

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2017-30984  
(P2017-30984A)

(43) 公開日 平成29年2月9日(2017.2.9)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)		
<b>C30B</b>	<b>25/04</b>	<b>(2006.01)</b>	C30B	25/04		4G077		
<b>C30B</b>	<b>29/38</b>	<b>(2006.01)</b>	C30B	29/38	D	4K030		
<b>C23C</b>	<b>16/34</b>	<b>(2006.01)</b>	C23C	16/34		5F045		
<b>C23C</b>	<b>16/02</b>	<b>(2006.01)</b>	C23C	16/02				
<b>H01L</b>	<b>21/205</b>	<b>(2006.01)</b>	H01L	21/205				

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2015-149146 (P2015-149146)  
(22) 出願日 平成27年7月29日 (2015.7.29)

(出願人による申告) 国等の委託研究の成果に係る特許出願 (平成26年度 独立行政法人科学技術振興機構 研究成果展開事業 スーパークラスタープログラム、産業技術力強化法第19条の適用を受ける特許出願)

(71) 出願人 304020177  
国立大学法人山口大学  
山口県山口市吉田1677-1  
(74) 代理人 110001427  
特許業務法人前田特許事務所  
(72) 発明者 岡田 成仁  
山口県宇部市常盤台2-16-1 国立大学法人山口大学工学部内  
(72) 発明者 只友 一行  
山口県宇部市常盤台2-16-1 国立大学法人山口大学工学部内

最終頁に続く

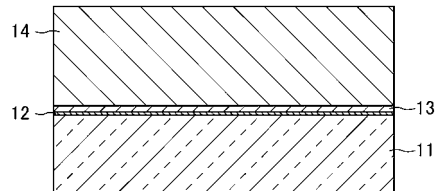
(54) 【発明の名称】 半導体基板の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 ベース基板上に結晶品質が良好な半導体層を得る。

【解決手段】 半導体基板の製造方法では、ベース基板11の表面を、多数の開口が形成された薄膜12で被覆する。薄膜12の多数の開口から露出したベース基板11の表面から相対的に低温で半導体を堆積させて薄膜上にLT-半導体層13を形成する。その後、LT-半導体層13から相対的に高温で半導体を結晶成長させてLT-半導体層13上にHT-半導体層14を形成する。

【選択図】 図4



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

ベース基板の表面を、多数の開口が形成された薄膜で被覆し、前記薄膜の多数の開口から露出した前記ベース基板の表面から相対的に低温で半導体を堆積させて前記薄膜上に L T -半導体層を形成した後、前記 L T -半導体層から相対的に高温で半導体を結晶成長させて前記 L T -半導体層上に H T -半導体層を形成する半導体基板の製造方法。

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載された半導体基板の製造方法において、前記 L T -半導体層及び前記 H T -半導体層を H V P E 法で形成する半導体基板の製造方法。

10

## 【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載された半導体基板の製造方法において、前記薄膜が厚さ 0 . 1 ~ 1 0 0 n m である半導体基板の製造方法。

## 【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の製造方法において、前記多数の開口の口径が 1 ~ 5 0 0 n m である半導体基板の製造方法。

## 【請求項 5】

請求項 1 乃至 4 のいずれかに記載された半導体基板の製造方法において、前記 L T -半導体層を形成する前に、 $N_2$  ガス及び  $NH_3$  ガスを供給しながら、前記薄膜で表面を被覆した前記ベース基板をサーマルクリーニングする半導体基板の製造方法。

20

## 【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の製造方法において、前記ベース基板がサファイア基板、前記薄膜がシリコン窒化膜の薄膜、並びに前記 L T -半導体層及び前記 H T -半導体層を形成する半導体が G a N であ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の製造方法に関する。

30

## 【背景技術】

## 【0002】

高品質の半導体発光・電子デバイス等の半導体装置を製造するという観点から、G a N 基板に対するニーズが高まっている。

## 【0003】

その G a N 基板の製造方法について、例えば、特許文献 1 には、S i 基板上に第 1 の G a N 層を形成し、エッチングで S i 基板を除去した後、第 1 の G a N 層の表面に複数の空隙を有する S i を含む薄膜を設け、それらの複数の空隙に露出した第 1 の G a N 層から結晶成長した第 2 の G a N 層を形成する G a N 基板の製造方法が開示されている。

## 【0004】

特許文献 2 には、サファイア基板上に第 1 の G a N 層を形成し、その表面に周期的なストライプ状のシリコン窒化膜のマスクを設け、S i N x 膜のマスクの間に露出した第 1 の G a N 層から結晶成長した第 2 の G a N 層を形成する G a N 基板の製造方法が開示されている。

