

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6363455号  
(P6363455)

(45) 発行日 平成30年7月25日(2018.7.25)

(24) 登録日 平成30年7月6日(2018.7.6)

(51) Int.Cl. F I  
**C 3 O B 29/38 (2006.01)** C 3 O B 29/38 D  
**C 3 O B 19/12 (2006.01)** C 3 O B 19/12

請求項の数 9 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2014-200244 (P2014-200244)	(73) 特許権者	000004064
(22) 出願日	平成26年9月30日 (2014.9.30)		日本碍子株式会社
(65) 公開番号	特開2016-69224 (P2016-69224A)		愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
(43) 公開日	平成28年5月9日 (2016.5.9)	(74) 代理人	100088672
審査請求日	平成29年4月14日 (2017.4.14)		弁理士 吉竹 英俊
		(74) 代理人	100088845
			弁理士 有田 貴弘
		(72) 発明者	市村 幹也
			愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
			日本碍子株式会社内
		(72) 発明者	大上 翔平
			愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号
			日本碍子株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 GaN複合基板およびGaN自立基板の作製方法ならびにGaN複合基板

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

GaN複合基板の作製方法であって、

下地基板の上にGaN層を(0001)面が基板面と平行になるようにエピタキシャル形成してなるテンプレート基板の上に多結晶アルミナ層を10nm~200nmの厚みに形成するアルミナ層形成工程と、

前記多結晶アルミナ層に対し複数の開口部を離散的に形成するとともに、前記GaN層に対し前記複数の開口部のそれぞれに連通する複数の凹部を形成することによって、それぞれにおいて一の前記開口部と一の前記凹部とが連通する複数の連通凹部を形成する連通凹部形成工程と、

前記複数の開口部が形成された前記多結晶アルミナ層をマスク層とするとともに、前記複数の凹部が形成された前記GaN層を種結晶層として、Naフラックス法によって前記複数の凹部を成長の起点として前記マスク層の上面全体を覆うGaN厚膜層を形成する厚膜層形成工程と、

を備え、

前記連通凹部形成工程においては、

前記開口部のピッチが20μm~100μmであり、

前記開口部の平面サイズが3μm~15μmであり、

前記平面サイズに対する前記ピッチの比が2以上10以下であり、

前記凹部の深さが0.05μm以上であり、

かつ、

前記開口部の最近接方向が前記GaN層におけるa軸方向と合致するように、  
前記連通凹部を形成する、

ことを特徴とするGaN複合基板の作製方法。

【請求項2】

請求項1に記載のGaN複合基板の作製方法であって、

前記連通凹部形成工程においては、前記複数の開口部のそれぞれの形状が正六角形または円形である前記複数の連通凹部を、基板面に平行な面において所定の平面格子の格子点となる位置に形成する、

ことを特徴とするGaN複合基板の作製方法。

10

【請求項3】

請求項1または請求項2に記載のGaN複合基板の作製方法であって、

前記連通凹部形成工程が、

前記多結晶アルミナ層の上にNiマスクを形成するNiマスク形成工程と、

RIEによって前記Niマスクの開口部において前記多結晶アルミナ層および前記GaN層を連続的にエッチングすることによって前記複数の連通凹部を形成するエッチング工程と、

前記Niマスクを除去するNiマスク除去工程と、  
を備えることを特徴とするGaN複合基板の作製方法。

【請求項4】

20

GaN自立基板を作製する方法であって、

請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の方法によってGaN複合基板を作製する複合基板作製工程と、

前記複合基板作製工程によって作製した前記GaN複合基板を急速加熱することによって、前記GaN厚膜層のうち前記連通凹部に形成された第1の部分以外の部分である第2の部分を前記マスク層および前記第1の部分から分離させる分離工程と、  
を備え、

前記第2の部分をGaN自立基板として得る、

ことを特徴とするGaN自立基板の作製方法。

【請求項5】

30

下地基板の上に(0001)面が基板面と平行になるようにGaNからなる種結晶層をエピタキシャル形成してなるテンプレート基板と、

前記テンプレート基板の上に多結晶アルミナにて形成されてなり、離散的に設けられた複数の開口部を有するマスク層と、

GaNからなる厚膜層と、

を備え、

前記マスク層に設けられた前記複数の開口部と、前記種結晶層に設けられた、前記複数の開口部のそれぞれに連通する複数の凹部とによって、それぞれにおいて一の前記開口部と一の前記凹部とが連通する複数の連通凹部が形成されてなり、

前記厚膜層が、前記複数の連通凹部内に埋設されてなる第1の部分と、前記第1の部分から連続するとともに前記マスク層の上面全体を覆う第2の部分とを有してなり、

40

前記マスク層の厚みが10nm~200nmであり、

前記開口部のピッチが20μm~100μmであり、

前記開口部の平面サイズが3μm~15μmであり、

前記平面サイズに対する前記ピッチの比が2以上10以下であり、

前記凹部の深さが0.05μm以上であり、

前記開口部の最近接方向が前記種結晶層におけるa軸方向と合致してなる、

ことを特徴とするGaN複合基板。

【請求項6】

請求項5に記載のGaN複合基板であって、

50

前記厚膜層においては、前記第 1 の部分において転位密度が最も大きく、前記第 1 の部分から前記第 2 の部分の上面に向かうほど転位密度が小さいことを特徴とする GaN 複合基板。

【請求項 7】

請求項 5 または請求項 6 に記載の GaN 複合基板であって、前記厚膜層の前記第 2 の部分の上面における転位密度が  $9 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$  以上  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満であることを特徴とする GaN 複合基板。

【請求項 8】

請求項 5 ないし請求項 7 のいずれかに記載の GaN 複合基板であって、前記複数の開口部のそれぞれの形状が正六角形または円形であり、前記複数の連通凹部は、基板面に平行な面において所定の平面格子の格子点となる位置に配置されてなる、ことを特徴とする GaN 複合基板。

10

【請求項 9】

請求項 5 ないし請求項 8 のいずれかに記載の GaN 複合基板であって、前記厚膜層の前記第 2 の部分が、前記 GaN 複合基板を急速加熱した場合に前記マスク層および前記第 1 の部分から分離されることによる自立基板化が可能に設けられてなる、ことを特徴とする GaN 複合基板。

【発明の詳細な説明】

20

【技術分野】

【0001】

本発明は、GaN 結晶からなる基板に関し、特にその製法に関する。

【背景技術】

【0002】

GaN などの 13 族窒化物 (III 族窒化物) からなる 13 族窒化物半導体は、青色発光デバイス用材料として優れているほか、近年は、携帯電話などに用いられる高速電子デバイス用材料としても注目されている。これらのデバイスの特性は、13 族窒化物半導体自体の品質に強い影響を受けるため、高品質 (低転位) な 13 族窒化物半導体が求められている。係る 13 族窒化物半導体の低転位化を実現するべく、シリコン酸化物やシリコン窒化物などからなるマスクを用いた横方向選択成長により 13 族窒化物半導体の結晶成長時の転位挙動を制御する態様がすでに公知である (例えば、非特許文献 1 および非特許文献 2 参照)。

