

明 細 書

発明の名称：

炭化ケイ素単結晶ウエハ、炭化ケイ素単結晶インゴット及び炭化ケイ素単結晶の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、炭化ケイ素単結晶ウエハ、炭化ケイ素単結晶インゴット及び炭化ケイ素単結晶の製造方法に関する。

背景技術

[0002] 関連する技術が、特許文献 1 乃至 7 に開示されている。

[0003] 特許文献 1 は、溶液成長法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。そして、特許文献 1 は、炭化ケイ素単結晶の基底面転位密度等を開示している。

[0004] 特許文献 2 は、昇華再結晶法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。そして、特許文献 2 は、炭化ケイ素単結晶の基底面転位密度やキャリア濃度等を開示している。

[0005] 特許文献 3 は、溶液成長法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。そして、特許文献 3 は、炭化ケイ素単結晶のホウ素濃度や窒素濃度等を開示している。

[0006] 特許文献 4 は、昇華再結晶法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。そして、特許文献 4 は、炭化ケイ素単結晶のホウ素濃度や、窒素濃度や、アルミニウム濃度や、抵抗率等を開示している。

[0007] 特許文献 5 は、昇華再結晶法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。そして、特許文献 5 は、炭化ケイ素単結晶のホウ素濃度や、窒素濃度や、アルミニウム濃度や、抵抗率等を開示している。

[0008] 特許文献 6 は、昇華再結晶法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。そして、特許文献 6 は、炭化ケイ素単結晶の窒素濃度や、アルミニウム濃度や、比抵抗や、積層欠陥密度等を開示している。

[0009] 特許文献7は、溶液成長法で得られた炭化ケイ素単結晶を開示している。

先行技術文献

特許文献

[0010] 特許文献1：国際公開第2017/047536

特許文献2：特開2016-164120号公報

特許文献3：特開2016-88794号公報

特許文献4：特表2011-506253号公報

特許文献5：特開2009-167047号公報

特許文献6：特開2015-30640号公報

特許文献7：特開2018-111639号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0011] 本発明は、特許文献1乃至7に開示されていない高品質な炭化ケイ素単結晶を実現することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0012] 本発明によれば、

炭化ケイ素単結晶ウエハであって、

前記炭化ケイ素単結晶ウエハ内に、 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の濃度でホウ素が含まれ、

前記炭化ケイ素単結晶ウエハの表面には、基底面転位密度が100個/ cm^2 以下の領域が存在し、

前記領域は、前記表面の中心を含み、

前記領域の面積は、前記表面の面積の4分の1以上である炭化ケイ素単結晶ウエハが提供される。

[0013] また、本発明によれば、

略円柱状又は略多角柱状の炭化ケイ素単結晶インゴットであって、

結晶成長方向に対して垂直に切り出したウエハ内に、 $1.0 \times 10^{16} \text{ a t}$

○ ms / cm^3 以下の濃度でホウ素が含まれ、

前記ウエハの表面には、基底面転位密度が $100 \text{個} / \text{cm}^2$ 以下の領域が存在し、

前記領域は、前記表面の中心を含み、

前記領域の面積は、前記表面の面積の 4 分の 1 以上である炭化ケイ素単結晶インゴットが提供される。

[0014] また、本発明によれば、

炭化ケイ素の種結晶を、ケイ素及び炭素を含む原料溶液に上方より接触させながら結晶を成長させる炭化ケイ素単結晶の製造方法において、

結晶を成長させる工程の前に、前記工程で用いる部材を加熱する加熱工程を有し、

前記結晶を成長させる工程において、結晶成長界面 $P1$ の温度 $T1$ と、成長界面からの距離が 5mm の地点 $P2$ の溶液の温度 $T2$ とが、 $T2 > T1$ を満たし、かつ、 $P1$ と $P2$ の間の温度勾配が $0 \text{K} / \text{cm}$ より大、 $40 \text{K} / \text{cm}$ 以下である炭化ケイ素単結晶の製造方法が提供される。

発明の効果

[0015] 本発明によれば、新たな高品質な炭化ケイ素単結晶が実現される。

図面の簡単な説明

[0016] [図1]本実施形態にかかる炭化ケイ素単結晶ウエハ31の図。

[図2] (a) 本実施形態にかかる炭化ケイ素単結晶インゴット21の図、(b) $A-A'$ 断面図。

[図3] (a) 本実施形態にかかる炭化ケイ素単結晶インゴット22の図、(b) $D-D'$ 断面図。

[図4]本実施形態にかかる結晶成長装置1の概要を示す図。

[図5]結晶成長装置1を利用した結晶成長の様子を示す図。

[図6]オフ角を有する種結晶9の断面の模式図。

[図7]メニスカスの角度 θ を説明するための図。

発明を実施するための形態

[0017] 以下、本発明の実施の形態について、図面を用いて説明する。尚、すべての図面において、同様な構成要素には同様の符号を付し、適宜説明を省略する。

また、本明細書中、「～」は、特に明示しない限り、上限値と下限値を含むことを表す。

[0018] また、本明細書において、(000-1)面などの表記における「-1」は、本来、数字の上に横線を付して表記するところを、「-1」と表記したものである。4H-SiC又は6H-SiCとは、4H又は6Hの結晶多形を持つ炭化ケイ素結晶を表す。Hは六方晶、数字は積層方向の一周期中に含まれる、正四面体構造層の数を表す。

[0019] <炭化ケイ素単結晶ウエハ>

次に、本実施形態の炭化ケイ素単結晶ウエハについて説明する。図1に、本実施形態の炭化ケイ素単結晶ウエハ31の一例を示す。図には、面形状が円状の炭化ケイ素単結晶ウエハ31が示されている。なお、円状に代えて、多角形状（六角形状等）の炭化ケイ素単結晶ウエハ31としてもよい。炭化ケイ素単結晶ウエハ31の直径は100mm以上、厚さは50μm以上500μm以下であるのが好ましい。

[0020] 炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、表面が4H-SiC又は6H-SiCの(0001)面から±5度以下にあるようにインゴットから切り出されたものであることが好ましく、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の表面が、炭化ケイ素単結晶の(0001)面から0.5度以上5度以下傾いたオフ角を有してもよい。なお、炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、オリエンテーションフラットと呼ばれる平面部分や、ノッチと呼ばれる溝を有していてもよい。

