

(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2017-139253

(P2017-139253A)

(43) 公開日 平成29年8月10日(2017.8.10)

(51) Int.Cl.			F I			テーマコード (参考)		
H01L	21/205	(2006.01)	H01L	21/205		4G077		
C30B	29/38	(2006.01)	C30B	29/38	C	4K030		
C30B	25/18	(2006.01)	C30B	25/18		5F045		
C23C	16/34	(2006.01)	C23C	16/34		5F152		
C23C	16/455	(2006.01)	C23C	16/455		5F241		

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 19 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2016-16988 (P2016-16988)
 (22) 出願日 平成28年2月1日(2016.2.1)

(71) 出願人 00005821
 パナソニック株式会社
 大阪府門真市大字門真1006番地
 (71) 出願人 503359821
 国立研究開発法人理化学研究所
 埼玉県和光市広沢2番1号
 (74) 代理人 100087767
 弁理士 西川 恵清
 (74) 代理人 100155756
 弁理士 坂口 武
 (74) 代理人 100161883
 弁理士 北出 英敏
 (74) 代理人 100167830
 弁理士 仲石 晴樹

最終頁に続く

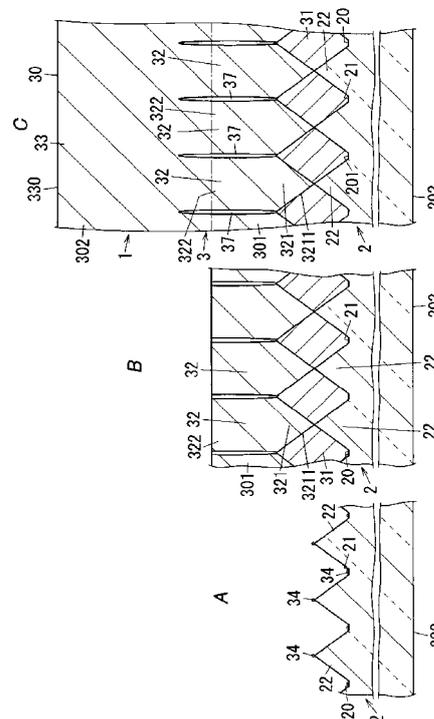
(54) 【発明の名称】 エピタキシャル基板の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 エピタキシャル基板の結晶性の更なる向上を図ることが可能なエピタキシャル基板の製造方法を提供する。

【解決手段】 エピタキシャル基板1の製造方法は、単結晶基板2の一平面21及び複数の突起22の表面を含む下地面20上に島状の複数のA1N結晶核34を形成する第1工程と、複数のA1N結晶核34を元に単結晶基板の下地面20上に第1A1N層301を形成する第2工程と、第1A1N層301上に第2A1N層302を形成する第3工程と、を含む。第1工程におけるV/II比は、A1極性のA1N結晶核がN極性のA1N結晶核よりも優先して形成される値である。第2工程におけるV/III比は、単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交するファセットを有するA1N結晶の縦方向成長が促進される値であり、第3工程におけるV/III比は、A1N結晶の横方向成長が促進される値である。第1A1N層301の厚さは2μm以上である。

【選択図】 図3



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

一平面に前記一平面の法線方向に突出する複数の突起がアレイ状に並んでいる単結晶基板をMOVPE装置の反応炉内に配置する初期工程と、

前記単結晶基板を加熱した状態で、Alの原料ガスとNの原料ガスを前記反応炉内に供給することによって、前記単結晶基板の前記一平面及び前記複数の突起の表面を含む下地面上に島状の複数のAlN結晶核を形成する第1工程と、

前記単結晶基板を加熱した状態で、前記Alの原料ガスと前記Nの原料ガスを前記反応炉内に供給することによって、前記複数のAlN結晶核を元に前記単結晶基板の前記下地面上に第1AlN層を形成する第2工程と、

前記単結晶基板を加熱した状態で前記Alの原料ガスと前記Nの原料ガスを前記反応炉内に供給することによって、前記第1AlN層上に第2AlN層を形成する第3工程と、を含み、

前記第1工程におけるV/III比は、Al極性のAlN結晶核がN極性のAlN結晶核よりも優先して形成される値であり、

前記第2工程におけるV/III比は、前記単結晶基板の前記法線方向に直交するファセットを有するAlN結晶の縦方向成長が促進される値であり、

前記第3工程におけるV/III比は、AlN結晶の横方向成長が促進される値であり、

前記第1AlN層の厚さは2 μ m以上である、

ことを特徴とするエピタキシャル基板の製造方法。

【請求項 2】

前記第2工程におけるV/III比は、5:1よりも大きく、

前記第3工程におけるV/III比は、5:1よりも小さい、

ことを特徴とする請求項1記載のエピタキシャル基板の製造方法。

【請求項 3】

前記第2工程及び前記第3工程それぞれにおける前記単結晶基板の温度は1300よりも高くかつ1390未満である、

ことを特徴とする請求項1又は2記載のエピタキシャル基板の製造方法。

【請求項 4】

前記第2工程及び前記第3工程では、前記Alの原料ガスのキャリアガスはH₂ガスのみであり、かつ、前記Nの原料ガスのキャリアガスはH₂ガスのみである、

ことを特徴とする請求項1乃至3のいずれか一項に記載のエピタキシャル基板の製造方法。

【請求項 5】

前記単結晶基板は、サファイア基板、SiC基板、AlN基板又はGaN基板であり、

前記単結晶基板の前記法線方向の結晶軸は、c軸である、

ことを特徴とする請求項1乃至4のいずれか一項に記載のエピタキシャル基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、エピタキシャル基板の製造方法に関し、より詳細には、MOVPE (metal organic vapor phase epitaxy) 装置を用いたエピタキシャル基板の製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

エピタキシャル基板の製造方法としては、一方の面に凸部の配列が形成された単結晶のサファイア基板を準備する工程と、トリメチルアルミニウム (TMAI) ガスとアンモニアガスを原料とするMOVPE法によりサファイア基板の該一方の面にAlN結晶のバッファ層を成長させるバッファ層成長工程と、を含む製造方法が提案されている (例えば、特許文献1)。

10

20

30

40

50

【0003】

バッファ層成長工程では、まず、結晶核（AlN結晶核）を形成し、その後、横エンハンス成長（enhanced lateral growth）の条件でAlN結晶を成長させることにより下地結晶層を形成し、その後、凸部のそれぞれから、サファイア基板の一方の面の法線方向に延びる複数のピラーを成長させ、更に複数のピラーを一体化させている。

【0004】

特許文献1には、上述のバッファ層を紫外発光層の結晶成長のためのテンプレートとして利用した紫外線発光ダイオードの製造方法が記載されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

10

【0005】

【特許文献1】WO2014/069235

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

ところで、エピタキシャル基板では、一般的に、転位密度が低いほど結晶性が良いと考えられている。

【0007】

エピタキシャル基板の製造方法では、エピタキシャル基板の結晶性（単結晶基板上に結晶成長されたAlN層の結晶性）の更なる向上が望まれている。

20

【0008】

本発明の目的は、エピタキシャル基板の結晶性の更なる向上を図ることが可能なエピタキシャル基板の製造方法を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明に係る一態様のエピタキシャル基板の製造方法は、一平面に前記一平面の法線方向に突出する複数の突起がアレイ状に並んでいる単結晶基板をMOVPE装置の反応炉内に配置する初期工程と、前記単結晶基板を加熱した状態で、Alの原料ガスとNの原料ガスを前記反応炉内に供給することによって、前記単結晶基板の前記一平面及び前記複数の突起の表面を含む下地面上に島状の複数のAlN結晶核を形成する第1工程と、前記単結晶基板を加熱した状態で、前記Alの原料ガスと前記Nの原料ガスを前記反応炉内に供給することによって、前記複数のAlN結晶核を元に前記単結晶基板の前記下地面上に第1AlN層を形成する第2工程と、前記単結晶基板を加熱した状態で前記Alの原料ガスと前記Nの原料ガスを前記反応炉内に供給することによって、前記第1AlN層上に第2AlN層を形成する第3工程と、を含み、前記第1工程におけるV/III比は、Al極性のAlN結晶核がN極性のAlN結晶核よりも優先して形成される値であり、前記第2工程におけるV/III比は、前記単結晶基板の前記法線方向に直交するファセットを有するAlN結晶の縦方向成長が促進される値であり、前記第3工程におけるV/III比は、AlN結晶の横方向成長が促進される値であり、前記第1AlN層の厚さは2μm以上である。

30

40

【発明の効果】

【0010】

本発明のエピタキシャル基板の製造方法は、エピタキシャル基板の結晶性の更なる向上を図ることが可能になるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図1】図1は、本発明の一実施形態に係るエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の模式的な断面図である。