30

【0003】

また、従来の 13 族窒化物半導体は異種材料からなる下地基板上に結晶成長させて供されるのが一般的であったが、これに代わり、13 族窒化物の単結晶自立基板を作製する手法についても、種々の方策が提案されている。その一つとして、後工程における剥離を可能とするべく、13 族窒化物の厚膜を形成するに先立って、種基板上にマスクや異種材料層、あるいは空隙などを形成しておくという手法が、すでに公知である (例えば、特許文献 1 および非特許文献 3 参照)。さらには、マスク形成による剥離を Na フラックス法によって成長させた 13 族窒化物厚膜の自立基板化に適用した技術もすでに公知である (例えば、特許文献 2 ないし特許文献 5 参照)。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2008 - 162887 号公報

【特許文献 2】特開 2013 - 203617 号公報

【特許文献 3】国際公開第 2012 / 128378 号

【特許文献 4】特許第 5100919 号公報

【特許文献 5】特開 2010 - 163288 号公報

50

## 【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】Akira Usui, Haruo Sunakawa, Akira Sakai, and A. Atsushi Yamaguchi, "Thick GaN Epitaxial Growth with Low Dislocation Density by Hydride Vapor Phase Epitaxy", Jpn. J. App. Phys. Vol.36(1997), pp.L899-L902.

【非特許文献2】Kelvin Linthicum, Thomas Gehrke, Darren Thomson, Eric Carison, Pradeep Rajagopal, Tim Smith, Dale Batchelor, and Robert Davis, "Pendeoepitaxy of gallium nitride thin films", Applied Physics Letters 75, 196(1999), P.196-198.

【非特許文献3】Yusuke Mori, Mamora Imade, and Mihoko Maruyama, "Growth of Bulk GaN Crystal by Na Flux Method"

10

## 【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

特許文献2ないし特許文献5に開示された手法によれば、Naフラックス法により高品質なGaNの自立基板を作製することが可能ではあるが、さらなる低転位化が求められている。

【0007】

しかしながら、非特許文献1や非特許文献2に開示されているようなシリコン酸化物やシリコン窒化物などからなるマスクを適用してNaフラックス法を行うと、マスクを構成するシリコン原子がフラックス中に溶解し、結晶成長が阻害されてしまうため、好ましくない。

20

【0008】

また、特許文献1に開示された手法をNaフラックス法による厚膜成長に適用した場合、再現性よく剥離を行うことは難しいことが、本発明の発明者によって確認されている。

【0009】

さらには、非特許文献3にはコアレス部においては転位粒界は発生しないと記載されているものの、本発明の発明者が非特許文献3に開示された手法をNaフラックス法による厚膜成長に適用した場合、転位粒界が高頻度で発生した。

【0010】

本発明は、上記課題に鑑みてなされたものであり、従来よりも低転位化されたGaN複合基板さらにはGaN自立基板を提供することを目的とする。

30

【課題を解決するための手段】

【0011】

上記課題を解決するため、第1の発明は、GaN複合基板の作製方法であって、下地基板の上にGaN層を(0001)面が基板面と平行になるようにエピタキシャル形成してなるテンプレート基板の上に多結晶アルミナ層を10nm~200nmの厚みに形成するアルミナ層形成工程と、前記多結晶アルミナ層に対し複数の開口部を離散的に形成するとともに、前記GaN層に対し前記複数の開口部のそれぞれに連通する複数の凹部を形成することによって、それぞれにおいて一の前記開口部と一の前記凹部とが連通する複数の連通凹部を形成する連通凹部形成工程と、前記複数の開口部が形成された前記多結晶アルミナ層をマスク層とするとともに、前記複数の凹部が形成された前記GaN層を種結晶層として、Naフラックス法によって前記複数の凹部を成長の起点として前記マスク層の上面全体を覆うGaN厚膜層を形成する厚膜層形成工程と、を備え、前記連通凹部形成工程においては、前記開口部のピッチが20 $\mu$ m~100 $\mu$ mであり、前記開口部の平面サイズが3 $\mu$ m~15 $\mu$ mであり、前記平面サイズに対する前記ピッチの比が2以上10以下であり、前記凹部の深さが0.05 $\mu$ m以上であり、かつ、前記開口部の最近接方向が前記GaN層におけるa軸方向と合致するように、前記連通凹部を形成する、ことを特徴とする。

40

【0012】

第2の発明は、第1の発明のGaN複合基板の作製方法であって、前記連通凹部形成工

50

程においては、前記複数の開口部のそれぞれの形状が正六角形または円形である前記複数の連通凹部を、基板面に平行な面において所定の平面格子の格子点となる位置に形成すること、ことを特徴とする。

【0013】

第3の発明は、第1または第2の発明のGaN複合基板の作製方法であって、前記連通凹部形成工程が、前記多結晶アルミナ層の上にNiマスクを形成するNiマスク形成工程と、RIEによって前記Niマスクの開口部において前記多結晶アルミナ層および前記GaN層を連続的にエッチングすることによって前記複数の連通凹部を形成するエッチング工程と、前記Niマスクを除去するNiマスク除去工程と、を備えることを特徴とする。

【0015】

第4の発明は、第1ないし第3のいずれかの発明の方法によってGaN複合基板を作製する複合基板作製工程と、前記複合基板作製工程によって作製した前記GaN複合基板を急速加熱することによって、前記GaN厚膜層のうち前記連通凹部に形成された第1の部分以外の部分である第2の部分を前記マスク層および前記第1の部分から分離させる分離工程と、を備え、前記第2の部分をGaN自立基板として得る、ことを特徴とする。

【0017】

第5の発明は、GaN複合基板であって、下地基板の上に(0001)面が基板面と平行になるようにGaNからなる種結晶層をエピタキシャル形成してなるテンプレート基板と、前記テンプレート基板の上に多結晶アルミナにて形成されてなり、離散的に設けられた複数の開口部を有するマスク層と、GaNからなる厚膜層と、を備え、前記マスク層に設けられた前記複数の開口部と、前記種結晶層に設けられた、前記複数の開口部のそれぞれに連通する複数の凹部とによって、それぞれにおいて一の前記開口部と一の前記凹部とが連通する複数の連通凹部が形成されてなり、前記厚膜層が、前記複数の連通凹部内に埋設されてなる第1の部分と、前記第1の部分から連続するとともに前記マスク層の上面全体を覆う第2の部分とを有してなり、前記マスク層の厚みが10nm~200nmであり、前記開口部のピッチが20μm~100μmであり、前記開口部の平面サイズが3μm~15μmであり、前記平面サイズに対する前記ピッチの比が2以上10以下であり、前記凹部の深さが0.05μm以上であり、前記開口部の最近接方向が前記種結晶層におけるa軸方向と合致してなる、ことを特徴とする。

【0018】

第6の発明は、第5の発明のGaN複合基板であって、前記厚膜層においては、前記第1の部分において転位密度が最も大きく、前記第1の部分から前記第2の部分の上面に向かうほど転位密度が小さいことを特徴とする。