[0021] 炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、以下の特徴1及び2を備える。また、炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、以下の特徴3及び4を備えることが好ましい。

[0022] (特徴1) 炭化ケイ素単結晶ウエハ31内には、 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の濃度でホウ素が含まれる。ホウ素は、不可避の不純物として含

まれる。

[0023] 特徴1は、不可避の不純物であるホウ素の濃度が $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下と十分に低減されたことである。また、特徴1は、不可避の不純物であるホウ素の濃度範囲（炭化ケイ素単結晶ウエハ31内に混入し得る濃度の範囲）が0より大 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下と十分に狭められたことである。好ましくは、0より大 $1.0 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以下としてもよい。

[0024] 意図せず入る不可避の不純物であるホウ素の濃度が高くなるほど、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の特性（例えば結晶性や電気的特性）が意図したものから大きく外れる可能性がある。また、不可避の不純物が混入してしまう場合、その混入を考慮して製品の各種特性を設計しなければならない場合がある。そして、この不純物の濃度が予測できない場合、また予測できても取り得る濃度範囲が広い場合、製品の設計が難しくなる。特徴1を備える炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、意図せず入る不可避の不純物であるホウ素の濃度範囲が $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下と狭い。このため、ホウ素の濃度を考慮した商品設計が比較的容易になる。

[0025] また、後述するように面内の複数点のホウ素濃度を測定した時、いずれの測定点でもホウ素濃度は $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下であり、かつ面内のホウ素濃度のバラつきも小さいことから、得られる炭化ケイ素単結晶ウエハ31の面内の結晶性や電気的特性の均一性が良好であると考えられる。

[0026] ホウ素の濃度は、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の中心1点を、二次イオン質量分析法（SIMS）で測定した値である。本実施形態におけるホウ素濃度は、二次イオン質量分析装置（IMS 6f、CAMECA社）を用いて、ダイナミックSIMSモードで測定した値を用いた。

[0027] また、ホウ素濃度のバラつきについては、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の中心1点（以下、「中心点」）と、中心から50mm離れた周辺の4点（以下、「周辺点」）との測定結果に基づき評価した。これら5点のホウ素濃度

は、上記の中心1点の測定方法と同様の方法で測定した。そして、本明細書では、中心点と4つの周辺点各々との4つのペアにおいて、「(周辺点のホウ素濃度－中心点のホウ素濃度)／中心点のホウ素濃度」の式で評価値を算出し、4つのペアの評価値の平均値が－0.3以上、3.0以下であるとき、より好ましくは4つのペアの評価値の全てが－0.3以上、3.0以下であるとき、バラつきが小さいとした。

[0028] (特徴2) 炭化ケイ素単結晶ウエハ31の表面には、基底面転位密度が100個／ cm^2 以下の領域が存在する。以下、当該領域を「中央領域33」と呼ぶ。図1に示すように、中央領域33は、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の表面の中心を含み、分割されていない領域を指すものとする。中央領域33の中心と、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の表面の中心とは重なるのが好ましく、中央領域33の形状と炭化ケイ素単結晶ウエハ31の表面の形状が同じか相似であることがさらに好ましい。そして、中央領域33の面積は、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の表面の面積の4分の1以上である。また、中央領域33は、好ましくは表面の面積の3分の1以上としてもよい。

[0029] 特徴2は、基底面転位密度が100個／ cm^2 以下と十分に低減された中央領域33を備え、この中央領域33は表面の面積の4分の1以上と広く、かつ表面の中心を含むことである。好ましくは、基底面転位密度が80個／ cm^2 以下、より好ましくは基底面転位密度が50個／ cm^2 以下、としてもよい。

[0030] 本明細書における基底面転位は、KOHを用いたエッチピット法で観測可能な転位を指すものとし、その基底面転位密度はKOHを用いたエッチピット法で測定した値を用いるものとする。具体的には、520℃に加熱したKOH融液内に、Si面側をCMP研磨した炭化ケイ素単結晶ウエハ31を大気雰囲気下で30分間浸漬した。取出し後、炭化ケイ素単結晶ウエハ31を超純水で洗浄し、測定に供した。

[0031] (特徴3) 炭化ケイ素単結晶ウエハ31の電気抵抗率が60 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下である。特徴3は、電気抵抗率が60 $\text{m}\Omega\cdot\text{cm}$ 以下と、導電性に優れているこ

とである。好ましくは $50\text{ m}\Omega\text{ cm}$ 以下、さらに好ましくは $30\text{ m}\Omega\text{ cm}$ 以下としてもよい。

[0032] 電気抵抗率は、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の中心1点と、ウエハ外周部4点（0度、90度、180度、270度。各々、中心からウエハ半径の80%離れた地点）との計5点各々における測定結果の平均値である。測定法は渦電流法による非接触測定である。本実施形態においては、ナプソン社のEC-80Pを用いて測定を行った。

[0033] （特徴4）炭化ケイ素単結晶ウエハ31の結晶面内の方位差が 50 arc sec 以下である。特徴4は、結晶面内の方位差が 50 arc sec 以下と十分に低減され、結晶内の歪が抑制されて結晶性に優れていることである。好ましくは 40 arc sec 以下としてもよい。

[0034] 方位差は、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の中心1点と、ウエハ外周部4点（0度、90度、180度、270度。各々、中心からウエハ半径の80%離れた地点。）との計5点各々におけるX線回折法を用いた方位差の測定結果の平均値である。本実施形態においては、X線回折装置（RIGAKU製、smartlab）を用いて測定を行った。

[0035] 特徴1及び2を備える炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、不可避の不純物であるホウ素の濃度が低く、その濃度範囲が狭く、基底面転位の低減により結晶性に優れたウエハである。また、以下の比較例で示すように、ホウ素濃度が $1.0 \times 10^{16}\text{ atoms/cm}^3$ を超えると、ホウ素濃度が高くなるにつれて基底面転位密度が高くなる傾向が見られた。詳細なメカニズムは不明だが、ホウ素濃度を $1.0 \times 10^{16}\text{ atoms/cm}^3$ 以下とすることで、基底面転位の発生を抑制しやすくなると推察される。

