

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02010/023846

発行日 平成24年1月26日 (2012. 1. 26)

(43) 国際公開日 平成22年3月4日 (2010. 3. 4)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 L 21/205 (2006. 01)	HO 1 L 21/205	4 G O 7 7
HO 1 L 33/32 (2010. 01)	HO 1 L 33/00 1 8 6	5 F O 4 1
HO 1 L 33/06 (2010. 01)	HO 1 L 33/00 1 1 2	5 F O 4 5
HO 1 S 5/343 (2006. 01)	HO 1 S 5/343 6 1 0	5 F 1 7 3
C 3 O B 29/38 (2006. 01)	C 3 O B 29/38 D	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 36 頁) 最終頁に続く

出願番号 特願2010-526523 (P2010-526523)	(71) 出願人 304020177 国立大学法人山口大学 山口県山口市吉田 1 6 7 7 - 1
(21) 国際出願番号 PCT/JP2009/003960	
(22) 国際出願日 平成21年8月20日 (2009. 8. 20)	
(31) 優先権主張番号 特願2008-215027 (P2008-215027)	(74) 代理人 100077931 弁理士 前田 弘
(32) 優先日 平成20年8月25日 (2008. 8. 25)	
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)	(74) 代理人 100110939 弁理士 竹内 宏
(31) 優先権主張番号 特願2009-54934 (P2009-54934)	(74) 代理人 100110940 弁理士 嶋田 高久
(32) 優先日 平成21年3月9日 (2009. 3. 9)	(74) 代理人 100113262 弁理士 竹内 祐二
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)	(74) 代理人 100115059 弁理士 今江 克実
(31) 優先権主張番号 特願2009-56964 (P2009-56964)	(74) 代理人 100117581 弁理士 二宮 克也
(32) 優先日 平成21年3月10日 (2009. 3. 10)	
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)	

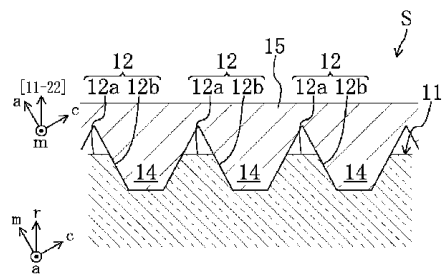
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 半導体基板及びその製造方法

(57) 【要約】

半導体基板は、基板表面 (1 2) が基板主面部分 (1 2 a) 及び基板主面部分 (1 2 a) とは面方位が異なると共に G a N の結晶成長が可能な結晶成長面部分 (1 2 b) を有するサファイア基板 (1 1) と、サファイア基板 (1 1) の基板表面 (1 2) における結晶成長面部分 (1 2 b) を起点として G a N が結晶成長することにより基板主面部分 (1 2 a) の法線方向に成長して形成された G a N 層 (1 5) とを備える。

【図11】



【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

基板表面が、基板主面部分と、該基板主面部分とは面方位が異なると共に GaN の結晶成長が可能な結晶成長面部分と、を有するサファイア基板と、

上記サファイア基板の上記基板表面における上記結晶成長面部分を起点として GaN が結晶成長することにより上記基板主面部分の法線方向に成長して形成された GaN 層と、を備えた半導体基板。

【請求項 2】

請求項 1 に記載された半導体基板において、

上記サファイア基板は、上記基板主面部分又は上記結晶成長面部分以外の部分が GaN の結晶成長を阻止する結晶成長阻止層で表面被覆されている半導体基板。

10

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載された半導体基板において、

上記結晶成長面部分は、上記サファイア基板上に間隔をおいて並行に延びるように形成された複数本の凹溝の側面で構成されている半導体基板。

【請求項 4】

請求項 1 乃至 3 のいずれかに記載された半導体基板において、

上記サファイア基板は、上記基板主面部分がミスカット面であるミスカット基板で構成されている半導体基板。

【請求項 5】

20

請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載された半導体基板において、

上記 GaN 層は、上記サファイア基板の上記基板表面における上記基板主面部分と平行となるように表面研磨されている半導体基板。

【請求項 6】

請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載された半導体基板において、

上記サファイア基板は、上記基板主面部分が r 面であると共に、上記結晶成長面部分が GaN の c 面成長が可能な面であり、

上記 GaN 層は、上記サファイア基板の上記基板表面における上記基板主面部分と平行な面が半極性面である半導体基板。

【請求項 7】

30

請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載された半導体基板において、

上記サファイア基板は、上記基板主面部分が (10 - 12) 面にオフ角をつけた面であると共に、上記結晶成長面部分が GaN の c 面成長が可能な面であり、

上記 GaN 層は、上記サファイア基板の上記基板表面における上記基板主面部分と平行な面が半極性 (11 - 22) 面である半導体基板。

【請求項 8】

請求項 1 乃至 5 のいずれかに記載された半導体基板において、

上記サファイア基板は、上記基板主面部分が (11 - 23) 面、(11 - 22) 面、又は (11 - 21) 面のミスカット面であると共に、上記結晶成長面部分が GaN の c 面成長が可能な面であり、

40

上記 GaN 層は、上記サファイア基板の上記基板表面における上記基板主面部分と平行な面が半極性面である半導体基板。

【請求項 9】

請求項 1 乃至 8 のいずれかに記載された半導体基板において、

上記結晶成長面部分が上記サファイア基板の a 面又は c 面で構成されている半導体基板

。

【請求項 10】

請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載された半導体基板を有する電子デバイス。

【請求項 11】

請求項 1 乃至 9 のいずれかに記載された半導体基板を有する半導体発光素子。

50

【請求項 1 2】

請求項 9 に記載された半導体基板を有し、

上記 GaN 層上に設けられ、各々、該 GaN 層に対するエピタキシャル成長により形成された量子井戸層及び障壁層が交互積層された多重量子井戸層を備えた半導体発光素子。

【請求項 1 3】

基板表面が、基板主面部分と、該基板主面部分とは面方位が異なると共に GaN の結晶成長が可能な結晶成長面部分と、を有するサファイア基板を用い、

上記サファイア基板の上記基板表面における上記結晶成長面部分を起点として GaN を結晶成長させることにより上記基板主面部分の法線方向に成長するように GaN 層を形成する半導体基板の製造方法。

10

【請求項 1 4】

請求項 1 3 に記載された半導体基板の製造方法において、

上記 GaN 層を上記サファイア基板から分離して GaN 基板とする半導体基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、半導体基板及びその製造方法、並びにそれを用いた電子デバイス及び半導体発光素子に関する。

【背景技術】

20

【0002】

発光ダイオード (LED) や半導体レーザ (LD) などの半導体発光素子として、サファイア基板上に、n 型 GaN 層、InGaIn 層からなる量子井戸層と GaN 層からなる障壁層とが交互積層された多重量子井戸層 (Multi Quantum Wells: MQWs)、及び p 型 GaN 層が順に積層形成された構造を有するものが量産化されている。そして、このような量産化されている半導体発光素子では、いずれの GaN 層も c 軸方向に GaN が結晶成長し、表面が c 面 < (0001) 面 > となっている。

【0003】

ところで、表面が c 面である GaN 層では、図 18 に示すように、Ga 原子のみを含む Ga 原子面と N 原子のみを含む N 原子面とが c 軸方向、つまり、層厚さ方向に交互に積層された結晶構造を有し、また、Ga 原子と N 原子とが互いに異なる電気陰性度を有することから、Ga 原子面が僅かにプラスに帯電する一方、N 原子面が僅かにマイナスに帯電し、結果として c 軸方向 (層厚さ方向) に自発分極が発生する。また、GaN 層上に異種半導体層をヘテロエピタキシャル成長させた場合、格子定数差に基づいて GaN 結晶に圧縮歪や引っ張り歪が生じ、GaN 結晶内で c 軸方向に圧電分極 (ピエゾ分極) が発生する (特許文献 1 及び 2 参照)。

30

【0004】

従って、上記構成の半導体発光素子では、多重量子井戸層において、InGaIn 量子井戸層に固定電荷に起因する自発分極に加えて、InGaIn 量子井戸層に加わる圧縮歪により生じたピエゾ分極が重畳され、そのため c 軸方向に大きな内部分極電場が発生することとなる。ここで、自発分極は - c 面方向に働き、ピエゾ分極は + c 面方向に働くが、InGaIn 量子井戸層においては圧倒的にピエゾ分極が大きい。そして、その影響によって、発光効率の低下や必要な注入電流の増大に伴う発光のピーク波長シフトなどの問題が生じる。なお、かかる問題の原因としては、分極電場に起因して量子井戸層中の電子と正孔との波動関数が空間的に分離されて発光確率が激減する量子閉じ込めシュタルク効果 (Quantum-confined Stark effect: QCSE) が考えられる。

40

【0005】

そこで、かかる問題に対し、a 面 < {11-20} 面 > 及び m 面 < {1-100} 面 > のいずれもが無極性面であることから、表面が a 面又は m 面である GaN 層上に InGaIn 層を形成し、それによって自発分極とピエゾ分極の重畳された内部電界の影響を回避す

50

ることが検討されている（特許文献 1～3 参照）。

【0006】

また、c 面が a 軸あるいは m 軸方向に約 60 度傾斜した半極性面といわれている面上に InGaN 量子井戸層を形成し、それによって内部電極の影響を回避することも検討されている。例えば、非特許文献 1 には、c 面成長したバルク GaN から半極性の (11-22) 面を切り出した基板が開示されている。また、非特許文献 2 には、ストライプ状に選択成長した GaN に現れる (11-22) 面斜めファセット上に多重量子井戸構造を成長させることが開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0007】

【特許文献 1】特開 2008-53593 号公報

【特許文献 2】特開 2008-53594 号公報

【特許文献 3】特開 2007-243006 号公報

【非特許文献】

【0008】

【非特許文献 1】Japanese Journal of Applied Physics Vol.45,2006,L659.

【非特許文献 2】Applied Physics Letters Vol.90,2007,261912.

【発明の概要】

【0009】

20

本発明の半導体基板は、

基板表面が、基板主面部分と、該基板主面部分とは面方位が異なると共に GaN の結晶成長が可能な結晶成長面部分と、を有するサファイア基板と、

上記サファイア基板の上記基板表面における上記結晶成長面部分を起点として GaN が結晶成長することにより上記基板主面部分の法線方向に成長して形成された GaN 層と、を備える。

【0010】

本発明の半導体基板の製造方法は、

基板表面が、基板主面部分と、該基板主面部分とは面方位が異なると共に GaN の結晶成長が可能な結晶成長面部分と、を有するサファイア基板を用い、

30

上記サファイア基板の上記基板表面における上記結晶成長面部分を起点として GaN を結晶成長させることにより上記基板主面部分の法線方向に成長するように GaN 層を形成するものである。

【0011】

本発明の電子デバイス及び半導体発光素子は本発明の半導体基板を包含する。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図 1】実施形態 1 のサファイア基板の断面図である。

【図 2】(a) 及び (b) は実施形態 1 の凹溝の拡大断面図である。

【図 3】(a) は構成 1 のサファイア基板、(b) は構成 2 のサファイア基板、及び (c) は構成 3 のサファイア基板をそれぞれ示す説明図である。

40

【図 4】(a) は構成 4 のサファイア基板、(b) は構成 5 のサファイア基板、(c) は構成 6 のサファイア基板、及び (d) は構成 7 のサファイア基板をそれぞれ示す説明図である。

【図 5】実施形態 1 の変形例のサファイア基板を示す断面図である。

【図 6】実施形態 1 のサファイア基板における GaN の結晶成長を示す説明図である。

【図 7】(a)～(e) は実施形態 1 の半導体発光素子の製造方法を示す説明図である。

【図 8】(a)～(e) は実施形態 1 の凹溝の溝側面と u-GaN 層との関係を示す説明図である。

【図 9】(a) 及び (b) は実施形態 2 の凹溝の拡大断面図である。

50

- 【図10】実施形態2のサファイア基板の断面図である。
 【図11】実施形態2の半導体基板の断面図である。
 【図12】実施形態3のサファイア基板の断面図である。
 【図13】実施形態3の変形例のサファイア基板を示す断面図である。
 【図14】実施形態3の別の変形例のサファイア基板を示す断面図である。
 【図15】実施形態3の半導体基板の断面図である。
 【図16】(a)～(e)は実施形態3の半導体発光素子の製造方法を示す説明図である。

【図17】オフ角度 θ と半値全幅との関係を示すグラフである。

【図18】GaN結晶を示す模式図である。

10

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、実施形態について図面に基づいて詳細に説明する。

【0014】

[実施形態1]

実施形態1に係る半導体発光素子10の製造方法について図1～8に基づいて説明する。

【0015】

(サファイア基板の準備)

実施形態1に係る半導体発光素子10の製造方法では、基板表面12において、基板主面部分12aが結晶成長阻止層13で表面被覆され、また、基板主面部分12aとは面方位が異なる表面露出した結晶成長面部分12bが形成されたサファイア基板11を用いる。サファイア基板11は、GaN基板に比較してコストが圧倒的に低く、また、Si基板に比較して光透過性を考慮したデバイス性能が圧倒的に優れるものとなる。

20

【0016】

ここで、サファイア基板11は、 Al_2O_3 のコランダム構造の単結晶の円盤状に形成されており、直径によっても変わるが厚さが0.3～3.0mm、及び直径が50～300mmである。なお、直径50mmのサファイア基板11の場合では、1枚のサファイア基板11上に5000～12000個の半導体発光素子10を作り込むことができる。

