号102で記し、当該標準試料102を製造する方法について説明する。

【0115】

前述したように、STMを用いて校正を行う場合、標準試料102には導電性が必要となる。そのため、STMの校正用の標準試料102を製造する際には、導電性を有するSiC基板100が用いられる。SiC基板100としては、例えば窒素等の不純物をドーピングすることによって0.3cm以下の抵抗率を有することが好ましいが、それ以上又は以下の抵抗率であっても良い。また、窒素以外の導電性不純物をドーピングすることで導電性を持たせても良い。

【0116】

STMの校正用の標準試料102を作成する場合であっても、AFM校正用の標準試料

10

20

30

40

50

72と同様に、基板にオフ角を形成して機械研磨を行う。なお、AFM校正用の標準試料72を作成する場合は、(0001)Si面と(000-1)C面のどちらの面にオフ角を形成しても良いが、STM校正用の標準試料102を作成する場合は、(0001)Si面にオフ角を形成する(図16(a)を参照)。これは、Si面にステップを形成した方が、基板の表面に形成された自然酸化膜を容易に除去でき、安定な表面再構成を得ることができるからである。

【0117】

次に、オフ角を形成したSiC基板100に、上記と同様に平坦化処理を行う。この平坦化処理は、標準試料72を製造する際と同様に、SiC基板100を坩堝2内に収容して、当該SiC基板100をSi蒸気圧下で高温加熱することにより行う。この加熱処理は、1500以上2300以下の温度範囲で行うことが好ましい。なお、この加熱処理も上記と同様に、予備加熱工程と本加熱工程とに分けて行っても良い。

10

【0118】

この加熱処理により、SiC基板70の表面部分が図16(b)のように気相エッチングされて分子レベルに平坦化し、ステップ/テラス構造が形成される。そして、このSiC基板101を更にSi蒸気圧下で1800以上2000以下のSi蒸気圧下で加熱処理することにより、図16(c)に示すように、テラス幅が均一なステップが形成された標準試料102を作成できる。

【0119】

なお、標準試料102は気体分子と反応しにくい、大気中に長時間放置されること等によって当該標準試料102の表面に微量の自然酸化膜が形成されることがある。この自然酸化膜は絶縁被覆として働くので、自然酸化膜が形成された標準試料102には、トンネル電流が流れにくい。そのため、標準試料102に形成された自然酸化膜は容易に除去可能であることが好ましい。

20

【0120】

この点、本実施形態では、(0001)Si面が標準試料102の表面(ステップ/テラス構造を形成した面)となっているので、真空中で温度を上昇させることで、自然酸化膜を容易に除去することができる。

【0121】

自然酸化膜を除去するための加熱処理はSTMに内蔵された真空炉で、800以上1400度以下で行うことが好ましい。ただし、加熱温度は、標準試料102の表面の自然酸化膜を除去できる限り、上記以外の温度であっても良い。

30

【0122】

この加熱処理によって自然酸化膜が除去されるので、標準試料102に導電性を良好に発揮させることができる。また、この自然酸化膜が除去されることにより、標準試料102の表面には、表面再構成が生じる。

【0123】

従来の標準試料は、一般的には、表面再構成が形成されると、テラスの平坦度が悪化して標準試料として使用できなくなってしまう。この点、本実施形態では、単結晶SiC分子配列が規則的なパターンを有しているので、表面再構成の形成時であっても表面平坦度が悪化することを防止できる。従って、本実施形態の標準試料102は、高温真空下においてもその機能を良好に維持することができる。

40

【0124】

以下、標準試料102に形成された表面再構成のSiC結晶格子で構成されるパターンについて図17を参照して説明する。図17に示すように、標準試料102の表面(Si面)には、自然酸化膜が除去されることで、単結晶SiC分子配列が再構成されて(3×3)-30°又は(6×3)-30°のパターンが形成されている(図17の太線を参照)。

【0125】

このように、標準試料102は、表面再構成が周期的なパターンを有するので、当該表

50

面再構成が形成された場合であっても、テラスの平坦度が悪化しない。そのため、真空かつ高温という環境であってもステップの高さを正確に維持できるので、標準試料 102 は、当該環境下で計測を行う STM 等を良好な精度で校正することができる。

【0126】

次に、上記実施形態の変形例について図 18 を参照して説明する。図 18 は、基板の Si 面と C 面の両方にステップ/テラス構造を形成した模式断面図である。

【0127】

上記実施形態の標準試料 72, 102 は、SiC 基板の Si 面又は C 面のうち何れか一方にのみステップ/テラス構造を形成する構成である。これに対し、本変形例の標準試料 110 は、SiC 基板の Si 面及び C 面の両方にステップ/テラス構造を形成する構成である。

10

【0128】

標準試料 110 は、例えば上記実施形態と同様に製造することができる。即ち、導電性を有する SiC 基板の Si 面と C 面の両方にオフ角を形成し、Si 蒸気圧下で加熱処理を行うことで標準試料 110 を製造することができる。

【0129】

この標準試料 110 は、例えば上記 AFM 及び STM の両方を校正するための標準試料として用いることができる。上述のように、AFM の測定環境は常温の大気圧下であるため、標準試料 110 の Si 面又は C 面の何れを用いても適切に AFM の校正を行うことができる。一方、STM の測定環境は高温真空下であるため、標準試料 110 の Si 面を用いることで、上述のように容易に自然酸化膜を除去して安定な表面再構成を形成することができるので、STM の校正を適切に行うことができる。