【図2】図2Aは、同上のエピタキシャル基板の製造方法に用いる単結晶基板の平面図である。図2Bは、図2AのX-X線断面図である。

50

【図 3】図 3 A は、同上のエピタキシャル基板の製造方法における第 1 工程を説明する主要工程断面図である。図 3 B は、同上のエピタキシャル基板の製造方法における第 2 工程を説明する主要工程断面図である。図 3 C は、同上のエピタキシャル基板の製造方法における第 3 工程を説明する主要工程断面図である。

【図 4】図 4 は、本発明の一実施例に係るエピタキシャル基板の製造方法の成長シーケンス図である。

【図 5】図 5 は、本発明の一実施例に係るエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の断面 T E M 像 (cross-sectional transmission electron microscope image) である。

【図 6】図 6 は、図 5 の要部拡大像である。

【図 7】図 7 は、本発明の一実施例に係るエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【図 8】図 8 は、比較例 1 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【図 9】図 9 は、比較例 2 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【図 10】図 10 は、比較例 3 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【図 11】図 11 は、比較例 4 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【図 12】図 12 は、比較例 5 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【図 13】図 13 は、比較例 6 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板の表面に関して、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【発明を実施するための形態】

【0012】

下記の実施形態において説明する図 1 ~ 3 は、模式的な図であり、図中の各構成要素の大きさや厚さそれぞれの比が、必ずしも実際の寸法比を反映しているとは限らない。

【0013】

以下では、本実施形態のエピタキシャル基板 (epitaxial substrate) 1 の製造方法について図 1 ~ 3 に基づいて説明する。

【0014】

エピタキシャル基板 1 は、単結晶基板 2 上に A 1 N 層 3 をエピタキシャル成長させた基板である。より詳細には、エピタキシャル基板 1 は、単結晶基板 2 上に A 1 N 層 3 を M O V P E (metal organic vapor phase epitaxy) 装置によりエピタキシャル成長させた基板である。エピタキシャル基板 1 では、単結晶基板 2 の一平面 2 1 の面方位と A 1 N 層 3 の表面 3 0 の面方位とが同じであり、A 1 N 層 3 がエピタキシャル層 (epitaxial layer) である。エピタキシャル基板 1 では、単結晶基板 2 の一平面 2 1 が (0 0 0 1) 面であり、A 1 N 層 3 の表面 3 0 が (0 0 0 1) 面である。A 1 N 層 3 の表面 3 0 が (0 0 0 1) 面であることは、例えば、X 線回折、T E M による電子回折像等で確認することが可能である。A 1 N 層 3 の表面 3 0 は、A 1 極性面である。エピタキシャル基板 1 のサイズは、例えば、チップサイズ (chip size) でもよいし、ウェハサイズ (wafer size) でもよい。

【0015】

エピタキシャル基板 1 は、一平面 2 1 に、当該一平面 2 1 の法線方向に突出する複数の突起 2 2 が 2 次元のアレイ状に並んでいる単結晶基板 (single crystal substrate) 2 と、単結晶基板 2 の一平面 2 1 上に形成された A 1 N 層 3 と、を備えている。複数の突起 2 2 は、単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向に先細りとなる錐状である。A 1 N 層 3 は、複数の突起 2 2 の先端が露出するように一平面 2 1 及び複数の突起 2 2 を覆う第 1 A 1 N 結晶 3 1 と、複数の突起 2 2 の先端から一平面 2 1 の法線方向に沿って突出し、複数の突

10

20

30

40

50

起 2 2 のうちの対応する突起 2 2 の先端からの距離が長くなるにつれて断面積が大きくなる柱状の複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 と、複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 における単結晶基板 2 とは反対側の端部 3 2 2 を連結している層状の第 3 A 1 N 結晶 3 3 と、を含む。

【 0 0 1 6 】

エピタキシャル基板 1 では、複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 のうち隣り合う 2 つの第 2 A 1 N 結晶 3 2 の間に空洞 3 7 があるのが好ましい。言い換えれば、複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 は、複数の突起 2 2 の先端から単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向に沿って互いに接触しないように突出しているのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板 1 では、突起 2 2 と第 2 A 1 N 結晶 3 2 との界面で生じて突起 2 2 の先端付近から単結晶基板 2 の法線方向とは傾いた方向に延びた転位が空洞 3 7 の箇所では消滅しやすくなる。

10

【 0 0 1 7 】

以下では、エピタキシャル基板 1 の各構成要素について詳細に説明した後に、エピタキシャル基板 1 の製造方法について詳細に説明する。

【 0 0 1 8 】

エピタキシャル基板 1 における単結晶基板 2 は、六方晶 (hexagonal crystal) の単結晶基板である。より詳細には、単結晶基板 2 は、サファイア基板である。ここで、単結晶基板 2 の一平面 2 1 は、サファイア基板の c 面、つまり (0 0 0 1) 面である。したがって、単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向は、単結晶基板 2 の結晶軸方向における c 軸方向である。また、単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向は、単結晶基板 2 の厚さ方向の方向である。単結晶基板 2 の一平面 2 1 (第 1 面 2 0 1) と、一平面 2 1 とは反対の第 2 面 2 0 2 と、の間の距離は、例えば、 $100\ \mu\text{m} \sim 1000\ \mu\text{m}$ 程度であるのが好ましく、 $120\ \mu\text{m} \sim 800\ \mu\text{m}$ 程度であるのがより好ましく、 $150\ \mu\text{m} \sim 500\ \mu\text{m}$ 程度であるのが更に好ましい。単結晶基板 2 は、(0 0 0 1) 面からのオフ角が、 $0^\circ \sim 0.4^\circ$ であるのが好ましく、 $0.1^\circ \sim 0.31^\circ$ であるのがより好ましい。

20

【 0 0 1 9 】

単結晶基板 2 では、一平面 2 1 に、一平面 2 1 の法線方向に突出する複数の突起 2 2 がアレイ状に並んでいる。複数の突起 2 2 は、1 つ 1 つが独立した島状である。言い換えれば、複数の突起 2 2 は、それぞれ島状であり、2 次元のアレイ状に並んでいる。複数の突起 2 2 は、仮想的な三角格子の各格子点に 1 つずつ配置されているが、これに限らず、例えば、仮想的な六角格子の各格子点に 1 つずつ配置されていてもよい。複数の突起 2 2 は、互いに同じ大きさであるのが好ましい。図 2 A には、単結晶基板 2 の結晶軸における a_1 軸、 a_2 軸及び a_3 軸それぞれの方向を矢印で記載してある。また、図 2 B には、単結晶基板 2 の結晶軸における c 軸の方向を矢印で記載してある。 a_1 軸、 a_2 軸及び a_3 軸は、c 軸と直交する。 a_1 軸と a_2 軸及び a_3 軸それぞれとのなす角度は 120° である。 a_1 軸、 a_2 軸及び a_3 軸は、図 2 A において時計回り方向或いは反時計回り方向のいずれかの同じ方向に 30° ずつ、ずれていてもよい。

30

【 0 0 2 0 】

単結晶基板 2 は、複数の突起 2 2 を一体に備えている。言い換えれば、複数の突起 2 2 の各々は、単結晶基板 2 の一部である。ここで、単結晶基板 2 を構成するサファイア基板は、所謂 P S S (patterned sapphire substrate) である。複数の突起 2 2 の各々は、単結晶基板 2 の c 軸方向に先細りする円錐状である。したがって、複数の突起 2 2 の各々において、単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向に直交する断面の形状は、円形状である。突起 2 2 の高さは、例えば、 $300\ \text{nm} \sim 2000\ \text{nm}$ 程度であるのが好ましい。突起 2 2 の底面の直径は、例えば、 $300\ \text{nm} \sim 3000\ \text{nm}$ 程度であるのが好ましい。本明細書でいう円錐状の形状は、母線が直線である場合に限らず、直線に近い曲線でもよい。複数の突起 2 2 において隣り合う突起 2 2 間の距離は、例えば、 $50\ \text{nm} \sim 1000\ \text{nm}$ 程度であるのが好ましい。各突起 2 2 のサイズ (高さ、底面の直径等) 及び隣り合う 2 つの突起 2 2 間の距離の数値は一例であり、特に限定されない。

40

【 0 0 2 1 】

エピタキシャル基板 1 における A 1 N 層 3 は、複数の突起 2 2 の先端から突出している

50

柱状の複数の第2 AlN結晶32と、複数の第2 AlN結晶32における単結晶基板2とは反対側の端部322を連結している層状の第3 AlN結晶33と、を含んでいる。