40

## 【0005】

特許文献 3 には、サファイア基板上に単結晶の緩衝層を設け、その上に G a N 層を形成する G a N 基板の製造方法が開示されている。

## 【0006】

特許文献 4 には、サファイア基板上に網目構造の金属膜を形成し、その金属膜の網目を通して G a N 層を形成する G a N 基板の製造方法が開示されている。

50

## 【 0 0 0 7 】

ところで、GaN基板に対するニーズが高まっているにも拘わらず、その市場規模が小さい理由として、GaN基板が高価であること及び結晶品質が十分でないことが挙げられる。GaN基板が高価であるのは、製造工程の煩雑さが原因であり、その煩雑さを省略しようとする、GaN基板の結晶品質が著しく低下してしまうこととなる。例えば、通常、GaN基板の製造では、結晶成長速度の速いHVPE (Hydride Vapor Phase Epitaxy) 法が採用されるが、サファイア基板上にHVPE法で直接的に結晶成長させたGaNは、MOVPE (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) 法で製造したGaNの結晶品質に遠く及ばない。具体的には、非特許文献1に、GaNの結晶性の指標となるXRC-FWHM (X線ロッキングカーブ半値幅) について、MOVPE法で製造したGaNでは200 arcsecであるのに対し、サファイア基板上にHVPE法で直接的に結晶成長させたGaNでは600 arcsecと、前者の3倍であり、前者と比べて後者の結晶品質が非常に低いことが開示されている。

10

## 【 先行技術文献 】

## 【 特許文献 】

## 【 0 0 0 8 】

【 特許文献1 】特開2005-057064号公報

【 特許文献2 】特開2006-237541号公報

【 特許文献3 】特開2007-103955号公報

【 特許文献4 】特開2005-119921号公報

20

## 【 非特許文献 】

## 【 0 0 0 9 】

【 非特許文献1 】Journal of Crystal Growth 290 (2006) 473-478

## 【 発明の概要 】

## 【 発明が解決しようとする課題 】

## 【 0 0 1 0 】

本発明の課題は、ベース基板上に結晶品質が良好な半導体層を得ることである。

## 【 課題を解決するための手段 】

## 【 0 0 1 1 】

本発明は、ベース基板の表面を、多数の開口が形成された薄膜で被覆し、前記薄膜の多数の開口から露出した前記ベース基板の表面から相対的に低温で半導体を堆積させて前記薄膜上にLT-半導体層を形成した後、前記LT-半導体層から相対的に高温で半導体を結晶成長させて前記LT-半導体層上にHT-半導体層を形成する半導体基板の製造方法である。

30

## 【 発明の効果 】

## 【 0 0 1 2 】

本発明によれば、ベース基板の表面を被覆する薄膜に形成された多数の開口から露出したベース基板の表面から相対的に低温で半導体を堆積させて薄膜上にLT-半導体層を形成した後、LT-半導体層から相対的に高温で半導体を結晶成長させてLT-半導体層上にHT-半導体層を形成することにより、ベース基板上に結晶品質が良好なHT-半導体層を得ることができる。

40

## 【 図面の簡単な説明 】

## 【 0 0 1 3 】

【 図1A 】表面を薄膜で被覆したベース基板の断面図である。

【 図1B 】表面を薄膜で被覆したベース基板の斜視図である。

【 図2 】LT-半導体層の形成を示す説明図である。

【 図3 】HVPE装置の構成を示す図である。

【 図4 】HT-半導体層の形成を示す説明図である。

【 図5 】半導体基板の分離を示す説明図である。

【 図6 】半導体発光素子の断面図である。

50

【図 7】 LT-GaN 層及び HT-GaN 層の形成のタイミングチャートである。

【図 8 A】 実施例の HT-GaN 層の表面をデジタルカメラで撮影した写真である。

【図 8 B】 比較例の HT-GaN 層の表面をデジタルカメラで撮影した写真である。

【図 9 A】 実施例の HT-GaN 層の表面の顕微鏡観察写真のノマルスキー像である。

【図 9 B】 比較例の HT-GaN 層の表面の顕微鏡観察写真のノマルスキー像である。

【図 10 A】 実施例の HT-GaN 層の表面の走査型電子顕微鏡による観察写真である。

【図 10 B】 参考例の HT-GaN 層の表面の走査型電子顕微鏡による観察写真である。

【図 11 A】 実施例の HT-GaN 層の表面の CL 像である。

【図 11 B】 参考例の HT-GaN 層の表面の CL 像である。

【発明を実施するための形態】

10

【0014】

以下、実施形態について図面に基づいて詳細に説明する。

【0015】

(ベース基板準備)

実施形態に係る半導体基板の製造方法では、まず、図 1 A 及び B に示すようなベース基板 11 を準備する。

【0016】

ベース基板 11 としては、例えば、サファイア基板 ( $Al_2O_3$  のコランダム構造の単結晶の基板)、SiC 基板、Si 基板、GaAs 基板等が挙げられる。これらのうちサファイア基板が好ましい。ベース基板 11 の厚さは例えば  $100\ \mu m \sim 1\ cm$  である。