[0036] また、特徴1及び2に加えて、特徴3及び／又は4を備える炭化ケイ素単結晶ウエハ31は、導電性と結晶性を両立させたウエハである。上記の導電性は、炭化ケイ素単結晶ウエハ31内に含まれる導電性不純物によってもたらされる。上記導電性不純物にはドナー型導電性不純物（以下、「ドナー型」と記載することもある）とアクセプター型導電性不純物（以下、「アクセ

プター型」と記載することもある）があり、ドナー型とアクセプター型との差から算出できるキャリア濃度が高くなるほど、電気抵抗率を低くすることが可能である。しかし、特にドナー型の導電性不純物の濃度が高くなるほど、結晶性が低下する傾向にあることが知られている。

[0037] 本発明の好適な実施形態は、より好ましくは、ドナー型導電性不純物とアクセプター型導電性不純物とを有し、かつドナー型がアクセプター型よりも多いn型の炭化ケイ素単結晶ウエハ31であるとしてもよい。当該実施形態は、n型キャリア濃度が $1 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $10 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の範囲でも、基底面転位を低減することが可能である。また、好ましくは、ドナー型導電性不純物の濃度が、 $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $1 \times 10^{21} \text{ atoms/cm}^3$ 以下としてもよく、より好ましくは $5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $2 \times 10^{20} \text{ atoms/cm}^3$ 以下としてもよい。

[0038] 上記のドナー型の導電性不純物としては、例えば窒素やリンがよく知れており、より好ましくは窒素としてもよい。また、アクセプター型の導電性不純物としては、周期表の13族に属する元素がよく知られており、本発明はホウ素濃度を低減することにより前述したような好適な特性が得られることを見出したことから、当該実施形態のアクセプター型の導電性不純物としては、ホウ素を除く周期表の13族に属する元素とするのが好ましい。より好ましくは、アルミニウム、ガリウム、インジウムとしてもよい。なお、導電性不純物の濃度は、ホウ素濃度と同様の方法で測定することが可能である。

[0039] <炭化ケイ素単結晶インゴット>

次に、本実施形態の炭化ケイ素単結晶インゴットについて説明する。本実施形態の炭化ケイ素単結晶インゴットは、略円柱状又は略多角柱状としてもよい。また、2つの平面を上面、下面とし、上面及び下面と接する面を側面としてもよい。なお、上面と下面は、後述するA-A'切断面やD-D'切断面と平行な面とする。

[0040] 図2に、略円柱状の炭化ケイ素単結晶インゴット21を示す。図2(a)

は斜視図、図2(b)は、図2(a)でのA-A'切断面での断面図である。また、図2(b)のB-B'の長さを炭化ケイ素単結晶インゴット21の直径、及び図2(b)のC-C'を直径とする領域を炭化ケイ素単結晶インゴット21の中央領域23としてもよい。図3に、略多角柱状の炭化ケイ素単結晶インゴット22を示す。図3(a)は斜視図、図3(b)は、図3(a)でのD-D'切断面での断面図である。また、図3は略多角柱状だが、図3(a)でのD-D'切断面の中心を通る最大長さを直径としてもよく、例えば、図3(b)のE-E'の長さを炭化ケイ素単結晶インゴット22の直径としてもよい。また、図3(b)のF-F'を直径とする領域を炭化ケイ素単結晶インゴット22の中央領域23としてもよい。

[0041] 本実施形態の炭化ケイ素単結晶インゴットの結晶成長方向の長さは好ましくは10mm以上、より好ましくは15mm以上である。また、炭化ケイ素単結晶インゴットの上面の直径と、下面の直径との差分が小さい方が好ましく、差分は0mm以上0.5mm以下としてもよい。

[0042] 本実施形態の炭化ケイ素単結晶インゴット21、22から、結晶成長方向(c軸方向)に対して垂直に切り出したウエハを、上述した炭化ケイ素単結晶ウエハ31とすることが可能である。すなわち、本実施形態の炭化ケイ素単結晶インゴット21、22から切り出したウエハは、上述した優れた各特徴を備える。

[0043] また、炭化ケイ素単結晶インゴット21、22内の領域である中央領域23は、ウエハとして切り出されることで、前述した炭化ケイ素単結晶ウエハ31の中央領域33となることができる。さらに、好ましくは、炭化ケイ素単結晶インゴット21、22は、c軸方向に垂直に切り出した面において、前述した特徴1及び2、さらに特徴3及び／又は4を備えることができる。なお、特徴1～4については、前述した記載と重複するため、その説明はここでは省略するものとする。

[0044] <製造方法>

次に、上述した炭化ケイ素単結晶ウエハ31及び炭化ケイ素単結晶インゴ

ット 21、22 の製造方法の一例（以下、「本実施形態の製造方法」という場合がある）を説明する。なお、本実施形態の炭化ケイ素単結晶ウエハ 31 及び炭化ケイ素単結晶インゴット 21、22 は、ここで示した製造方法で製造されたものに限定されない。

[0045] 図 4 は、本実施形態の製造方法で利用する結晶成長装置 1 の概要を示す図である。結晶成長装置 1 は、るつぼ 3 と、引き上げ軸 7 と、ヒーター 4 a、4 b（以後、合わせてヒーター 4 と記載する場合がある）とを有する。結晶成長装置 1 は、るつぼ 3、引き上げ軸 7 等を配置可能な内部空間（以下、「炉」と記載することもある）を有し、当該内部空間は密閉状態とすることが可能としてもよい。また、ヒーター 4 は当該内部空間に配置されるものでも、当該内部空間の外から加熱するものでもよい。さらに、結晶成長装置 1 は当該内部空間へ各種気体を供給可能な供給口（図示しない）や、当該内部空間内から排出可能な排気口（図示しない）や、当該内部空間内の圧力を計測可能な圧力計等を有していてもよい。

[0046] 本実施形態の製造方法では、炭化ケイ素の種結晶 9 を、ケイ素及び炭素を含む原料溶液 5 に上方より接触させながら結晶を成長させることで、炭化ケイ素単結晶を製造する。

[0047] 本実施形態の製造方法では、結晶を成長させる工程（以下、「結晶成長工程」という）の前に、結晶成長工程で用いる部材を加熱する加熱工程を実行する。この加熱工程により、部材中のホウ素を低減することができる。結果、この部材から意図せずホウ素が混入する不都合を低減することができる。また、ハロゲンガス雰囲気中で部材を加熱してもよい。このようにすることで、部材中のホウ素をハロゲン化ホウ素として揮発させることができる。加熱する部材は、ホウ素を含有する部材であり、例えばるつぼ 3、引き上げ軸 7、種結晶保持用の治具（図示しない）等が挙げられるが、他に使用する治具があれば加熱をしてもよく、これらに限定されない。本明細書において、ハロゲンガスは、 Cl_2 、 F_2 等の単一のハロゲンからなるガス、 ClF_3 、 IF_5 、 IF_3 等のインターハロゲンガス、及び HCl 等のハロゲン含有する