【0022】

複数の第2 AlN結晶32は、複数の突起22の先端から一平面21の法線方向に沿って突出している。つまり、複数の第2 AlN結晶32の各々は、複数の突起22のうち直下の突起22の先端からc軸方向に突出している。複数の第2 AlN結晶32は、複数の突起22と同様に仮想的な三角格子の各格子点に1つずつ配置されている。複数の第2 AlN結晶32は、複数の突起22のうちの対応する突起22の先端からの距離が長くなるにつれて断面積が大きくなる柱状である。複数の第2 AlN結晶32の各々は、六角柱状である。ここで、複数の第2 AlN結晶32の各々における端部321は、六角錐状である。複数の第2 AlN結晶32の各々では、単結晶基板2側の端部321の断面積が、複数の突起22のうちの対応する突起22の先端からの距離が長くなるにつれて大きくなっており、端部321以外では断面積が略一定となっている。ここでいう断面積は、一平面21の法線方向に直交する断面の面積である。この断面の形状は、六角形状である。ここでいう「六角形状」は、厳密に六角形でなくてもよく、略六角形であればよい。複数の第2 AlN結晶32は、単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交する面内において、隣り合う2つの第2 AlN結晶32それぞれの六角形の1つの辺同士が対向しているのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板1では、第3 AlN結晶33の厚さをより薄くすることが可能となる。複数の第2 AlN結晶32の各々は、単結晶基板2のc軸方向にエピタキシャル成長したAlN単結晶である。

10

20

【0023】

第3 AlN結晶33は、複数の第2 AlN結晶32に連続している。第3 AlN結晶33は、複数の第2 AlN結晶32において隣り合う2つの第2 AlN結晶32同士が結合（一体化）し、層状に成長したAlN結晶である。単結晶基板2の一平面21と隣り合う2つの第2 AlN結晶32同士が結合する位置までの距離は、第3 AlN結晶33の面内において、ばらつきがある。第3 AlN結晶33は、単結晶基板2のc軸方向にエピタキシャル成長したAlN単結晶である。AlN層3の表面30は、第3 AlN結晶33の表面330により構成されている。言い換えれば、エピタキシャル基板1では、第3 AlN結晶33の表面330が、AlN層3の表面30を構成している。第3 AlN結晶33の厚さは、AlN層3の表面30が平坦化されるように設定することが好ましい。第3 AlN結晶33の厚さは、例えば、2 μm ~ 15 μm程度であるのが好ましい。第3 AlN結晶33の厚さは、単結晶基板2の一平面21の法線方向における厚さである。

30

【0024】

AlN層3は、複数の突起22の先端が露出するように単結晶基板2の一平面21及び複数の突起22を覆う第1 AlN結晶31を更に備える。第1 AlN結晶31は、単結晶基板2と、複数の第2 AlN結晶32の各々における単結晶基板2側の端部321の側面3211との間に介在している。エピタキシャル基板1の断面TEM像の観察結果から、第1 AlN結晶31は、複数の多結晶AlNが重なり合っ構成されたAlN結晶であると推考される。エピタキシャル基板1では、単結晶基板2とAlN層3との熱膨張係数差等に起因してAlN層3に発生する引張応力が複数の空洞37により緩和されるため、AlN層3を比較的厚くしながらも、AlN層3へのクラックの発生を抑制することが可能となる。

40

【0025】

以下、エピタキシャル基板1の製造方法について図3に基づいて説明した後、エピタキシャル基板1について更に説明する。なお、以下では、MOVPE装置の反応炉内に配置されている単結晶基板2の温度を基板温度という。「基板温度」は、MOVPE装置の反応炉内において単結晶基板2を保持するサセプタ（susceptor）の温度を熱電対により測定した温度であるが、これに限らない。

【0026】

〔1〕単結晶基板2を前処理する工程

50

この工程では、一平面 2 1 に当該一平面 2 1 の法線方向に突出する複数の突起 2 2 がアレイ状に並んでいる単結晶基板 2 を準備して、薬品及び純水による前処理を行うことにより、単結晶基板 2 の一平面 2 1 及び複数の突起 2 2 の表面を含む下地面 2 0 を清浄化し、乾燥させる。単結晶基板 2 を構成するサファイア基板は、所謂 P S S である。

【 0 0 2 7 】

〔 2 〕単結晶基板 2 を M O V P E 装置の反応炉内に配置する工程（初期工程）

この工程では、前処理の終わった単結晶基板 2 を M O V P E 装置の反応炉内に配置する。要するに、初期工程では、一平面 2 1 に当該一平面 2 1 の法線方向に突出する複数の突起 2 2 がアレイ状に並んでいる単結晶基板 2 を M O V P E 装置の反応炉内に配置する。より詳細には、初期工程では、単結晶基板 2 を M O V P E 装置の反応炉内に導入し、その後、反応炉の内部の真空引きを行い、続いて、窒素ガス等を反応炉内へ流すことによって反応炉内を窒素ガスで満たしてから、排気する。なお、単結晶基板 2 は、エピタキシャル基板 1 を複数形成することが可能な単結晶ウェハであるのが好ましい。

10

【 0 0 2 8 】

〔 3 〕単結晶基板 2 を加熱して単結晶基板 2 の下地面 2 0 を清浄化する工程

この工程は、M O V P E 装置の反応炉内に配置された単結晶基板 2 の基板温度を、規定温度まで昇温し、さらに、この規定温度での加熱により単結晶基板 2 の下地面 2 0 を清浄化する。

【 0 0 2 9 】

より具体的に説明すれば、この工程では、反応炉内の圧力を規定圧力に減圧した後、反応炉内を規定圧力に保ちながら基板温度を規定温度まで上昇させてから、規定温度で規定時間の加熱を行うことにより単結晶基板 2 の下地面 2 0 を清浄化する。規定圧力は、一例として 4 0 k P a としてあるが、1 k P a ~ 7 0 k P a の範囲で適宜設定すればよい。規定温度は、一例として 1 1 0 0 としてあるが、1 0 0 0 ~ 1 2 0 0 の範囲で適宜設定すればよい。規定時間は、一例として 1 0 分としてあるが、5 分 ~ 1 5 分の範囲で適宜設定すればよい。この工程では、反応炉内へ H₂ ガスを供給した状態で単結晶基板 2 を加熱することにより、清浄化を効果的に行うことが可能となる。

20

【 0 0 3 0 】

〔 4 〕島状の複数の A l N 結晶核 3 4 を形成する工程（第 1 工程）

この工程では、M O V P E 装置の反応炉内へ A l の原料ガス (tri-methyl aluminum : T M A l) と N の原料ガス (N H₃) とを供給することによって単結晶基板 2 の下地面 2 0 上に島状の複数の A l N 結晶核 3 4 (図 3 A 参照) を形成する。要するに、第 1 工程は、単結晶基板 2 を加熱した状態で、A l の原料ガスと N の原料ガスとを反応炉内に供給することによって、単結晶基板 2 の一平面 2 1 及び複数の突起 2 2 の表面を含む下地面 2 0 上に島状の複数の A l N 結晶核 3 4 を形成する。ここにおいて、島状の複数の A l N 結晶核 3 4 は、A l N 層 3 の一部となる。A l N 結晶核 3 4 は、この工程よりも後の工程での結晶成長の種結晶 (seed crystal) として機能すると推考される。島状の複数の A l N 結晶核 3 4 は、A l 極性の A l N 結晶核であるのが好ましい。第 1 工程における V / III 比は、A l 極性の A l N 結晶核の形成が N 極性の A l N 結晶核の形成よりも優先されやすい値である。よって、第 1 工程において複数の A l N 結晶核 3 4 それぞれとして A l 極性の A l N 結晶核を形成し、かつ、N 極性の A l N 結晶核の形成を抑制することが可能となる。これにより、第 2 A l N 結晶 3 2 及び第 3 A l N 結晶 3 3 それぞれの成長時に N 極性の A l N 結晶が成長するのを抑制することが可能となる。

30

40

【 0 0 3 1 】

この工程では、複数の島状の A l N 結晶核 3 4 を形成する第 1 過程と、第 1 過程にて形成した複数の島状の A l N 結晶核 3 4 のサイズを大きくする第 2 過程と、を行う。

【 0 0 3 2 】

第 1 過程では、反応炉内の圧力を第 1 所定圧力とし基板温度を第 1 所定温度とした状態で T M A l と N H₃ とを反応炉内に供給することで島状の A l N 結晶核 3 4 を形成する。T M A l 及び N H₃ それぞれのキャリアガスとしては、H₂ ガスを採用することが好ましい