20

【0017】

ベース基板 11 の主面は、a 面  $\langle \{11-20\}$  面  $\rangle$ 、c 面  $\langle \{0001\}$  面  $\rangle$ 、m 面  $\langle \{1-100\}$  面  $\rangle$ 、及び r 面  $\langle \{1-102\}$  面  $\rangle$  のいずれであってもよく、また、他の面方位の結晶面であってもよい。本願における「主面」とは、後述の半導体層の積層方向に対して垂直な面をいい、通常は表面における最も広い面である。

【0018】

ベース基板 11 の表面は、主面のみで構成されていてもよく、また、凹部側面又は凸部側面を含んでいてもよい。これらの凹部側面或いは凸部側面は、a 面  $\langle \{11-20\}$  面  $\rangle$ 、c 面  $\langle \{0001\}$  面  $\rangle$ 、m 面  $\langle \{1-100\}$  面  $\rangle$ 、及び r 面  $\langle \{1-102\}$  面  $\rangle$  のいずれであってもよく、他の面方位の結晶面であってもよい。

30

【0019】

(薄膜被覆)

実施形態に係る半導体基板の製造方法では、図 1 A 及び B に示すように、ベース基板 11 の表面を、多数の開口 12 a が形成された薄膜 12 で被覆する。

【0020】

薄膜 12 の膜厚は、好ましくはモノレイヤー以上であり、具体的には、好ましくは  $0.1\ nm$  以上、より好ましくは  $0.2\ nm$  以上であり、また、好ましくは  $100\ nm$  以下、より好ましくは  $10\ nm$  以下、更に好ましくは  $4\ nm$  以下である。薄膜 12 に形成された開口 12 a の口径は、好ましくはナノサイズであり、具体的には、好ましくは  $1\ nm$  以上、より好ましくは  $5\ nm$  以上、更に好ましくは  $20\ nm$  以上であり、また、好ましくは  $500\ nm$  以下、より好ましくは  $100\ nm$  以下である。

40

【0021】

薄膜 12 としては、例えば、シリコン窒化膜 ( $Si_3N_4$ ) が挙げられる。口径がナノサイズの多数の開口 12 a が形成されたシリコン窒化膜の薄膜 12 は、プラズマ CVD (Chemical Vapor Deposition) 法で堆積時間を例えば  $1 \sim 10$  秒程度とすることにより容易に成膜することができる。なお、シリコン窒化膜は、HVPE (Hydride Vapor Phase Epitaxy) 法で成膜することもできるが、膜厚が均一で品質の良好なシリコン窒化膜を得る観点からは、プラズマ CVD 法で成膜することが好ましい。

【0022】

薄膜 12 は、 $SiO_2$  膜等の酸化膜で構成してもよく、成長炉を工夫すれば、これらは

50

H V P E 法で成膜することができる。薄膜 1 2 は、その他の誘電体膜で構成してもよく、また、T i、N i、T a、M o、C r 等の金属膜で構成してもよい。

【 0 0 2 3 】

薄膜 1 2 の成膜方法は、プラズマ C V D 法や H V P E 法その他、蒸着法やスパッタリング法などの P V D (Physical Vapor Deposition) 法であってもよい。

【 0 0 2 4 】

( L T - 半 導 体 層 形 成 )

実施形態に係る半導体基板の製造方法では、図 2 に示すように、薄膜 1 2 の多数の開口 1 2 a から露出したベース基板 1 1 の表面から相対的に低温で半導体を堆積させて薄膜 1 2 上に L T - 半 導 体 層 1 3 を形成する。

10

【 0 0 2 5 】

薄膜 1 2 上の L T - 半 導 体 層 1 3 の厚さは、好ましくは 1 0 n m 以上、より好ましくは 2 0 n m 以上であり、また、好ましくは 1 μ m 以下、より好ましくは 0 . 2 μ m 以下である。

【 0 0 2 6 】

L T - 半 導 体 層 1 3 を形成する半導体は、配向性を有する結晶であることが好ましいが、アモルファスライクであってもよい。従って、L T - 半 導 体 層 1 3 を形成する半導体は、アモルファスライクであってもよいので、有効な形成条件の範囲を非常に広くとることができる。

【 0 0 2 7 】

L T - 半 導 体 層 1 3 を形成する半導体としては、例えば、G a N、I n N、A l N 等が挙げられるが、これらのうち G a N が好ましい。

20

【 0 0 2 8 】

L T - 半 導 体 層 1 3 の形成方法としては、例えば、H V P E (Hydride Vapor Phase Epitaxy) 法、M O V P E (Metal Organic Chemical Vapor Deposition) 法、M B E (Molecular Beam Epitaxy) 法等が挙げられるが、これらのうち堆積速度が速いという観点では H V P E 法が好ましい。