【0017】

基板表面12における基板主面部分12aは、a面<{11-20}面>、c面<(0001)面>、m面<{1-100}面>、若しくはr面<{1-102}面>であってもよく、又は他の面方位の結晶面であってもよい。例えば、基板主面部分12aは、a軸が基板主面部分12aの法線方向に対して所定の角度(例えば45°や60°、あるいは数度以内の微小角)傾斜したミスカット面であっても、つまり、サファイア基板11がミスカット基板であってもよい。なお、a面、c面、及びm面は面方位が相互に直交する。

30

【0018】

基板主面部分12aを表面被覆する結晶成長阻止層13としては、例えば、Si、Ti、Ta、Zr等の酸化物膜や窒化物膜、具体的には、 SiO_2 膜、 SiN_x 膜、 SiO_xN_y 膜、 TiO_2 膜、 ZrO_2 膜等が挙げられる。結晶成長阻止層13は、厚さが0.01～3 μm である。かかる結晶成長阻止層13は、洗浄したサファイア基板11に対して、例えば、真空蒸着、スパッタリング、CVD(Chemical Vapor Deposition)等の方法により形成することができる。なお、結晶成長阻止層13を単一層で構成してもよく、また、複数層で構成してもよい。

40

【0019】

基板表面12における結晶成長面部分12bは、基板主面部分12aと面方位が異なれば、a面<{11-20}面>、c面<{0001}面>、m面<{1-100}面>、若しくはr面<{1-102}面>であってもよく、又はGaNの結晶成長が可能な他の面方位の結晶面であってもよい。なお、本出願において、「GaN」には、GaNが主成分のInGaNやAlGaNも含まれる。

50

【 0 0 2 0 】

結晶成長面部分 1 2 b としては、例えば、図 1 に示すように、サファイア基板 1 1 上に延びるように形成された凹溝 1 4 の側面で構成することを挙げることができる。

【 0 0 2 1 】

凹溝 1 4 は、側面（エッチング加工側面）を有せば、コの字溝、V 字溝、又は台形溝であってもよい。凹溝 1 4 は、溝開口幅に特に制限はないが 0.5 ~ 10 μm が望ましく、及び溝深さが 0.75 ~ 100 μm である。凹溝 1 4 は、溝側面の基板主面部分 1 2 a に対してなす角度が例えば 70 ~ 120° であり、従って、溝側面の傾斜は、図 2 (a) に示すように、溝底から溝開口に向かって溝幅を広げるように外向きに傾斜したテーパ状であってもよく、また、図 2 (b) に示すように、溝底から溝開口に向かって溝幅を狭めるように内向きに傾斜した逆テーパ状であってもよい。但し、上記角度は上記側面からの GaN の結晶成長が可能であればその限りではない。例えば、側面が c 面サファイアに近い構成であり、そこから c 面 GaN を成長させる場合、積層欠陥や転位などの欠陥の終端を表面に至らせないことによって表面に現れる欠陥を減じる観点からは、溝側面の基板主面部分 1 2 a に対してなす角度は c 面の基板主面部分 1 2 a に対してなす角度よりも大きいことが好ましい。また、凹溝 1 4 が底面を有する場合、底面からの GaN の結晶成長を抑制する観点から、溝深さは溝開口幅の 1.5 倍以上であることが好ましい。凹溝 1 4 は、1 本だけが形成されていてもよく、また、複数本並列して形成されていてもよい。凹溝 1 4 が複数本並列して形成されている場合、溝間の間隔、つまり、相互に隣接する凹溝 1 4 間における基板主面部分 1 2 a の間隔は 1 ~ 100 μm である。かかる凹溝 1 4 は、サファイア基板 1 1 の基板表面 1 2 に結晶成長阻止層 1 3 を形成した後、凹溝形成予定部分だけが開口部となるフォトリソットのパターニング形成し、フォトリソットをエッチングレジストとして結晶成長阻止層 1 3 及びサファイア基板 1 1 を反応性イオンエッチング（Reactive Ion Etching: RIE）等のドライエッチング或いはウエットエッチングをすることにより形成することができる。

【 0 0 2 2 】

ここで、サファイア基板 1 1 の選定及び凹溝 1 4 の延びる方向の設定により種々の側面の構成を得ることができる。

【 0 0 2 3 】

具体的には、例えば、構成 1 のサファイア基板 1 1 として、図 3 (a) に示すように、基板主面部分 1 2 a が c 面、断面コの字状の凹溝 1 4 の延びる方向が m 面の面方位、つまり、m 軸方向であるものが挙げられる。この構成 1 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として a 面が露出する。

【 0 0 2 4 】

構成 2 のサファイア基板 1 1 として、図 3 (b) に示すように、基板主面部分 1 2 a が a 面、断面コの字状の凹溝 1 4 の延びる方向が m 面の面方位、つまり、m 軸方向であるものが挙げられる。この構成 2 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として c 面が露出する。

【 0 0 2 5 】

構成 3 のサファイア基板 1 1 として、図 3 (c) に示すように、基板主面部分 1 2 a が a 面、断面台形状の凹溝 1 4 の延びる方向が m 面の面方位、つまり、m 軸方向であるものが挙げられる。この構成 3 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として c 面を m 軸周りに傾斜させたミスカット面が露出する。つまり、この場合、基板表面と c 軸との方位関係は平行のままであり、凹溝 1 4 の側面は a 軸方向にミスカットされた c 面が露出する。

【 0 0 2 6 】

構成 4 のサファイア基板 1 1 として、図 4 (a) に示すように、基板主面部分 1 2 a が a 面を c 軸周りに傾斜させた面、断面コの字状の凹溝 1 4 の延びる方向が m 面の面方位、つまり、m 軸方向であるものが挙げられる。この構成 4 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として a 軸が基板主面部分 1 2 a の法線方向から傾

10

20

30

40

50

斜した c 面が露出する。

【 0 0 2 7 】

構成 5 のサファイア基板 1 1 として、図 4 (b) に示すように、基板主面部分 1 2 a が c 面、断面コ の字状の凹溝 1 4 の延びる方向が a 面の面方位、つまり、a 軸方向であるものが挙げられる。この構成 5 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として m 面が露出する。

【 0 0 2 8 】

構成 6 のサファイア基板 1 1 として、図 4 (c) に示すように、基板主面部分 1 2 a が a 面及び c 面を m 軸周りに 4 5 ° 傾斜させた面、つまり、オフ角 4 5 ° のミスカット面、断面コ の字状の凹溝 1 4 の延びる方向が m 面の面方位、つまり、m 軸方向であるミスカット基板が挙げられる。この構成 6 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として c 面を m 軸周りに a 軸方向に 4 5 ° 傾斜させた面が露出する。

10

【 0 0 2 9 】

構成 7 のサファイア基板 1 1 として、図 4 (d) に示すように、基板主面部分 1 2 a が a 面及び c 面を m 軸周りに 4 5 ° 傾斜させた面、つまり、オフ角 4 5 ° のミスカット面、断面台形状の凹溝 1 4 の凹溝 1 4 の延びる方向が m 面の面方位、つまり、m 軸方向であるミスカット基板が挙げられる。この構成 7 のサファイア基板 1 1 では、結晶成長面部分 1 2 b たる凹溝 1 4 の側面として c 面が露出する。なお、かかる断面台形状の凹溝 1 4 は、例えばフォトレジストのパターンを加熱、或いはアッシングなどにより少しだれた形状にした後にエッチング加工することで作製することができる。

20

【 0 0 3 0 】

凹溝 1 4 は、両側面が表面露出した構成の他、両側面のうち一方が表面露出し且つ他方が G a N の結晶成長を阻止するように被覆された構成であってもよい。サファイアは + c 、 - c 面を持たない結晶構造を有するので、凹溝の両側面からそれぞれ結晶成長すると、いずれも同一の極性をもった G a N が成長する可能性があり、その場合、それらの G a N の会合点において結晶方位が逆向きとなるインバージョンドメイン（一種の結晶欠陥）が形成されることとなる。しかしながら、両側面のうち一方が表面露出し且つ他方が被覆された構成の場合、このインバージョンドメインを完全に排除することができる。

【 0 0 3 1 】

凹溝 1 4 は、両側面が表面露出し、しかも、その断面形状が左右非対称に形成された構成であってもよい。このような構成によれば、左右非対称の断面形状を有する凹溝 1 4 から G a N が結晶成長すると、どちらかの面から優先的に結晶成長が起こるので、インバージョンドメインを排除する観点から好都合である。従って、この場合、凹溝 1 4 は、両側面のうち一方のみから選択的に G a N が結晶成長するように形成された構成であることがより好ましい。この左右非対称の凹溝 1 4 の断面形状は、例えば、エッチング加工時にエッチングガスの流れに直交するようにサファイア基板 1 1 を配置することによって得ることができる。また、このとき、凹溝 1 4 が底面を有する場合、底面からの G a N の結晶成長を抑制するために底面を S i O ₂ などによって被覆してもよい。

30

【 0 0 3 2 】

なお、結晶成長面部分 1 2 b としては、凹溝 1 4 の側面の他、図 5 に示すように、サファイア基板 1 1 の基板表面 1 2 に延びるように形成された凸条 1 4 ' の側面も挙げることができる。この場合、凸条 1 4 ' の基端側の基板主面部分 1 2 a と共に凸条の頂面も結晶成長阻止層 1 3 で被覆された構成である必要がある。また、凸条 1 4 ' は、両側面が表面露出した構成の他、両側面のうち一方が表面露出し且つ他方が G a N の結晶成長を阻止するように表面被覆された構成であってもよい。

40

【 0 0 3 3 】

（半導体層の形成）

実施形態 1 に係る半導体発光素子 1 0 の製造方法では、上記で準備したサファイア基板 1 1 の基板表面 1 2 における結晶成長面部分 1 2 b を起点として G a N を結晶成長させることにより基板主面部分 1 2 a の法線方向に成長するように u - G a N 層 1 5 を形成して

50

半導体基板 S を得た後、その上に n 型 GaN 層 16、発光層である多重量子井戸層 17、及び p 型 GaN 層 18 を順に形成する。

【0034】

ここで、これらの半導体層の形成方法としては、有機金属気相成長法 (Metal Organic Vapor Phase Epitaxy: MOVPE)、分子線エピタキシ法 (Molecular Beam Epitaxy: MBE)、ヒドライド気相成長法 (Hydride Vapor Phase Epitaxy: HVPE) が挙げられ、これらのうち有機金属気相成長法が最も一般的である。以下では、有機金属気相成長法を利用した半導体層の形成方法について説明する。

【0035】

半導体層の形成に用いられる MOVPE 装置は、大きくは基板搬送系、基板加熱系、ガス供給系、及びガス排気系から構成され、全て電子制御される。基板加熱系は、熱電対及び抵抗加熱ヒータ、並びにその上に設けられた炭素製或いは SiC 製のサセプタで構成され、そして、そのサセプタの上にサファイア基板 11 をセットした石英トレイが搬送され、半導体層のエピタキシャル成長が行われる。この基板加熱系は、水冷機構を備えた石英製の二重管内或いはステンレス製の反応容器内に設置され、その二重管或いは反応容器内にキャリアガス及び各種原料ガスが供給される。特にステンレス反応容器を使う場合は、基板上に層流のガスの流れを実現するために、石英製のフローチャネルを用いる。

10

【0036】

キャリアガスとしては、例えば、 H_2 、 N_2 が挙げられる。V 族元素供給源としては、例えば、 NH_3 が挙げられる。III 族元素供給源としては、例えば、トリメチルガリウム (TMG)、トリメチルインジウム (TMI)、トリメチルアルミニウム (TMA) 等が挙げられる。n 型ドーピング元素供給源としては、例えば、 SiH_4 (シラン)、 Si_2H_6 (ジシラン)、 GeH_4 (ゲルマン) 等が挙げられる。p 型ドーピング元素供給源としては、例えば、 Cp_2Mg (ビスシクロペンタジエニルマグネシウム) が挙げられる。

20

【0037】

< u-GaN 層の形成 >

まず、サファイア基板 11 を基板表面 12 が上向きになるように石英トレイ上にセットした後、サファイア基板 11 を 1050 ~ 1150 に加熱すると共に反応容器内の圧力を 10 ~ 100 kPa とし、また、反応容器内に設置したフローチャネル内にキャリアガスとして H_2 を流通させ、その状態を数分間保持することによりサファイア基板 11 をサーマルクリーニングする。

30

【0038】

次いで、サファイア基板 11 の温度を 1050 ~ 1150 とすると共に反応容器内の圧力を 10 ~ 100 kPa とし、また、反応容器内にキャリアガス H_2 を 10 L/min の流量で流通させながら、そこに V 族元素供給源 (NH_3)、及び III 族元素供給源 (TMG) を、それぞれの供給量が 0.1 ~ 5 L/min、及び 50 ~ 150 $\mu\text{mol}/\text{min}$ となるように流す。

【0039】

このとき、図 6 に示すように、サファイア基板 11 の基板表面 12 における基板主面部分 12a は結晶成長阻止層 13 で表面被覆されているため GaN の結晶成長は起こらないが、一方、基板表面 12 に露出した結晶成長面部分 12b には、結晶成長面部分 12b を起点として、その上にアンドープの GaN がヘテロエピタキシャル成長する。そして、その結晶成長により基板主面部分 12a の法線方向に GaN の層の成長が進展し、図 7 (a) に示すように、サファイア基板 11 上に u-GaN 層 (アンドープ GaN 層) 15 が形成されて半導体基板 S が得られる。結晶成長阻止層 13 上に成長させる u-GaN 層 15 の層厚さは約 2 ~ 20 μm である。なお、u-GaN 層 15 を形成させる前に、結晶成長面部分 12b 上に厚さ 20 ~ 30 nm 程度の低温バッファ層を形成することが好ましい。