50

。第1所定圧力は、例えば、40 kPaである。第1所定温度は、例えば、1100、1200、1280の順に段階的に変化させる。第1過程におけるV/III比は、例えば、8である。「V/III比」とは、III族元素であるAlの原料ガスのモル供給量[$\mu\text{mol}/\text{min}$]に対するV族元素であるNの原料ガスのモル供給量[$\mu\text{mol}/\text{min}$]との比である。第1過程におけるV/III比は、Al極性のAlN結晶核の形成がN極性のAlN結晶核の形成よりも優先される値である。また、第1過程におけるプロセスパラメータは、突起の形成されていないサファイア基板上に同条件でAlN結晶核を成長させたときに、AlN結晶核の直径が10 nm~30 nm、高さが10 nm~30 nm、AlN結晶核34の密度が150~250個/ μm^2 程度となる時のプロセスパラメータと同じであるのが好ましい。これらの値は、評価用に作製したサンプルの表面を原子間力顕微鏡(atomic force microscopy: AFM)により観察して評価して得られた値である。

10

【0033】

第2過程では、反応炉内の圧力を第2所定圧力として基板温度を第2所定温度とした状態でTMAlとNH₃とを反応炉内に供給することで島状のAlN結晶核34のサイズを大きくする。TMAl及びNH₃それぞれのキャリアガスとしては、H₂ガスを採用することが好ましい。第2過程では、第1過程よりもAl原子の拡散を促進させるように第2所定圧力、第2所定温度及びV/III比を設定するのが好ましい。これにより、Al原子をAlN結晶核34に優先的に付着させることが可能になると推考される。第2所定圧力は、第1所定圧力よりも低圧であるのが好ましい。第2所定圧力は、例えば、20 kPaである。第2所定温度は、第1所定温度よりも高いのが好ましい。第2所定温度は、例えば、1350である。第2過程におけるV/III比は、第1過程におけるV/III比よりも大きいのが好ましい。第2過程におけるV/III比は、例えば、106である。第2過程におけるプロセスパラメータは、突起の形成されていないサファイア基板の上のAlN結晶核を同条件で大きくしたときに、AlN結晶核34の直径が20 nm~50 nm、高さが20 nm~40 nm、AlN結晶核34の密度が150~250個/ μm^2 程度となる時のプロセスパラメータと同じであるのが好ましい。これらの値は、評価用に作製したサンプルの表面を原子間力顕微鏡により観察して評価して得られた値である。

20

【0034】

〔5〕単結晶基板2の下地面20上に第1AlN結晶31及び柱状の複数の第2AlN結晶32(図3B参照)を形成する工程

30

本明細書では、この工程において形成する第1AlN結晶31と複数の第2AlN結晶32とを含む層を、第1AlN層301と称する。よって、この工程(第2工程)では、単結晶基板2を加熱した状態で、Alの原料ガスとNの原料ガスとをMOVPE装置の反応炉内に供給することによって、複数のAlN結晶核34を元に単結晶基板2の下地面20上に第1AlN層301を形成する。エピタキシャル基板1の製造方法では、第1AlN層301と、その一部となるAlN結晶核34とで材質が同じであるので、最終生成物のエピタキシャル基板1においてAlN結晶核34を区別するのは難しい。

【0035】

この工程では、MOVPE装置の反応炉内の圧力を所定圧力に保ち単結晶基板2を加熱した状態で反応炉内にAlの原料ガス(TMAl)とNの原料ガス(NH₃)とを供給することによって単結晶基板2の下地面20上に、第1AlN結晶31と柱状の複数の第2AlN結晶32とを成長させる。この工程における所定圧力は、例えば、20 kPaである。この工程におけるV/III比は、単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交するファセット(facet)を有するAlN結晶の縦方向成長が促進される値であるのが好ましい。言い換えれば、この工程におけるV/III比は、第2AlN結晶32の成長が促進される値であるのが好ましい。これにより、柱状の複数の第2AlN結晶32それぞれのファセットが単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交しやすくなり、結果的に第3AlN結晶33の表面の平坦性を向上させることが可能となる。この工程におけるV/III比は、例えば、51よりも大きいのが好ましい。より詳細には、この工程におけるV/III比は、52~870であるのが好ましく、52~140であるのがより好ましい。「ファセ

40

50

ット」とは、結晶成長の際に選択的に現れる小さい結晶面を意味し、他の結晶面に比べてエネルギー的に安定であり結晶成長しやすい面を意味する。この工程における基板温度は、例えば、1350 である。この工程における基板温度は、1300 よりも高く1390 よりも低いのが好ましい。なお、V/III比が870よりも大きいと、TMAIとNH₃との寄生反応が支配的となり、結晶品質の悪化を招くと考えられる。「寄生反応」とは、TMAIとNH₃との輸送中に発生するTMAIとNH₃との反応を意味している。

【0036】

この工程において反応炉内にAlの原料ガスとNの原料ガスとを供給している時間（成長時間）は、サファイア基板のc面上に同条件でAlN層を成長させたときに当該AlN層の厚さが2μm以上となる時間であるのが好ましい。本願発明者らは、成長時間を当該AlN層の厚さが0.2μmとなる時間とした場合、AlN層3の表面30の一部が異常成長部の表面により構成されAlN層3の表面30の平坦性がよくないことを確認している。本願発明者らは、断面SEM像（cross-sectional scanning electron microscope image）により、異常成長部が、単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交しない柱状のAlN結晶であることを確認している。また、本願発明者らは、異常成長部の表面については、TEMによる電子回折像からAlN結晶のc面であることを確認している。また、本願発明者らは、AlN層3の表面30の一部が異常成長部の表面により構成されている場合、そのAlN層3を含むエピタキシャル基板を用いた紫外線発光ダイオードでは、リーク電流が比較的大きくなり、電気的特性の信頼性が低いことを確認している。エピタキシャル基板1の製造方法では、第3AlN結晶33の表面30の一部が、単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交しない柱状の異常成長部の表面により構成されるのを抑制することが可能となり、AlN層3の表面30の平坦性を向上させることが可能となる。柱状の複数の第2AlN結晶32は、それぞれ、単結晶基板2の複数の突起22の先端から成長している。第2AlN結晶32は、単結晶基板2の一平面21の法線方向に直交するファセットを有するAlN結晶であると考えられる。これに対して、単結晶基板2の複数の突起22の表面のうち先端を除く側面から成長している部分が第1AlN結晶31を構成している。第1AlN結晶31は、単結晶ではなく、多結晶であると考えられる。この工程では、TMAIのキャリアガスとしてH₂ガスのみを使用し、かつ、NH₃のキャリアガスとしてH₂ガスのみを使用するのが好ましい。

10

20

30

【0037】

〔6〕第3AlN結晶33（図3C参照）を形成する工程

本明細書では、この工程において形成する第3AlN結晶33を、第2AlN層302と称する。よって、この工程（第3工程）では、単結晶基板2を加熱した状態で、Alの原料ガスとNの原料ガスとをMOVPE装置の反応炉内に供給することによって、第1AlN層301上に第2AlN層302を形成する。エピタキシャル基板1の製造方法では、第1AlN層301の第2AlN結晶32と第2AlN層302の第3AlN結晶33とで材質及び結晶構造が同じであるので、最終生成物のエピタキシャル基板1において第1AlN層301と第2AlN層302とを区別するのは難しい。

【0038】

この工程では、MOVPE装置の反応炉内の圧力を所定圧力に保ち単結晶基板2を加熱した状態で反応炉内にAlの原料ガス（TMAI）とNの原料ガス（NH₃）とを供給することによって、第2AlN層302を構成する第3AlN結晶33を形成する。第3AlN結晶33の表面330がAlN層3の表面30を構成する。この工程における所定圧力は、例えば、20kPaである。この工程におけるV/III比は、AlN結晶の横方向成長が促進される値であるのが好ましい。これにより、第3AlN結晶33と単結晶基板2との距離を短くすることが可能となり、AlN層3の厚さをより薄くすることが可能となる。この工程におけるV/III比は、例えば、51よりも小さいのが好ましい。この工程におけるV/III比は、2～50であるのが好ましく、4～50であるのがより好ましい。この工程における基板温度は、例えば、1350 である。この工程における基板温度は、1300 よりも高く1390 よりも低いのが好ましい。第2AlN層302の

40

50

成長時間は、平坦な表面を有するサファイア基板上に同条件で成長させたときに厚さが $10\ \mu\text{m}$ となる時間であるが、この時間に限定されない。この工程では、TMAIのキャリアガスとして H_2 ガスのみを使用し、かつ、 NH_3 のキャリアガスとして H_2 ガスのみを使用するのが好ましい。これにより、この工程では、TMAIのキャリアガスと NH_3 のキャリアガスとの少なくとも一方が N_2 ガス、あるいは N_2 ガスと H_2 ガスとの混合ガスである場合と比べて、AlN結晶の横方向成長を促進させることが可能となり、AlN層3の表面30の平坦性の向上を図ることが可能となる。この工程では、反応炉内に供給されるキャリアガスが N_2 ガスを含まないようにすることにより、AlN層3の表面30を平坦化するために必要な第2AlN層302の厚さをより薄くすることが可能となる。これにより、エピタキシャル基板1の製造方法では、生産性の向上を図れ、低コスト化を図れる。第3工程では、AlN結晶を a_1 軸、 a_2 軸及び a_3 軸それぞれに沿った方向に横方向成長させやすい。その結果、第3工程では、第3AlN結晶33の厚さを過度に厚くすることなく、複数の第2AlN結晶32のうち隣り合う2つの第2AlN結晶32同士を空洞37の上方で結合することが可能となる。