20

【0130】

以上から、標準試料 110 の C 面を AFM の校正用とし、Si 面を STM の校正用とすることで、複数種類の顕微鏡の校正に用いることができる多機能なナノメーター標準原器が実現できる。

【0131】

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。

【0132】

収容容器としての坩堝 2 は、炭化タンタルに限定されない。例えばタンタル以外の金属であって、炭素元素に対するゲッター効果を有し、SiC 基板に対して高温接合せず、2000 程度の温度に対する耐熱性を有し、更に超高真空材料であるものがあれば、当該金属からなる坩堝 2 に変更することができる。

30

【0133】

上記実施形態では、AFM 又は STM を校正するための標準試料及びその製造方法を説明したが、形成されるステップの高さを標準長さとして使用する限り、様々なナノメーター標準原器及びその製造方法に適用することができる。例えば、電子顕微鏡、光干渉顕微鏡及びレーザ顕微鏡等の測定器を校正する標準試料を挙げることができる。

【0134】

また、本発明を適用する限りにおいて、以上に説明してきた製造方法の一部を変更することは勿論である。また、上記実施形態で説明した温度条件や圧力条件等は一例であって、装置の構成や要求される標準長さ等の事情に応じて適宜変更することができる。

40

【符号の説明】

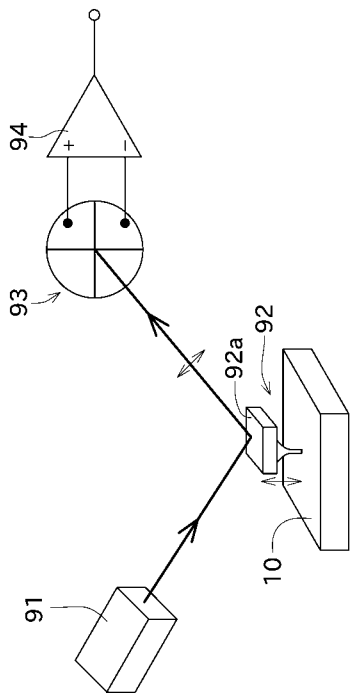
【0135】

- 2 坩堝 (収容容器)
- 70 SiC 基板
- 71 表面を分子レベルに平坦化させた後の SiC 基板
- 72 標準試料
- 100 SiC 基板

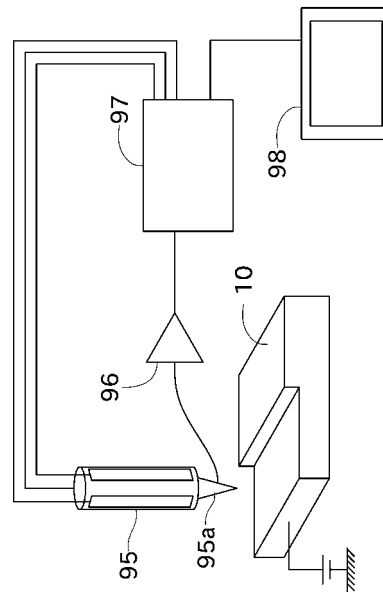
50