40

【0040】

u-GaN 層 15 は、凹溝 14 の側面により結晶成長面部分 12b が構成され、凹溝 14 が間隔をおいて並行に延びるように複数形成されている場合、各凹溝 14 から結晶成長

50

した複数の帯状のGaN結晶の集合体によって、或いは、各凹溝14から結晶成長した帯状のGaN結晶が会合して連なった一体物によって構成される。帯状のGaN結晶が会合して連なった一体物のu-GaN層15を得るには、反応容器内圧力（減圧状態（ ~ 10 kPa）から常圧状態（ 100 kPa））、結晶成長温度、材料の流量などの結晶成長条件を最適化すること及び/又は結晶成長時間を十分に長い時間とることが好ましい。凹溝14の側面により結晶成長面部分12bが構成されている場合、GaNの結晶成長により凹溝14が埋まってもよく、また、ポイドが残ってもよい。

【0041】

そして、u-GaN層15は、サファイア基板11の構成によって、主面の面方位が種々異なることとなる。

10

【0042】

例えば、構成1のサファイア基板11の場合、a面である結晶成長面部分12b上には、サファイアのa軸とGaNのc軸が平行であり、サファイアのc軸とGaNのm軸が平行な結晶方位関係のGaNが結晶成長する。したがって、サファイア基板11の基板表面12上においては、サファイアのc軸とGaNのm軸が平行な結晶方位関係で、m面のGaNが結晶成長することとなり、そのためu-GaN層15の主面（基板主面部分12aに平行な面、以下同じ）はm面となる。

【0043】

構成2のサファイア基板11の場合、c面である結晶成長面部分12b上に、サファイアのc軸とGaNのc軸が平行であり、サファイアのa軸とGaNのm軸が平行な結晶方位関係でGaNが結晶成長する。したがって、サファイア基板11の基板表面12上においては、m面のGaNが結晶成長することとなり、そのためu-GaN層15の主面はm面となる。

20

【0044】

構成3のサファイア基板11の場合、凹溝14の側面はa軸方向にミスカットされたc面であるものの、構成2のサファイア基板11と同様にサファイア基板11のc軸とGaNのc軸が平行であり、サファイアのa軸とGaNのm軸が平行な結晶方位関係でGaNが結晶成長し、サファイア基板11の基板表面12上においては、m面のGaNが結晶成長することとなり、そのためu-GaN層15の主面はm面となる。

【0045】

つまり、GaN結晶では、図18に示すように、Ga原子のみを含むGa原子面とN原子のみを含むN原子面とがc軸方向に交互に積層された結晶構造を有し、c軸方向に自発分極を有するものの、構成1～3のサファイア基板11を用いた場合、u-GaN層15の自発分極を有するc軸方向が層厚さ方向ではなく層面内方向となり、そのためu-GaN層15の主面は層厚さ方向に極性を有さない無極性面（m面）となる。このようにc面（a面）のサファイア基板11を用いると、無極性m面のGaNが得られる。同様な手法を用いることにより、m面のサファイア基板11を用いると、無極性a面のGaNが得られる。

30

【0046】

一方、構成4～7のサファイア基板11を用いた場合、サファイア基板11の基板表面12上におけるGaNの結晶成長態様により、u-GaN層15は種々の層厚さ方向の分極状態となる。例えば、構成6のサファイア基板11を用いた場合には、GaNはサファイアのc軸とGaNのc軸が平行であり、サファイアのa軸とGaNのm軸が平行な結晶方位関係で結晶成長する。結果として、u-GaN層15の主面はc面とm面との中間の半極性面となる。構成7のサファイア基板11を用いた場合も同様にGaNはc軸方向に結晶成長するが、u-GaN層15の主面はより結晶性のよい半極性面となる。

40

【0047】

以上のことより、サファイア基板11の基板表面12の結晶主面部分12a、および基板表面12に露出させる結晶成長面部分12bの設定によりGaNの結晶成長面を操作することができ、それによってサファイア基板12上に形成するGaNの分極状態を制御す

50

ることができる。サファイア基板 11 の場合、Si 基板に比較して基板表面 12 の結晶主面部分 12 a、および基板表面 12 に露出させる結晶成長面部分 12 b の自由度が高く、従って、u-GaN 層 15 において採りうる分極状態も自由度が高いものとなる。

【0048】

また、例えば、図 8 (a) に示すように、サファイア基板 11 の基板主面部分 12 a が (10 - 12) 面及び結晶成長面部分 12 b が c 面の場合、(11 - 22) 面がファセット面である u-GaN 層 15 が得られる。この (11 - 22) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度は -0.8° (GaN の c 面に近づく向きをプラスとする。以下同じ) である。従って、その角度を相殺するように、基板主面部分 12 a が (10 - 12) 面にオフ角をつけた面であるサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、ファセット面である (11 - 22) 面が主面である u-GaN 層 15 を得ることができる。なお、本出願では、丸括弧を使ったミラー指数の記述も一般表記を意味する。

10

【0049】

図 8 (b) に示すように、サファイア基板 11 の基板主面部分 12 a が (11 - 23) 面及び結晶成長面部分 12 b が c 面の場合、(10 - 11) 面がファセット面として成長する成長条件では、(10 - 11) 面がファセットである u-GaN 層 15 が得られる。この (10 - 11) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度は -0.74° であり、(10 - 11) 面が主面である u-GaN 層 15 を得ることができる。さらに、(10 - 11) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、ファセット面である (10 - 11) 面が主面である高品質の u-GaN 層 15 を得ることができる。あるいは、(10 - 12) 面がファセット面として成長する成長条件では、(10 - 12) 面がファセット面である u-GaN 層 15 が得られる。この (10 - 12) 面の基板主面 12 a に対してなす角度は $+18.03^\circ$ である。従って、(10 - 12) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、ファセット面 (10 - 12) 面が主面である u-GaN 層 15 が得られる。また、これらミスカット基板、或いはミスカット基板でないサファイア基板 11 を用い、成長し得られた u-GaN 層 15 を基板主面部分 12 a と平行となるように表面研磨することにより、オフ角を有する (10 - 11) 面 GaN テンプレートを得ることができる。

20

【0050】

図 8 (c) に示すように、サファイア基板 11 の基板主面部分 12 a が (11 - 22) 面及び結晶成長面部分 12 b が c 面の場合、(10 - 11) 面がファセット面として成長する成長条件では、(10 - 11) 面がファセット面である u-GaN 層 15 が得られる。この (10 - 11) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度は $+7.93^\circ$ である。従って、(10 - 11) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、ファセット面である (10 - 11) 面が主面である u-GaN 層 15 を得ることができる。あるいは、(10 - 12) 面がファセット面として成長する成長条件では、(10 - 12) 面がファセット面である u-GaN 層 15 が得られる。この (10 - 12) 面の基板主面 12 a に対してなす角度は $+26.7^\circ$ である。従って、(10 - 11) 面の成長と同様に、(10 - 12) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、ファセット面 (10 - 12) 面が主面である u-GaN 層 15 が得られる。また、これらミスカット基板、或いはミスカット基板でないサファイア基板 11 を用い、成長し得られた u-GaN 層 15 を基板主面部分 12 a と平行となるように表面研磨することにより、(10 - 11) 面 GaN が 7.93° オフした GaN テンプレートを得ることができる。

30

40

【0051】

図 8 (d) に示すように、サファイア基板 11 の基板主面部分 12 a が (11 - 21) 面及び結晶成長面部分 12 b が c 面の場合、(10 - 11) 面がファセット面である u-GaN 層 15 が得られる。この (10 - 11) 面の基板主面部分 12 a に対してなす角度

50

は $+17.66^\circ$ である。従って、その角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、ファセット面である $(10-11)$ 面が主面である u-GaN 層 15 を得ることができる。

【0052】

図 8 (e) に示すように、サファイア基板 11 の基板主面部分 12 a が $(10-11)$ 面及び結晶成長面部分 12 b が c 面の場合、 $(11-21)$ 面がファセット面であり且つ $(11-21)$ 面が基板主面部分 12 a に対して -0.5° 傾斜した面である u-GaN 層 15 が得られる。この -0.5° の角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、さらに高品質な $(10-21)$ 面が主面である u-GaN 層 15 を得ることができる。

10

さらに、サファイア基板 11 の基板主面部分 12 a が $(11-21)$ 面及び結晶成長面部分 12 b が c 面の場合、 $(20-21)$ 面がファセット面である u-GaN 層 15 の成長条件を選択すると、基板主面部分 12 a に対してなす角度が $+4.53^\circ$ の $(20-21)$ ファセット面である u-GaN が得られる。従って、その角度を相殺するサファイア基板 11 のミスカット基板を用いることにより、 $(20-21)$ 面が主面である u-GaN 層 15 を得ることができる。

【0053】

上記を含むサファイア基板 11 の面方位と c 面の成す角、GaN の面方位と c 面の成す角、求める GaN の面方位と各種面方位のサファイア基板の方位のずれを、表 1 ~ 4 にまとめて示す。

20

【0054】

【表 1】

GaN		サファイア基板	
面方位	c 面との なす角 ($^\circ$)	面方位	c 面との なす角 ($^\circ$)
(11-22)	58.41	(10-12) r面	57.61
(10-12)	43.19	(11-22)	69.89
(10-11)	61.96	(11-21)	79.62
(11-21)	72.91	(10-11)	72.4
(10-10)	90	(11-20) a面	90
(11-20)	90	(10-10) m面	90
(10-13)	32.04	(11-23) n面	61.22
(11-23)	47.31	(10-13)	46.43
(20-21)	75.09	(22-41)	84.77

30

40

【0055】

【表 2】

G a N		サファイア基板		サファイア基板と (11-22) G a Nと のなす角(°)
求める 面方位	c面との なす角(°)	面方位	c面との なす角(°)	
(11-22)	58.41	(10-12) r面	57.61	-0.8
		(10-11)	72.4	13.99
		(10-10) m面	90	31.59
		(10-13)	46.43	-11.98

10

【0056】

【表 3】

G a N		サファイア基板		サファイア基板と (11-22) G a Nと のなす角(°)
求める 面方位	c面との なす角(°)	面方位	c面との なす角(°)	
(10-11)	61.96	(11-22)	69.89	7.93
		(11-21)	79.62	17.66
		(11-20) a面	90	28.04
		(11-23) n面	61.22	-0.74
		(22-41)	84.77	22.81

20

【0057】

【表 4】

G a N		サファイア基板		サファイア基板と (11-22) G a Nと のなす角(°)
求める 面方位	c面との なす角(°)	面方位	c面との なす角(°)	
(20-21)	75.09	(11-22)	69.89	-5.2
		(11-21)	79.62	4.53
		(11-20) a面	90	14.91
		(11-23) n面	61.22	-13.87
		(22-41)	84.77	9.68

40

【0058】

半導体基板 S を得た後、その上に以下のようにして各半導体層を形成する。

【0059】

< n 型 G a N 層の形成 >

反応容器内の圧力を 10 ~ 100 kPa とし、また、反応容器内にキャリアガス H₂ を 5 ~ 15 L/min (以下、ガス流量は基準状態 (0、1 気圧) での値とする) の流量で流通させながら、そこに V 族元素供給源 (NH₃)、III 族元素供給源 1 (TMG)、

50

及びn型ドーピング元素供給源 (SiH_4) を、それぞれの供給量が $0.1 \sim 5 \text{ L/min}$ 、 $50 \sim 150 \mu\text{mol/min}$ 、及び $1 \sim 5 \times 10^{-3} \mu\text{mol/min}$ となるように流す。

【0060】

このとき、図7(b)に示すように、u-GaN層15に連続してn型GaNがu-GaN層15と同一面方位にエピタキシャル成長してn型GaN層16が形成される。u-GaN層15上に成長させるn型GaN層16の層厚さは約 $2 \sim 10 \mu\text{m}$ である。

【0061】

<多重量子井戸層の形成>

サファイア基板11の温度を 800 程度とすると共に反応容器内の圧力を $10 \sim 100 \text{ kPa}$ とし、また、反応容器内にキャリアガス N_2 を $5 \sim 15 \text{ L/min}$ の流量で流通させながら、そこにV族元素供給源 (NH_3)、III族元素供給源1 (TMG)、及びIII族元素供給源2 (TMI) を、それぞれの供給量が $0.1 \sim 5 \text{ L/min}$ 、 $5 \sim 15 \mu\text{mol/min}$ 、及び $2 \sim 30 \mu\text{mol/min}$ 流す。このとき、n型GaN層16に連続してInGaN層17a(井戸層)が、n型GaN層16と同一面方位、従って、u-GaN層15と同一面方位にエピタキシャル成長して形成される。n型GaN層16上に成長させるInGaN層17aの層厚さは $1 \sim 20 \text{ nm}$ である。