【0039】

〔1〕～〔6〕までの工程が終了した後、エピタキシャル基板1は、基板温度を例えば室温付近まで降温させた後にMOVPE装置から取り出せばよい。MOVPE装置から取り出したエピタキシャル基板1は、エピタキシャル基板1の状態でもよいし、MOVPE装置以外の結晶成長装置によりIII族窒化物半導体層を成長するためのテンプレート基板(template substrate)として利用してもよい。ここでいう結晶成長装置は、例えば、MBE(molecular beam epitaxy)装置等である。また、MOVPE装置により製造したエピタキシャル基板1を直ちに窒化物半導体素子の製造に供する場合には、MOVPE装置からエピタキシャル基板1を取り出さずに、エピタキシャル基板1上にIII族窒化物半導体層を成長させ、その後、基板温度を室温付近まで降温させ、MOVPE装置から取り出すようにすればよい。

【0040】

エピタキシャル基板1は、例えば、窒化物半導体素子の結晶層を成長するためのテンプレート基板として利用することができる。ここで、エピタキシャル基板1のAlN層3は、例えば発光素子(発光ダイオード、レーザダイオード等)のバッファ層として利用することができる。エピタキシャル基板1のAlN層3を発光素子のバッファ層として利用する場合、MOVPE装置の反応炉内に配置された単結晶基板2上にAlN層3を形成した後(つまり、エピタキシャル基板1を形成した後)、AlN層3をバッファ層として、例えば、n型AlGaN層、発光層、電子ブロック層及びp型AlGaN層を順次成長させればよい。この場合、発光素子では、エピタキシャル基板1として比較例2のエピタキシャル基板を採用している場合と比べて、n型AlGaN層、発光層、電子ブロック層及びp型AlGaN層の結晶性を向上させることができる。発光素子では、発光層から放射される光(例えば、紫外線)を単結晶基板2の第2面202から放射させることが可能となる。

【0041】

本実施形態のエピタキシャル基板1の製造方法は、初期工程と、第1工程と、第2工程と、第3工程と、を含む。初期工程では、一平面21に当該一平面21の法線方向に突出する複数の突起22がアレイ状に並んでいる単結晶基板2をMOVPE装置の反応炉内に配置する。第1工程では、単結晶基板2を加熱した状態で、Alの原料ガスとNの原料ガスを反応炉内に供給することによって、単結晶基板2の一平面21及び複数の突起22の表面を含む下地面20上に島状の複数のAlN結晶核34を形成する。第2工程では、単結晶基板2を加熱した状態で、Alの原料ガスとNの原料ガスを反応炉内に供給することによって、複数のAlN結晶核34を元に単結晶基板の下地面20上に第1AlN層301を形成する。第3工程では、単結晶基板2を加熱した状態でAlの原料ガスとNの原料ガスを反応炉内に供給することによって、第1AlN層301上に第2AlN層302を形成する。第1工程におけるV/III比は、Al極性のAlN結晶核がN極性のA

10

20

30

40

50

1 N 結晶核よりも優先して形成される値である。第 2 工程における V / III 比は、単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向に直交するファセットを有する A 1 N 結晶の縦方向成長が促進される値であり、第 3 工程における V / III 比は、A 1 N 結晶の横方向成長が促進される値である。第 1 A 1 N 層 3 0 1 の厚さは 2 μ m 以上である。よって、本実施形態のエピタキシャル基板 1 の製造方法では、エピタキシャル基板 1 の結晶性（単結晶基板 2 上に結晶成長された A 1 N 層 3 の結晶性）の更なる向上を図ることが可能となる。より詳細には、第 2 工程では、複数の突起 2 2 の先端が露出するように一平面 2 1 及び複数の突起 2 2 を覆う第 1 A 1 N 結晶 3 1 と、複数の突起 2 2 の先端から法線方向に沿って突出し、前記複数の突起のうちに対応する突起の先端からの距離が長くなるにつれて断面積が大きくなる柱状の複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 と、を含む第 1 A 1 N 層 3 0 1 を形成する。また、第 3 工程では、複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 における単結晶基板 2 とは反対側の端部 3 2 1 を連結する層状の第 3 A 1 N 結晶 3 3 を形成する。本実施形態のエピタキシャル基板 1 の製造方法では、第 2 A 1 N 層 3 0 2 の表面の平坦性を向上させ、かつ、第 2 A 1 N 層 3 0 2 の転位密度を低減することが可能となり、結晶性を向上させることが可能となる。

10

20

30

40

50

【0042】

エピタキシャル基板 1 の製造方法において、第 2 工程における V / III 比は、5 1 よりも大きく、第 3 工程における V / III 比は、5 1 よりも小さいのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板 1 の製造方法では、第 2 工程において単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向に対して傾いた方向に直交するファセットを有する異常成長部が形成されるのを抑制することが可能となり、かつ、第 3 工程において第 2 A 1 N 層 3 0 2 の平坦性を向上させることが可能となる。

【0043】

エピタキシャル基板 1 の製造方法において、第 2 工程及び第 3 工程それぞれにおける単結晶基板 2 の温度は 1 3 0 0 よりも高くかつ 1 3 9 0 未満であるのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板 1 の製造方法では、第 2 A 1 N 層 3 0 2 の平坦性を向上させることが可能となる。第 2 工程及び第 3 工程それぞれにおいて、単結晶基板 2 の温度を 1 3 9 0 以上とすると、A 1 原子及び N 原子の脱離が支配的となって横方向に成長しにくくなると推考される。

【0044】

エピタキシャル基板 1 の製造方法において、第 2 工程及び第 3 工程では、A 1 の原料ガスのキャリアガスは H₂ ガスのみであり、かつ、N の原料ガスのキャリアガスは H₂ ガスのみであるのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板 1 の製造方法では、第 2 A 1 N 層 3 0 2 の平坦性を向上させることが可能となる。より詳細には、第 2 工程及び第 3 工程でキャリアガスが N₂ ガスを含んでいる場合に比べて、A 1 原子の拡散を促進させることが可能となり、横方向成長が抑制されにくくなり、複数の第 2 A 1 N 結晶 3 2 における単結晶基板 2 とは反対側の端部 3 2 2 を連結している層状の第 3 A 1 N 結晶 3 3 を形成することが可能となる。これにより、エピタキシャル基板 1 の製造方法では、第 2 A 1 N 層 3 0 2 の表面の平坦性を向上させることが可能となる。

【0045】

エピタキシャル基板 1 の製造方法において、単結晶基板 2 は、サファイア基板に限らず、六方晶の単結晶基板であればよく、例えば、SiC 基板、A 1 N 基板又は GaN 基板でもよい。言い換えれば、エピタキシャル基板 1 の製造方法では、単結晶基板 2 は、サファイア基板、SiC 基板、A 1 N 基板又は GaN 基板であるのが好ましい。ここで、単結晶基板 2 における一平面 2 1 の法線方向の結晶軸は c 軸であるのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板 1 の製造方法は、A 1 N 層 3 の更なる結晶性の向上を図れる。

【0046】

エピタキシャル基板 1 の製造方法において、複数の突起 2 2 は、それぞれ島状であり、2 次元のアレイ状に並んでいるのが好ましい。これにより、エピタキシャル基板 1 の製造方法により製造されるエピタキシャル基板 1 を利用した紫外線発光ダイオードでは、発光層から放射された紫外線が複数の突起 2 2 で散乱されやすくなり、光取り出し効率を向上

させることが可能となる。

【0047】

以下、一実施例のエピタキシャル基板1の製造方法により製造したエピタキシャル基板1について説明する。

【0048】

エピタキシャル基板1における単結晶基板2は、サファイア基板、より詳細には所謂PSSである。ここで、単結晶基板2の一平面21は、(0001)面である。単結晶基板2の一平面21は、(0001)面からのオフ角が、 $0.2^\circ \pm 0.1^\circ$ である。単結晶基板2における突起22は、円錐状である。突起22の高さは、600nmである。また、突起22の底面の直径は、900nmである。また、複数の突起22において隣り合う突起22間の距離は、100nmである。