- 1 0 1 表面を分子レベルに平坦化させた後の S i C 基板
- 1 0 2 標準試料
- 1 1 0 標準試料

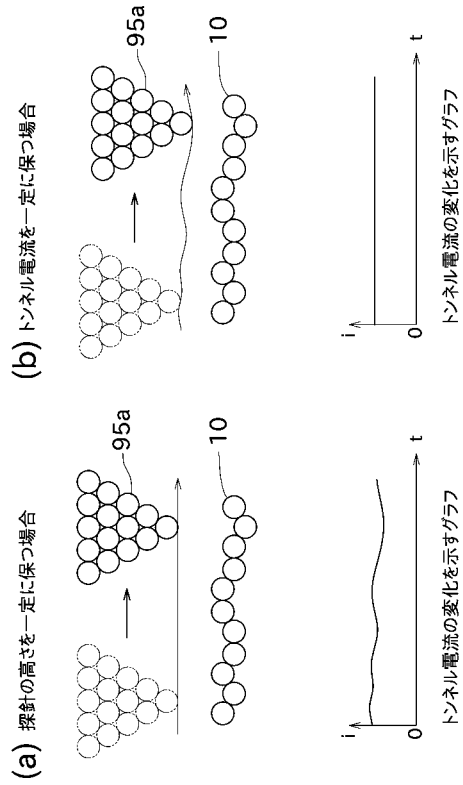
【 図 1 】



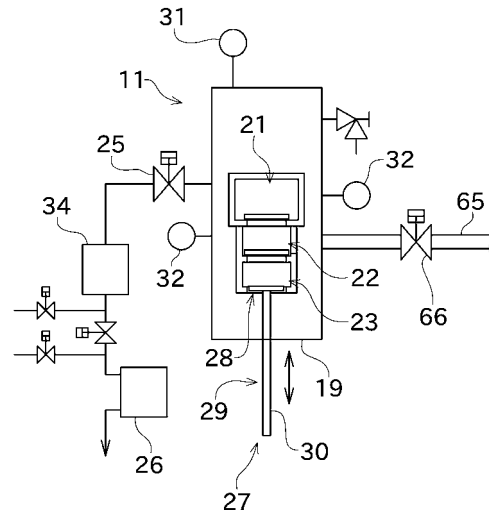
【 図 2 】



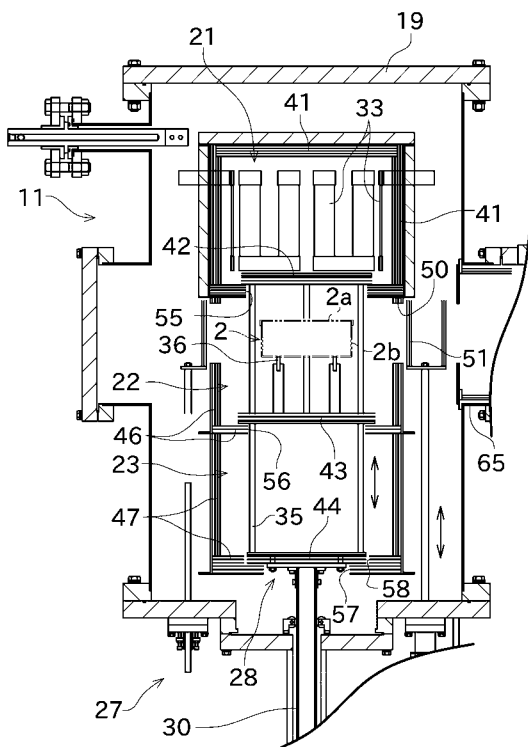
【 図 3 】



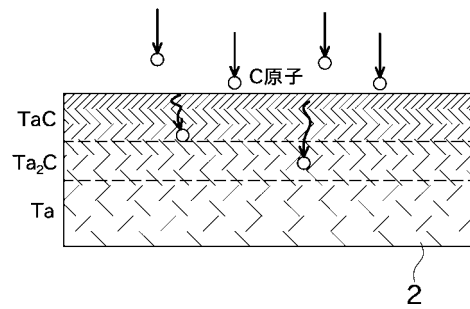
【 図 4 】



【 図 5 】

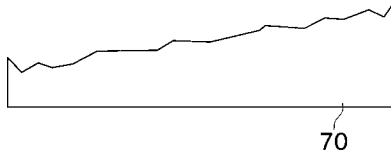


【 図 7 】

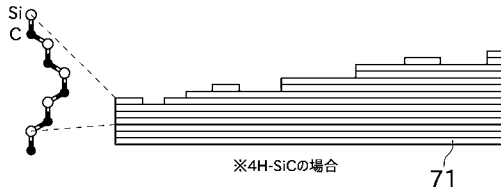


【 図 8 】

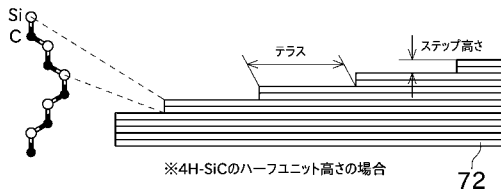
(a) 機械研磨後のSiC基板表面



(b) 気相エッチングによる平坦化後のSiC基板表面

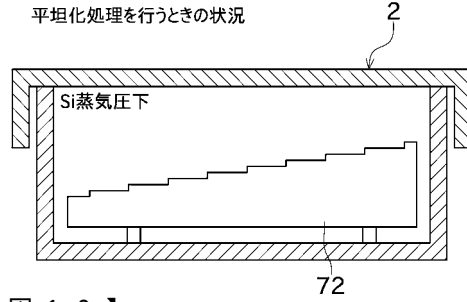


(c) テラス幅が均一なステップが形成された後のSiC基板の表面

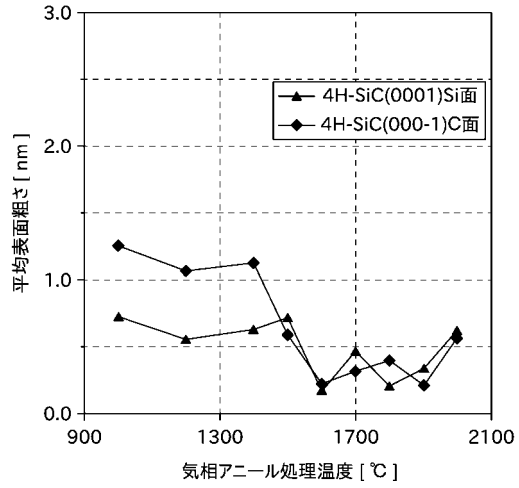


【 図 9 】

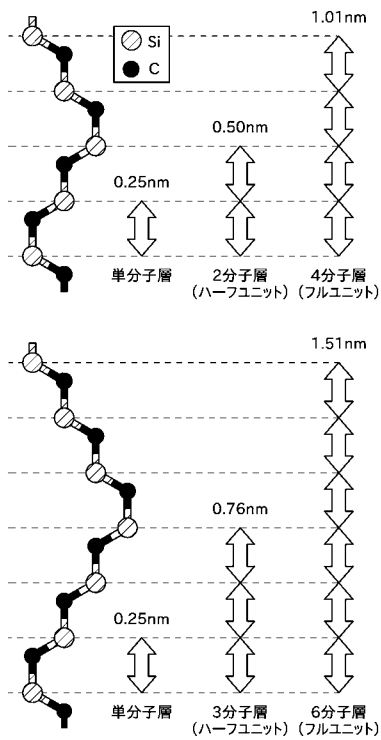
平坦化処理を行うときの状況



【 図 10 】

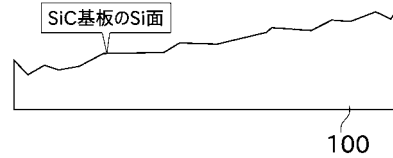


【 図 12 】

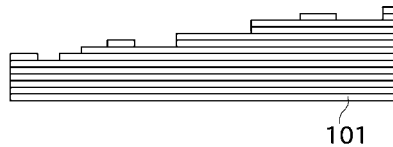


【 図 16 】

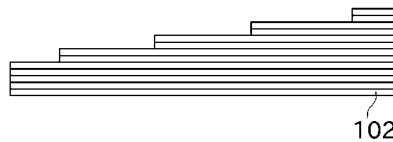
(a) 機械研磨後のSiC基板(不純物ドーブ済)