【0062】

次いで、V族元素供給源 (NH_3)、及びIII族元素供給源 (TMG) を、それぞれの供給量が $0.1 \sim 5 \text{ L/min}$ 、及び $5 \sim 15 \mu\text{mol/min}$ となるように流す。このとき、InGaN層17aに連続してGaN層17b(障壁層)がInGaN層17aと同一面方位、従って、n型GaN層16及びu-GaN層15と同一面方位にエピタキシャル成長して形成される。InGaN層17a上に成長させるGaN層17bの層厚さは $5 \sim 20 \text{ nm}$ である。

【0063】

そして、上記と同様の操作を交互に繰り返し、図7(c)に示すように、InGaN層17aとGaN層17bとを交互に形成することにより多重量子井戸層17を構成する。なお、多重量子井戸層17の発光波長はInGaN層17aのInN混晶比と層厚に依存し、同じ層厚であればInN混晶比が高いほど発光波長は長波長となる。

【0064】

上記いずれのInGaN層17a及びGaN層17bもn型GaN層16及びu-GaN層15と同一面方位の主面を有する。従って、構成1及び2のサファイア基板11を用いた場合、GaN層17bの主面は層厚さ方向に極性を有さない無極性面であり、その無極性面上にInGaN層17aを形成することとなるので、ピエゾ分極の影響を回避することができ、このピエゾ分極の影響の回避により、発光効率の低下や注入電流の増大にともなう発光のピーク波長シフトといった問題を改善することができる。特に、多重量子井戸層17がInGaN層17aのInN混晶比の高い緑色発光層(発光波長約 520 nm の発光層)である場合、ピエゾ分極による影響を強く受けるので、顕著な改善効果を得ることができる。

【0065】

なお、活性層内から後述のp型GaN層18への電流リークを防ぐために活性層形成後にp型AlGaNからなる電流ブロック層を挿入してもよい。

【0066】

<p型GaN層の形成>

サファイア基板11の温度を $1000 \sim 1100$ とすると共に反応容器内の圧力を $10 \sim 100 \text{ kPa}$ とし、また、反応容器内にキャリアガスの H_2 を $5 \sim 15 \text{ L/min}$ の流量で流通させながら、そこにV族元素供給源 (NH_3)、III族元素供給源 (TMG)、及びp型ドーピング元素供給源 (Cp_2Mg) を、それぞれの供給量 $0.1 \sim 5 \text{ L/min}$ 、 $50 \sim 150 \mu\text{mol/min}$ 、及び $0.03 \sim 30 \mu\text{mol/min}$ 流す。

【0067】

10

20

30

40

50

このとき、図7(d)に示すように、多重量子井戸層17に連続してGaNがエピタキシャル成長してp型GaN層18が形成される。多重量子井戸層17上に成長させるp型GaN層18の層厚さは約100nmである。

【0068】

なお、p型GaN層18をドーピング元素の濃度が相異なる複数の層で構成してもよい。

【0069】

(半導体発光素子の形成)

図7(e)に示すように、半導体層を積層形成したサファイア基板11を部分的に反応性イオンエッチングすることによりn型GaN層16を露出させた後、真空蒸着、スパッタリング、CVD(Chemical Vapor Deposition)等の方法によりn型GaN層16上にn型電極19n及びp型GaN層18上にp型電極19pをそれぞれ形成する。

【0070】

ここで、n型電極19nの電極材料としては、例えば、Ti/Al、Ti/Al/Mo/Au、Hf/Au等の積層構造、あるいは合金等が挙げられる。p型電極19pとしては、例えば、Pd/Pt/Au、Ni/Au、Pd/Mo/Au等の積層構造、あるいは合金等、又はITO(酸化インジウム錫)などの酸化物系透明導電材料が挙げられる。

【0071】

そして、サファイア基板11を劈開することにより矩形板状の各半導体発光素子10に分断する。各半導体発光素子10は、約300×300μmである。

【0072】

以上のようにして製造した半導体発光素子10は、基板表面12が、GaNの結晶成長を阻止する結晶成長阻止層13で表面被覆された基板主面部分12a、及び基板主面部分12aとは面方位が異なると共に表面露出したGaNの結晶成長が可能な結晶成長面部分12bを有するサファイア基板11と、そのサファイア基板11の基板表面12における結晶成長面部分12bを起点としてGaNが結晶成長することにより基板主面部分12aの法線方向に成長して形成されたu-GaN層15とを備えた構成を有し、例えばGaN系発光ダイオードやGaN系半導体レーザとして使用される。

【0073】

[実施形態2]

実施形態2に係る半導体発光素子10の製造方法について図9~11に基づいて説明する。なお、実施形態1と同一名称の部分は実施形態1と同一符号で示す。

【0074】

実施形態2に係る半導体発光素子10の製造方法では、基板表面12が、基板主面部分12aと、基板主面部分12aとは面方位が異なる結晶成長面部分12bとを有するサファイア基板11を用いる。

【0075】

基板表面12における基板主面部分12aは、a面<{11-20}面>、c面<(0001)面>、m面<{1-100}面>、若しくはr面<{1-102}面>であってもよく、又は他の面方位の結晶面であってもよい。例えば、基板主面部分12aは、a軸が基板主面部分12aの法線方向に対して所定の角度(例えば45°や60°、あるいは数度以内の微小角)傾斜したミスカット面であっても、つまり、サファイア基板11がミスカット基板であってもよい。なお、a面、c面、及びm面は面方位が相互に直交する。

【0076】

基板表面12における結晶成長面部分12bは、基板主面部分12aと面方位が異なれば、a面<{11-20}面>、c面<(0001)面>、m面<{1-100}面>、若しくはr面<{1-102}面>であってもよく、又はGaNの結晶成長が可能な他の面方位の結晶面であってもよい。

【0077】

結晶成長面部分12bとしては、例えば、実施形態1と同様にサファイア基板11上に

10

20

30

40

50

延びるように形成された凹溝 14 の側面で構成することを挙げることができる。

【0078】

凹溝 14 は、側面（エッチング加工側面）を有せば、コの字溝、V字溝、又は台形溝であってもよい。凹溝 14 は、溝開口幅に特に制限はないが $0.5 \sim 10 \mu\text{m}$ が望ましく、及び溝深さが $0.75 \sim 100 \mu\text{m}$ である。凹溝 14 は、溝側面の基板主面部分 12a に対してなす角度が例えば $70 \sim 120^\circ$ であり、従って、溝側面の傾斜は、図 9 (a) に示すように、溝底から溝開口に向かって溝幅を広げるように外向きに傾斜したテーパ状であってもよく、また、図 9 (b) に示すように、溝底から溝開口に向かって溝幅を狭めるように内向きに傾斜した逆テーパ状であってもよい。但し、上記角度は上記側面からの GaN の結晶成長ができればその限りではない。例えば、側面が c 面サファイアに近い構成であり、そこから c 面 GaN を成長させる場合、積層欠陥や転位などの欠陥の終端を表面に至らせないことによって表面に現れる欠陥を減じる観点からは、溝側面の基板主面部分 12a に対してなす角度は c 面の基板主面部分 12a に対してなす角度よりも大きいことが好ましい。また、凹溝 14 が底面を有する場合、底面からの GaN の結晶成長を抑制する観点から、溝深さは溝開口幅の 1.5 倍以上であることが好ましい。凹溝 14 は、1 本だけが形成されていてもよく、また、複数本並列して形成されていてもよい。凹溝 14 が複数本並列して形成されている場合、溝間の間隔、つまり、相互に隣接する凹溝 14 間における基板主面部分 12a の間隔は $1 \sim 100 \mu\text{m}$ である。かかる凹溝 14 は、サファイア基板 11 の凹溝形成予定部分だけが開口部となるフォトレジストのパターニング形成し、フォトレジストをエッチングレジストとしてサファイア基板 11 を反応性イオンエッチング (RIE) 等のドライエッチング或いはウエットエッチングをすることにより形成することができる。

10

20

【0079】

ここで、サファイア基板 11 の選定及び凹溝 14 の延びる方向の設定により実施形態 1 と同様に種々の側面の構成を得ることができる。

【0080】

具体的には、例えば、サファイア基板 11 として、図 10 に示すように、基板主面部分 12a が r 面である基板、或いは、r 面が a 軸 ($[11-20]$ 軸) を回転軸としてオフ角度 θ_1 (例えば $\theta_1 = -5 \sim 5^\circ$) だけ回転し及び / 又は $[-1101]$ 軸を回転軸としてオフ角度 θ_2 (例えば $\theta_2 = -5 \sim 5^\circ$) だけ回転した面であり、断面台形状の凹溝 14 の延びる方向が a 面の面方位、つまり、a 軸方向であって、その側面の一方が r 軸に対する傾斜角度が $57 \pm 20^\circ$ である結晶成長面部分 12b であるミスカット基板が挙げられる。 57° は r 面と c 面とがなす角であり、側面と c 面とのなす角度は $\pm 20^\circ$ まで許容されるが、結晶成長が起こる範囲でこの角度の範囲は限定されるものではない。また、サファイア基板 11 として、基板主面部分 12a が $(11-22)$ 面である基板、或いは、そのミスカット面であるミスカット基板が挙げられる。なお、オフ角度とは、基板主面部分 12a と基板主面の結晶面とがなす角度である。つまり、基板主面部分 12a が $(1-102)$ 面或いはそのミスカット面の場合は基板主面と $(1-102)$ 面とがなす角度であり、基板主面部分 12a が $(11-22)$ 面或いはそのミスカット面の場合は基板主面と $(11-22)$ 面とがなす角度である。さらに、サファイア基板 11 として、基板主面部分 12a が a 面である基板、或いは、そのミスカット面であるミスカット基板が挙げられる。いずれの場合も結晶成長面部分 12b である一方の側面は、GaN の c 面成長が可能な面であることが好ましく、c 面であることがより好ましい。

30

40

【0081】

そして、実施形態 2 に係る半導体発光素子 10 の製造方法では、実施形態 1 と同様に、上記で準備したサファイア基板 11 の基板表面 12 における結晶成長面部分 12b を起点として GaN を結晶成長させることにより基板主面部分 12a の法線方向に成長するように u-GaN 層 15 を形成して半導体基板 S を得る。

【0082】

例えば、基板主面部分 12a が $(1-102)$ 面或いはそのミスカット面であって、結

50

晶成長面部分 12 b である凹溝 14 の一方の側面が GaN の c 面成長が可能な面であるサファイア基板 11 を用いた場合、GaN は基板主面部分 12 a 及び結晶成長面部分 12 b のそれぞれを起点として結晶成長する。しかしながら、基板主面部分 12 a からの結晶成長速度よりも結晶成長面部分 12 b からの結晶成長速度の方が速い条件を選択することにより、基板主面部分 12 a の法線方向への層の成長は結晶成長面部分 12 b からの GaN の結晶成長が優先することとなり、結果として、図 11 に示すように、u-GaN 層 15 の主面は半極性面である $\{11-22\}$ 面となる。このとき、結晶成長面部分 12 b を起点とする GaN は、その m 軸がサファイア基板 11 の a 軸に及び a 軸がサファイア基板 11 の m 軸にそれぞれ沿うように c 面成長する。同様に、基板主面部分 12 a が $(11-22)$ 面或いはそのミスカット面であって、結晶成長面部分 12 b である凹溝 14 の一方の側面が GaN の c 面成長が可能な面であるサファイア基板 11 を用いた場合、成長条件を適正に選ぶことにより u-GaN 層 15 の主面は半極性面である $(10-12)$ 面或いは $(10-11)$ 面が得られる。

10

【0083】

半導体基板 S を得た後、その上に n 型 GaN 層 16、発光層である多重量子井戸層 17、及び p 型 GaN 層 18、並びに p 型電極 19 p、及び n 型電極 19 n を形成する。それぞれの形成方法は実施形態 1 と同一である。

【0084】

[実施形態 3]

実施形態 3 に係る半導体発光素子 10 の製造方法について図 12 ~ 16 に基づいて説明する。なお、実施形態 1 と同一名称の部分は実施形態 1 と同一符号で示す。

20

【0085】

(サファイア基板の準備)

実施形態 3 に係る半導体発光素子 10 の製造方法では、基板表面 12 が、基板主面部分 12 a とそれとは面方位が異なる表面露出した結晶成長面部分 12 b とを有するサファイア基板 11 を用いる。サファイア基板 11 は、GaN 基板に比較してコストが圧倒的に低く、また、Si 基板に比較して光透過性を考慮したデバイス性能が圧倒的に優れるものとなる。

【0086】

ここで、サファイア基板 11 は、 Al_2O_3 のコランダム構造の単結晶の円盤状に形成されており、直径によっても変わるが厚さが $0.3 \sim 3.0$ mm、及び直径が $50 \sim 300$ mm である。なお、直径 50 mm のサファイア基板 11 の場合では、1 枚のサファイア基板 11 上に $5000 \sim 12000$ 個の半導体発光素子 10 を作り込むことができる。

30

【0087】

基板表面 12 における基板主面部分 12 a は r 面又は $(11-22)$ 面である。ここで、本出願における基板主面部分 12 a の r 面には、 $\{1-102\}$ 面の他、 $\{1-102\}$ 面が a 軸 $[11-20]$ 軸を回転軸としてオフ角度 θ_1 (例えば $\theta_1 = -5 \sim 5^\circ$) だけ回転し及び / 又は $[-1101]$ 軸を回転軸としてオフ角度 θ_2 (例えば $\theta_2 = -5 \sim 5^\circ$) だけ回転したミスカット面も含まれる。また、同様に、本出願における基板主面部分 12 a の $(11-22)$ 面には、そのミスカット面も含まれる。つまり、サファイア基板 11 はミスカット基板であってもよい。なお、オフ角度とは、基板主面部分 12 a と基板主面近くの結晶面とがなす角度である。つまり、r 面の場合は基板主面部分 12 a と $(1-102)$ 面とがなす角度であり、 $(11-22)$ 面の場合は基板主面部分 12 a と $(11-22)$ 面とがなす角度である。