【 0 0 2 9 】

図 3 は H V P E 装置 2 0 の一例を示す。

【 0 0 3 0 】

H V P E 装置 2 0 は、外周にヒータ 2 1 a が設けられた反応室 2 1 を備えている。

30

【 0 0 3 1 】

反応室 2 1 にはガス供給系 2 2 が設けられている。ガス供給系 2 2 は、G a C l ガス供給部 2 3、窒素源ガス供給部 2 4、及びキャリアガス供給部 2 5 を有する。G a C l ガス供給部 2 3 は、反応室 2 1 内に設けられた金属 G a の融液を貯留するためのリザーバ 2 3 a、反応室 2 1 内に外部から導入されてリザーバ 2 3 a に接続された H C l ガス供給管 2 3 b、及びリザーバ 2 3 a から延びて反応室 2 1 内で開口した G a C l ガス供給管 2 3 c で構成されている。窒素源ガス供給部 2 4 及びキャリアガス供給部 2 5 は、それぞれガス供給管で構成されている。なお、G a C l ガス供給部 2 3 の H C l ガス供給管 2 3 b、窒素源ガス供給部 2 4、及びキャリアガス供給部 2 5 は、それぞれのガス供給源から延びて

40

【 0 0 3 2 】

G a C l ガス供給部 2 3 では、H C l ガス供給管 2 3 b からリザーバ 2 3 a に H C l ガスが供給され、その H C l ガスがリザーバ 2 3 a 内の融解した G a と接触して反応することにより G a C l ガスを生成し、その G a C l ガスを、G a C l ガス供給管 2 3 c を介して反応室 2 1 内に供給するように構成されている。窒素源ガス供給部 2 4 及びキャリアガス供給部 2 5 は、それぞれ窒素源ガス及びキャリアガスを反応室 2 1 内に供給するように構成されている。なお、G a C l ガス供給部 2 3、窒素源ガス供給部 2 4、及びキャリアガス供給部 2 5 のそれぞれのガス流量はマスフローコントローラにより制御されている。

【 0 0 3 3 】

50

反応室 21 には、ベース基板 11 を支持する基板支持部 26 が設けられている。また、反応室 21 からは外部に管状のガス排出部 27 が延びている。

【0034】

以上の構成のHVPE装置20を用いてGaNのLT-半導体層13を形成する場合、薄膜12で表面を被覆したベース基板11を基板支持部26にセットした後、まず、キャリアガス供給部25からキャリアガスを供給しながらサーマルクリーニングを行うことが好ましい。キャリアガスとしては、例えば、 $H_2$ ガス、 $N_2$ ガス等が挙げられる。キャリアガスは、単一種だけを用いても、また、複数種を用いても、どちらでもよい。薄膜12を保護する観点からは、単一種の $N_2$ ガスを用いることが好ましい。同様の観点から、サーマルクリーニングの間、窒素源ガス供給部24からキャリアガスとして窒素源ガス( $NH_3$ ガス)も供給することが好ましい。クリーニング温度は例えば900~1150であり、クリーニング時間は例えば1~20分である。

10

【0035】

その後、反応室21内に、キャリアガス供給部25からのキャリアガスの供給を継続しながら、GaClガス供給部23からGaClガス、及び窒素源ガス供給部24から窒素源ガスをそれぞれ供給し、GaClと窒素源とを反応させる。

【0036】

窒素源ガスとしては、例えば $NH_3$ ガス等が挙げられる。窒素源ガスは、単一種だけを用いても、また、複数種を用いても、どちらでもよい。

【0037】

LT-半導体層13を形成する成長条件として、反応室21内の温度、つまり、成長温度は、好ましくは400以上、より好ましくは500以上であり、また、好ましくは700以下、より好ましくは600以下である。反応室21内の圧力は、好ましくは $1 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$  Pa、より好ましくは $5 \times 10^4 \sim 1.5 \times 10^5$  Paである。V(窒素源ガス)/III(GaClガス)の流量比は、好ましくは1~40、より好ましくは5~20である。

20

【0038】

(HT-半導体層形成)

実施形態に係る半導体基板の製造方法では、図4に示すように、LT-半導体層13を形成した後、LT-半導体層13から相対的に高温で半導体を結晶成長させてLT-半導体層13上にHT-半導体層14を形成する。

30

【0039】

HT-半導体層14を形成する半導体は、配向性を有する結晶であり、その主面は、a面<{11-20}面>、c面<{0001}面>、m面<{1-100}面>、及びr面<{1-102}面>のいずれであってもよく、また、他の面方位の結晶面であってもよく、更に、極性面であっても、非極性面であっても、半極性面であっても、いずれでもよい。

【0040】

HT-半導体層14を形成する半導体としては、例えば、GaN、InN、AlN等が挙げられるが、これらのうちGaNが好ましい。

40

【0041】

HT-半導体層14の形成方法としては、例えば、HVPE法、MOVPE法、MBE法等が挙げられるが、これらのうち結晶成長速度が速いという観点からはHVPE法が好ましい。HT-半導体層14の形成方法は、LT-半導体層13の形成方法と同一であることが好ましい。

【0042】

図3に示すHVPE装置20を用いてGaNのLT-半導体層13を形成した後、その上にGaNのHT-半導体層14を形成する場合、反応室21内を昇温し、反応室21内に、GaClガス供給部23からGaClガス、窒素源ガス供給部24から窒素源ガス、及びキャリアガス供給部25からキャリアガスをそれぞれ供給し、GaClと窒素源とを