【0019】

第7の発明は、第5または第6の発明のGaN複合基板であって、前記厚膜層の前記第2の部分の上面における転位密度が $9 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 以上 $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満である、ことを特徴とする。

【0020】

第8の発明は、第5ないし第7のいずれかの発明のGaN複合基板であって、前記複数の開口部のそれぞれの形状が正六角形または円形であり、前記複数の連通凹部は、基板面に平行な面において所定の平面格子の格子点となる位置に配置されてなる、ことを特徴とする。

【0022】

第9の発明は、第5ないし第8のいずれかの発明のGaN複合基板であって、前記厚膜層の前記第2の部分が、前記GaN複合基板を急速加熱した場合に前記マスク層および前記第1の部分から分離されることによる自立基板化が可能に設けられてなる、ことを特徴とする。

【発明の効果】

【0025】

第1ないし第3および第5ないし第9の発明によれば、表面における転位が従来よりも

10

20

30

40

50

低減されてなるGaN厚膜層を備えてなり、かつ、一方主面における転位が従来よりも低減されてなるGaN自立基板を得ることができるGaN複合基板を得ることができる。

【0026】

特に、第1ないし第3の発明によれば、種結晶層に設けた凹部がGaN厚膜層の成長の起点となるので、GaN厚膜層の形成途中における転位の合体消失が生じやすくなり、GaN厚膜層の表面における転位が好適に低減される。また、マスク層を多結晶アルミナにて設けることで、マスク層がNaフラックスに溶解することが好適に抑制されてなる。

【0027】

また、第4および第9の発明によれば、一方主面における転位が従来よりも低減されてなるGaN自立基板を得ることができる。

10

【0028】

より詳細には、第4および第9の発明によれば、GaN厚膜層をNaフラックス法にて形成する場合、多結晶アルミナからなるマスク層はGaN厚膜層の成長の起点とはならない、という性質により、GaN厚膜層はマスク層から分離容易な状態に形成されるので、分離によるGaN自立基板化を容易に行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【0029】

【図1】複合基板10の構成を模式的に示す断面図である。

【図2】複合基板10の作製途中の様子を段階的に示す図である。

【図3】マスク層3の様子を例示する図である。

20

【図4】Naフラックス法によるGaN厚膜層4の形成の様子を模式的に示す断面図である。

【図5】GaN層2の表面の様子を例示する図である。

【図6】GaN厚膜層4の表面の様子を示す図である。

【図7】複合基板10の自立基板化について説明するための図である。

【図8】自立基板4sの裏面SbのCL像の一例である。

【図9】自立基板4sの外観写真である。

【図10】比較例に係る複合基板110の構成を示す図である。

【図11】比較例に係る複合基板210の構成を示す図である。

【図12】比較例に係る試料aについて、GaN厚膜層4の表面のSEM像およびCL像を示す図である。

30

【発明を実施するための形態】

【0030】

本明細書中に示す周期表の族番号は、1989年国際純正応用化学連合会(International Union of Pure Applied Chemistry: IUPAC)による無機化学命名法改訂版による1~18の族番号表示によるものであり、13族とはアルミニウム(Al)・ガリウム(Ga)・インジウム(In)等を指し、14族とは、シリコン(Si)、ゲルマニウム(Ge)、スズ(Sn)、鉛(Pb)等を指し、15族とは窒素(N)・リン(P)・ヒ素(As)・アンチモン(Sb)等を指す。

40

【0031】

< GaN複合基板の概要 >

図1は、本発明の実施の形態に係る複合基板(GaN複合基板)10の構成を模式的に示す断面図である。図1に示すように、複合基板10は、下地基板1と、種結晶層2と、複数の開口部(貫通孔)3hを有するマスク層3と、GaN厚膜層4とを主として備える。

【0032】

複合基板10は、概略、下地基板1の一方主面上に種結晶層2を形成してなるプレート基板の該種結晶層2上にマスク層3を設けた後、係るマスク層3の開口部3hによって結晶成長状態を制御しつつ種結晶層2上にGaN厚膜層4を形成してなるものであるが

50

、マスク層3の形成態様および種結晶層2の形状に特徴を有するものとなっている。

【0033】

なお、複合基板10は、後述する態様にてGaN厚膜層4を分離することにより、GaN単結晶自立基板を得ることができるものであるほか、それ自体が種々のデバイス等を製作する際の基板となり得るものである。

【0034】

下地基板1は、その主面上に上述の各層を好適に積層形成するためのものである。下地基板1としては、単結晶C面サファイア基板を用いるのが好適である。そのサイズには特段の制限はないが、取り扱いの容易さという点からは、直径が数インチ程度で、厚みが数百 $\mu\text{m}$ ~数mm程度のものが好適である。

【0035】

種結晶層2は、GaNにて1000nm~6000nm程度の厚みにエピタキシャル形成されてなる。より詳細には、種結晶層2は、下地基板1上にGaNにて20nm~100nm程度の厚みに形成された低温バッファ層2Lの上に、(0001)面(C面)が下地基板1の基板面と略平行になる態様にて形成されてなる。

【0036】

ただし、種結晶層2には、それぞれが基板法線方向(下地基板1の法線の方向)においてマスク層3の対応する開口部3hと連通する、複数の柱状の(有底筒状の)凹部2hが離散的に設けられてなる。これにより、本実施の形態に係る複合基板10は、それぞれの凹部2hと対応する開口部3hとが連通した有底筒状の凹部Hを複数備えるものとなっている。以降、係る凹部を連通凹部Hと称する。なお、凹部2hの底面は基板法線方向と直交してなる。

【0037】

複数の開口部3hを有するマスク層3は、GaN厚膜層4の形成に際してマスクとして機能する層である。マスク層3は、種結晶層2の上に、アルミナ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )にて形成されてなる多結晶層である。なお、詳細は後述するが、マスク層3を設けるプロセスにおいて開口部3hを形成する際に、種結晶層2の凹部2hが併せて形成される。マスク層3は、10nm~200nmの厚みに形成されてなるのが好ましい。係る場合、マスク層3はGaN厚膜層4を形成する際にマスクとして好適に機能する。なお、アルミナからなるマスク層3を用いるのは、シリコン酸化物やシリコン窒化物からなるマスクを用いる場合とは異なり、GaN厚膜層4をNaフラックス法にて形成する場合において、Naフラックスに溶解することがないからである。

【0038】

なお、基板法線方向に垂直な断面(基板面に平行な面)における連通凹部Hの形状(凹部2hおよび開口部3hの形状)は、正多角形や円形などの等方的なものであることが好ましく、特に、正六角形であることが好ましい。

【0039】

また、連通凹部Hは、基板面に平行な面において六方平面格子や正方平面格子などの平面格子をなすように(より具体的にはそれらの平面格子の格子点位置に)設けられるのが好ましい。係る場合において、連通凹部Hのピッチpは15 $\mu\text{m}$ ~100 $\mu\text{m}$ であればよく、20 $\mu\text{m}$ ~100 $\mu\text{m}$ であることが好ましい。連通凹部Hの平面サイズsは、1 $\mu\text{m}$ ~20 $\mu\text{m}$ であればよい。ここで、連通凹部Hの平面サイズとは、連通凹部Hの形状が正多角形の場合には、ある一辺とこれに対向する辺もしくは頂点との間の距離を意味し、連通凹部Hの形状が円形の場合には、直径を意味する。

