

(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2020-197562

(P2020-197562A)

(43) 公開日 令和2年12月10日(2020.12.10)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)		
<b>G02F</b>	<b>1/37</b>	<b>(2006.01)</b>	G02F	1/37		2K102		
<b>G02F</b>	<b>1/355</b>	<b>(2006.01)</b>	G02F	1/355		4G077		
<b>C30B</b>	<b>29/38</b>	<b>(2006.01)</b>	C30B	29/38	C	4K030		
<b>C30B</b>	<b>25/20</b>	<b>(2006.01)</b>	C30B	25/20				
<b>C23C</b>	<b>16/34</b>	<b>(2006.01)</b>	C23C	16/34				
審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 7 頁)								

(21) 出願番号 特願2019-101995 (P2019-101995)  
 (22) 出願日 令和1年5月31日 (2019.5.31)

(出願人による申告) 平成29年度～令和2年度、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構、「エネルギー・環境新技術先導プログラム/未踏チャレンジ2050/A1Nを用いたヘテロ接合型超高耐圧・大電流パワーデバイスとA1N結晶評価技術の開発」委託研究、産業技術力強化法第17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丁目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丁目16-1 国立  
 大学法人山口大学工学部内  
 Fターム(参考) 2K102 AA08 BA18 BB02 BC01 CA29  
 DA10 DA20 DD10

最終頁に続く

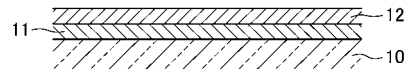
(54) 【発明の名称】 A1N分極反転構造の製造方法

(57) 【要約】

【課題】歩留まりが高いA1N分極反転構造の製造方法を提供する。

【解決手段】A1N分極反転構造の製造方法では、厚さ方向に分極した第1A1N層11の表面を、A1源ガス及びN源ガスが流通する雰囲気中に曝し、第1A1N層11上にA1Nを結晶成長させて第1A1N層11とは分極が反転した第2A1N層12を形成する。

【選択図】図2



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

厚さ方向に分極した第 1 A 1 N 層の表面を、A 1 源ガス及び N 源ガスが流通する雰囲気  
に曝し、前記第 1 A 1 N 層上に A 1 N を結晶成長させて前記第 1 A 1 N 層とは分極が反転  
した第 2 A 1 N 層を形成する A 1 N 分極反転構造の製造方法。

## 【請求項 2】

請求項 1 に記載された A 1 N 分極反転構造の製造方法において、

前記 A 1 源ガスによる A 1 原子の供給モル数に対する前記 N 源ガスによる N 原子の供給  
モル数の比である V / III 比を 1 以上 2 0 以下とする A 1 N 分極反転構造の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

10

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、A 1 N 分極反転構造の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

高出力レーザの開発において、既存のレーザに非線形光学結晶を組み合わせることで二次高  
調波発生 (S H G) を利用することが検討されている。ここで、非線形光学材料としては  
、例えば分極反転構造を含む A 1 N 結晶が挙げられる。そして、非特許文献 1 には、その  
製造方法として、c 面サファイア基板にスパッタリングにより A 1 N を成膜したものを  
2 個作製し、それらを A 1 N 同士が当接するように重ねてアニーリングすることにより接  
合する F F A 法 (Face-to-Face Annealing) が開示されている。

20

## 【先行技術文献】

## 【非特許文献】

## 【0003】

【非特許文献 1】H. Miyake et al., JCG, 456, 155 (2016)

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

しかしながら、F F A 法では、A 1 N の全面を接合させることが困難であり、そのため  
歩留まりが低いという問題がある。

30

## 【0005】

本発明の課題は、歩留まりが高い A 1 N 分極反転構造の製造方法を提供することである  
。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0006】

本発明は、厚さ方向に分極した第 1 A 1 N 層の表面を、A 1 源ガス及び N 源ガスが流通  
する雰囲気  
に曝し、前記第 1 A 1 N 層上に A 1 N を結晶成長させて前記第 1 A 1 N 層とは  
分極が反転した第 2 A 1 N 層を形成する A 1 N 分極反転構造の製造方法である。

## 【発明の効果】

## 【0007】

40

本発明によれば、厚さ方向に分極した第 1 A 1 N 層上に A 1 N を結晶成長させて第 1 A  
1 N 層とは分極が反転した第 2 A 1 N 層を形成するので、第 1 及び第 2 A 1 N 層間の全面  
が概ね一様に接合された構造となり、そのため高い歩留まりを得ることができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【0008】