50

反応させる。

【0043】

窒素源ガス及びキャリアガスとしては、LT-半導体層13の形成に用いたのと同じのものを用いることが好ましい。

【0044】

HT-半導体層14を形成する結晶成長条件として、反応室21内の温度、つまり、結晶成長温度は、LT-半導体層13の形成時の結晶成長温度よりも高く、好ましくは900以上、より好ましくは950以上であり、また、好ましくは1200以下、より好ましくは1150以下である。反応室21内の圧力は、好ましくは $1 \times 10^4 \sim 2 \times 10^5$  Pa、より好ましくは $5 \times 10^4 \sim 1.5 \times 10^5$  Paである。反応室21内の圧力は、LT-半導体層13の形成時の圧力条件と同一であることが好ましい。

10

【0045】

なお、HT-半導体層14を形成させた後、その表面を平坦化させるために研磨を行ってもよい。

【0046】

(半導体基板の分離)

実施形態に係る半導体基板の製造方法では、ベース基板11からLT-半導体層13及びHT-半導体層14、又は、HT-GaN層14を分離して、図5に示すように半導体基板10を作製する。半導体基板10の厚さは例えば200~1000 $\mu$ mである。このベース基板11からの半導体基板10の分離は、それらの熱膨張係数の相違を利用することにより容易に行うことができる。

20

【0047】

なお、ベース基板11上にLT-半導体層13及びHT-半導体層14が形成されたものをそのまま半導体基板とすることもできる。

【0048】

半導体基板10は、例えば、発光ダイオードや半導体レーザなどの半導体発光素子、太陽電池、電子デバイス等の半導体装置の製造に用いられる。例えば、図6に示すような半導体発光素子Lを製造する場合、半導体基板10上に、MOVPE法等でn型半導体層15、多重量子井戸層16、及びp型半導体層17を順に形成した後、部分的に反応性イオンエッチング等でn型半導体層15を露出させ、スパッタリング法等でn型半導体層15上にn型電極18及びp型半導体層17上にp型電極19をそれぞれ形成すればよい。

30

【0049】

以上に説明した実施形態に係る半導体基板の製造方法によれば、ベース基板11の表面を被覆する薄膜12に形成された多数の開口12aから露出したベース基板11の表面から相対的に低温で半導体を堆積させて薄膜12上にLT-半導体層13を形成した後、LT-半導体層13から相対的に高温で半導体を結晶成長させてLT-半導体層13上にHT-半導体層14を形成することにより、ベース基板11上に結晶品質が良好なHT-半導体層14を得ることができる。従って、これにより、結晶品質が良好で、大口径で、且つ低コストの半導体基板を製造することができる。

【0050】

また、本来HVPE法は、厚膜を堆積させるのに長けた方法であり、薄膜の堆積には適しない。MOVPE法で低温においてGaNの薄膜を成膜する場合、その膜厚は30nmが最適といわれているが、HVPE法でその膜厚を制御することは難しく、更なる上に条件を合わせてHVPE法で高温において厚膜のGaN膜を最適化して成膜することには困難を伴う。しかしながら、実施形態に係る半導体基板の製造方法によれば、HVPE法で薄膜12上に形成されたLT-半導体層13は、三次元の核形成を促すこととなり、HVPE法でHT-半導体層14が好適に結晶成長するバッファ層として機能する。つまり、HVPE法で薄膜12上にLT-半導体層13を形成することにより、ベース基板上に直接的に半導体を結晶成長させる場合における堆積条件の最適化と同様の効果を得ることができる。従って、実施形態に係る半導体基板の製造方法は、HVPE法でのLT-半導

40

50

体層 1 3 及び H T - 半導体層 1 4 の形成に特に有効である。

【実施例】

【0051】

( Ga N 基板の作製 )

< 実施例 >

表面が主面の c 面であるサファイア基板を準備した。

【0052】

このサファイア基板を PECVD 装置にセットし、プラズマ CVD 法で、その表面をシリコン窒化膜の薄膜で被覆した。シリコン窒化膜の成膜条件は、成膜時間を 2 秒、RF 電力を 100 W、SiH<sub>4</sub> ガスを 20 % 及び N<sub>2</sub> ガスを 80 % 含有する混合ガスの流量を 13 sccm ( SiH<sub>4</sub> ガスの流量 2.6 sccm )、N<sub>2</sub> ガスの流量を 890 sccm、H<sub>2</sub> ガスの流量を 380 sccm、アッパーヒーターの温度を 150 °C、及びダウンヒーターの温度を 300 °C とした。成膜されたシリコン窒化膜の薄膜は、厚さが 0.1 ~ 10 nm であり、口径が概ね 10 ~ 100 nm のナノサイズの多数の開口が形成されたものであった。

10

【0053】

次に、このサファイア基板を HVPE 装置に移し、HVPE 法で、シリコン窒化膜の薄膜上に LT-GaN 層及び HT-GaN 層を形成した。具体的には、図 7 に示すタイミングに従って各処理を行った。