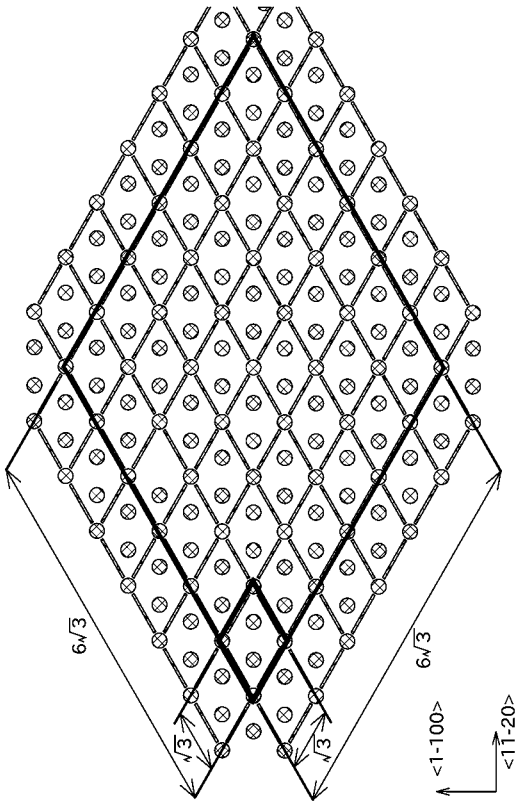
(b) 気相エッチングによる平坦化後のSiC基板の表面



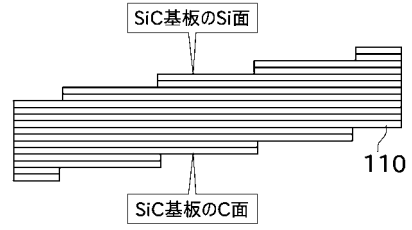
(c) テラス幅が均一なステップが形成された後のSiC基板の表面



【 図 1 7 】