【0040】

GaN厚膜層4は、GaNからなる単結晶層であり、マスク層3の上面全体を覆う態様にて、20 $\mu\text{m}$ ~2000 $\mu\text{m}$ の厚みに形成されてなるほか、連通凹部Hに埋設された部位である初期成長部4aを有する。

【0041】

GaN厚膜層4は、種結晶層2のうち、マスク層3で被覆されていない開口部3hの下

10

20

30

40

50

方に位置する部位、つまりは凹部 2 h を起点として、初期成長部 4 a から順次に形成されてなる。それゆえ、本実施の形態においては、凹部 2 h の下地基板 1 に平行な C 面である底面のみならず、凹部 2 h の側面もが GaN 厚膜層 4 の成長の起点となっている点で、特徴的である。

【 0 0 4 2 】

GaN 厚膜層 4 は、Na フラックス法によって形成されるのが好適である。GaN 厚膜層 4 の厚みに特段の制限はなく、Na フラックス法によって形成可能な範囲で所望される厚みに形成されていけばよい。

【 0 0 4 3 】

< 複合基板 1 0 の作製手順と作用効果 >

10

上述のような構成を有する本実施の形態に係る複合基板 1 0 は、その作製手順に特徴を有するとともに、係る作製手順に由来した作用効果を奏するものとなっている。以下、それらについて説明する。図 2 は、複合基板 1 0 の作製途中の様子を段階的に示す図である。

【 0 0 4 4 】

初めに、図 2 ( a ) に示すように、下地基板 1 上に、MOCVD 法などの公知のエピタキシャル形成手法によって、低温バッファ層 2 L と、均一な厚みの GaN 層 2 を形成する。MOCVD 法による場合であれば、少なくとも Ga についての有機金属 ( MO ) 原料ガスであるトリメチルガリウム ( TMG ) と、アンモニアガス ( NH<sub>3</sub> ガス ) と、水素ガスと、窒素ガスとをリアクタ内に供給可能に構成されてなる、公知の MOCVD 炉を用いることができる。

20

【 0 0 4 5 】

具体的には、C 面単結晶サファイア基板である下地基板 1 を MOCVD 炉のサセプタ上に載置した状態で、所定の成長条件を与えることで、低温バッファ層 2 L および GaN 層 2 をこの順に成長させる。

【 0 0 4 6 】

例えば、以下のような条件で各層を成長させればよい。係る場合、GaN 層 2 が、( 0 0 0 1 ) 面が下地基板 1 の基板面と略平行になる態様にてエピタキシャル形成される。

【 0 0 4 7 】

なお、本実施の形態において、15 族 / 13 族ガス比とは、13 族原料である TMG の供給量に対する 15 族原料であるアンモニアガスの供給量の比 ( モル比 ) である。

30

【 0 0 4 8 】

低温バッファ層 2 L :

形成温度 ( サセプタ加熱温度 ) 450 ~ 550 ;

リアクタ内圧力 10 kPa ~ 103 kPa ;

原料キャリアガス 水素 ;

15 族 / 13 族ガス比 1000 ~ 2000 ;

厚み 20 nm ~ 100 nm。

【 0 0 4 9 】

GaN 層 2 :

形成温度 1000 ~ 1200 ;

リアクタ内圧力 10 kPa ~ 103 kPa ;

原料キャリアガス 水素 ;

15 族 / 13 族ガス比 1000 ~ 3000 ;

厚み 1000 nm ~ 6000 nm。

40

【 0 0 5 0 】

続いて、図 2 ( b ) に示すように、GaN 層 2 上に、均一な厚みの多結晶アルミナ層 3 を形成する。多結晶アルミナ層 3 の形成は、電子ビーム真空蒸着法により行うのが好適である。

【 0 0 5 1 】

50

例えば、GaN層2が形成された下地基板1を公知の電子ビーム蒸着装置のサセプタ上に載置した状態で、所定の成長条件を与えることで、多結晶アルミナ層3をこの順に成長させる。

【0052】

基板温度 100 ~ 500 ;  
装置内圧力  $3 \times 10^{-6} \text{ Pa} \sim 3 \times 10^{-4} \text{ Pa}$  ;  
厚み 10 nm ~ 200 nm。

【0053】

続いて、以上の手順にて得られたGaN層2および多結晶アルミナ層3に連通凹部H（開口部3hおよび凹部2h）を形成する。

10

【0054】

まず、図2(c)に示すように、多結晶アルミナ層3の上面に、連通凹部H形成用のマスクとして、金属Ni薄膜からなり、かつ複数の開口部5hを有するNiマスク5を形成する。開口部5hは、続くプロセスにて形成しようとする連通凹部Hの断面形状と同じ平面形状にて、多結晶アルミナ層3の上面における連通凹部Hの形成対象領域RE1（図2(d)）の上方位置に設けられる。

【0055】

係るNiマスク5の形成は、フォトリソグラフィープロセスと真空蒸着法とを組み合わせることによって行うのが好適である。Niマスク5は、50 nm ~ 500 nm程度の厚みに形成すればよい。

20

【0056】

Niマスク5における開口部5hの形成位置およびサイズを調整することで、連通凹部Hのピッチpおよびサイズ（平面サイズ）sを所望の条件に定めることができる。

【0057】

係るNiマスク5の形成に続いて、図2(d)に矢印AR1にて示すように、連通凹部Hの形成対象領域RE1に対してRIE（反応性イオンエッチング）を行い、多結晶アルミナ層3とGaN層2とを連続的にエッチングすることによって連通凹部Hを形成する。

【0058】

なお、連通凹部Hの深さは、エッチング条件を調整することによって種々に違えることが可能であるが、本実施の形態においては、種結晶層2に形成される凹部2hの深さが50 nm ~ 500 nmとなるように、連通凹部Hを形成するのが好ましい。

30

【0059】

連通凹部Hが形成されると、ウェットエッチング処理することにより、Niマスク5を除去する。エッチング液としては、例えば酢酸、硝酸、硫酸、リン酸、純水の混合液が適用可能であるほか、Niをエッチング可能なものであれば、市販のエッチング液が使用される態様であってもよい。これにより、図2(e)に示すように、凹部2hを有する種結晶層2および開口部3hを有するマスク層3が形成されたことになる。

【0060】

図3は、マスク層3の様子を例示する図である。図3(a)は上面のレーザー顕微鏡像であり、図3(b)はそのA-A'断面における走査像であり、図3(c)は該マスク層3の設計サイズを示す図である。

40

【0061】

図3においては、50 nmの厚みに形成してなるとともに、開口部3h（連通凹部H）の平面形状が正六角形であるマスク層3を例示している。なお、係るマスク層3において、開口部3hは、基板面に平行な面において六方平面格子の格子点位置に設けられてなる。しかも、隣り合う開口部3h同士が最近接する方向（開口部最近接方向）が、種結晶層2をなすGaNのa軸方向と一致させられてなる。そして、基板面に平行な面において開口部最近接方向と直交する方向がm軸方向となっている。