ガスを含む。

[0048] 加熱条件は、ハロゲンガス雰囲気中で加熱する場合は、 1600°C 以上、 2000°C 以下で、 $1\sim 20$ 時間、ハロゲンガスの圧力を $5\sim 100\text{ kPa}$ とすることが好ましい。温度は、より好ましくは 1700°C 以上、 2000°C 以下、さらに好ましくは 1800°C 以上、 2000°C 以下としてもよい。また、ハロゲンガスが雰囲気中に存在しない場合は、 2300°C 以上、 2350°C 以下で、 $10\sim 50$ 時間、装置内の圧力を $1\sim 100\text{ kPa}$ とするのが好ましい。なお、以下の温度は、被加熱物の温度を指すものとし、例えば温度が 1600°C の場合は被加熱物の温度が 1600°C になるように加熱するものとする。また、被加熱物の温度は放射温度計で測定可能である。

[0049] 加熱工程は、結晶成長工程の前に行えばよく、そのタイミングは特に限定されるものではない。例えば、加熱処理の対象となる部材を入手した後、その部材を初めて使用して結晶成長工程を実行する前に、少なくとも1回その部材を加熱する加熱工程を行ってもよい。その他、結晶成長工程を実行する毎に、その直前に加熱工程を毎回行ってもよい。その他、1日の始まり、1週間の始まり、又は1か月の始まり等の所定のタイミングで、加熱工程を行ってもよい。

[0050] 前述した加熱工程時の「装置内の圧力」は、炉内の圧力が前述した範囲内となるように、気体を供給や排気することによって調整可能である。また、「ハロゲンガスの圧力」は、ハロゲンガスのみを供給する場合は炉内の圧力を指し、ハロゲンガスと任意の希釈ガスとを装置内に供給する場合は、炉内のハロゲンガスの分圧を指すものとする。前述の圧力を調整する目的で、気体を供給した後密閉状態としてもよく、気体の供給と排出を同時に行って所定の圧力を保ちながら流通させてもよい。供給する気体は、HeガスやArガス等の不活性ガス、ハロゲンガス等が挙げられる。また、圧力が低い等の反応性が低い条件であれば H_2 ガスを使用してもよい。ハロゲンガスを用いる場合は、ガスとの接触部材へのダメージや反応性を抑えやすいことから、 Cl_2 や HCl を用いるのが好ましい。

- [0051] ハロゲンガス雰囲気中で加熱する場合、ハロゲンガスによる種結晶への影響を抑えるために、別途操作を行ってもよい。例えば、種結晶 9 を設置しない状態で加熱工程を行い、次に作業可能な温度まで一旦降温し、引き上げ軸 7 に種結晶 9 を設置した後に次の工程へ進むのでもよい。あるいは、種結晶 9 を炉内の雰囲気から隔離可能な隔離部材や保護材を設置し、加熱工程を行った後に、前記の隔離部材や保護材を除去して次の工程へ進むのでもよい。後者の操作の場合、作業が可能であれば意図的に降温させなくともよい。
- [0052] 加熱工程と結晶成長工程との間に、炉内を脱気する脱気工程を有していてもよい。脱気方法は公知の方法でよく、特に限定されるものではないが、効率良く炉内の雰囲気を除去であることから真空脱気が好ましい。
- [0053] 次に、結晶成長装置 1 の詳細及び結晶成長工程の一例を説明する。図 4 に示す結晶成長装置 1 は、るつぼ 3 の内部にケイ素と炭素を含む原料溶液 5 を有し、引き上げ軸 7 は、長軸を回転軸として先端に取り付けられた種結晶 9 を回転可能である。また、種結晶 9 に向けて下から上へ原料溶液 5 が流れるような上昇流 6 が形成されている。るつぼ 3 と引き上げ軸 7 の中心は、必ずしも一致していなくてもよいが一致しているのが好ましく、るつぼ 3 の中心、るつぼ 3 の回転軸（後述する）、引き上げ軸 7 の中心、及び引き上げ軸 7 の回転軸が全て一致していることがより好ましい。
- [0054] るつぼ 3 としては、原料溶液 5 に炭素を供給可能なグラファイト製の黒鉛るつぼが好ましいが、るつぼ以外から炭素源（例えば、炭化水素ガスや炭素を含有する粉体や液体等）を原料溶液 5 に添加可能であれば、黒鉛るつぼ以外の坩堝を使用可能である。原料溶液 5 の組成を均一にするために、るつぼ 3 を回転させることが好ましく、るつぼ 3 の中心を回転軸とするのがより好ましい。るつぼ 3 の回転速度は 5 ～ 30 rpm が好ましく、5 ～ 20 rpm がより好ましい。上記の範囲内とすることで、装置に過度な負担をかけることなく、効率的に結晶成長させることが可能になる。また、るつぼ 3 を正方向と逆方向に周期的に回転方向を反転させながら回転させてもよい。
- [0055] 原料溶液 5 は、るつぼ 3 の周囲に設けられたヒーター 4 a、4 b などによ

り加熱され、熔融状態が保たれる。ヒーター4 a、4 bは、誘導加熱式でも抵抗加熱式でもよい。るつぼ3内の温度が1700～2100℃であることが好ましい。なお、るつぼ内の温度は非接触式温度計（チノー製、IR-CZH7型）で原料溶液5表面あるいはその近傍を測定することで得られる。

[0056] 原料溶液5のシリコン源としては、金属シリコン、シリコン合金、シリコン化合物などを用いることができる。また、原料溶液の炭素源としては、黒鉛、グラッシーカーボン、炭化ケイ素などの固体の炭素源や、メタン、エタン、プロパン、アセチレンなどの炭化水素ガス、などを用いることができる。