40

【0088】

基板表面 12 における結晶成長面部分 12 b は、基板主面部分 12 a と面方位が異なりと共に GaN の c 面成長が可能な面である。

【0089】

結晶成長面部分 12 b としては、例えば、基板主面部分 12 a が r 面の場合、図 12 に示すように、サファイア基板 11 上に a 面の面方位、つまり、a 軸方向に延びるように形

50

成された断面台形状の凹溝 14 の一方の側面 (図 12 における左側面) で構成することができる。また、基板主面部分 12 a が (11 - 22) 面の場合も同様に m 軸方向に延びるように形成した凹溝 14 の一方の側面により結晶成長面部分 12 b を構成することができる。

【0090】

凹溝 14 は、溝開口幅に特に制限はないが $0.5 \sim 10 \mu\text{m}$ が望ましく、及び溝深さが $0.75 \sim 10 \mu\text{m}$ である。凹溝 14 は、1 本だけが形成されていてもよく、また、複数本が並列して形成されていてもよい。凹溝 14 が複数本並列して形成されている場合、溝間の間隔、つまり、相互に隣接する凹溝 14 間における基板主面部分 12 a の間隔は $1 \sim 100 \mu\text{m}$ である。かかる凹溝 14 は、サファイア基板 11 の基板表面 12 に、凹溝形成予定部分だけが開口部となるフォトレジストのパターニング形成をし、フォトレジストをエッチングレジストとしてサファイア基板 11 を反応性イオンエッチング (RIE) 等のドライエッチング或いはウェットエッチングをすることにより形成することができる。

10

【0091】

結晶成長面部分 12 b である凹溝 14 の一方の側面は、c 面 < (0001) 面 > であることが好ましく、基板主面部分 12 a が r 面の場合、基板主面部分 12 a に対してなす角度が例えば $57 \pm 20^\circ$ であることが望ましい。 57° は r 面と c 面とがなす角であり、側面と c 面とのなす角度は $\pm 20^\circ$ まで許容されるが、結晶成長が起こる範囲でこの角度の範囲は限定されるものではない。

【0092】

基板主面部分 12 a、凹溝 14 の他方の側面 12 c 及び底面は、図 12 に示すように、結晶成長阻止層 13 で表面被覆されていることが好ましい。r 面又は (11 - 22) 面のように c 軸が傾斜した主面を有するサファイア基板 11 では、基板主面部分 12 a、凹溝 14 の他方の側面 12 c 及び底面に、結晶成長面部分 12 b である凹溝 14 の一方の側面とは異なる面が露出することとなる。そのため、それらの面から同時に GaN が結晶成長するとサファイア基板 11 の主面の法線方向には様々な面が混在した u-GaN 層 15 が成長することになる。しかしながら、上記のように凹溝 14 の一方の側面 12 b 以外の基板主面部分 12 a、凹溝 14 の他方の側面 12 c 及び底面が結晶成長阻止層 13 で表面被覆されていれば、結晶成長面部分 12 b である一方の側面のみからの結晶成長が起こり、サファイア基板 11 の主面の法線方向には様々な面が混在した GaN が結晶成長することなく、単一の半極性面の u-GaN 層 15 が成長可能となる。

20

30

【0093】

結晶成長阻止層 13 としては、例えば、Si、Ti、Ta、Zr 等の酸化物膜や窒化物膜、具体的には、 SiO_2 膜、 SiN_x 膜、 SiO_xN_y 膜、 TiO_2 膜、 ZrO_2 膜等が挙げられる。結晶成長阻止層 13 は、厚さが $0.01 \sim 3 \mu\text{m}$ である。かかる結晶成長阻止層 13 は、サファイア基板 11 に対して、例えば、真空蒸着、スパッタリング、CVD (Chemical Vapor Deposition) 等の方法により形成することができる。なお、結晶成長阻止層 13 を単一層で構成してもよく、また、複数層で構成してもよい。

【0094】

なお、サファイア基板 11 は、図 13 に示すように、基板主面部分 12 a のみが結晶成長阻止層 13 で表面被覆され、凹溝 14 の両側面及び底面が表面露出した構成であってもよく、図 14 に示すように、結晶成長阻止層 13 が設けられておらず、基板表面 12 全面が表面露出した構成であってもよい。これらの場合、結晶成長条件の最適化により単一の半極性面の u-GaN 層 15 を選択的に成長させることが可能である。

40

【0095】

凹溝 14 の両側面が表面露出する場合には、結晶成長面部分 12 b である一方の側面とは異なる他方の側面 12 c が露出することにより、両側面から同時に GaN が結晶成長するとサファイア基板 11 の主面の法線方向には様々な面が混在した GaN が結晶成長することになるため、結晶成長面部分 12 b である一方の側面からの結晶成長が優先的に起こるように結晶成長条件を選択することが好ましい。また、結晶成長面部分 12 b である一

50

方の側面とは異なる他方の側面 1 2 c が露出する場合には、結晶成長面部分 1 2 b である一方の側面から c - G a N が優先的に結晶成長する結晶成長条件を選択することが好ましく、また逆に、他方の側面 1 2 c からは結晶成長しない結晶成長条件を選択することが望ましい。

【 0 0 9 6 】

(半 導 体 層 の 形 成)

実施形態 3 に係る半導体発光素子 1 0 の製造方法では、上記で準備したサファイア基板 1 1 の基板表面 1 2 における結晶成長面部分 1 2 b を起点として G a N を結晶成長させることにより基板主面部分 1 2 a の法線方向に半極性面 G a N (例えば、(1 1 - 2 2) 半極性面又は (1 0 - 1 2) 半極性面) の層を成長させ、それによりサファイア基板 1 1 上に主面が半極性面である u - G a N 層 1 5 を形成して半導体基板 S を得た後、その上に n 型 G a N 層 1 6、発光層である多重量子井戸層 1 7、及び p 型 G a N 層 1 8 を順に形成する。

10

【 0 0 9 7 】

ここで、これらの半導体層の形成方法としては、有機金属気相成長法 (Metal Organic Vapor Phase Epitaxy : M O V P E)、分子線エピタキシ法 (Molecular Beam Epitaxy : M B E)、ハイドライド気相成長法 (Hydride Vapor Phase Epitaxy : H V P E) が挙げられ、これらのうち有機金属気相成長法が最も一般的である。以下では、有機金属気相成長法を利用した半導体層の形成方法について説明する。

【 0 0 9 8 】

半導体層の形成に用いられる M O V P E 装置は、大きくは基板搬送系、基板加熱系、ガス供給系、及びガス排気系から構成され、全て電子制御される。基板加熱系は、熱電対及び抵抗加熱ヒータ、並びにその上に設けられた炭素製或いは S i C 製のサセプタで構成され、そして、そのサセプタの上にサファイア基板 1 1 をセットした石英トレイが搬送され、半導体層のエピタキシャル成長が行われる。この基板加熱系は、水冷機構を備えた石英製の二重管内或いはステンレス製の反応容器内に設置され、その二重管或いは反応容器内にキャリアガス及び各種原料ガスが供給される。特にステンレス反応容器を使う場合は、基板上に層流のガスの流れを実現するために、石英製のフローチャネルを用いる。

20

【 0 0 9 9 】

キャリアガスとしては、例えば、 H_2 、 N_2 が挙げられる。V 族元素供給源としては、例えば、 NH_3 が挙げられる。III 族元素供給源としては、例えば、トリメチルガリウム (T M G)、トリメチルインジウム (T M I)、トリメチルアルミニウム (T M A) 等が挙げられる。n 型ドーピング元素供給源としては、例えば、 SiH_4 (シラン)、 Si_2H_6 (ジシラン)、 GeH_4 (ゲルマン) 等が挙げられる。p 型ドーピング元素供給源としては、例えば、 Cp_2Mg (ビスシクロペンタジエニルマグネシウム) が挙げられる。

30

【 0 1 0 0 】

< u - G a N 層 の 形 成 >

まず、サファイア基板 1 1 を基板表面 1 2 が上向きになるように石英トレイ上にセットした後、サファイア基板 1 1 を 1 0 5 0 ~ 1 1 5 0 に加熱すると共に反応容器内の圧力を 1 0 ~ 1 0 0 k P a とし、また、反応容器内に設置したフローチャネル内にキャリアガスとして H_2 を流通させ、その状態を数分間保持することによりサファイア基板 1 1 をサーマルクリーニングする。

40

【 0 1 0 1 】

次いで、サファイア基板 1 1 の温度を 1 0 5 0 ~ 1 1 5 0 とすると共に反応容器内の圧力を 1 0 ~ 1 0 0 k P a とし、また、反応容器内にキャリアガス H_2 を 1 0 L / m i n の流量で流通させながら、そこに V 族元素供給源 (NH_3)、及び III 族元素供給源 (T M G) を、それぞれの供給量が 0 . 1 ~ 5 L / m i n、及び 5 0 ~ 1 5 0 μ m o l / m i n となるように流す。

【 0 1 0 2 】

このとき、図 1 5 に示すように、サファイア基板 1 1 の基板表面 1 2 における基板主面

50

部分 1 2 a を含む結晶成長阻止層 1 3 で表面被覆された部分では G a N の結晶成長は起こらないが、一方、基板主面部分 1 2 a が r 面の場合、基板表面 1 2 に露出した結晶成長面部分 1 2 b を起点として、その上にアンドープの G a N が、その m 軸がサファイア基板 1 1 の a 軸に及び a 軸がサファイア基板 1 1 の m 軸にそれぞれ沿うように c 面成長する。そして、その結晶成長により基板主面部分 1 2 a の法線方向に G a N の層の成長が進展し、図 1 6 (a) に示すように、サファイア基板 1 1 上に主面が半極性 { 1 1 - 2 2 } 面である u - G a N 層 (アンドープ G a N 層) 1 5 が形成される。また、基板主面部分 1 2 a が (1 1 - 2 2) 面の場合には、適切なミスカット面を使い、成長条件を選ぶことにより、主面が半極性 (1 0 - 1 2) 面である u - G a N 層 1 5、或いは (1 0 - 1 1) 面である u - G a N 層 1 5 が形成されて半導体基板 S が得られる。結晶成長阻止層 1 3 上に成長させる u - G a N 層 1 5 の層厚さは約 2 ~ 2 0 μ m である。なお、u - G a N 層 1 5 を形成させる前に、結晶成長面部分 1 2 b 上に厚さ 2 0 ~ 3 0 n m 程度の低温バッファ層を形成することが好ましい。

10

【 0 1 0 3 】

u - G a N 層 1 5 は、凹溝 1 4 の側面により結晶成長面部分 1 2 b が構成され、凹溝 1 4 が間隔をおいて並行に延びるように複数形成されている場合、各凹溝 1 4 から結晶成長した複数の帯状の G a N 結晶の集合体によって、或いは、各凹溝 1 4 から結晶成長した帯状の G a N 結晶が会合して連なった一体物によって構成される。凹溝 1 4 の側面により結晶成長面部分 1 2 b が構成されている場合、G a N の結晶成長により凹溝 1 4 が埋まってもよく、また、ポイドが残ってもよい。

20

【 0 1 0 4 】

主面が半極性面である u - G a N 層 1 5 のこのような形成方法は、サファイア基板 1 1 を出発材料として用い、その基板表面 1 2 の基板主面部分 1 2 a とは面方位が異なる結晶成長面部分 1 2 b を起点として G a N を c 面成長させ、それによって基板主面部分 1 2 a の法線方向に半極性面 G a N の層を成長させるので、主面が半極性面である u - G a N 層 1 5 を容易に形成することができ、加えて、選択横方向成長技術により一回の結晶成長で欠陥の少ない u - G a N 層 1 5 を得ることができる。また、主面が r 面であるサファイア基板 1 1 も主面が (1 1 - 2 2) 面であるサファイア基板 1 1 も、さらにこれらのミスカット基板も入手は特段困難ではなく、それ故、かかる主面が半極性面である u - G a N 層 1 5 を比較的安価に、しかも大面積で形成することができる。

30

【 0 1 0 5 】

また、u - G a N 層 1 5 の主面は半極性面となるが、これにより u - G a N 層 1 5 が自発分極や圧電分極による分極効果を低減させることとなり、それによる半導体発光素子 1 0 の高効率化を期待することができ、加えて、u - G a N 層 1 5 がその主面の法線方向に進む光に対して偏光特性を有するため、半導体発光素子 1 0 を例えば液晶表示装置のバックライトとして使用することができ、その場合の消費電力の低減を期待することができる。

【 0 1 0 6 】

さらに、基板主面部分 1 2 a 等が 0 . 2 μ m 以上の厚い結晶成長阻止層 1 3 で表面被覆されている場合には、G a N の成長初期に生じる m 軸、或いは a 軸方向に延在する転位を結晶成長阻止層 1 3 が止めることを期待することができる。