【0054】

まず、サファイア基板を HVPE 装置にセットした後、反応室内にキャリアガスとしての N<sub>2</sub> ガスを 20 s l m 及び NH<sub>3</sub> ガスを 8 s l m の流量でそれぞれ供給しながら 70 分間をかけて反応室内の温度を 1000 °C まで昇温し、その状態を 5 分間保持してシリコン窒化膜の薄膜で表面を被覆したサファイア基板のサーマルクリーニングを行った。

20

【0055】

続いて、60 分間をかけて反応室内の温度を 600 °C まで下げ、GaCl ガスの供給を開始し、その状態を 10 秒間保持してシリコン窒化膜の薄膜上に GaN を堆積させて LT-GaN 層を形成した。このとき、NH<sub>3</sub> ガスの流量を 8 s l m 及び GaCl ガスの流量を 0.8 s l m とした ( V / III = 10 )。LT-GaN 層の厚さは 30 nm であった。

【0056】

次いで、反応室内への GaCl ガスの供給を停止し、60 分間をかけて反応室内の温度を 1040 °C まで昇温し、再び反応室内への NH<sub>3</sub> ガス及び GaCl ガスの供給を開始し、その状態を 15 分間保持して LT-GaN 層上に GaN を結晶成長させて HT-GaN 層を形成した。このとき、反応室内に NH<sub>3</sub> ガスを 8 s l m の流量で供給すると共に、GaCl ガスを 0.8 s l m の流量で供給した ( V / III = 10 )。HT-GaN 層の厚さは 30 μm であった。

30

【0057】

そして、反応室内への GaCl ガスの供給を停止し、反応室内の温度を室温まで下げた後、反応室内へのアンモニア、キャリアガスの供給を停止し、LT-GaN 層及び HT-GaN 層が形成されたサファイア基板を取り出した。

40

【0058】

< 比較例 >

表面が主面の c 面であるサファイア基板を用い、その表面上に HVPE 法で LT-GaN 層及び HT-GaN 層を形成した。

【0059】

< 参考例 >

表面が主面の c 面であるサファイア基板を用い、その表面上に良好な結晶品質を得ることができる MOVPE 法で LT-GaN 層及び HT-GaN 層を形成した。

【0060】

( 評価方法及びその結果 )

50



## &lt; 表面観察 &gt;

図 8 A 及び B は、実施例及び比較例の H T - G a N 層の表面をデジタルカメラで撮影した写真を示す。図 9 A 及び B は、実施例及び比較例の H T - G a N 層の表面の顕微鏡観察写真のノマルスキー像を示す。

## 【 0 0 6 1 】

これらによれば、表面をシリコン窒化膜の薄膜で被覆したサファイア基板を用いて H V P E 法で L T - G a N 層及び H T - G a N 層を形成した実施例では、G a N が平坦に結晶成長し、表面が鏡面であるのに対し、サファイア基板の表面に直接的に H V P E 法で L T - G a N 層及び H T - G a N 層を形成した比較例では、G a N が三次元的に結晶成長し、表面が劣悪な凹凸面であることが分かる。

10

## 【 0 0 6 2 】

図 1 0 A 及び B は、実施例及び参考例の H T - G a N 層の表面の走査型電子顕微鏡による観察写真を示す。図 1 1 A 及び B は、実施例及び参考例の H T - G a N 層の表面の C L 像を示す。

## 【 0 0 6 3 】

これらによれば、実施例は参考例と同等レベルの良好な結晶品質の H T - G a N 層を有することが分かる。なお、実施例の暗点密度は  $3.6 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$  であり、参考例の暗点密度は  $3.6 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$  であった。

## 【 0 0 6 4 】

## &lt; X R C - F W H M &gt;

実施例、比較例、及び参考例のそれぞれについて、対称面 ( 0 0 2 ) の X R C - F W H M を求めた。なお、実施例及び参考例のそれぞれについて、非対称面 ( 1 0 2 ) の X R C - F W H M を求めた。表 1 はその結果を示す。

20

## 【 0 0 6 5 】

## 【表 1】

	FWHM (arcsec)	
	対称面 ( 0 0 2 )	非対称面 ( 1 0 2 )
実施例	201.6	433.1
比較例	600	—
参考例	189.4	276.1