【0062】

50

図3(a)からは、開口部3h(連通凹部H)がほぼ、図3(c)に示すピッチ $p = 30 \mu\text{m}$ 、サイズ $s = 10 \mu\text{m}$ という設計サイズの通りに形成されてなることが確認される。また、図3(b)の走査像と、マスク層3の厚みが $50 \text{nm}$ であるということから、連通凹部Hのうち、種結晶層2において凹部2hとなっている部分の深さが $1 \mu\text{m}$ であることも確認される。

【0063】

上述した態様にて連通凹部Hを形成した後、最後に、Naフラックス法によってGaN厚膜層4を形成する。

【0064】

例えば、下地基板1上に種結晶層2およびマスク層3を形成してなる積層構造体をアルミナるつぼの底に水平に配置したうえで、該アルミナるつぼ内に、金属ナトリウム、金属ガリウム、炭素を充填する。それぞれの充填量は、金属ナトリウムが $10 \text{g} \sim 30 \text{g}$ 、金属ガリウムが $5 \text{g} \sim 15 \text{g}$ 、炭素が $50 \text{mg} \sim 200 \text{mg}$ であり、金属ガリウムがモル比で金属ナトリウムの $5/100 \sim 35/100$ 程度、炭素がモル比で金属ナトリウムの $0.3/100 \sim 3/100$ 程度であるのが好ましい。

【0065】

係るアルミナるつぼを、内部に窒素ガスを導入可能な密閉容器内に入れた後、該密閉容器を、水平回転可能なステージを有するとともに窒素ガスを充填可能な加熱容器の当該ステージ上に載置する。

【0066】

そして、ステージを断続的に水平回転させながら、密閉容器の温度を $840 \sim 880$ の所定温度とし、圧力を $3.0 \text{MPa} \sim 5.0 \text{MPa}$ の所定値として30時間 $\sim$ 60時間保持する。

【0067】

その後、室温まで自然冷却すると、アルミナるつぼの中から、マスク層3の上面にGaN厚膜層4が $300 \mu\text{m} \sim 600 \mu\text{m}$ の厚みに形成されてなる積層構造体を得られる。

【0068】

ただし、形成直後のGaN厚膜層4の表面には凹凸が存在する。そこで、研磨処理によって該表面を平坦化させることで、 $250 \mu\text{m} \sim 550 \mu\text{m}$ 程度の厚みを有しかつ表面が平坦なGaN厚膜層4を得る。これにより、図2(f)および図1に示す複合基板10が得られる。

【0069】

図4は、Naフラックス法によるGaN厚膜層4の形成の様子を模式的に示す断面図である。図4においては、成長途中段階におけるGaN層の結晶成長面4fを破線にて示している。

【0070】

図4に示すように、GaN厚膜層4は、凹部2hを起点として、より詳細には凹部2hの底面と底面近傍の側部とを起点として、結晶成長していく。そして、連通凹部H内に初期成長部4aを形成した後は、マスク層3の上面を覆いさらにはその厚みを増していく。Naフラックス法による結晶成長の場合、気相法による場合と違って、アルミナからなるマスク層3の上面(マスク層3とGaN厚膜層4との界面I)は成長の起点とはならないため、GaN厚膜層4はあくまで、初期成長部4aから順次に成長し、マスク層3の上面に広がっていく。これはすなわち、マスク層3によってGaN厚膜層4の形成過程が制御されていることを意味する。

【0071】

また、係るGaN厚膜層4の成長の際、凹部2hにおける種結晶層2との界面から多数の転位dが生じ、GaN厚膜層4内を伝播していく。それゆえ、初期成長部4aにおいては転位密度が高いものの、多くの転位d(d1)は、成長途中の段階でコアレッセンス部などで互いに合体消失する。しかも、平坦な種結晶層の表面にマスクが形成され、マスクの貫通口の底部が成長起点とされる場合や、上面が平坦な凸部が形成され、該上面が成長

10

20

30

40

50

起点とされる場合など、成長起点が基板法線方向に垂直な面のみとなっておりそれゆえに転位が基板法線方向に伝播しやすい従来技術の場合とは異なり、本実施の形態の場合、凹部 2 h の底面に加えこれに直交する側面もが成長の起点となっているので、係る凹部 2 h の側面から伝播する転位 d と底面から伝播する転位 d とが合体消失する機会が多い。それゆえ、本実施の形態の場合、最終的に GaN 厚膜層 4 の上面にまで貫通する転位 d ( d 2 ) は、限定的なものとなっている。

【 0 0 7 2 】

しかも、上述したように GaN 厚膜層 4 はマスク層 3 の上面からは成長しないので、マスク層 3 から転位 d が伝播することもない。

【 0 0 7 3 】

その結果として、本実施の形態に係る複合基板 1 0 においては、GaN 厚膜層 4 は、初期成長部 4 a において転位密度が最も大きく、その表面 ( ガリウム面 ) 側 ( 上面側 ) に向かうほど転位密度が小さいという特徴を有するものとなっている。

【 0 0 7 4 】

図 5 は、連通凹部 H の形成によってマスク層 3 となる多結晶アルミナ層 3 を形成する前の、種結晶層 2 となる GaN 層 2 の表面の様子を例示する図であり、図 6 は、GaN 厚膜層 4 の表面の様子を示す図である。図 5 ( a ) および図 6 ( a ) がそれぞれ SEM ( 走査電子顕微鏡 ) 像であり、図 5 ( b ) および図 6 ( b ) がそれぞれの CL ( カソードルミネッセンス ) 像である。なお、CL 像では、暗点が層表面に存在する欠陥 ( ほとんどが転位である ) を表している。

【 0 0 7 5 】

図 5 ( a ) および図 6 ( a ) の SEM 像を対比すると、GaN 層 2 および GaN 厚膜層 4 の表面の状態には差はなく、いずれもほぼ平坦であると見受けられる。これに対して、図 5 ( b ) および図 6 ( b ) の CL 像を対比すると、前者には多数の暗点が密に存在しているのに対して、後者では離散的で数も少ない。このことは、GaN 厚膜層 4 において転位が低減されていることを指し示している。

【 0 0 7 6 】

例えば、種結晶層 2 や初期成長部 4 a の転位密度が  $1 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$  以上である場合においても、GaN 厚膜層 4 の表面 ( ガリウム面 ) における転位密度は  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満にまで低減されてなる。なお、転位密度は CL 測定によって評価可能である。

【 0 0 7 7 】

すなわち、アルミナからなるマスク層 3 を設け、かつ、種結晶層 2 にマスク層 3 の開口部 3 h と連通する凹部 2 h を設けたうえで、Na フラックス法により GaN 厚膜層 4 を形成するという手順で作製することで、本実施の形態に係る複合基板 1 0 は、その表面における低転位化が実現されてなるものといえる。