[0057] 原料溶液5は、炭化ケイ素の結晶成長に用いられるケイ素と炭素を含む溶液であれば特に限定されないが、添加元素を加えたSi溶媒に、炭素が溶解している溶液を用いることが好ましい。原料溶液のシリコン源として使用されるシリコン合金又はシリコン化合物としては、シリコンと、Ti、Cr、Sc、Ni、Al、Co、Mn、Mg、Ge、As、P、N、O、Dy、Y、Nb、Nd、Feから選ばれる少なくとも一種の添加元素との合金又は化合物を使用できる。特に、炭素溶解度が大きく、蒸気圧が小さく、化学的に安定している点で、Crを20～60モル%含むSi-Cr合金系を溶媒として用いることが好ましい。また、前述した導電性不純物を炭化ケイ素単結晶内に添加する場合、原料溶液5内に所望の元素を含む材料を供給するのが好ましい。

[0058] 結晶成長工程時の結晶成長装置1内は、希ガス等の不活性ガスを流通させ、不活性雰囲気とするのが好ましい。圧力は特に限定されるものではないが、大気圧（約100kPa）程度としてもよい。また、炭素源となるガスを供給する場合、CH₄等の炭化水素系のガスを加えて混合ガス雰囲気としてもよい。また、成長した炭化ケイ素単結晶内に導電性不純物を供給する場合、導電性不純物の供給源となるガスを加えて混合ガス雰囲気としてもよい。

[0059] 図4の原料溶液5は、るつぼ3の中央部、るつぼ3内を下から上へ向かう上昇流6が形成され、種結晶9の中心部に接触している。上昇流6を形成す

ると成長界面における原料溶液5の濃度を安定化させることが可能であるため好ましい。また、上昇流の速度は成長界面から下方向へ1 cm離れた位置で0.5 cm/s以上、5 cm/s以下であることが好ましい。上昇流6の形成方法は特に限定されないが、側面のヒーター4 aと底面のヒーター4 bの出力を調整する方法や、るつぼ3内に流れを制御可能な突起部や板部を設ける方法、又は、外部からの磁場コイルによる電磁場により生じたローレンツ力により上昇流を形成する方法が考えられる。例えば、底面のヒーター4 bの出力を高くすれば、ヒーター4 bから上に向かうような対流が生じ、上昇流6が形成される。

[0060] 引き上げ軸7は、原料溶液5と種結晶9とが接触した後、原料溶液5に対して種結晶9を相対的にゆっくりと上方に引き上げ、炭化ケイ素単結晶11を成長させる。この時、引き上げ軸7を上方へ動かすものでも、るつぼ3を下方へ動かすものでもよいが、温度分布への影響を比較的小さくするために、引き上げ軸7を上方へ動かすのが好ましい。

[0061] 原料溶液5の液面に対し、相対的に種結晶9をゆっくりと上方へ引き上げることで、種結晶9と原料溶液5の液面との間に、原料溶液5の液面から種結晶9方向へ凸形状のメニスカスを形成してもよい。メニスカスを形成することによって、種結晶9周囲の原料溶液5の温度が低下して炭素過飽和度が増大し、成長速度が向上すると推測される。また、メニスカスの形状を調整することで、種結晶9の側面方向への成長速度を増加させることが可能であるため、成長結晶である炭化ケイ素単結晶11の直径を種結晶9の直径より拡大することが可能である。

[0062] 炭化ケイ素単結晶11の直径は、種結晶9の直径と同程度でもよいが、図5に示すように、炭化ケイ素単結晶11は、種結晶9よりも直径が大きくなるように結晶成長させてもよい。成長結晶の直径を種結晶9の直径よりも拡大する方法としては、前述したようにメニスカスを形成する方法が挙げられる。

[0063] 成長結晶の直径を拡大させる際のメニスカスの角度 θ は、35度以上とす

るのが好ましい。より好ましくは60度以上、さらに好ましくは65度以上としてもよい。また、メニスカスを形成していない時の θ は90度であるため、上限は特に限定されるものではないが、90度未満としてもよく、より好ましくは85度以下としてもよい。

[0064] また、所望の直径まで拡大させた後は、所定の直径を維持したまま結晶成長を行ってもよい。この時メニスカスを形成してもしなくとも良いが、形成する場合は、前述の角度 θ は10度以上としてもよい。また、上限は成長結晶の径が拡大しなければ良いが、例えば35度未満、より好ましくは30度以下としてもよい。

[0065] 本明細書では、図7(A)に示すように、前述のメニスカスの角度 θ を、種結晶を側面から見た時の、点 α を通る液面 l_0 の垂直線と、液面 l とのなす角とする。

α ：種結晶の端部と原料溶液の液面（以下、「液面」と記載することもある）との接点

l_0 ：メニスカスが形成されていない場合の液面

l ：メニスカスが形成された場合の液面

なお、メニスカスが形成されていない場合、図7(B)に示すように、前述の垂直線と液面 l_0 とのなす角度を θ （＝90度）とする。また、種結晶表面に成長結晶が形成された後は、点 α を成長結晶の端部と液面との接点とする。

[0066] 種結晶9は、4H-SiCおよび6H-SiCに代表される結晶多形を用いることができる。図6は種結晶9の表面の模式図である。種結晶9は(000-1)面に対して0度超、5度以下傾斜して切断された表面を有しており、種結晶9の表面と(000-1)面との角度をオフ角と呼ぶ。好ましくは0.1度以上、5度以下、さらに好ましくは0.5度以上、5度以下としてもよい。また、所望の炭化ケイ素単結晶とするために、上記のオフ角を設けず、(000-1)面で切断された表面を有する種結晶9としてもよい。また、ステップフロー方向とは、ステップが進展する方向である。例えば、

[1 1 - 2 0] 方向に向けてオフ角が形成されていれば、ステップフロー方向は [1 1 - 2 0] 方向である。オフ角については、特許文献である国際公開第 2 0 1 4 / 0 3 4 0 8 0 号の図 2 0 を参考としてもよい。

[0067] 種結晶 9 の厚さは、特に限定はされないが、0. 1 mm 以上としてもよい。本実施形態においては、種結晶 9 の厚さが厚い方が、得られる炭化ケイ素単結晶 1 1 の欠陥密度が減少する傾向があるため、種結晶 9 の厚さは 0. 3 mm 以上であることが好ましく、1 mm 以上であることがより好ましく、3 mm 以上であることがさらに好ましい。なお、種結晶 9 が過度に厚い場合、種結晶 9 が高価になりすぎるため、種結晶 9 の厚さは 1 0 mm 以下とするのが好ましい。