30

## 【 0 0 6 6 】

これによれば、実施例の H T - G a N 層の結晶品質は、参考例よりも若干劣ってはいるものの、比較例よりも著しく優れることが分かる。

40

## 【産業上の利用可能性】

## 【 0 0 6 7 】

本発明は半導体基板の製造方法の技術分野について有用である。

## 【符号の説明】

## 【 0 0 6 8 】

- L 半導体発光素子
- 1 0 半導体基板
- 1 1 ベース基板
- 1 2 薄膜

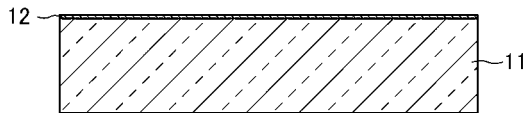
50

- 1 2 a 開口
- 1 3 L T - 半 導 体 層
- 1 4 H T - 半 導 体 層
- 1 5 n 型 半 導 体 層
- 1 6 多 重 量 子 井 戸 層
- 1 7 p 型 半 導 体 層
- 1 8 n 型 電 極
- 1 9 p 型 電 極
- 2 0 H V P E 装 置
- 2 1 反 応 室
- 2 1 a ヒ ー タ
- 2 2 ガ ス 供 給 系
- 2 3 G a C l ガ ス 供 給 部
- 2 3 a リ ザ ー バ
- 2 3 b H C l ガ ス 供 給 管
- 2 3 c G a C l ガ ス 供 給 管
- 2 4 窒 素 源 ガ ス 供 給 部
- 2 5 キ ャ リ ア ガ ス 供 給 部
- 2 6 基 板 支 持 部
- 2 7 ガ ス 排 出 部