10

【0049】

一実施例のエピタキシャル基板1の製造方法は、MOVPE装置の反応炉内において図4に示す成長シーケンスにより単結晶基板2上にAlN層3をエピタキシャル成長させる。

【0050】

第1工程の第1過程では、反応炉内の圧力を40kPaとして、基板温度を1100とした状態でV/III比を8とするようにTMA1及びNH₃を反応炉内に4.5秒だけ供給し、その後、基板温度を1200とした状態でV/III比を8とするようにTMA1及びNH₃を反応炉内に3秒だけ供給し、その後、基板温度を1280とした状態でV/III比を8とするようにTMA1及びNH₃を反応炉内に3秒だけ供給した。第1工程の第2過程では、反応炉内の圧力を20kPaとして、基板温度を1350とした状態でV/III比を106とするようにTMA1及びNH₃を反応炉内に3秒だけ供給した。第1工程では、TMA1及びNH₃それぞれのキャリアガスとして、H₂ガスを採用した。

20

【0051】

第2工程では、反応炉内の圧力を20kPa、基板温度を1350とした状態で、V/III比を140とするようにTMA1及びNH₃を反応炉内に供給した。第2工程では、突起22なしの場合の同条件でのAlNの成長速度に基づいて当該AlNの厚さが2μmとなるように成長時間を設定した。第2工程では、TMA1及びNH₃それぞれのキャリアガスとして、H₂ガスを採用した。

30

【0052】

第3工程では、反応炉内の圧力を20kPa、基板温度を1350とした状態で、V/III比を4とするようにTMA1及びNH₃を反応炉内に供給した。第3工程では、突起22なしの場合の同条件でのAlNの成長速度に基づいて当該AlNの厚さが10μmとなるように成長時間を設定した。第3工程では、TMA1及びNH₃それぞれのキャリアガスとして、H₂ガスを採用した。

【0053】

一実施例のエピタキシャル基板1の製造方法により製造したエピタキシャル基板1の断面TEM像を図5及び6に示す。図5及び6から、エピタキシャル基板1では、突起22の先端付近から単結晶基板2の法線方向とは傾いた方向に延びた転位が空洞37の箇所では消滅しており、第3AlN結晶33中の転位が低減されていることが確認された。

40

【0054】

エピタキシャル基板1の結晶性については、AlN層3の表面モフォロジー、AlN層3の転位密度等によって評価した。AlN層3の表面モフォロジーは、第2AlN層302の表面モフォロジーである。ここでいう転位密度は、刃状転位(edge dislocation)と、螺旋転位(screw dislocation)と、混合転位(mixed dislocation)と、を含む転位(刃状転位が大部分を占めている)の密度を意味する。言い換えれば、ここでいう転位密度は、刃状転位と螺旋転位と混合転位とを区別せずにまとめて算出した値を意味する。転位密度は、断面TEM像から算出した値である。

【0055】

50

一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法により製造したエピタキシャル基板 1 の表面の光学顕微鏡による観察像の写真を図 7 に示し、比較例 1 のエピタキシャル基板の製造方法により製造したエピタキシャル基板の表面の光学顕微鏡による観察像の写真を図 8 に示す。比較例 1 のエピタキシャル基板の製造方法は、一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法と同様である。比較例 1 のエピタキシャル基板の製造方法では、第 2 工程において成長時間を突起 2 2 なしの場合の同条件での A 1 N の成長速度に基づいて当該 A 1 N の厚さが $0.2 \mu\text{m}$ となるように設定した点が一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法とは相違する。また、比較例 1 のエピタキシャル基板の製造方法では、第 3 工程において成長時間を突起 2 2 なしの場合の同条件での A 1 N の成長速度に基づいて当該 A 1 N の厚さが $11.8 \mu\text{m}$ となるように設定した点が一実施例のエピタキシャル基板の製造方法とは相違する。図 7 及び 8 から、一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法により製造したエピタキシャル基板 1 では、比較例 1 のエピタキシャル基板の製造方法により製造したエピタキシャル基板と比べて、表面の平坦性が向上していることが分かる。

10

【0056】

また、一平面に突起のない単結晶基板上に A 1 N 層を一実施例と同条件で成長させた参考例の製造方法により製造したエピタキシャル基板における A 1 N 層の転位密度は、 $2.0 \times 10^9 \text{cm}^{-2}$ であった。これに対し、エピタキシャル基板 1 における A 1 N 層 3 の転位密度は、 $6.2 \times 10^8 \text{cm}^{-2}$ であった。要するに、一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法により製造したエピタキシャル基板 1 は、参考例のエピタキシャル基板の製造方法により製造したエピタキシャル基板よりも、結晶性が向上している。

20

【0057】

ところで、本願発明者らは、特許文献 1 に記載されている成長条件に準じて A 1 N 層を成長しても、A 1 の原料ガスの流量、N の原料ガスの流量等を変更した場合に、A 1 N 層の表面の平坦性が低下してしまうことがあるという知見を得た。そこで、本願発明者らは、A 1 N 層の表面の平坦性が低くなる原因について鋭意研究を行った。そして、本願発明者らは、光学顕微鏡による表面の観察、SEM による断面観察の結果から、表面が c 面であっても当該 c 面が単結晶基板 2 の一平面 2 1 の法線方向から傾いた直線に直交している異常成長部が形成されていることにより、A 1 N 層の表面の平坦性が低下しているという知見を得た。

【0058】

そこで、本願発明者らは、成長条件を種々変化させた複数の比較例の製造方法それぞれにより製造したエピタキシャル基板について、光学顕微鏡による観察を行い、平坦性を評価した。一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法の成長条件、比較例 1 ~ 6 それぞれの製造方法の成長条件を下記の表 1 に示す。

30

【0059】

【表 1】

		実施例	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
	全厚さ [μm]	12	12	6	6	6	6	6
第1工程 第1過程	温度 [$^{\circ}\text{C}$]	1100, 1200, 1280						
	圧力 [kPa]	40	40	40	40	40	40	40
	厚さ [μm]	-	-	-	-	-	-	-
	H ₂ ガス [slm]	100	100	100	100	100	100	100
	N ₂ ガス [slm]	0	0	0	0	0	0	0
	TMA1 [sccm]	80	80	80	80	80	80	80
	NH ₃ [sccm]	20	20	20	20	20	20	20
	V/III比	8	8	8	8	8	8	8
第1工程 第2過程	温度 [$^{\circ}\text{C}$]	1350	1350	1350	1350	1350	1350	1350
	圧力 [kPa]	20	20	20	20	20	20	20
	厚さ [μm]	-	-	-	-	-	-	-
	H ₂ ガス [slm]	80	80	80	80	80	80	80
	N ₂ ガス [slm]	0	0	0	0	0	0	0
	TMA1 [sccm]	269	269	269	269	269	269	269
	NH ₃ [sccm]	800	800	800	800	800	800	800
	V/III比	106	106	106	106	106	106	106
第2工程	温度 [$^{\circ}\text{C}$]	1350	1350	1350	1350	1350	1350	1350
	圧力 [kPa]	20	20	20	20	20	20	20
	厚さ [μm]	2	0.2	1.5	1.5	1.5	0.2	0.2
	H ₂ ガス [slm]	80	80	80	80	80	60	80
	N ₂ ガス [slm]	0	0	0	0	0	20	0
	TMA1 [sccm]	291	291	291	291	291	291	291
	NH ₃ [sccm]	1105	1105	1105	1105	1105	1105	1105
	V/III比	106	106	106	106	106	106	106
第3工程	温度 [$^{\circ}\text{C}$]	1350	1350	1300	1350	1390	1350	1350
	圧力 [kPa]	20	20	30	30	30	20	20
	厚さ [μm]	10	11.8	4.5	4.5	4.5	5.8	5.8
	H ₂ ガス [slm]	80	80	80	80	80	60	80
	N ₂ ガス [slm]	0	0	0	0	0	20	0
	TMA1 [sccm]	291	291	291	291	291	291	291
	NH ₃ [sccm]	30	30	30	30	30	30	30
	V/III比	4	4	4	4	4	4	4

【0060】

表1中において、「圧力」は、MOVPE装置の反応炉内の圧力である。「TMA1 [sccm]」は、反応炉内に供給するTMA1の流量である。「sccm」は、「standard cc per minute」の略語である。また、「NH₃ [sccm]」は、反応炉内に供給するNH₃の流量である。「slm」は、「standard liter per minute」の略語である。また、表1中において、第2工程の欄の「厚さ」は、成長厚さ（一実施例では、第1A1N層301の厚さ）である。また、表1中において、第3工程の欄の「厚さ」は、成長厚さ（一実施例では、第2A1N層302の厚さ）である。