[0068] 少なくとも種結晶 9 の結晶成長面に接触する原料溶液 5 は、過飽和状態になっている必要がある。溶質である炭素の過飽和状態を得る方法としては、炭素が飽和濃度となっている原料溶液 5 に種結晶 9 を浸漬後、過冷却によって炭素濃度を過飽和状態とする冷却法、温度勾配を有する原料溶液 5 中に種結晶 9 を浸漬し、低温部で結晶成長させる温度差法などが可能である。

[0069] 温度差法を用いる場合は、ヒーター 4 の加熱を制御するか、種結晶 9 により冷却する等により、種結晶 9 の近辺のみを過飽和状態とし、種結晶 9 と原料溶液 5 の液面とが接触した状態を維持できるような位置で回転しながら引き上げることで、種結晶 9 の結晶成長面に炭化ケイ素の結晶を析出させることが可能である。また、前述したように、この時メニスカスを形成することで成長結晶の直径を拡大することが可能である。

[0070] 冷却法を用いる場合は、原料溶液 5 の全体が過飽和となるため、種結晶 9 を原料溶液 5 の内部に浸漬した状態で、引き上げ軸 7 を回転させることで結晶成長させることが可能である。

[0071] 種結晶 9 は、固定したままでもよいが、原料溶液 5 の表面に平行な面内で回転させることが好ましい。種結晶 9 を回転させる場合、回転速度は 2 0 ~ 3 0 0 r p m が好ましく、2 0 ~ 1 5 0 r p m がより好ましい。回転速度を上記範囲内とすることで、装置に過度な負担をかけることなく、効率良く結

晶成長することが可能となる。

- [0072] また、種結晶 9 の回転は、周期的に正回転と逆回転を繰り返す回転であることが好ましく、その周期は 30 秒～5 分程度である。周期的に回転方向を入れ替えることで、結晶成長を行う際の種結晶の成長表面における原料溶液 5 の流れを制御することができる。
- [0073] 図 6 に示したオフ基板である種結晶 9 は、前述したように、(000-1) 面に対して、所定のオフ角を有するように切り出されている。前述した種結晶 9 は、オフ角を有する面を結晶成長面として原料溶液 5 に接触させるように、引き上げ軸 7 に取り付けられるのが好ましい。
- [0074] また、結晶成長工程においては、結晶成長界面 P 1 の温度 T_1 と、結晶成長界面 P 1 からの距離が 5 mm の地点 P 2 の溶液の温度 T_2 とが、 $T_2 > T_1$ を満たし、かつ、P 1 と P 2 の間の温度勾配が 0 K/cm より大、 40 K/cm 以下である。このような条件でゆっくり結晶成長させることで、熱によってもたらされる結晶歪みを低減することができる。なお、当該温度勾配は、熱流体シミュレーションにより算出した値である。温度勾配の下限值は、好ましくは 2 K/cm 以上、より好ましくは 4 K/cm 以上としてもよい。また、温度勾配の上限値は、好ましくは 30 K/cm 以下、より好ましくは 20 K/cm 以下としてもよい。
- [0075] 炭化ケイ素単結晶 11 は、引き上げ軸 7 から切り離され、必要に応じてその周囲を研磨等で加工することにより、図 2 (a) や図 3 (a) に示すような炭化ケイ素単結晶インゴット 21、22 となる。炭化ケイ素単結晶インゴット 21、22 の結晶成長方向は、炭化ケイ素単結晶インゴット 21、22 の長軸方向と一致する。また、炭化ケイ素単結晶インゴット 21、22 は種結晶 9 と切り離されていてもよい。
- [0076] そして、このようにして製造された炭化ケイ素単結晶インゴット 21、22 を切断することで、炭化ケイ素単結晶ウエハ 31 が製造される。当該炭化ケイ素単結晶ウエハ 31 は、ベアウエハとして用いたり、エピタキシャル成長用の種結晶用ウエハとして供することが可能である。

実施例

[0077] <サンプルの製造方法>

[実施例 1]

まず、上述した加熱工程として、図 4 に示すような結晶成長装置 1 のるつぼ 3 及び引き上げ軸 7 に対し、炉内のハロゲンガス（ここでは HCl を使用）は圧力を 10 kPa とし、1800℃以上 2000℃以下で 20 時間、ハロゲンガス雰囲気中での加熱処理を行った。

[0078] その後、一旦室温程度まで降温させた後、結晶成長装置 1 内のハロゲンガスを除去し、直径 150 mm、厚さ 500 μm の円板状の 4H-SiC 種結晶を炭素製の引き上げ軸 7 の下端に固定した。種結晶 9 の溶液に接する成長面は C 面であり、[0001] 方向から [11-20] 方向に 1 度オフセットしていた。

[0079] 次に、結晶成長装置 1 内を雰囲気ガス（He + 0.1 vol% N₂）で置換し、装置内の圧力を 100 kPa とした。そして、ヒーター 4 を加熱してるつぼ 3 内の Si-Cr 粉末（アクセプター型の元素を 0.4 mol% 含有）をシリコン融液とし、さらにシリコン融液を保持することで炭素が溶解した Si-C 溶液を準備した。

[0080] 次に、種結晶 9 を Si-C 溶液表面に接触させて、種結晶 9 下端から炭化ケイ素結晶を成長させた。この時、溶液表面の温度を 1950℃とし、成長中は溶液の流れが成長界面に対して上昇流が形成されるような条件とした。溶液流れは、磁場コイルへの通電により形成される電磁場により溶液側へローレンツ力を作用させ、その条件制御により所望の上昇流とした。

[0081] その後、引き上げ軸 7 を回転させて種結晶 9 を最大 30 rpm で回転させながら、結晶成長速度に合わせて引き上げ軸 7 の引上げ速度を適宜調整し、結晶長さが 20 mm を超えるまで育成を継続させた。この結晶育成の継続時には、引き上げ軸 7 の回転速度を最大 100 rpm、成長界面付近の温度を 1950℃±20℃に制御した。また、結晶成長界面 P1 の温度 T1 と、結晶成長界面 P1 からの距離が 5 mm の地点 P2 の溶液の温度 T2 とが、T2