【図 1】第 1 A 1 N 層形成工程を示す説明図である。

【図 2】第 2 A 1 N 層形成工程を示す説明図である。

【図 3】実施例における A 1 N を結晶成長させたときのタイミングチャートである。

【図 4 A】実施例で得られた A 1 N 分極反転構造の表面の走査型顕微鏡写真である。

【図 4 B】実施例で得られた A 1 N 分極反転構造を K O H 水溶液に 3 0 秒浸した後の表面

50

の走査型顕微鏡写真である。

【図4C】実施例で得られたAlN分極反転構造をKOH水溶液に90秒浸した後の表面の走査型顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0009】

以下、実施形態について詳細に説明する。

【0010】

実施形態に係るAlN分極反転構造の製造方法は、第1AlN層形成工程と、第2AlN層形成工程とを含む。

【0011】

(第1AlN層形成工程)

第1AlN層形成工程では、図1に示すように、ベース基板10上に第1AlN層11を形成する。

【0012】

ベース基板10としては、例えば、サファイア基板、ZnO基板、SiC基板、AlN基板等が挙げられる。ベース基板10は、その主面がc面又は-c面である。ここで、本願における「主面」とは、半導体の積層成長方向に対して垂直な面であって、通常は表面における最も広い面である。

【0013】

第1AlN層11の形成方法は、特に限定されるものではなく、化学気相成長法(CVD)であっても、また、物理気相成長法(PVD)であっても、いずれでもよい。化学気相成長法(CVD)としては、例えば、有機金属気相成長法(MOVPE)、ハイドライド気相成長法(HVPE)等が挙げられる。物理気相成長法(PVD)としては、例えば、スパッタリング法、真空蒸着法等が挙げられる。

【0014】

化学気相成長法(CVD)の場合、CVD装置の反応室内において、ベース基板10を、Al源ガス及びN源ガスが流通する雰囲気中に曝し、ベース基板10上にAlNをエピタキシャル結晶成長させて第1AlN層11を形成する。形成される第1AlN層11は、成長条件を適切に選定することにより、c面(Al極性面)又は-c面(N極性面)を得ることが出来る。なお、第1AlN層11の形成前に、ベース基板10上に低温バッファ層を形成してもよい。

【0015】

Al源ガスとしては、有機金属気相成長法(MOVPE)では、例えばトリメチルアルミニウム(TMA)ガス、トリエチルアルミニウム(TEA)ガス等が挙げられ、ハイドライド気相成長法(HVPE)では、例えばAlCl<sub>3</sub>ガスが挙げられる。N源ガスとしては、例えばNH<sub>3</sub>ガス等が挙げられる。Al源ガス及びN源ガス以外に用いられるキャリアガスとしては、例えばH<sub>2</sub>ガス等が挙げられる。

【0016】

Al源ガスによるAl原子の供給モル数に対するN源ガスによるN原子の供給モル数の比であるV/III比は、例えば10以上100以下である。結晶成長温度は、例えば1150以上1600以下である。

【0017】

なお、物理気相成長法(PVD)の場合、形成される第1AlN層11が、ベース基板10の主面の極性をそのまま保持し、その主面がベース基板10と同一のc面(Al極性面)又は-c面(N極性面)となるように条件設定する。

【0018】

(第2AlN層形成工程)

第2AlN層形成工程では、化学気相成長法(CVD)により、CVD装置の反応室内において、第1AlN層形成工程で形成したベース基板10上の第1AlN層11を、Al源ガス及びN源ガスが流通する雰囲気中に曝し、図2に示すように、第1AlN層11上

10

20

30

40

50

に AlN を結晶成長させて第 1 AlN 層 1 1 とは分極が反転した第 2 AlN 層 1 2 を形成する。形成される第 2 AlN 層 1 2 は、第 1 AlN 層 1 1 とは分極が反転するので、第 1 AlN 層 1 1 の主面が c 面 ( Al 極性面 ) の場合は、その主面が - c 面 ( N 極性面 ) となり、第 1 AlN 層 1 1 の主面が - c 面 ( N 極性面 ) の場合は、その主面が c 面 ( Al 極性面 ) となる。

#### 【 0 0 1 9 】

Al 源ガスとしては、第 1 AlN 層形成工程と同様、有機金属気相成長法 ( MOVPE ) では、例えば TMA ガス、TEA ガス等が挙げられ、ハイドライド気相成長法 ( HVPE ) では、例えば AlCl ガス、AlCl<sub>3</sub> ガスが挙げられる。N 源ガスとしては、例えば NH<sub>3</sub> ガス等が挙げられる。なお、Al 源ガス及び N 源ガス以外に用いられるキャリアガスとしては、例えば H<sub>2</sub> ガス等が挙げられる。