40

【 0 1 0 7 】

また、図 1 4 に示すような、結晶成長阻止層 1 3 が設けられておらず、基板表面 1 2 全面が表面露出したサファイア基板 1 1 を用いた場合には、G a N は基板主面部分 1 2 a 及び結晶成長面部分 1 2 b のそれぞれを起点として結晶成長する。しかしながら、基板主面部分 1 2 a からの結晶成長速度よりも結晶成長面部分 1 2 b からの結晶成長速度の方が速い条件を選ぶことにより、基板主面部分 1 2 a の法線方向への G a N の結晶成長は結晶成長面部分 1 2 b からのものが優先することとなり、結果として、u - G a N 層 1 5 の主面は半極性 { (1 1 - 2 2) } 面又は半極性 (1 0 - 1 2) 面、或いは半極性 (1 0 - 1 1) 面となる。

【 0 1 0 8 】

50

半導体基板 S を得た後、その上に以下のようにして各半導体層を形成する。

【0109】

< n 型 GaN 層の形成 >

反応容器内の圧力を 10 ~ 100 kPa とし、また、反応容器内にキャリアガス H₂ を 5 ~ 15 L/min (以下、ガス流量は基準状態 (0、1 気圧) での値とする) の流量で流通させながら、そこに V 族元素供給源 (NH₃)、III 族元素供給源 1 (TMG)、及び n 型ドーピング元素供給源 (SiH₄) を、それぞれの供給量が 0.1 ~ 5 L/min、50 ~ 150 μmol/min、及び 1 ~ 5 × 10⁻³ μmol/min となるように流す。

【0110】

このとき、図 16 (b) に示すように、u-GaN 層 15 に連続して n 型 GaN が u-GaN 層 15 と同一面方位にエピタキシャル成長して n 型 GaN 層 16 が形成される。u-GaN 層 15 上に成長させる n 型 GaN 層 16 の層厚さは約 2 ~ 10 μm である。

【0111】

< 多重量子井戸層の形成 >

サファイア基板 11 の温度を 800 程度とすると共に反応容器内の圧力を 10 ~ 100 kPa とし、また、反応容器内にキャリアガス N₂ を 5 ~ 15 L/min の流量で流通させながら、そこに V 族元素供給源 (NH₃)、III 族元素供給源 1 (TMG)、及び III 族元素供給源 2 (TMI) を、それぞれの供給量が 0.1 ~ 5 L/min、5 ~ 15 μmol/min、及び 2 ~ 30 μmol/min 流す。このとき、n 型 GaN 層 16 に連続して InGa_xN_{1-x} 層 17a (井戸層) が、n 型 GaN 層 16 と同一面方位、従って、u-GaN 層 15 と同一面方位にエピタキシャル成長して形成される。n 型 GaN 層 16 上に成長させる InGa_xN_{1-x} 層 17a の層厚さは 1 ~ 20 nm である。

【0112】

次いで、V 族元素供給源 (NH₃)、及び III 族元素供給源 (TMG) を、それぞれの供給量が 0.1 ~ 5 L/min、及び 5 ~ 15 μmol/min となるように流す。このとき、InGa_xN_{1-x} 層 17a に連続して GaN 層 17b (障壁層) が InGa_xN_{1-x} 層 17a と同一面方位、従って、n 型 GaN 層 16 及び u-GaN 層 15 と同一面方位にエピタキシャル成長して形成される。InGa_xN_{1-x} 層 17a 上に成長させる GaN 層 17b の層厚さは 5 ~ 20 nm である。

【0113】

そして、上記と同様の操作を交互に繰り返し、図 16 (c) に示すように、InGa_xN_{1-x} 層 17a と GaN 層 17b とを交互に形成することにより多重量子井戸層 17 を構成する。なお、多重量子井戸層 17 の発光波長は InGa_xN_{1-x} 層 17a の InN 混晶比と層厚に依存し、同じ層厚であれば InN 混晶比が高いほど発光波長は長波長となる。

【0114】

上記いずれの InGa_xN_{1-x} 層 17a 及び GaN 層 17b も n 型 GaN 層 16 及び u-GaN 層 15 と同一面方位の主面を有する。従って、GaN 層 17b の主面は半極性面であり、その半極性面上に InGa_xN_{1-x} 層 17a を形成することとなるので、ピエゾ分極の影響を低減することができ、このピエゾ分極の影響の低減により、発光効率の低下や注入電流の増大にともなう発光のピーク波長シフトといった問題を改善することができる。特に、多重量子井戸層 17 が InGa_xN_{1-x} 層 17a の InN 混晶比の高い緑色発光層 (発光波長約 520 nm の発光層) である場合、ピエゾ分極による影響を強く受けるので、顕著な改善効果を得ることができる。

【0115】

なお、活性層内から後述の p 型 GaN 層 18 への電流リークを防ぐために活性層形成後に p 型 AlGaInN からなる電流ブロック層を挿入してもよい。

【0116】

< p 型 GaN 層の形成 >

サファイア基板 11 の温度を 1000 ~ 1100 とすると共に反応容器内の圧力を 1

10

20

30

40

50

0 ~ 100 kPaとし、また、反応容器内にキャリアガスの H_2 を5 ~ 15 L/minの流量で流通させながら、そこにV族元素供給源(NH_3)、III族元素供給源(TM₃G)、及びp型ドーピング元素供給源(Cp_2Mg)を、それぞれの供給量0.1 ~ 5 L/min、50 ~ 150 $\mu mol/min$ 、及び0.03 ~ 30 $\mu mol/min$ 流す。

【0117】

このとき、図16(d)に示すように、多重量子井戸層17に連続してGaNがエピタキシャル成長してp型GaN層18が形成される。多重量子井戸層17上に成長させるp型GaN層18の層厚さは約100 nmである。

【0118】

なお、p型GaN層18をドーピング元素の濃度が相異なる複数の層で構成してもよい。

10

【0119】

(半導体発光素子の形成)

図16(e)に示すように、半導体層を積層形成したサファイア基板11を部分的に反応性イオンエッチングすることによりn型GaN層16を露出させた後、真空蒸着、スパッタリング、CVD等の方法によりn型GaN層16上にn型電極19n及びp型GaN層18上にp型電極19pをそれぞれ形成する。

【0120】

ここで、n型電極19nの電極材料としては、例えば、Ti/Al、Ti/Al/Mo/Au、Hf/Au等の積層構造、あるいは合金等が挙げられる。p型電極19pとしては、例えば、Pd/Pt/Au、Ni/Au、Pd/Mo/Au等の積層構造、あるいは合金等、又はITOなどの酸化物系透明導電材料が挙げられる。

20

【0121】

そして、サファイア基板11を劈開することにより矩形板状の各半導体発光素子10に分断する。各半導体発光素子10は、約300 $\mu m \times 300 \mu m$ である。

【0122】

以上のようにして製造した半導体発光素子10は、基板表面12が、r面の基板主面部分12aとそれとは面方位が異なると共にGaNのc面成長が可能な結晶成長面部分12bとを有するサファイア基板11と、サファイア基板11の基板表面12aにおける結晶成長面部分12bを起点としてGaNが結晶成長して基板主面部分12aの法線方向に成長するように形成された半極性面GaN層15とを備えた構成を有し、例えばGaN系発光ダイオードやGaN系半導体レーザとして使用される。

30

【0123】

[その他の実施形態]

なお、上記実施形態1~3では、半導体発光素子10としたが、特にこれに限定されるものではなく、トランジスタ、太陽電池等の他の電子デバイスであってもよい。

【0124】

上記実施形態1~3では、サファイア基板11を有する半導体発光素子10としたが、特にこれに限定されるものではなく、サファイア基板11の基板表面12における基板主面部分12aの法線方向に結晶成長して形成されたGaN層をサファイア基板11から分離してGaN基板の半導体基板とし、その上に半導体層を形成したものであってもよい。上記のようにサファイア基板11上に結晶成長して形成されたGaN層をサファイア基板11から分離したGaN基板の半導体基板では、従来の無極性面或いは半極性面のGaN基板に対して以下の特徴を有する。まず、厚膜成長したc面GaNを縦方向にGaN基板を切り出す従来法では、面積の小さい基板しか得られなかったのに対し、上記GaN基板は、サファイア基板と同じ大きさのものとなり、従って、大面積のものも得ることができる。また、r面サファイア基板、あるいはm面サファイア基板上にヘテロエピタキシャル成長することによって作製する第二の従来法では、転位密度及び積層欠陥密度が高いという問題点があったのに対し、上記GaN基板は、基板主面の法線方向への転位の伝搬を抑える形態になるので、転位密度が $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下、積層欠陥密度が $1 \times 10^2 \text{ c}$

40

50

m^{-1} 以下の高品質のものとなる。

【実施例】

【0125】

[実験例1]

(サンプル基板)

<サンプル基板1>

a面を主面とするサファイア基板上にm軸方向に延びるようにストライプ状にレジストをパターンニングし、次いで、スパッタリング法により約200nmの厚さのSiO₂の層を積層形成し、さらにその上に電子ビーム蒸着法(EB法)により厚さ約500nmのNiの層を積層形成した後、レジストを溶解し(リフトオフ法)、Ni(上側)/SiO₂(下側)なる積層構造のエッチングレジストパターンを形成した。このNi/SiO₂をエッチングレジストとし、反応性イオンエッチング(RIE)によりドライエッチングしてサファイア基板上にm軸方向に並行に延びる複数の断面コの字状の凹溝を形成した。凹溝は、溝開口幅が2μm、溝深さが約5μm、及び隣接する凹溝までの基板主面部分の間隔が4μmとなるように形成した。ドライエッチングの後、Ni層を酸系エッチャントにより除去し、この凹溝を形成加工したサファイア基板をサンプル基板1とした。このサンプル基板1は、基板表面が、SiO₂層により構成された結晶成長阻止層で表面被覆された基板主面部分と、c面である凹溝の側面により構成された表面露出した結晶成長面部分と、を有する。

10

【0126】

20

<サンプル基板2>

溝開口幅が3μm、溝深さが約5μm、及び隣接する凹溝までの基板主面部分の間隔が3μmとなるように凹溝を形成したことを除いて、サンプル基板1と同様に凹溝を形成加工したサファイア基板をサンプル基板2とした。

【0127】

(u-GaN層の形成)

<実施例1>

サンプル基板1について、MOVPE装置において、基板表面が上向きになるように石英トレイ上にセットした後、基板を1150に加熱すると共に反応容器内の圧力を100kPaとし、また、反応容器内にキャリアガスとしてH₂を10L/minの流量で流通させ、その状態を10分間保持することにより基板をサーマルクリーニングした。

30

【0128】

次いで、基板の温度を460とすると共に反応容器内の圧力を100kPaとし、また、反応容器内を流通させるキャリアガスをH₂10L/minの流量で流しながら、そこにV族元素供給源(NH₃)、及びIII族元素供給源(TMGa)を、それぞれの供給量が5L/min及び8μmol/minで凹溝の側面の結晶成長面部分に低温バッファ層約30nmを形成した。

【0129】

続いて、基板の温度を1150とすると共に反応容器内の圧力を100kPaとし、また、反応容器内を流通させるキャリアガスをH₂として、それを10L/minの流量で流通させながら、そこにV族元素供給源(NH₃)、及びIII族元素供給源(TMGa)を、それぞれの供給量が5L/min及び100μmol/minとなるように(V族元素/III族元素の供給モル比=2190)10分間流し、低温バッファ層の上にGaN(アンドープGaN)を結晶成長させることにより基板主面部分の法線方向に成長するように基板上にu-GaN層を形成した。

40

【0130】

<実施例2>

サンプル基板2について、実施例1と同様の操作を行って基板上にu-GaN層を形成した。

【0131】

50

< 実施例 3 >

サンプル基板 1 について、GaN の結晶成長時の反応容器内の圧力を 13 kPa、並びに V 族元素供給源 (NH₃) 及び III 族元素供給源 (TMG) の供給量をそれぞれ 0.7 L/min 及び 100 μmol/min (V 族元素 / III 族元素の供給モル比 = 310) としたことを除いて実施例 1 と同様の操作を行って基板上に u-GaN 層を形成した。

【0132】

< 実施例 4 >

サンプル基板 2 について、実施例 3 と同様の操作を行って基板上に u-GaN 層を形成した。

【0133】

(試験結果)

実施例 1 ~ 4 のそれぞれで得られた u-GaN 層について、X 線回折装置を用いて 2 スキャン測定することにより分析したところ、いずれについても u-GaN 層の主面に m 面のピークが観測され、サファイア基板の基板表面における基板主面部分の法線方向に m 面が結晶成長していることが確認された。

【0134】

また、実施例 3 及び 4 で得られた u-GaN 層では、帯状の GaN 結晶が会合して連なった一体物の u-GaN 層を構成する傾向が見られたが、これは、GaN の結晶成長時の圧力を 13 kPa とし、また、結晶成長時間を長くしたことによるためであると考えられる。特に、減圧下で結晶成長させることによる影響が大きいものと考えられる。

【0135】

[実験例 2]

(u-GaN 層形成基板)

< 実施例 5 >

r 面を主面とするサファイア基板上に a 軸方向に延びるようにストライプ状にレジストをパターンニングし、次いで、反応性イオンエッチング (RIE) によりドライエッチングしてサファイア基板上に a 軸方向に並行に延びる複数の断面台形状の凹溝を形成した。凹溝は、溝開口幅が約 3 μm、溝深さが約 1 μm、及び溝底面幅が約 2 μm、並びに隣接する凹溝までの基板主面部分の間隔が約 3 μm となるように形成した。ドライエッチングの後にレジストを除去した。