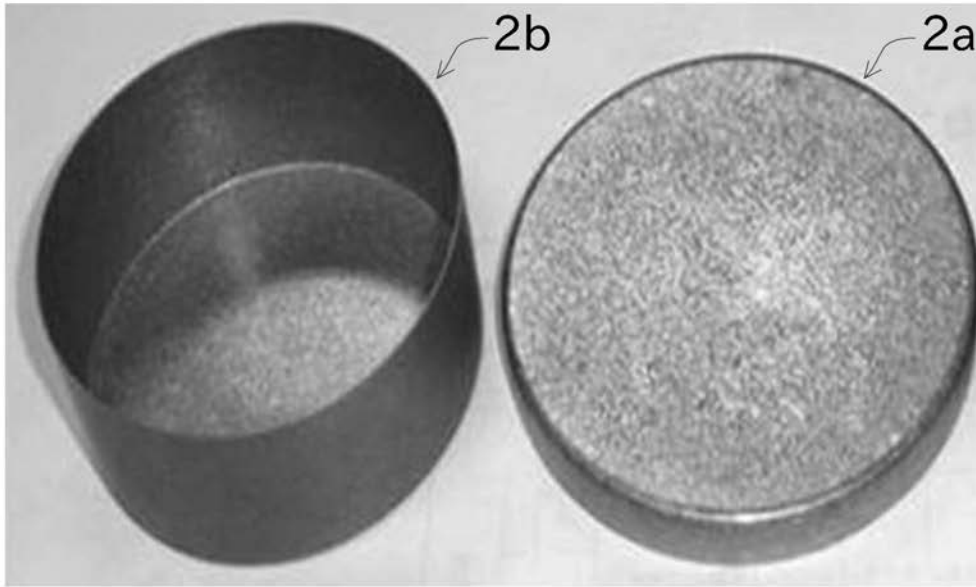


【 図 1 8 】

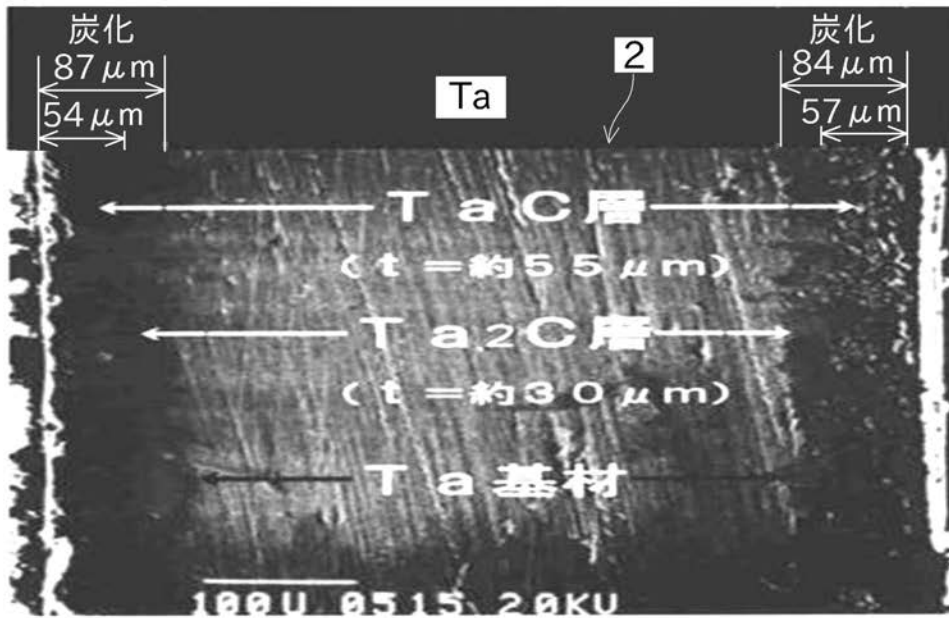


【 図 6 】

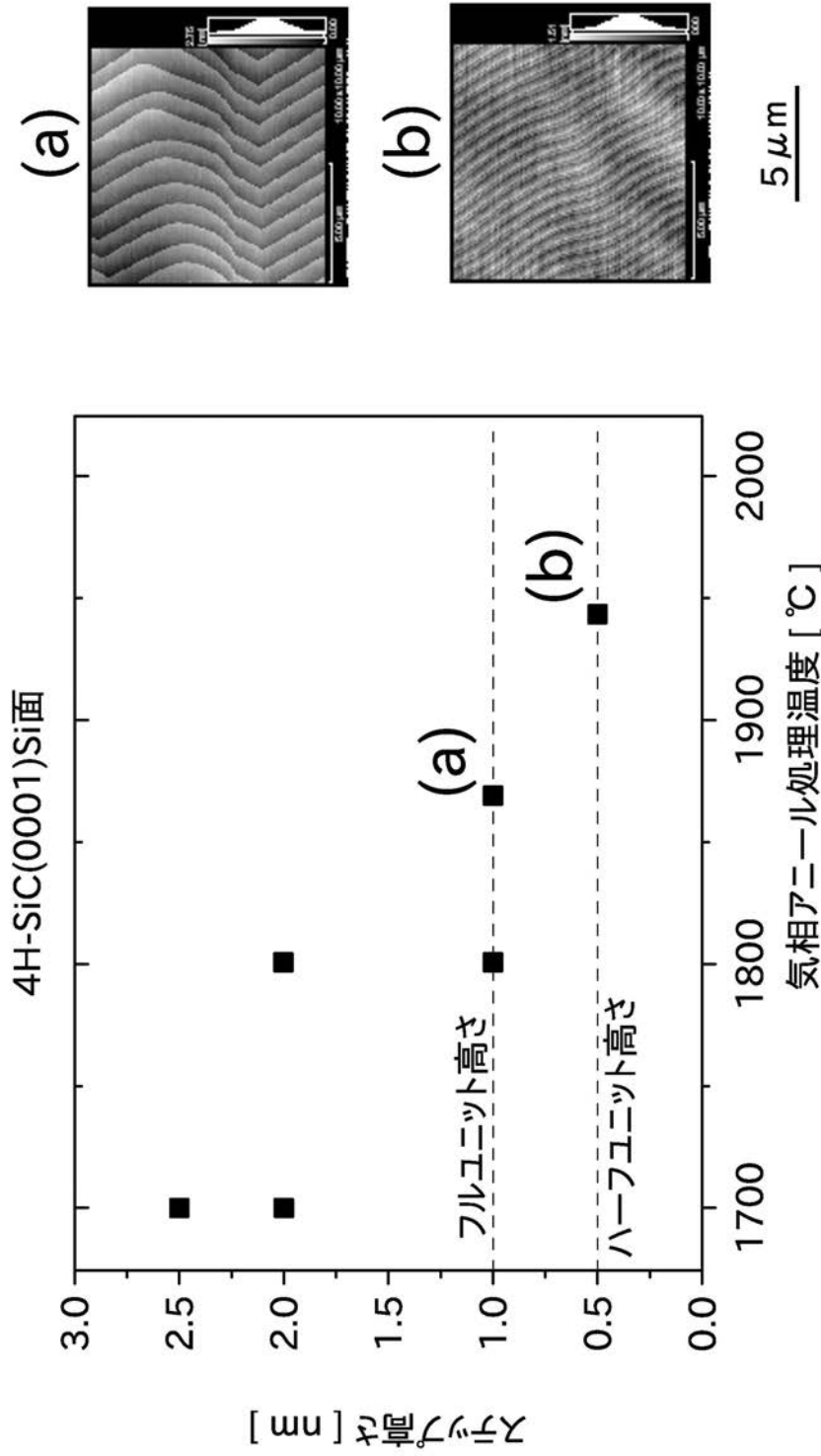
(a)