【0061】

一実施例と比較例1とは、第2工程での厚さ及び第3工程での厚さを異ならせてあるだけで、他の成長条件を同じとしてある。比較例1では、第2工程での厚さと第3工程での

10

20

30

40

50

厚さとの合計厚さを一実施例における第 2 工程での厚さと第 3 工程での厚さとの合計厚さと同じにしてある。

【 0 0 6 2 】

一実施例と比較例 3 とは、第 2 工程での厚さ及び第 3 工程での厚さを異ならせてあるだけで、他の成長条件を同じとしてある。比較例 3 では、第 2 工程での厚さ及び第 3 工程での厚さのいずれも一実施例よりも薄い。比較例 2 と比較例 3 と比較例 4 とは第 3 工程の成長温度を異ならせてあるだけで、他の成長条件を同じとしてある。

【 0 0 6 3 】

一実施例と比較例 6 とは、第 2 工程での厚さ及び第 3 工程での厚さを異ならせてあるだけで、他の成長条件を同じとしてある。比較例 6 では、第 2 工程での厚さを比較例 1 と同じにし、第 3 工程での厚さを比較例 2 よりも薄くしてある。比較例 6 では、第 2 工程での厚さと第 3 工程での厚さとの合計厚さを一実施例における第 2 工程での厚さと第 3 工程での厚さとの合計厚さの半分としてある。比較例 5 と比較例 6 とはキャリアガスが異なるだけで他の成長条件を同じとしてある。比較例 6 では、キャリアガスが H_2 ガスのみであるのに対して、比較例 5 では、キャリアガスが H_2 ガスと N_2 ガスとを含んでいる。 H_2 ガスの流量と N_2 ガスの流量との合計流量に対する H_2 ガスの流量の割合は 75% である。なお、比較例 3 ~ 6 では、単結晶基板 2 における突起 2 2 の高さは、 $1.3 \mu m$ である。また、比較例 3 ~ 6 では、単結晶基板 2 における突起 2 2 の底面の直径は、 $1.8 \mu m$ である。また、比較例 3 ~ 6 では、複数の突起 2 2 において隣り合う突起 2 2 間の距離は、 $0.2 \mu m$ である。

10

20

【 0 0 6 4 】

図 7 は、一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法により製造したエピタキシャル基板 1 の表面に関し、光学顕微鏡による観察像の写真である。図 8 ~ 13 は、それぞれ、比較例 1 ~ 6 のエピタキシャル基板の製造方法により製造したエピタキシャル基板の表面に関し、光学顕微鏡による観察像の写真である。

【 0 0 6 5 】

図 7 ~ 13 から、一実施例のエピタキシャル基板 1 の製造方法により製造されたエピタキシャル基板 1 は、比較例 1 ~ 6 のエピタキシャル基板の製造方法により製造されたエピタキシャル基板よりも良好な平坦性が得られていることが分かる。

【 0 0 6 6 】

また、図 9 ~ 11 から、比較例 2 ~ 4 のエピタキシャル基板の製造方法それぞれにより製造されたエピタキシャル基板の比較では、基板温度が 1350 の比較例 3 のほうが、基板温度が 1300 の比較例 2 及び基板温度が 1390 の比較例 3 の場合に比べて、柱状の AlN 結晶同士の結合が促進されていることが分かる。

30

【 0 0 6 7 】

また、図 12 ~ 13 から、比較例 6 ~ 7 のエピタキシャル基板の製造方法それぞれにより製造されたエピタキシャル基板の比較では、キャリアガスを H_2 ガスのみとした比較例 7 のほうが、キャリアガスとして H_2 ガスと N_2 ガスとがある比較例 6 と比べて、柱状の AlN 結晶同士の結合が促進されていることが分かる。

【 0 0 6 8 】

実施形態及び実施例に記載した材料、数値等は、好ましい例を示しているだけであり、それに限定する主旨ではない。更に、本願発明は、その技術的思想の範囲を逸脱しない範囲で、構成に適宜変更を加えることが可能である。

40

【 0 0 6 9 】

例えば、複数の突起 2 2 の各々は、円錐状に限らず、例えば、角錐状でもよい。また、複数の突起 2 2 の各々は、錐台状（円錐台状、角錐台状等）でもよいし、半球状でもよい。

【 0 0 7 0 】

また、複数の突起 2 2 は、2 次元のアレイ状に並んでいる例に限らず、例えば、1 次元のアレイ状（例えば、ストライプ状）に並んでいてよい。

50

【 0 0 7 1 】

なお、A l N 層 3 は、この A l N 層 3 を成長させる際に不可避免的に混入される H、C、O、S i、F e などの不純物を含有していてもよい。また、A l N 層 3 は、この A l N 層 3 を成長させる際に導電性制御のために意図的に導入される S i、G e、B e、M g、Z n、C 等の不純物を含有していてもよい。

【 0 0 7 2 】

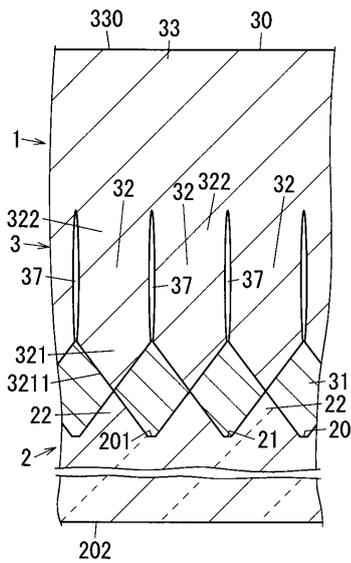
エピタキシャル基板 1 を利用して製造する窒化物半導体素子は、発光ダイオード（例えば、紫外線発光ダイオード等）、レーザダイオードに限らず、例えば、A l G a N 系の高電子移動度トランジスタ等でもよい。

【 符号の説明 】

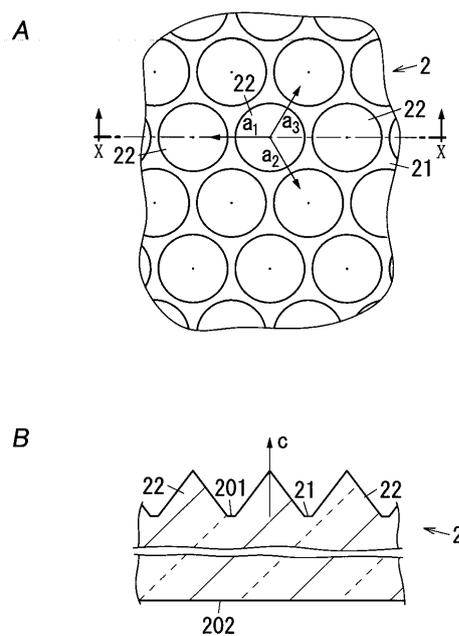
【 0 0 7 3 】

- 1 エピタキシャル基板
- 2 単結晶基板
- 2 0 下地面
- 2 1 一平面
- 2 2 突起
- 3 4 A l N 結晶核
- 3 0 1 第 1 A l N 層
- 3 0 2 第 2 A l N 層