【0136】

このサファイア基板について、MOVPE 装置において、基板表面が上向きになるように石英トレイ上にセットした後、サファイア基板を 1150 に加熱すると共に反応容器内の圧力を 100 kPa とし、また、反応容器内にキャリアガスとして H₂ を 10 L/min の流量で流通させ、その状態を 10 分間保持することにより基板をサーマルクリーニングした。

【0137】

次いで、サファイア基板の温度を 460 とすると共に反応容器内の圧力を 100 kPa とし、また、反応容器内を流通させるキャリアガスを H₂ 10 L/min の流量で流しながら、そこに V 族元素供給源 (NH₃)、及び III 族元素供給源 (TMG) を、それぞれの供給量が 5 L/min 及び 8 μmol/min で凹溝の側面の結晶成長面部分に低温バッファ層約 30 nm を形成した。

【0138】

続いて、基板の温度を 1000 とすると共に反応容器内の圧力を 100 kPa とし、また、反応容器内を流通させるキャリアガスを H₂ とし、それを 10 L/min の流量で流通させながら、そこに V 族元素供給源 (NH₃)、及び III 族元素供給源 (TMG) を、それぞれの供給量が 5 L/min 及び 100 μmol/min となるように (V 族元素 / III 族元素の供給モル比 = 2190) 10 分間流し、低温バッファ層の上に GaN (アンドープ GaN) を結晶成長させることにより基板主面部分の法線方向に成長するように基板上に u-GaN 層を形成した。

10

20

30

40

50

【 0 1 3 9 】

< 実施例 6 >

c 軸方向へのオフ角度 θ が c 面に近づく方向をプラスとして -1° であるサファイア基板のミスカット基板を用いたことを除いて実施例 1 と同様にサファイア基板上に u-GaN 層を形成した。

【 0 1 4 0 】

< 実施例 7 >

オフ角度 θ が -0.5° であるサファイア基板のミスカット基板を用いたことを除いて実施例 1 と同様にサファイア基板上に u-GaN 層を形成した。

【 0 1 4 1 】

< 実施例 8 >

オフ角度 θ が $+0.5^\circ$ であるサファイア基板のオフカット基板を用いたことを除いて実施例 1 と同様にサファイア基板上に u-GaN 層を形成した。

【 0 1 4 2 】

< 実施例 9 >

オフ角度 θ が $+1^\circ$ であるサファイア基板のオフカット基板を用いたことを除いて実施例 1 と同様にサファイア基板上に u-GaN 層を形成した。

【 0 1 4 3 】

(試験結果)

実施例 5 ~ 9 のそれぞれで得られた u-GaN 層について、表面のノルマルスキー顕微鏡観察及び走査型電子顕微鏡観察を行ったところ、オフ角度 θ が大きくなるに従って表面の凹凸が多いことが分かった。

【 0 1 4 4 】

実施例 5 ~ 9 のそれぞれで得られた u-GaN 層について、X 線回折装置を用いて、(1 1 - 2 2) 面の c 軸入射、(1 1 - 2 2) 面の m 軸入射、及び c 面反射のそれぞれの方
向から X 線を照射したときの半値全幅 (F W H M) を求めたところ、図 1 7 に示す結果が得られた。図 1 7 によれば、(1 1 - 2 2) 面の c 軸入射の場合、オフ角度 θ が小さくなるに従って結晶性が高くなる傾向が伺える。(1 1 - 2 2) 面の m 軸入射及び c 面反射の場合、オフ角度 θ が -0.5° のときに最も結晶性が高いことが分かる。

【 産業上の利用可能性 】

【 0 1 4 5 】

本発明は、半導体基板及びその製造方法、並びにそれを用いた電子デバイス及び半導体発光素子について有用である。

【 符号の説明 】

【 0 1 4 6 】

- S 半導体基板
- 1 0 半導体発光素子
- 1 1 サファイア基板
- 1 2 基板表面
- 1 2 a 基板主面部分
- 1 2 b 結晶成長面部分
- 1 3 結晶成長阻止層
- 1 4 凹溝
- 1 5 u-GaN 層 (半極性面 GaN 層)
- 1 7 多重量子井戸層
- 1 7 a InGaN 層 (量子井戸層)
- 1 7 b GaN 層 (障壁層)