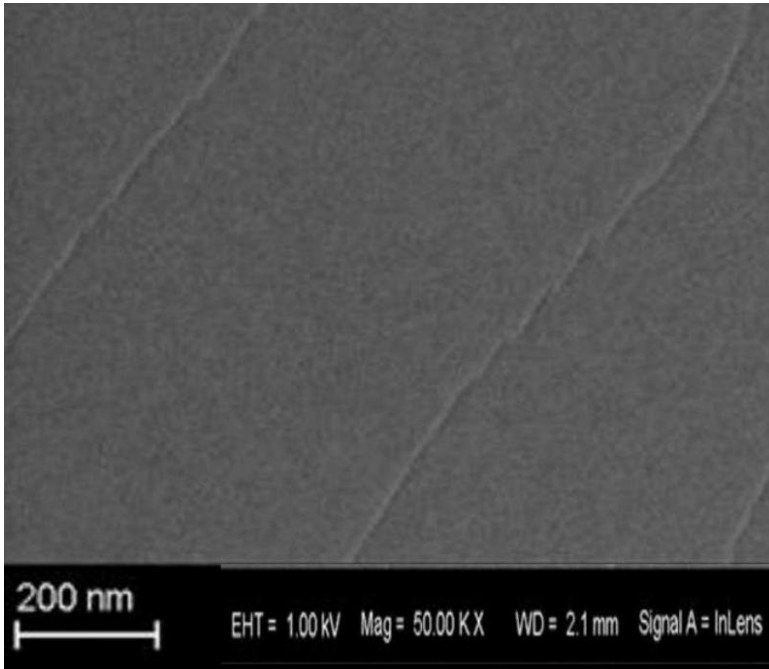
(b)