【 0 0 7 8 】

< 自立基板化 >

次に、上述の態様にて得られた複合基板 1 0 から自立基板を得る態様、すなわち自立基板化について説明する。図 7 は、複合基板 1 0 の自立基板化について説明するための図である。

【 0 0 7 9 】

自立基板化は、複合基板 1 0 を急速加熱装置 ( R T A 炉 ) にて、以下の条件に従って、急速加熱することにより行える。

【 0 0 8 0 】

加熱雰囲気	窒素ガスフロー ;
昇温速度	5 / 秒 ~ 5 0 / 秒 ;
最高温度	8 0 0 ~ 1 2 0 0 ;
最高温度保持時間	1 0 秒 ~ 1 0 0 秒 ;
冷却	自然冷却。

【 0 0 8 1 】

10

20

30

40

50

上述したように、マスク層3の上面は成長の起点とはならないため、図7(a)に示す複合基板10においてマスク層3とGaN厚膜層4とは界面Iにおいて互いに接触はしているものの、両者の結合は弱い。それゆえ、係る条件にて複合基板10を加熱すると、GaN厚膜層4はマスク層3から容易に剥離される。また、係る剥離に伴い、界面Iに沿ってGaN厚膜層4に亀裂I1が伸展し、初期成長部4aの分離が生じる。その結果として、初期成長部4a以外のGaN厚膜層4が分離される。すなわち、アルミナからなるマスク層3を含んで構成された複合基板10は、内部に空隙を含まずとも、自立基板化に適した構成を有するものであるともいえる。

【0082】

初期成長部4aが分離されたGaN厚膜層4の当該分離面(裏面)を研磨処理することで、図7(b)に示すGaNの自立基板4sが得られる。

10

【0083】

なお、係る自立基板4sを好適に得るには、開口部最近接方向をGaNのa軸方向とし、連通凹部Hのピッチpを $20\mu\text{m} \sim 100\mu\text{m}$ とし、サイズsを、 $3\mu\text{m} \sim 15\mu\text{m}$ とし、深さを $0.05\mu\text{m}$ 以上とすることが好ましい。

【0084】

好適に得られた自立基板4sの一方主面(表面)Saは、GaN厚膜層4の表面(ガリウム面)であったことから、その転位密度は上述したように $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満となっている。

【0085】

一方で、マスク層3および初期成長部4aと接触もしくは連続していた他方主面(裏面)Sbは、窒素面であるが、他方主面Sbにおいては、図7(b)に示すように、分離前に初期成長部4aをなしていた領域Reaとマスク層3と接していた領域Rebとでは転位の存在状態が異なっている。具体的には、領域Reaが、領域Rebよりも相対的に転位密度の高い高転位密度領域となっている。図8は、このことを示す、自立基板4sの裏面SbのCL像の一例である。図8に示すCL像においては、暗点が偏在している箇所が六方格子の格子点位置近傍に存在することが確認され、これは、領域Reaの存在位置と合致する。

20

【0086】

また、図9は、自立基板4sの外観写真である。図9からは、自立基板4sが透明なウエハとして得られていることがわかる。

30

【0087】

以上、説明したように、本実施の形態によれば、Naフラックス法にてGaN厚膜層を形成するにあたって、マスク層をアルミナにて設け、かつ、種結晶層となるGaN層にマスク層の開口部と連通する凹部を設けておくことで、表面における転位密度が $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満にまで低減されたGaN厚膜層を得ることができる。さらには、該GaN厚膜層を容易に自立基板化することができる。

【実施例】

【0088】

マスク層3となる多結晶アルミナ層3の形成条件および連通凹部Hの形成条件を種々に違えて全16種類の複合基板10を作製した(試料1、2-1~2-4、3-1~3-4、4-1~4-4、5、6、7)。また、比較例として、マスク層3(多結晶アルミナ層3)を設けず、凹部2hを有する種結晶層2の上にGaN厚膜層4を形成してなる複合基板110(試料a)と、連通凹部Hを形成する際にマスク層3に開口部3hを設けるものの凹部2hを形成しなかった(GaN層2のままとした)複合基板210(試料b)とを作製した。図10は複合基板110の構成を示す図であり、図11は複合基板210の構成を示す図である。

40

【0089】

初めに、全ての試料に共通に、テンプレート基板を用意した。具体的にはまず、下地基板1として、直径2.5インチ、厚み $630\mu\text{m}$ の単結晶C面サファイア基板を用意した。

50

そして、用意した下地基板 1 上に、MOCVD 法により、以下の条件に従って、低温バッファ層 2 L としての GaN 層および連通凹部 H 形成後に種結晶層 2 となる GaN 層 2 を順に形成することにより、テンプレート基板を作製した。

【0090】

低温バッファ層 2 L :

形成温度 500 ;  
リアクタ内圧力 100 kPa ;  
15 族 / 13 族ガス比 1400 ;  
厚み 30 nm。

【0091】

GaN 層 2 :

形成温度 1100 ;  
リアクタ内圧力 100 kPa ;  
15 族 / 13 族ガス比 2000 ;  
厚み 3000 nm。

【0092】

GaN 層 2 の表面はいずれも平滑な鏡面となっており、該表面の欠陥密度を CL 測定により評価したところ、約  $1 \times 10^9 / \text{cm}^2$  であった。この段階で試料 1 について得た GaN 層 2 の表面の SEM 像および CL 像が図 5 に示したものである。

【0093】

続いて、試料 a を除き、得られたテンプレート基板の GaN 層 2 の上に、電子ビーム真空蒸着法により、多結晶アルミナ層 3 を成膜した。その際、基板温度は 300、装置内圧力は  $2 \times 10^{-4}$  Pa とした。なお、厚みについては、試料 4 - 1 ~ 4 - 4 においてそれぞれ 5 nm、10 nm、200 nm、400 nm としたほかは、全て 50 nm とした。ただし、多結晶アルミナ層 3 の厚みを 400 nm に設定した試料 4 - 4 については、多結晶アルミナ層 3 にクラックが生じ、剥離してしまったため、以降の処理の対象から除外した。

【0094】

試料 4 - 4 以外については、続いて、以下のそれぞれ公知の手法を順次に行うことで、連通凹部 H (開口部 3 h および凹部 2 h) を形成した。Ni マスク 5 の厚みはいずれも 1000 nm とした。

【0095】

洗浄 乾燥 レジスト塗布 プリベーク 露光 現像 Ni 真空蒸着 レジスト剥離 (リフトオフ) 洗浄 RIE Ni 除去 (ウェットエッチング) 洗浄。

【0096】

係る場合においては、Ni マスク 5 の開口形状、開口部ピッチ、および開口部サイズを違えることで、連通凹部 H の (開口部 3 h の) 開口形状、開口部ピッチ p、および、開口部サイズ s を違えた。また、連通凹部 H の RIE におけるエッチング量 (エッチング時間) を違えることで、種結晶層 2 における凹部 2 h の深さを違えた。また、試料によっては、開口部近接方向についても違えた。