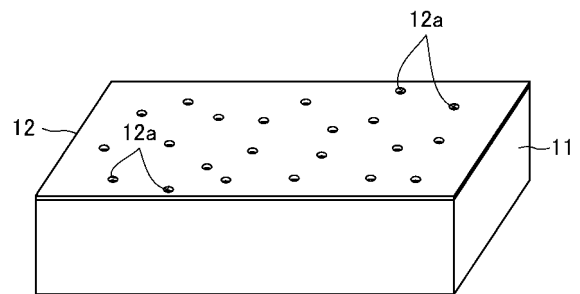
10

20

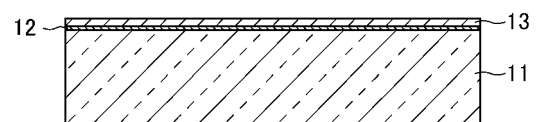
【 図 1 A 】



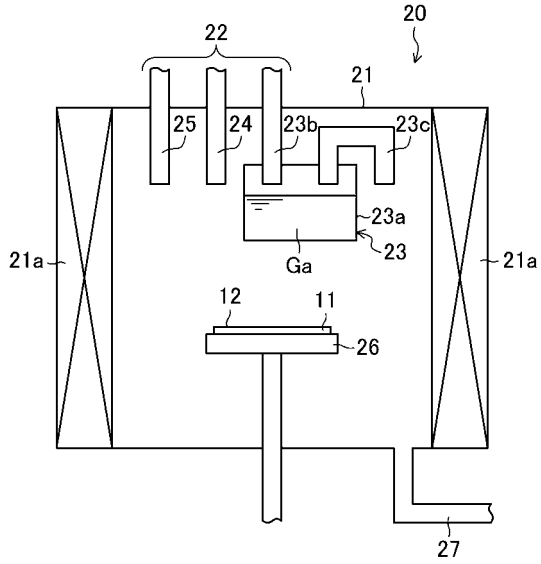
【 図 1 B 】



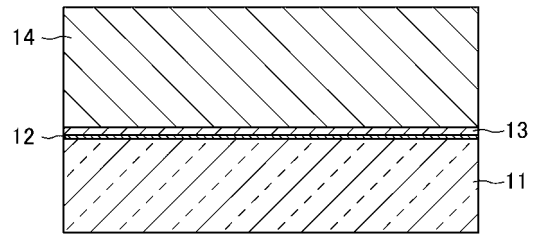
【 図 2 】



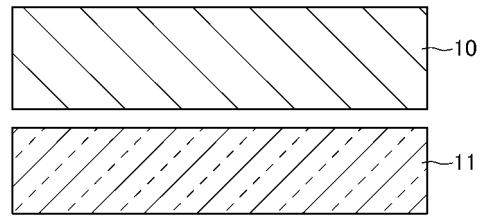
【 図 3 】



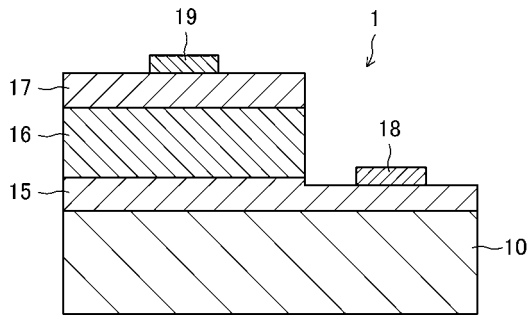
【 図 4 】



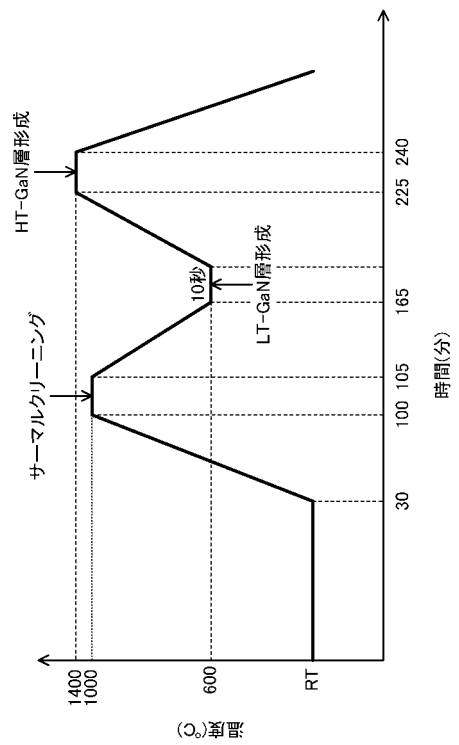
【 図 5 】



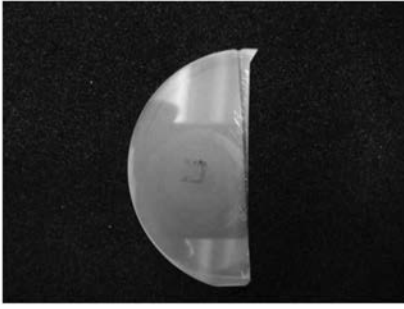
【 図 6 】



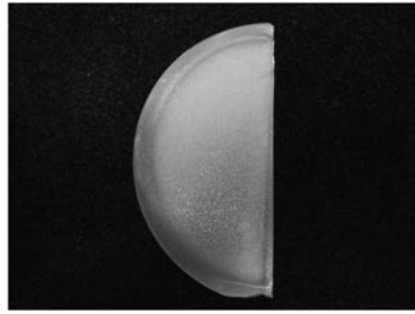
【 図 7 】



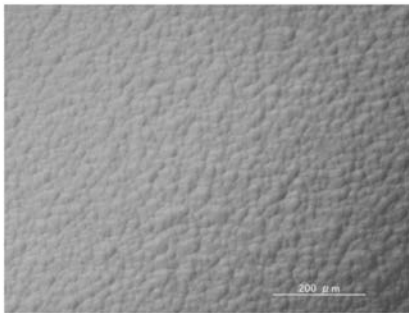
【 図 8 A 】



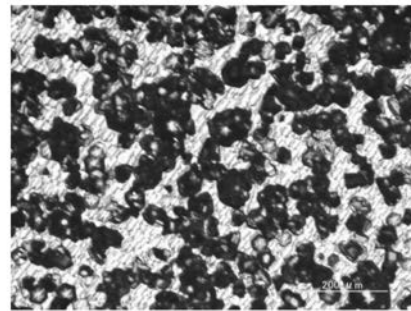
【 図 8 B 】



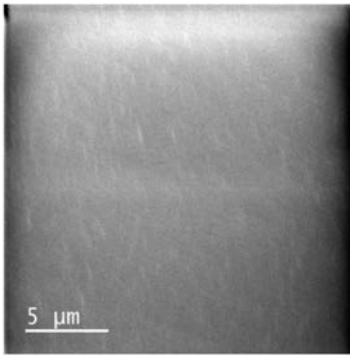
【 図 9 A 】



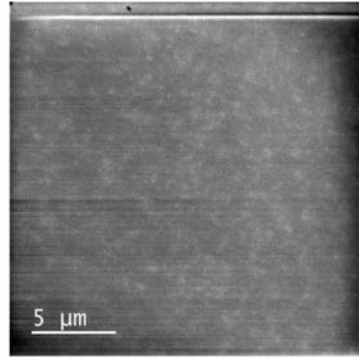
【 図 9 B 】



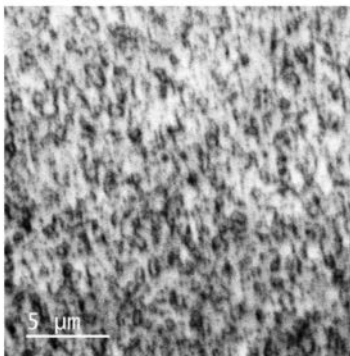
【図 10 A】



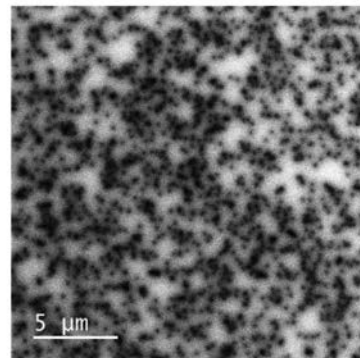
【図 10 B】



【図 11 A】



【図 11 B】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4G077 AA02 AA03 BE15 DB05 DB21 EA02 EA05 EA06 EC09 ED05  
ED06 EE03 EE07 EF03 EG25 HA12 TA04 TA07 TB03 TC06  
TC19 TE03 TG06 TH02 TJ03 TK08 TK10  
4K030 AA03 AA06 AA13 AA18 BA08 BA38 BA40 BB12 BB14 CA05  
CA12 DA02 DA03 EA01 FA01 FA10 JA01 LA14  
5F045 AA04 AB09 AB14 AC12 AC13 AD08 AD09 AD10 AD15 AE25  
AE30 AF02 AF03 AF09 DA53 DB02 DP03 DQ08