【 図 1 1 】

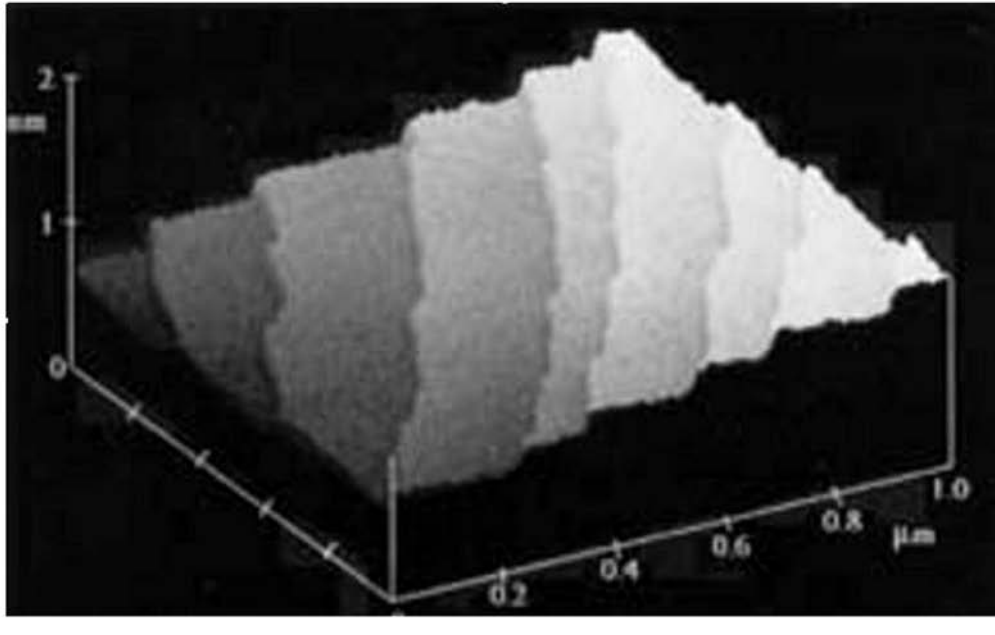


【 図 1 3 】

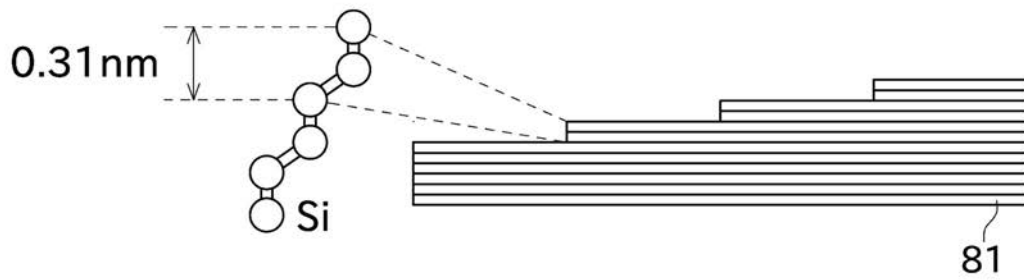


【 図 1 4 】

(a) Si基板を使用した標準試料の表面の拡大図

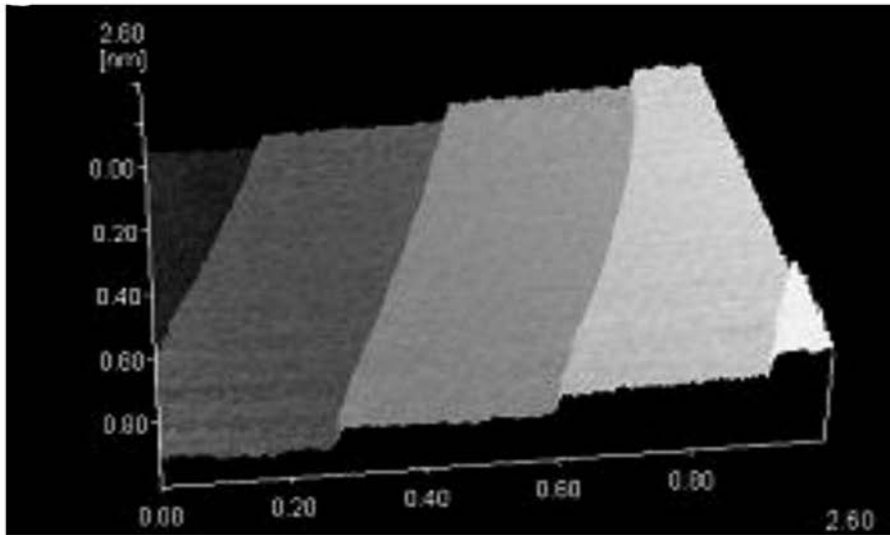


(b) Si基板を使用した標準試料の模式断面図

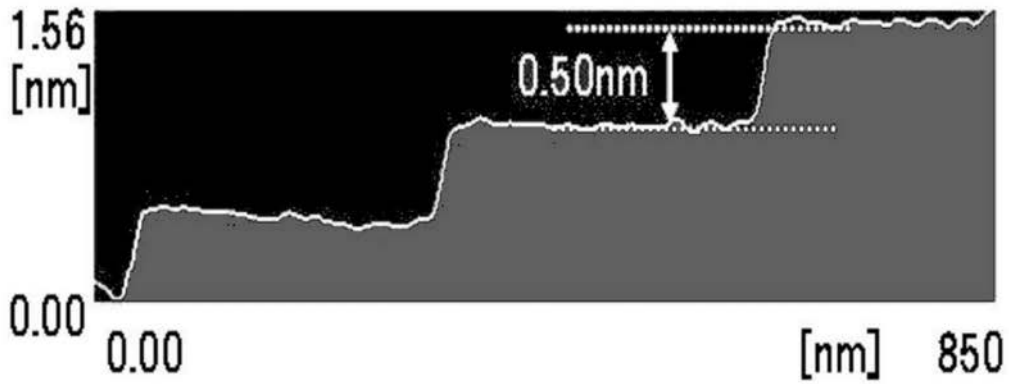


【 図 1 5 】

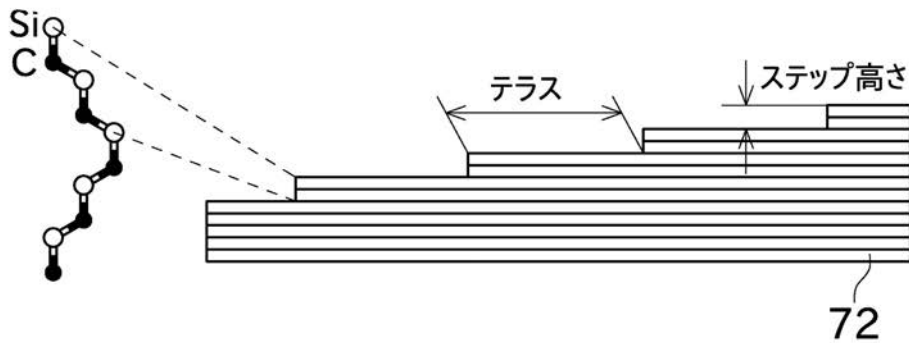
(a) 単結晶SiC基板を使用した標準試料の表面の拡大図



(b) 単結晶SiC基板を使用した標準試料の拡大断面図



(c) 単結晶SiC基板を使用した標準試料のステップとテラスの模式断面図



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2011/006313
A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER G01N1/00(2006.01)i, B82Y35/00(2011.01)i, B82Y40/00(2011.01)i, G01B11/24(2006.01)i, G01N1/28(2006.01)i, G01Q40/02(2010.01)i, C30B33/12(2006.01)n 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) G01N1/00, B82Y35/00, B82Y40/00, G01B11/24, G01N1/28, G01Q40/02, C30B33/12 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) JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	JP 6-058753 A (Nippon Telegraph and Telephone Corp.), 04 March 1994 (04.03.1994), entire text; all drawings (Family: none)	1-9, 11, 12, 14 10, 13
Y A	JP 2011-16703 A (Jun SUDA), 27 January 2011 (27.01.2011), entire text; all drawings (Family: none)	1, 2, 4-8, 11, 12, 14 10, 13
Y A	Yasuhisa SANO, Hideyuki HARA, Kenta ARIMA, Kazuto YAMAUCHI, "Fabrication Technology for Large-Scale Atomically Flat Surface", Journal of Japanese Society of Tribologists, 15 March 2010 (15.03.2010), vol.55, no.3, pages 148 to 153	1, 4, 11 2, 3, 5-10, 12, 14
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> 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 16 December, 2011 (16.12.11)		Date of mailing of the international search report 27 December, 2011 (27.12.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2011/006313