【0097】

より詳細には、試料 1 の凹部形成条件 (開口部形状: 六角形、 $p = 30 \mu\text{m}$ 、 $s = 10 \mu\text{m}$ 、開口部最近接方向: a 軸、凹部 2 h の深さ =  $1 \mu\text{m}$ ) を基準とし、他の試料においては少しずつ試料 1 と条件を違えた。具体的には、試料 2 - 1 ~ 2 - 4 においては開口部サイズ s をそれぞれ  $1 \mu\text{m}$ 、 $3 \mu\text{m}$ 、 $15 \mu\text{m}$ 、 $20 \mu\text{m}$  とした。また、試料 3 - 1 ~ 3 - 4 においては開口部ピッチ p をそれぞれ  $15 \mu\text{m}$ 、 $20 \mu\text{m}$ 、 $100 \mu\text{m}$ 、 $200 \mu\text{m}$  とした。また、試料 5 では凹部 2 h の深さを  $0.05 \mu\text{m}$  とした。また、試料 6 では開口部最近接方向を m 軸方向とした。試料 7 では開口部形状を円形とした。また、比較例である試料 a では GaN 層 2 の上面に Ni マスク 5 が形成されるようにした。同じく比較例である試料 b では開口部 3 h のみが形成され、凹部 2 h は形成されないようにした。その

10

20

30

40

50

他の条件は全て、試料 1 と同じとした。

【 0 0 9 8 】

続いて、連通凹部 H の形成によって得られたマスク層 3 の上に ( 試料 a のみ種結晶層 2 の上に )、Na フラックス法により、GaN 厚膜層 4 を形成した。GaN 厚膜層 4 の形成条件は、試料によらず同じとした。

【 0 0 9 9 】

具体的には、まず、あらかじめアルゴン雰囲気グローブボックス内で、アルミナるつぼ ( 内径 86 mm ) の底に連通凹部 H 形成後の試料を水平に配置したうえで、金属ナトリウム 20 g、金属ガリウム 10 g、炭素 78 mg ( Ga / Na モル比は 16.5 / 100、C / Na モル比は、0.75 / 100 ) をアルミナるつぼ内に充填した。アルミナるつぼをステンレス製の容器に入れ、さらに該容器を外容器内に入れ、外容器の本体部の開口を窒素導入パイプの付いた蓋体で閉じた。この外容器を、耐圧容器内部の加熱空間に設けられてなり、かつ、あらかじめ真空ベークしてある回転可能な円盤状のステージの上に設置し、耐圧容器に蓋をして密閉した。

【 0 1 0 0 】

なお、耐圧容器は、上下面が円板である円筒形状に形成され、内部にヒータカバーで囲まれた加熱空間となっている。加熱空間は、ヒータカバーの側面に配置された上段ヒータ、中段ヒータ、および、下段ヒータと、ヒータカバーの底面に配置された底部ヒータとによって、温度調節が可能とされてなる。また、ヒータカバーの周囲には断熱材が設けられてなり、これによって加熱空間の断熱性が高められている。さらには、耐圧容器は、窒素ガス配管を通じて窒素ガスポンベから窒素が供給可能とされてなるとともに、真空引き配管を通じて真空ポンプにより減圧可能とされてなる。なお、窒素ガス配管は、加熱空間の内部にも開口しており、加熱空間への窒素ガスの供給流量は、マスフローコントローラによって調整可能となっている。

【 0 1 0 1 】

ステージは、内部磁石を有する回転シャフトと連結されており、回転シャフトは、その周囲を、耐圧容器の下面と一体化された筒状のケーシングによって覆われている。さらに、ケーシングの外周には筒状の外部磁石が設けられており、図示しないモータによって外部磁石が回転するのに伴って内部磁石が回転することで、回転シャフトひいてはステージが回転する。

【 0 1 0 2 】

GaN 厚膜層 4 の形成にあたっては、耐圧容器内を真空ポンプにて 0.1 Pa 以下まで真空引きした。続いて、上段ヒータ、中段ヒータ、下段ヒータ、および、底部ヒータの設定温度をそれぞれ 860、860、870、870 とすることにより加熱空間の温度を 865 に保ちながら、加熱空間内の圧力が 4.0 MPa となるまで窒素ガスポンベから窒素ガスを導入した。

【 0 1 0 3 】

係る状態で、ステージを回転させることで、外容器を中心軸周りに 30 rpm の速度にて時計回りに断続的に計 40 時間回転させ続けた。その際には、加速時間 = 1 秒、保持時間 = 15 秒、減速時間 = 1 秒、停止時間 = 0.5 秒とした。

【 0 1 0 4 】

その後、室温まで自然冷却したのち、耐圧容器の蓋を開けて中からアルミナるつぼを取り出した。アルミナるつぼにエタノールを投入し、金属ナトリウムをエタノールに溶かしたあと、GaN 厚膜層 4 が形成された積層構造体を回収した。試料 3 - 4 を除き、該積層構造体においては、約 500 μm の GaN 厚膜層 4 が成長していた。なお、試料 3 - 4 については、GaN 厚膜層 4 がマスク層 3 の上面にて会合せず、マスク層 3 の全面を覆わなかったため、以降の処理および評価は行わなかった。

【 0 1 0 5 】

GaN 厚膜層 4 を、表面が平坦でかつ厚みが 400 μm となるよう研磨処理した。これにより、複合基板 10 が得られた。

## 【 0 1 0 6 】

得られた複合基板 1 0 について、G a N 厚膜層 4 の表面の欠陥密度（事実上、転位密度とみなせる）を C L 測定により評価した。なお、この段階で試料 1 について得た G a N 厚膜層 4 の表面の S E M 像および C L 像が図 6 に示したものである。一方、図 1 2 は、比較例に係る試料 a について、G a N 厚膜層 4 の表面の S E M 像および C L 像を示す図である。図 1 2 ( a ) に示す S E M 像における試料 a の G a N 厚膜層 4 表面の様子は、図 6 ( a ) で示した試料 1 の様子と差異はないが、図 1 2 ( b ) に示す C L 像では、図 6 ( b ) で示した試料 1 の場合よりも多くの暗点が観察される。係る差異は、試料 1 の表面は試料 a の表面よりも低転位化されていることを示している。

## 【 0 1 0 7 】

さらに、得られた複合基板 1 0 から G a N 厚膜層 4 を（厳密には初期成長部 4 a 以外を）分離させる自立基板化を試みた。具体的には、急速加熱装置（R T A 炉）による以下の条件での急速加熱およびその後自然冷却による G a N 厚膜層 4 の分離（剥離）と、剥離が行えた G a N 厚膜層 4 を対象とした裏面の研磨とを行った。研磨処理後に得られる自立基板 4 s の厚みは 3 0 0  $\mu$ m とした。

## 【 0 1 0 8 】

加熱雰囲気           窒素ガスフロー；  
昇温速度           1 0 /秒；  
最高温度           1 0 0 0 ；  
最高温度保持時間       3 0 秒。