10

#### 【 0 0 2 0 】

Al 源ガスによる Al 原子の供給モル数に対する N 源ガスによる N 原子の供給モル数の比である V / III 比は、第 1 AlN 層 1 1 とは分極が反転した AlN の結晶成長を促進する観点から、好ましくは 1 以上 2 0 以下、より好ましくは 5 以上 1 5 以下である。結晶成長温度は、例えば 1 2 0 0 以上 1 4 5 0 以下である。第 1 及び第 2 AlN 層 1 1 , 1 2 のいずれも化学気相成長法 ( CVD ) により形成する場合、それらの結晶成長温度は、同一であることが好ましい。

#### 【 0 0 2 1 】

第 1 AlN 層 1 1 とは分極が反転した AlN の結晶成長を促進する観点からは、第 1 AlN 層 1 1 上に AlN を結晶成長させる前に、N 源ガスの供給量が AlN の結晶成長時と同じ量の雰囲気、AlN の結晶成長時よりも少ない量の雰囲気および N 源ガスを流通させない雰囲気のうちのいずれかの雰囲気に曝すサーマルクリーニングの期間を設けることが好ましい。N 源ガスの節約の観点からは N 源ガスを流通させない雰囲気がより好ましい。このサーマルクリーニングは、第 1 AlN 層 1 1 の表面の温度を 1 2 0 0 以上 1 4 5 0 以下とする期間を含むことが好ましい。サーマルクリーニング期間内の第 1 AlN 層 1 1 の表面の温度は、かかる範囲内の温度で第 2 AlN 層形成工程における結晶成長温度と同一であってもよい。サーマルクリーニングの期間の長さは、好ましくは 5 分以上 6 0 分以下、より好ましくは 1 0 分以上 5 0 分である。

20

#### 【 0 0 2 2 】

以上の実施形態に係る AlN 分極反転構造の製造方法によれば、厚さ方向に分極した第 1 AlN 層 1 1 上に AlN を結晶成長させて第 1 AlN 層 1 1 とは分極が反転した第 2 AlN 層 1 2 を形成するので、第 1 及び第 2 AlN 層 1 1 , 1 2 間の全面が概ね一様に接合された構造となり、大半を素子形成に用いることができ、そのため高い歩留まりを得ることができる。しかも、第 1 及び第 2 AlN 層 1 1 , 1 2 の界面における不純物の濃度を低く抑えることができる。

30

#### 【 0 0 2 3 】

得られた AlN 分極反転構造は、第 1 及び第 2 AlN 層 1 1 , 1 2 の界面が光導波路とされた波長変換素子を構成し、既存のレーザとの組み合わせにより二次高調波発生 ( SHG ) が利用され、それが、例えば、記録光源、医療応用、加工用途等の分野で用いられる深紫外線レーザに適用することができる。また、N 極性面の AlN では、表面平坦性に問題があることがよく知られた事実であるが、表面平坦性の優れた Al 極性面の第 1 AlN 層 1 1 上に N 極性面の第 2 AlN 層 1 2 の薄膜を積層することにより、表面平坦性の優れた N 極性面の AlN が得られることから、それを様々なデバイスに適用することが可能となる。

40

#### 【 実施例 】

#### 【 0 0 2 4 】

以下、有機金属気相成長法 ( MOVPE ) により第 1 及び第 2 AlN 層を形成した AlN 分極反転構造の製造実験について説明する。

#### 【 0 0 2 5 】

50

第1 AlN層形成工程では、まず、CVD装置の反応室に、主面がc面のサファイア基板をセットし、反応室にキャリアガスのH<sub>2</sub>ガスを流し始め、圧力100kPa下で、16分間かけてサファイア基板の温度を1300℃まで昇温した。次いで、サファイア基板の温度が1300℃になった時、反応室内の減圧を開始し、11分間かけて圧力を100kPaから20kPaまで減圧した。その後、NH<sub>3</sub>ガスを流し始め、その10秒後、TMAガスを流し始め、60分間TMAガスを流し、サファイア基板上にAlNをエピタキシャル結晶成長させて主面がc面の第1 AlN層を形成した。このとき、Al源ガスのTMAガスによるAl原子の供給モル数に対するN源ガスのNH<sub>3</sub>ガスによるN原子の供給モル数の比であるV/III比を100とした。そして、TMAガスを停止し、H<sub>2</sub>ガス及びNH<sub>3</sub>ガスを流しながら、室温まで冷却した後、NH<sub>3</sub>ガスを停止した。