＜T1を満たし、かつ、P1とP2の間の温度勾配が18K/cmとなるように制御した。前記の成長界面の温度や温度勾配は、るつぼを加熱するヒータの出力バランスを制御することで実現した。その後、得られた炭化ケイ素単結晶を引き上げ軸から切り離した。

[0082] 切り離した炭化ケイ素単結晶の中央部を、ワイヤソーを用いて(0001)面に対して4度のオフ角で厚さ500μmにスライスし、その後Si面側を鏡面研磨することで、炭化ケイ素単結晶ウエハを得た。

[0083] 実施例1のサンプルの製造方法の一部を変更して、実施例2乃至4、及び比較例1乃至6のサンプルを作成した。以下、実施例1から変更した点のみを示す。

[0084] [実施例2]

－加熱工程－

時間：10時間

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：12K/cm

アクセプター元素：0.5mol%、N₂：0.1vol%

[0085] [実施例3]

－加熱工程－

時間：3時間

－結晶を成長させる工程－温度勾配：7K/cm

アクセプター元素：0.5mol%、N₂：0.15vol%

[0086] [実施例4]

－加熱工程－

温度：2300℃以上2350℃以下

時間：10時間

ハロゲンガスの圧力：0kPa (Arガスの分圧10kPa)

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：10K/cm

アクセプター元素：0.4 mol%、 N_2 ：0.15 vol%

[0087] [比較例 1]

－加熱工程－

なし

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：10 K/cm

アクセプター元素：0.5 mol%、 N_2 ：0.15 vol%

[0088] [比較例 2]

－加熱工程－

なし

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：15 K/cm

アクセプター元素：0.8 mol%、 N_2 ：0.15 vol%

[0089] [比較例 3]

－加熱工程－

なし

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：13 K/cm

アクセプター元素：0.7 mol%、 N_2 ：0.15 vol%

[0090] [比較例 4]

－加熱工程－

なし

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：7 K/cm

アクセプター元素：0.7 mol%、 N_2 ：0.15 vol%

[0091] [比較例 5]

－加熱工程－

時間：10時間

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：50 K/cm

アクセプター元素：0.7 mol%、N₂：0.15 vol%

[0092] [比較例6]

－加熱工程－

温度：1900℃以上2100℃以下

時間：10時間

－結晶を成長させる工程－

温度勾配：70 K/cm

アクセプター元素：0.7 mol%、N₂：0.15 vol%

[0093] <サンプルの評価>

得られたサンプルの各種特性を評価した。

[0094] [ホウ素濃度、導電性不純物濃度]

炭化ケイ素単結晶ウエハの中心1点を、二次イオン質量分析法（SIMS）で測定した。また、得られたドナー型導電性不純物の濃度（以下、「ドナー濃度」と記載することもある）とアクセプター型の導電性不純物の濃度（以下、「アクセプター濃度」と）との差から、n型キャリア濃度を算出した。

[0095] また、実施例1～4については、炭化ケイ素単結晶ウエハ31の中心1点（中心点）と、中心から50mm離れた周辺の4点（周辺点）について、上記の中心1点の測定方法と同様の方法でホウ素濃度を測定した。その結果、得られた5点のホウ素濃度はいずれも $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下であった。また、中心点と4つの周辺点各々との4つのペアにおいて、「（周辺点のホウ素濃度－中心点のホウ素濃度）／中心点のホウ素濃度」の式で評価値を算出した。結果、4つのペアの評価値の全てが－0.3以上、3.0以下の範囲内となった。

[0096] [基底面転位密度]

上述したKOHを用いたエッチピット法で測定した。具体的には、520℃に加熱したKOH融液内に、Si面側をCMP研磨した炭化ケイ素単結晶

単結晶ウエハを大気雰囲気下で30分間浸漬した。取出し後、炭化ケイ素単結晶ウエハを超純水で洗浄し、測定に供した。炭化ケイ素単結晶ウエハの中心から10cm以内の領域を観察対象とした。観察は光学顕微鏡（オリンパス製、BX53）を用いて、観察時の視野を1cm四方の領域とし、カメラを走査して観察領域全てを評価した。

[0097] [結晶面内の方位差]

上述した方法で、炭化ケイ素単結晶ウエハの中心1点と、ウエハ外周部4点（0度、90度、180度、270度。各々、中心からウエハ半径の80%離れた地点。）との計5点各々における方位差を測定した。そして、5点の方位差の平均値を算出した。

[0098] [電気抵抗率]

上述した方法で、炭化ケイ素単結晶ウエハの中心1点と、ウエハ外周部4点（0度、90度、180度、270度。各々、中心からウエハ半径の80%離れた地点。）との計5点各々における電気抵抗率を測定した。そして、5点の電気抵抗率の平均値を算出した。

[0099] 表1に、評価結果を示す。表では、上記特性に加えて、（0001）面からのオフ角、ドナー濃度、アクセプター濃度、n型キャリア濃度、温度勾配を示す。

[0100]

[表1]

	ホウ素濃度 × 10 ¹⁶ atoms/cm ³	基底面転位密度 個/cm ²	結晶面内の方位差 arcsec	電気抵抗率 mΩ・cm	n型キャリア濃度 × 10 ¹⁹ atoms/cm ³	p型濃度 × 10 ¹⁹ atoms/cm ³	アクセプター濃度 × 10 ¹⁹ atoms/cm ³	温度勾配 [K/cm]
実施例1	0.03	16	28	19	4.8	5.8	1	18
実施例2	0.1	15	25	21	5	6.2	1.2	12
実施例3	0.3	19	20	20	6.2	7.5	1.3	7
実施例4	0.9	25	23	24	6.2	7.3	1.1	10
比較例1	2	110	69	75	4.8	7.7	2.9	10
比較例2	5	350	75	150	2.9	7.9	5	15
比較例3	20	760	106	750	3.7	7.7	4	13
比較例4	50	1500	120	1500	4.1	7.6	3.5	7
比較例5	0.1	2500	135	200	3.9	7.7	3.5	50
比較例6	0.05	1900	130	190	3.5	8.1	4.2	70