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	Shoji USHIO, Arata YOSHII, Naoto TAMAI, Noboru OTANI, Tadaaki KANEKO, "4H-SiC(000-1)C-menjo Epitaxial · Taso Graphene Seicho ni Okeru Ridge Kozo no Ondo Izonsei", Extended abstracts; the Japan Society of Applied Physics, 30 August 2010 (30.08.2010), Dai 71 Kai, 16a-ZM-3	1-9,11,12,14 10,13
Y A	JP 2008-016691 A (KWANSEI GAKUIN UNIVERSITY), 24 January 2008 (24.01.2008), paragraphs [0046] to [0087]; fig. 1 to 11 (Family: none)	1-9,11,12,14 10,13
A	JP 2006-040999 A (Hitachi Cable, Ltd.), 09 February 2006 (09.02.2006), paragraphs [0016], [0017] (Family: none)	2,3,5,8, 12-14
Y	Hiroyuki MATSUNAMI, "Silicon Carbide (SiC) Kenkyu no Shinten", FED Review, 2002.04, vol.1, no.17, 1-7	9
A	JP 2008-230944 A (KWANSEI GAKUIN UNIVERSITY), 02 October 2008 (02.10.2008), claim 1 (Family: none)	1-14
A	Arata YOSHII, Shoji USHIO, Yasunori KUTSUMA, Noboru OTANI, Tadaaki KANEKO, Naoto TAMAI, "4H-SiC(0001) Hyomen Step Mitsudo ni Izon shita Graphene Seicho no Raman Hyoka", The Japan Society of Applied Physics Kankei Rengo Koenkai 'Koen Yokoshu', 09 March 2011 (09.03.2011), Dai 58 Kai, 26p-BM-12	2,3,5,8, 12-14
A	JP 2006-284316 A (Namiki Precision Jewel Co., Ltd.), 19 October 2006 (19.10.2006), paragraphs [0007] to [0011], [0026]; fig. 4, 5 (Family: none)	1-14
A	JP 2006-327876 A (Namiki Precision Jewel Co., Ltd.), 07 December 2006 (07.12.2006), paragraphs [0044] to [0048]; fig. 7 (Family: none)	1-14
A	WO 2011/024854 A1 (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 03 March 2011 (03.03.2011), paragraph [0005] (Family: none)	2,3,5,8, 12-14

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2011/006313									
A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） Int.Cl. G01N1/00(2006.01)i, B82Y35/00(2011.01)i, B82Y40/00(2011.01)i, G01B11/24(2006.01)i, G01N1/28(2006.01)i, G01Q40/02(2010.01)i, C30B33/12(2006.01)n											
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. G01N1/00, B82Y35/00, B82Y40/00, G01B11/24, G01N1/28, G01Q40/02, C30B33/12											
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 <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2011年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2011年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2011年</td> </tr> </table>				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
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） JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamII)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
Y A	JP 6-058753 A（日本電信電話株式会社）1994.03.04, 全文、全図（ファミリーなし）	1-9, 11, 12, 14 10, 13									
Y A	JP 2011-16703 A（須田 淳）2011.01.27, 全文、全図（ファミリーなし）	1, 2, 4-8, 11, 12, 14 10, 13									
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> 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		の日の後に公表された文献									
「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		「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									
「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		「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									
「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）		「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									
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献									
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願											
国際調査を完了した日 16.12.2011		国際調査報告の発送日 27.12.2011									
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） 土岐 和雅	2J 4459								
		電話番号 03-3581-1101 内線 3252									

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2011/006313
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
Y A	佐野泰久, 原英之, 有馬健太, 山内和人, 原子レベルで平坦な表面の創成技術, トライボロジスト, 2010.03.15, Vol.55 No.3, Page.148-153	1, 4, 11 2, 3, 5-10, 12, 14
Y A	牛尾昌史, 吉井新, 玉井尚登, 大谷昇, 金子忠昭, 4H-SiC(000-1)C面上エピタキシャル・多層グラフェン成長におけるリッジ構造の温度依存性, 応用物理学会学術講演会「講演予稿集」, 2010.08.30, 第71回, 16a-ZM-3	1-9, 11, 12, 14 10, 13
Y A	JP 2008-016691 A (学校法人関西学院) 2008.01.24, 【0046】 - 【0087】、【図1】 - 【図11】 (ファミリーなし)	1-9, 11, 12, 14 10, 13
A	JP 2006-040999 A (日立電線株式会社) 2006.02.09, 【0016】、【0017】 (ファミリーなし)	2, 3, 5, 8, 12-1 4
Y	松波弘之, シリコンカーバイド(SiC)研究の進展, FEDレビュー, 2002.04, Vol.1, No.17, 1-7	9
A	JP 2008-230944 A (学校法人関西学院) 2008.10.02, 【請求項1】 (ファミリーなし)	1-14
A	吉井新, 牛尾昌史, 久津間保徳, 大谷昇, 金子忠昭, 玉井尚登, 4H-SiC(0001)表面ステップ密度に依存したグラフェン成長のラマン評価, 応用物理学会関係連合講演会「講演予稿集」, 2011.03.09, 第58回, 26p-BM-12	2, 3, 5, 8, 12-1 4
A	JP 2006-284316 A (並木精密宝石株式会社) 2006.10.19, 【0007】 - 【0011】、【0026】、【図4】、【図5】 (ファミリーなし)	1-14
A	JP 2006-327876 A (並木精密宝石株式会社) 2006.12.07, 【0044】 - 【0048】、【図7】 (ファミリーなし)	1-14
A	WO 2011/024854 A1 (昭和電工株式会社) 2011.03.03, 【0005】 (ファミリーなし)	2, 3, 5, 8, 12-1 4

(注)この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。