10

**【0026】**

次の第2 AlN層形成工程では、図3に示すように、(i)まず、H<sub>2</sub>ガスを流しながら、圧力100kPa下で、16分間かけてサファイア基板及び第1 AlN層の温度を1300℃まで昇温した。(ii)次いで、サファイア基板及び第1 AlN層の温度が1300℃になった時、この温度を維持しつつ反応室内の減圧を開始し、11分間かけて圧力を100kPaから20kPaまで減圧した。この減圧過程において第1 AlN層の表面温度をN源ガスのNH<sub>3</sub>ガスを流通させない雰囲気曝すことによるサーマルクリーニングを10分間行った。(iii)減圧過程終了後、NH<sub>3</sub>ガスを流し始め、(iv)その10秒後、TMAガスを流し始め、60分間TMAガスを流し、第1 AlN層上にAlNを結晶成長させて第1 AlN層とは分極が反転した主面が-c面の第2 AlN層を形成した。このとき、Al源ガスのTMAガスによるAl原子の供給モル数に対するN源ガスのNH<sub>3</sub>ガスによるN原子の供給モル数の比であるV/III比を10とした。(v)そして、TMAガスを停止し、H<sub>2</sub>ガス及びNH<sub>3</sub>ガスを流しながら、室温まで冷却した後、H<sub>2</sub>ガス及びNH<sub>3</sub>ガスを停止した。これにより、サファイア基板上に分極が反転した第1及び第2 AlN層が積層されて構成されたAlN分極反転構造を得た。

20

**【0027】**

図4Aは、得られたAlN分極反転構造の表面を示し、図4B及びCは、それぞれKOH水溶液に30秒及び90秒浸した後の表面を示すが、これらより、第2 AlN層がKOH水溶液によりエッチングされており、このことから、第2 AlN層の主面が-c面(N極性面)であることを確認した。また、エッチングされた以外の膜表面は+c面(Al極性面)であることも確認できた。

30

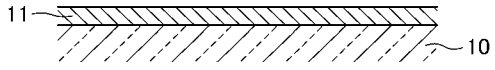
**【産業上の利用可能性】****【0028】**

本発明は、AlN分極反転構造の製造方法の技術分野について有用である。

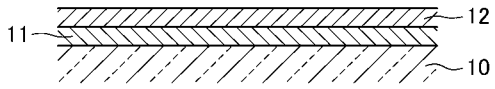
**【符号の説明】****【0029】**

- 10 ベース基板
- 11 第1 AlN層
- 12 第2 AlN層

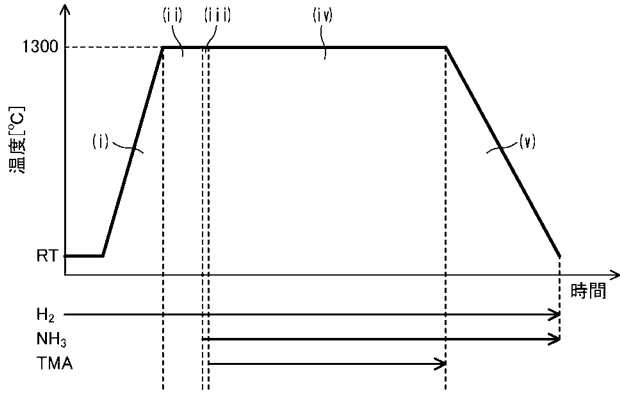
【 図 1 】



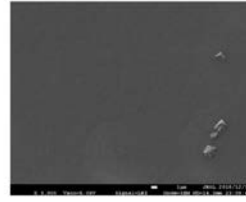
【 図 2 】



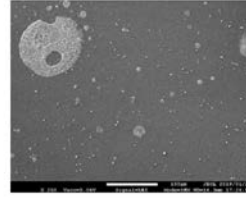
【 図 3 】



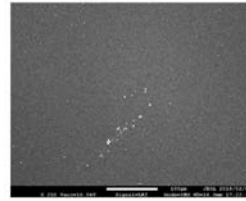
【 図 4 A 】



【 図 4 B 】



【 図 4 C 】



---

フロントページの続き

Fターム(参考) 4G077 AA03 AB02 BE13 DB08 EC09 EF01 GA03 HA02 TA04 TA08  
TB05 TJ01 TK06  
4K030 AA03 AA11 AA13 AA17 BA02 BA38 BB01 BB13 CA05 FA10  
HA04 JA06