[0101] 以上、実施例1乃至4は、上述した特徴1乃至4を備え、不可避の不純物であるホウ素の濃度が低く、基底面転位の低減及び方位差の低減により結晶性に優れ、かつ導電性に優れた炭化ケイ素単結晶ウエハであることがわかる。一方、実施例1乃至4と異なる方法で製造された比較例1乃至6は、上述した特徴1又は2の少なくとも1つを備えず、かつ特徴1乃至4の少なくとも1つを備えない。なお、上述の通り、ここで示した実施例では炉内のハロゲンガスとしてHClを使用した但、発明者は、その他のハロゲンガスを使用した場合にも同様の結果が得られることを確認した。

[0102] 上記の実施形態の一部または全部は、以下の付記のようにも記載されうるが、以下に限られない。

1. 炭化ケイ素単結晶ウエハであって、

前記炭化ケイ素単結晶ウエハ内に、 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の濃度でホウ素が含まれ、

前記炭化ケイ素単結晶ウエハの表面には、基底面転位密度が 100 個/cm^2 以下の領域が存在し、

前記領域は、前記表面の中心を含み、

前記領域の面積は、前記表面の面積の4分の1以上である炭化ケイ素単結晶ウエハ。

2. 前記炭化ケイ素単結晶ウエハの電気抵抗率が $60 \text{ m}\Omega\text{cm}$ 以下である1に記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。

3. 前記炭化ケイ素単結晶ウエハの直径が 100 mm 以上である1又は2に記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。

4. 前記炭化ケイ素単結晶ウエハの結晶面内の方位差が 50 arcsec 以下である1から3のいずれかに記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。

5. 前記領域は円形であり、前記領域の中心は、前記表面の中心と重なる1から4のいずれかに記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。

6. 略円柱状又は略多角柱状の炭化ケイ素単結晶インゴットであって、

結晶成長方向に対して垂直に切り出したウエハ内に、 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の濃度でホウ素が含まれ、

前記ウエハの表面には、基底面転位密度が 100 個/cm^2 以下の領域が存在し、

前記領域は、前記表面の中心を含み、

前記領域の面積は、前記表面の面積の4分の1以上である炭化ケイ素単結晶インゴット。

7. 前記炭化ケイ素単結晶インゴットの結晶成長方向の長さは 10 mm 以上である6に記載の炭化ケイ素単結晶インゴット。

8. 炭化ケイ素の種結晶を、ケイ素及び炭素を含む原料溶液に上方より接触させながら結晶を成長させる炭化ケイ素単結晶の製造方法において、

結晶を成長させる工程の前に、前記工程で用いる部材を加熱する加熱工程を有し、

前記結晶を成長させる工程において、結晶成長界面 P 1 の温度 T 1 と、成長界面からの距離が 5 mm の地点 P 2 の溶液の温度 T 2 とが、 $T 2 > T 1$ を満たし、かつ、P 1 と P 2 の間の温度勾配が $0 \text{ K} / \text{cm}$ より大、 $40 \text{ K} / \text{cm}$ 以下である炭化ケイ素単結晶の製造方法。

9. 前記加熱工程では、ハロゲンガス雰囲気中で前記部材を加熱する 8 に記載の炭化ケイ素単結晶の製造方法。

[0103] この出願は、2021年9月30日に出願された日本出願特願2021-160607号を基礎とする優先権を主張し、その開示の全てをここに取り込む。

符号の説明

- [0104]
- | | |
|----|---------------|
| 1 | 結晶成長装置 |
| 3 | るつぼ |
| 4 | ヒーター |
| 5 | 原料溶液 |
| 6 | 上昇流 |
| 7 | 引き上げ軸 |
| 9 | 種結晶 |
| 11 | 炭化ケイ素単結晶 |
| 13 | ステップフロー方向 |
| 21 | 炭化ケイ素単結晶インゴット |
| 22 | 炭化ケイ素単結晶インゴット |
| 23 | 中央領域 |
| 31 | 炭化ケイ素単結晶ウエハ |
| 33 | 中央領域 |

請求の範囲

- [請求項1] 炭化ケイ素単結晶ウエハであって、
前記炭化ケイ素単結晶ウエハ内に、 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の濃度でホウ素が含まれ、
前記炭化ケイ素単結晶ウエハの表面には、基底面転位密度が100個/ cm^2 以下の領域が存在し、
前記領域は、前記表面の中心を含み、
前記領域の面積は、前記表面の面積の4分の1以上である炭化ケイ素単結晶ウエハ。
- [請求項2] 前記炭化ケイ素単結晶ウエハの電気抵抗率が $60 \text{ m}\Omega \text{ cm}$ 以下である請求項1に記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。
- [請求項3] 前記炭化ケイ素単結晶ウエハの直径が100mm以上である請求項1又は2に記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。
- [請求項4] 前記炭化ケイ素単結晶ウエハの結晶面内の方位差が 50 arc sec 以下である請求項1から3のいずれか1項に記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。
- [請求項5] 前記領域は円形であり、前記領域の中心は、前記表面の中心と重なる請求項1から4のいずれか1項に記載の炭化ケイ素単結晶ウエハ。
- [請求項6] 略円柱状又は略多角柱状の炭化ケイ素単結晶インゴットであって、
結晶成長方向に対して垂直に切り出したウエハ内に、 $1.0 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下の濃度でホウ素が含まれ、
前記ウエハの表面には、基底面転位密度が100個/ cm^2 以下の領域が存在し、
前記領域は、前記表面の中心を含み、
前記領域の面積は、前記表面の面積の4分の1以上である炭化ケイ素単結晶インゴット。
- [請求項7] 前記炭化ケイ素単結晶インゴットの結晶成長方向の長さは10mm以上である請求項6に記載の炭化ケイ素単結晶インゴット。

- [請求項8] 炭化ケイ素の種結晶を、ケイ素及び炭素を含む原料溶液に上方より接触させながら結晶を成長させる炭化ケイ素単結晶の製造方法において、
- 結晶を成長させる工程の前に、前記工程で用いる部材を加熱する加熱工程を有し、
- 前記結晶を成長させる工程において、結晶成長界面 P 1 の温度 T_1 と、成長界面からの距離が 5 mm の地点 P 2 の溶液の温度 T_2 とが、 $T_2 > T_1$ を満たし、かつ、P 1 と P 2 の間の温度勾配が 0 K/cm より大、 40 K/cm 以下である炭化ケイ素単結晶の製造方法。
- [請求項9] 前記加熱工程では、ハロゲンガス雰囲気中で前記部材を加熱する請求項 8 に記載の炭化ケイ素単結晶の製造方法。