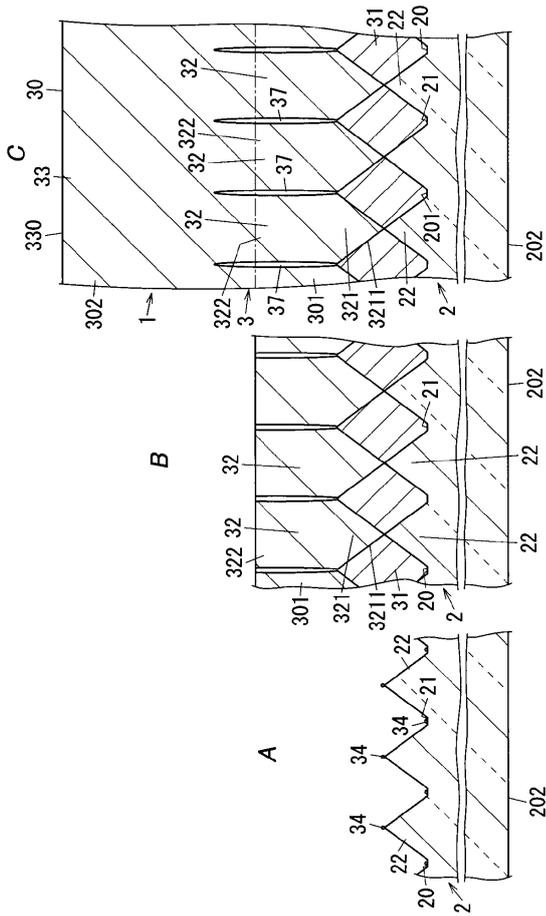
【 図 1 】



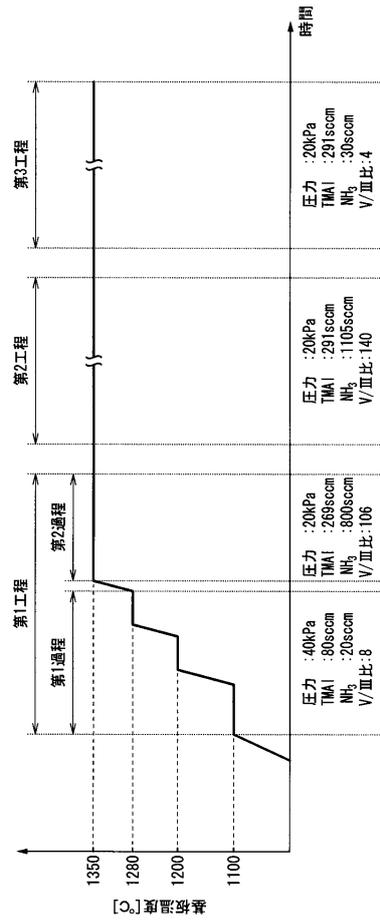
【 図 2 】



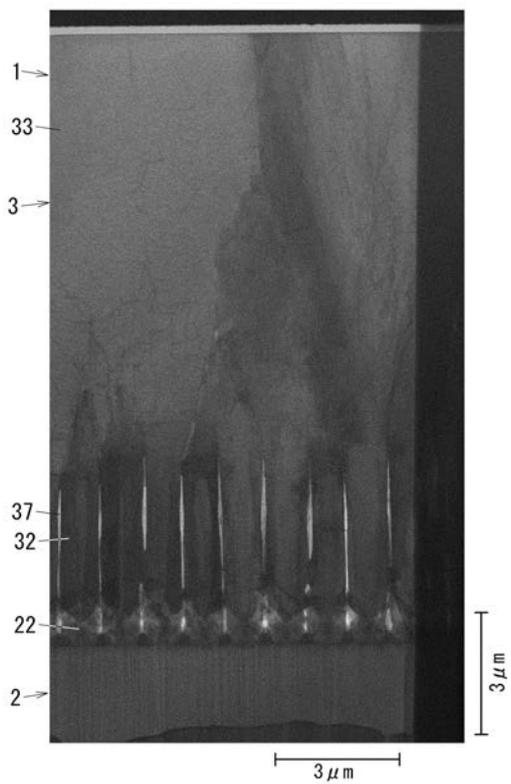
【 図 3 】



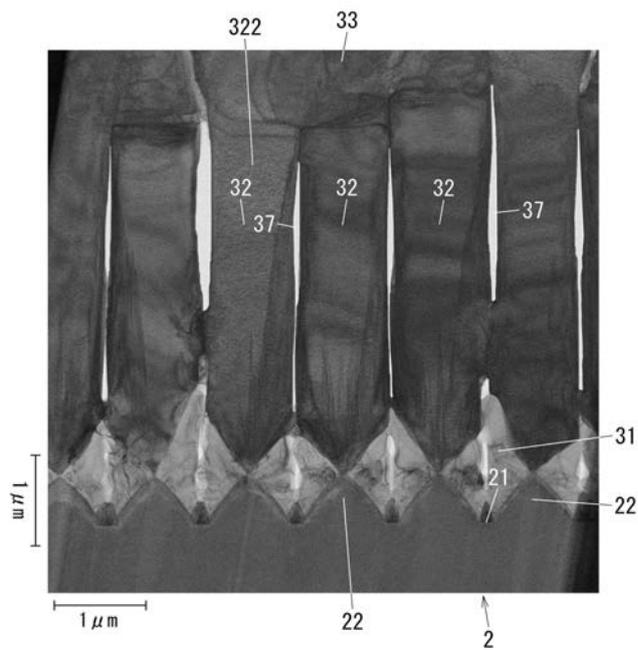
【 図 4 】



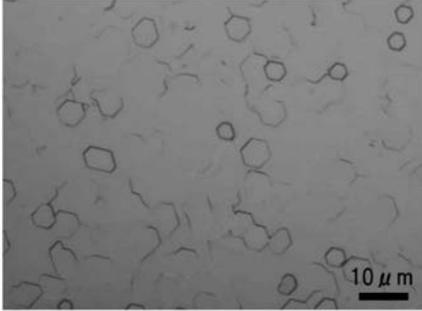
【 図 5 】



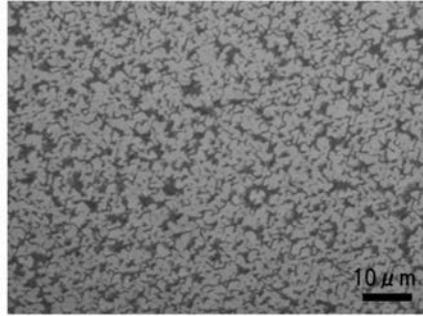
【 図 6 】



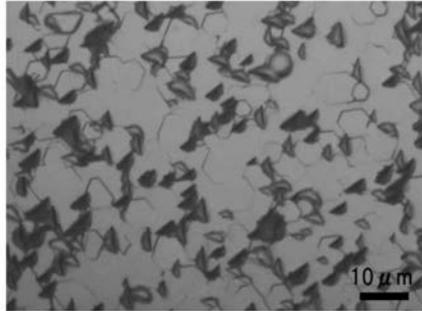
【 図 7 】



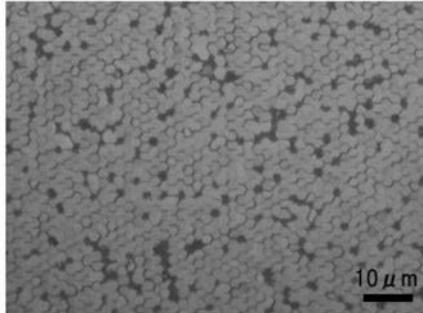
【 図 9 】



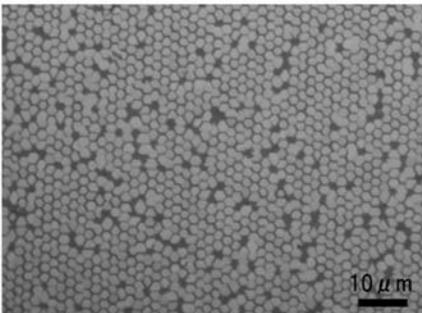
【 図 8 】



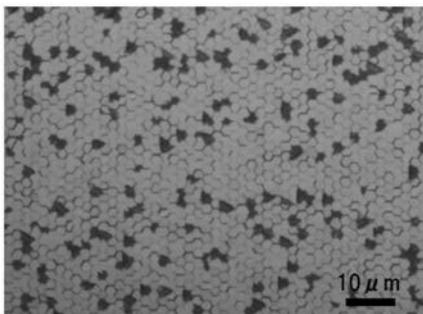
【 図 1 0 】



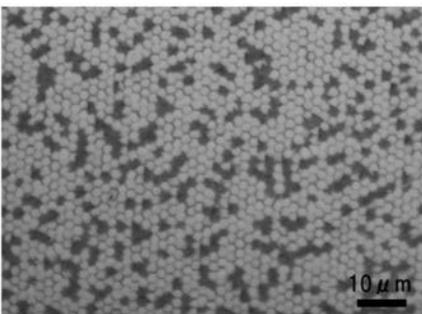
【 図 1 1 】



【 図 1 3 】



【 図 1 2 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード(参考)
C 2 3 C	16/46	(2006.01)	C 2 3 C	16/46
H 0 1 L	21/20	(2006.01)	H 0 1 L	21/20
H 0 1 L	33/32	(2010.01)	H 0 1 L	33/32

(72)発明者 野口 憲路
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 パナソニック株式会社内

(72)発明者 美濃 卓哉
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 パナソニック株式会社内

(72)発明者 高野 隆好
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 パナソニック株式会社内

(72)発明者 阪井 淳
大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 パナソニック株式会社内

(72)発明者 平山 秀樹
埼玉県和光市広沢 2 番 1 号 国立研究開発法人理化学研究所内

F ターム(参考) 4G077 AA02 AA03 AB02 BE13 DB08 EA02 EA05 EA06 EC09 ED04
ED05 ED06 EE05 HA02 HA12 TK04 TK06
4K030 AA11 AA13 AA17 AA18 BA02 BA38 BB02 BB12 CA05 CA12
DA03 EA03 FA10 GA02 HA01 HA13 HA15 JA01 JA05 JA06
JA09 JA10 LA14
5F045 AA04 AB09 AB17 AC08 AC12 AC15 AD17 AE25 AF09 AF12
BB13 CA10 CA12 DA52 DA53 DB09 EE12 EE17 EK27
5F152 LL05 LN03 LN15 MM18 NN05 NN09 NN13 NN27 NQ09 NQ12
5F241 CA04 CA40 CA65 FF16