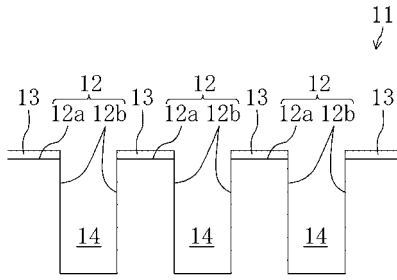
10

20

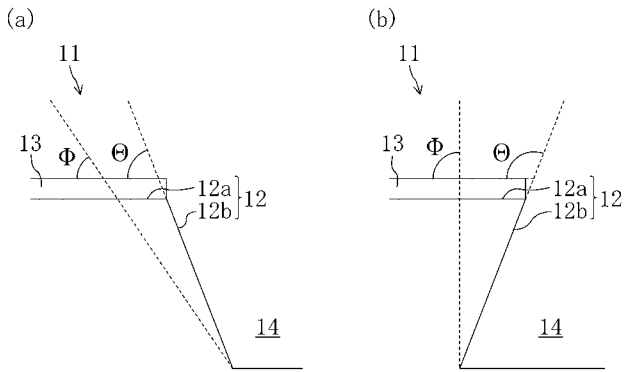
30

40

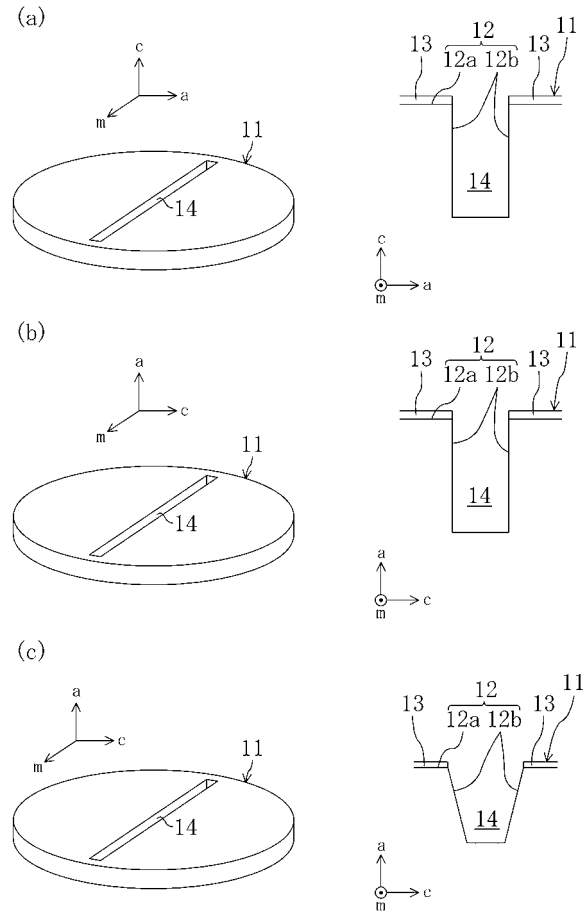
【 図 1 】



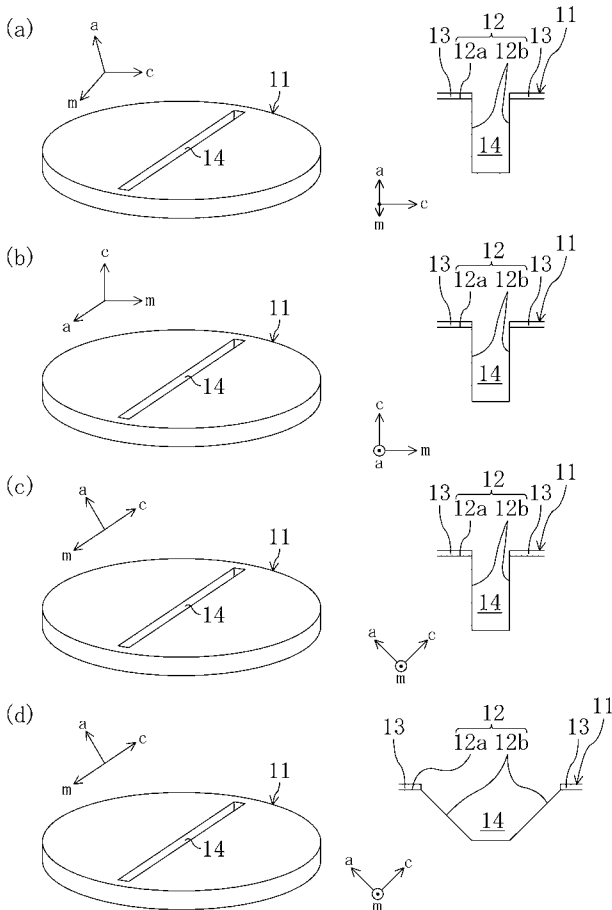
【 図 2 】



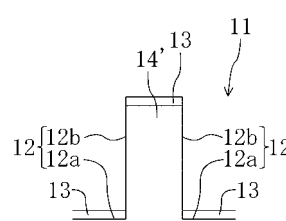
【 図 3 】



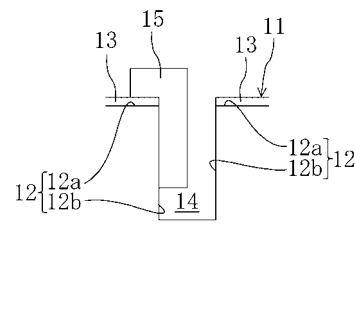
【 図 4 】



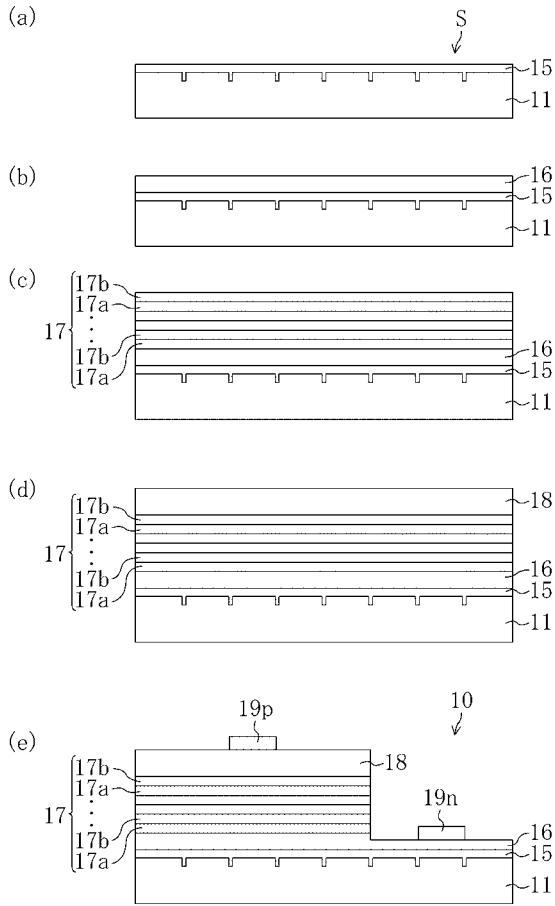
【 図 5 】



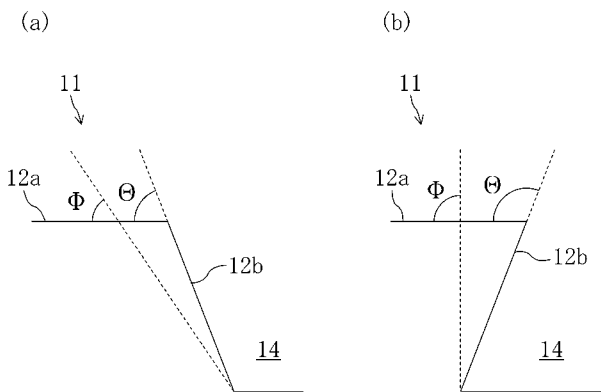
【 図 6 】



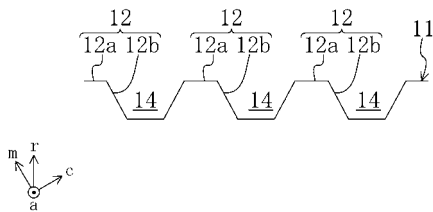
【 図 7 】



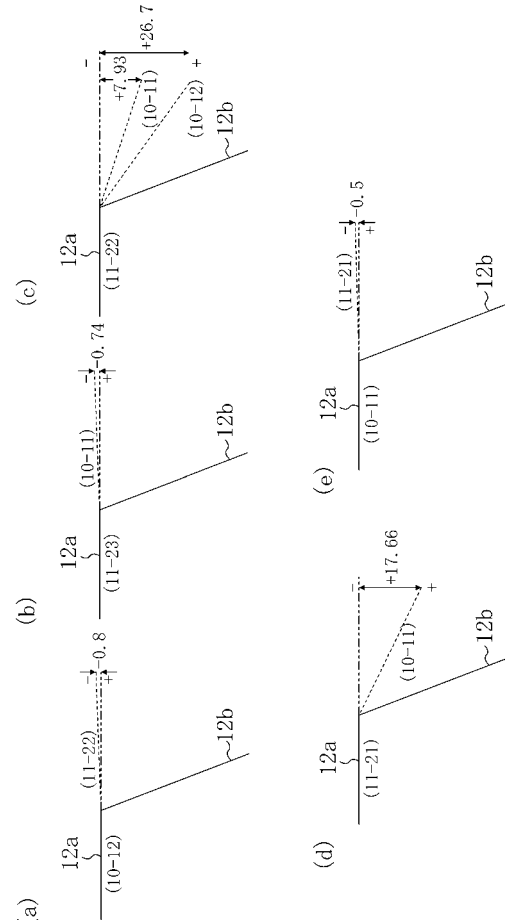
【 図 9 】



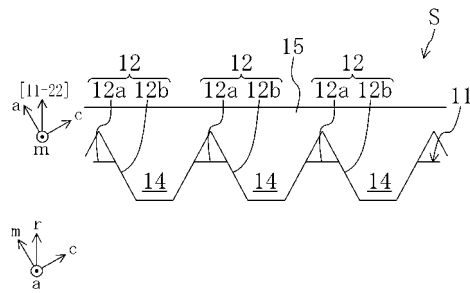
【 図 10 】



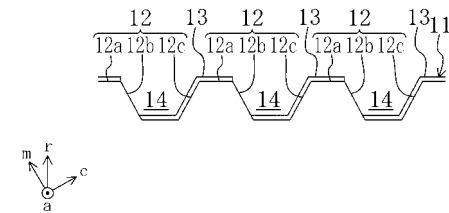
【 図 8 】



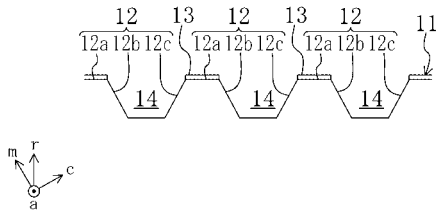
【 図 11 】



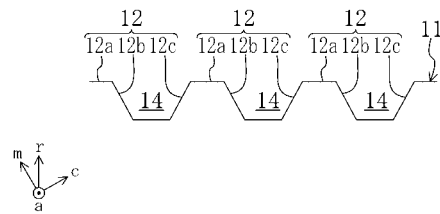
【 図 12 】



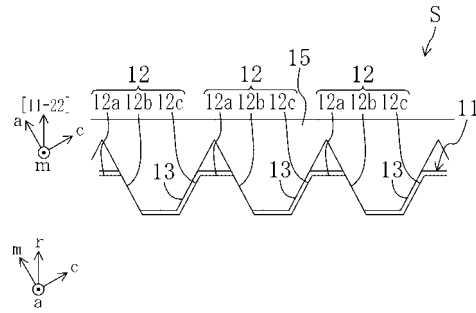
【 図 1 3 】



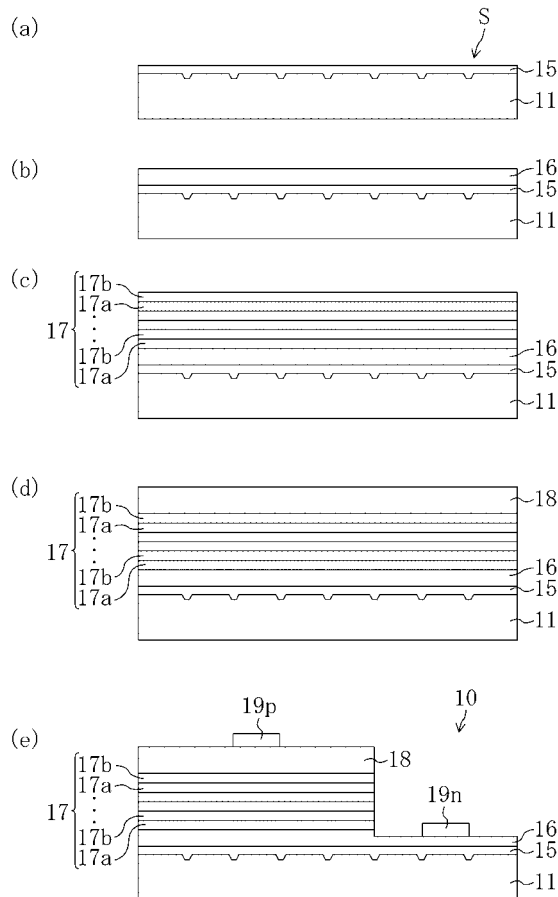
【 図 1 4 】



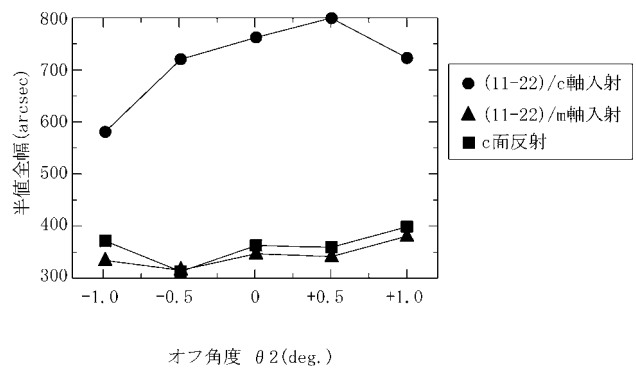
【 図 1 5 】



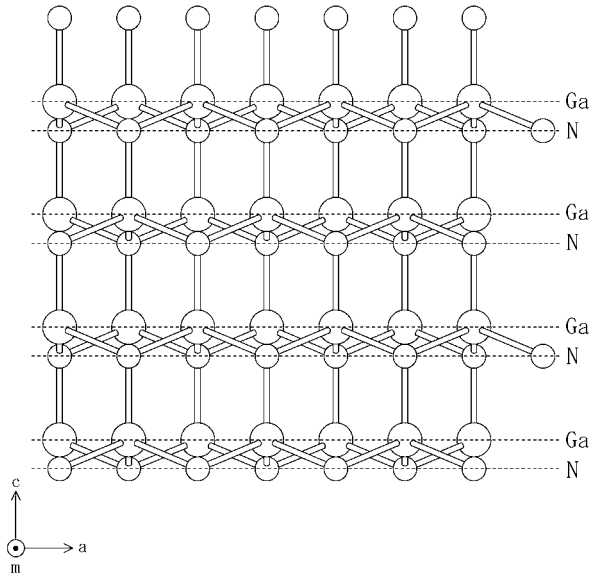
【 図 1 6 】



【 図 1 7 】



【 図 1 8 】



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/003960

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER H01L21/205(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C30B29/38(2006.01)i		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01L21/205, C23C16/34, C30B29/38		
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 1996-2009 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2009 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2009		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2006-36561 A (Toyoda Gosei Co., Ltd.), 09 February, 2006 (09.02.06), Claims 1 to 7, 9, 11 to 13; Par. Nos. [0078] to [0098], [0113] to [0119]; Figs. 8-B to D, 9-A to C (Family: none)	1-5,9-14 6-8
P,X	JP 2008-288461 A (Sony Corp.), 27 November, 2008 (27.11.08), Par. Nos. [0039], [0058] to [0059]; Figs. 16, 30 & US 2008/0283846 A1 & EP 1993150 A2 & KR 10-2008-0101805 A & CN 101409231 A	1,3,4,10,11, 13
E,X	JP 2009-184842 A (Toyoda Gosei Co., Ltd.), 20 August, 2009 (20.08.09), Par. Nos. [0013] to [0020]; Figs. 1, 2 (Family: none)	1-4,10-14
<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	"T"
"E"	earlier application or patent but published on or after the international filing date	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
"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)	"X"
"O"	document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	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
"P"	document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"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 08 September, 2009 (08.09.09)		Date of mailing of the international search report 15 September, 2009 (15.09.09)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office		Authorized officer
Facsimile No.		Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/003960

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-209062 A (Sony Corp.), 25 July, 2003 (25.07.03), Full text; all drawings (Family: none)	1-14
A	JP 2003-347585 A (Nobuhiko SAWAKI), 05 December, 2003 (05.12.03), Full text; all drawings & US 6844572 B2 & US 2003/0178702 A1	1-14

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/003960

Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

The results of the international search revealed that the common feature of the inventions in claims 1-14 is not novel, since the invention in claim 1 is disclosed in document JP 2006-36561 A (Toyoda Gosei Co., Ltd.), 9 February, 2006 (09.02.06), in claims 1-7, 9 and 11-13, paragraphs [0078]-[0098] and [0113]-[0119], and Figs. 8-B to 8-D and Figs. 9-A to 9-C (no family).

As a result, since the above-mentioned common feature does not make a contribution over prior art, the common feature is not a special technical feature in the meaning of PCT Rule 13.2, second sentence.

1. As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest
the

- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, payment of a protest fee.
- The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.
- No protest accompanied the payment of additional search fees.

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2009/003960									
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H01L21/205(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C30B29/38(2006.01)i											
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. H01L21/205, C23C16/34, C30B29/38											
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>1971-2009年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2009年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2009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	1971-2009年	日本国実用新案登録公報	1996-2009年	日本国登録実用新案公報	1994-2009年
日本国実用新案公報	1922-1996年										
日本国公開実用新案公報	1971-2009年										
日本国実用新案登録公報	1996-2009年										
日本国登録実用新案公報	1994-2009年										
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)											
C. 関連すると認められる文献											
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号									
X A	JP 2006-36561 A (豊田合成株式会社) 2006.02.09, 請求項1-7, 9, 11-13, 【0078】-【0098】、【0113】-【0119】、図8-B~D、図9-A~C (ファミリーなし)	1-5, 9-14 6-8									
P, X	JP 2008-288461 A (ソニー株式会社) 2008.11.27, 【0039】、【0058】-【0059】、図16, 30 & US 2008/0283846 A1 & EP 1993150 A2 & KR 10-2008-0101805 A & CN 101409231 A	1, 3, 4, 10, 11, 13									
E, X	JP 2009-184842 A (豊田合成株式会社) 2009.08.20, 【0013】	1-4, 10-14									
<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 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願		の日の後に公表された文献 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」同一パテントファミリー文献									
国際調査を完了した日 08.09.2009		国際調査報告の発送日 15.09.2009									
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 大塚 徹	4 R 3949								
		電話番号 03-3581-1101	内線 3471								

国際調査報告		国際出願番号 PCT/JP2009/003960
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
	－ 【0020】、図1, 2 (ファミリーなし)	
A	JP 2003-209062 A (ソニー株式会社) 2003.07.25, 全文、全図 (ファミリーなし)	1-14
A	JP 2003-347585 A (澤木宣彦) 2003.12.05, 全文、全図 & US 6844572 B2 & US 2003/0178702 A1	1-14

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP2009/003960

第II欄 請求の範囲の一部の調査ができないときの意見 (第1ページの2の続き)

法第8条第3項 (PCT17条(2)(a)) の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

1. 請求項 _____ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。つまり、
2. 請求項 _____ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、
3. 請求項 _____ は、従属請求の範囲であってPCT規則6.4(a)の第2文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第III欄 発明の単一性が欠如しているときの意見 (第1ページの3の続き)

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

調査の結果、請求項1に係る発明は、文献JP 2006-36561 A (豊田合成株式会社) 2006.02.09, 請求項1-7, 9, 11-13, 【0078】-【0098】、【0113】-【0119】、図8-B~D、図9-A~C (ファミリーなし)に開示されているから、請求項1-14に係る発明における共通事項は新規でないことが明らかになった。

結果として、前記共通事項は先行技術の域を出ないから、PCT規則13.2の第2文の意味において、前記共通事項は特別な技術的特徴ではない。

1. 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。
2. 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。
3. 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。
4. 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったため、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

- 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。
- 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。
- 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。

様式PCT/ISA/210 (第1ページの続葉(2)) (2007年4月)

フロントページの続き

(51) Int. Cl. F I テーマコード (参考)
C 3 0 B 25/18 (2006.01) C 3 0 B 25/18

(81) 指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, 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, HU, 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, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(74) 代理人 100117710
 弁理士 原田 智雄
 (74) 代理人 100121728
 弁理士 井関 勝守
 (74) 代理人 100124671
 弁理士 関 啓
 (74) 代理人 100131060
 弁理士 杉浦 靖也
 (74) 代理人 100131200
 弁理士 河部 大輔
 (74) 代理人 100131901
 弁理士 長谷川 雅典
 (74) 代理人 100132012
 弁理士 岩下 嗣也
 (74) 代理人 100141276
 弁理士 福本 康二
 (74) 代理人 100143409
 弁理士 前田 亮
 (74) 代理人 100157093
 弁理士 間脇 八蔵
 (74) 代理人 100163186
 弁理士 松永 裕吉
 (74) 代理人 100163197
 弁理士 川北 憲司
 (74) 代理人 100163588
 弁理士 岡澤 祥平

(72) 発明者 只友 一行
 山口県宇部市常盤台 2 - 1 6 - 1 国立大学法人山口大学工学部内

(72) 発明者 岡田 成仁
 山口県宇部市常盤台 2 - 1 6 - 1 国立大学法人山口大学工学部内

F ターム (参考) 4G077 AA03 BE15 DB08 ED04 ED05 ED06 FJ03 HA02 HA05 HA12
 TK01 TK04 TK06 TK11
 5F041 AA31 CA05 CA23 CA34 CA40 CA49 CA57 CA65 CA66 CA74
 CA83 CA92 CB11
 5F045 AA04 AB14 AC08 AC12 AF09 AF12 BB12 CA10 DA55 DB02
 DB04
 5F173 AG12 AH22 AH44 AP05 AP09 AP19 AP23 AP32 AP33 AP92
 AR99

(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。