## 【 0 1 0 9 】

なお、係る処理により得られた試料 1 に係る自立基板 4 s の裏面 S b の C L 像が図 8 に示したものである。

## 【 0 1 1 0 】

全ての試料について、マスク層 3 となる多結晶アルミナ層 3 の形成条件および連通凹部 H の形成条件と、開口部ピッチ p と開口部サイズとの比  $p / s$  と、G a N 厚膜層 4 の表面欠陥密度と、自立基板化の結果を表 1 に示す。また、自立基板化が不可な試料についてはその理由についても表 1 に示している。

## 【 0 1 1 1 】

10

20

【表 1】

試料名	マスク 膜厚 [nm]	開口部 形状 [-]	開口部 ピッチ p [μm]	開口部 サイズ s [μm]	p/s [-]	開口部 近接 方向 [-]	種結晶 凹部 深さ [μm]	表面 欠陥 密度 [1/cm <sup>2</sup> ]	自立 基板化 ○:可能 x:不可	自立基板化 不可の理由
1	50	六角形	30	10	3	a軸	1	3E+06	○	—
2-1	50	六角形	30	1	30	a軸	1	9E+05	x	クラック発生
2-2	50	六角形	30	3	10	a軸	1	2E+06	○	—
2-3	50	六角形	30	15	2	a軸	1	6E+06	○	—
2-4	50	六角形	30	20	1.5	a軸	1	9E+06	x	剥離せず
3-1	50	六角形	15	10	1.5	a軸	1	3E+06	x	剥離せず
3-2	50	六角形	20	10	2	a軸	1	7E+06	○	—
3-3	50	六角形	100	10	10	a軸	1	2E+06	○	—
3-4	50	六角形	200	10	20	a軸	1	—	—	—
4-1	5	六角形	30	10	3	a軸	1	3E+07	x	剥離せず
4-2	10	六角形	30	10	3	a軸	1	4E+06	○	—
4-3	200	六角形	30	10	3	a軸	1	3E+06	○	—
4-4	400	—	—	—	—	—	—	—	—	—
5	50	六角形	30	10	3	a軸	0.05	6E+06	○	—
6	50	六角形	30	10	3	m軸	1	3E+06	x	クラック発生
7	50	円形	30	10	3	a軸	1	3E+06	○	—
a	0	六角形	30	10	3	a軸	1	2E+07	x	剥離せず
b	50	六角形	30	10	3	a軸	0	1E+07	○	—

## 【0112】

なお、表1において「六角形」とは正六角形を意味しており、また、「開口部近接方向」とは開口部最近接方向を意味している。

## 【0113】

表1からは、ともに比較例である試料aおよび試料bではGaN厚膜層4における表面欠陥密度が $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$ 以上であるのに対し、GaN厚膜層4が形成された試料については試料4-1を除いて、表面欠陥密度が $9 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ 以上 $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$ 未満( $9 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下)であることが確認される。

## 【0114】

係る結果は、マスク層3の厚みを10nm以上200nm以下とし、種結晶層2の凹部2hの深さを0.05μm以上とし、連通凹部H(開口部3h)のピッチpを15μm以

10

20

30

40

50

上  $100\ \mu\text{m}$  以下とした場合には、少なくとも、開口部サイズ  $s$  が  $1\ \mu\text{m}$  以上  $20\ \mu\text{m}$  以下の場合に、GaN 厚膜層 4 の表面における転位密度が  $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$  未満である複合基板 10 が得られることを意味している。また、表 1 からは、開口部 3 h の形状は正六角形でも円形でもよいことが確認される。

【0115】

さらに、表 1 に示すように、比較例以外で自立基板化が行えたものは、試料 1、2 - 2、2 - 3、3 - 2、3 - 3、4 - 2、4 - 3、5、7 であった。他の試料については、GaN 厚膜層 4 の剥離（分離）が行えないか、剥離（分離）時にクラックが発生した。なお、自立基板化が行えた試料における表面欠陥密度は  $2 \times 10^6\ \text{cm}^{-2}$  以上  $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$  未満（ $9 \times 10^6\ \text{cm}^{-2}$  以下）であった。

10

【0116】

係る結果は、マスク層 3 の厚みを  $10\ \text{nm}$  以上  $200\ \text{nm}$  以下とし、種結晶層 2 の凹部 2 h の深さを  $0.05\ \mu\text{m}$  以上とし、連通凹部 H（開口部 3 h）のピッチ  $p$  を  $20\ \mu\text{m}$  以上  $100\ \mu\text{m}$  以下とし、開口部のサイズ  $s$  を  $3\ \mu\text{m}$  以上  $15\ \mu\text{m}$  以下とし、かつ、比  $p/s$  を 2 以上 10 以下とし、さらに開口部最近接方向を GaN の a 軸方向と合致させた場合には、複合基板 10 からの自立基板化を好適に行うことができ、一方主面における転位密度が  $1 \times 10^7 / \text{cm}^2$  未満である自立基板をえることができることを意味している。

【符号の説明】

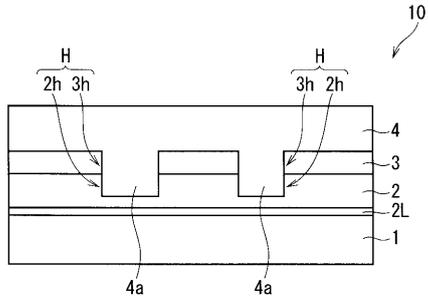
【0117】

- 1 下地基板
- 2 種結晶層
- 2 GaN 層
- 2 L 低温バッファ層
- 2 h （種結晶層の）凹部
- 3 マスク層
- 3 多結晶アルミナ層
- 3 h （マスク層の）開口部
- 4 GaN 厚膜層
- 4 a （GaN 厚膜層の）初期成長部
- 4 f （GaN 厚膜層の）結晶成長面
- 4 s 自立基板
- 5 Ni マスク
- 5 h （Ni マスクの）開口部
- 10、110、210 複合基板
- H （種結晶層の凹部とマスク層の開口部からなる）連通凹部
- I （マスク層と GaN 厚膜層の）界面

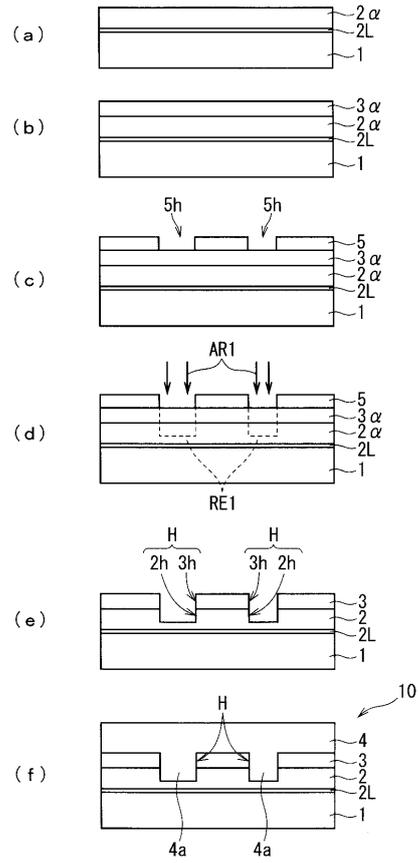
20

30

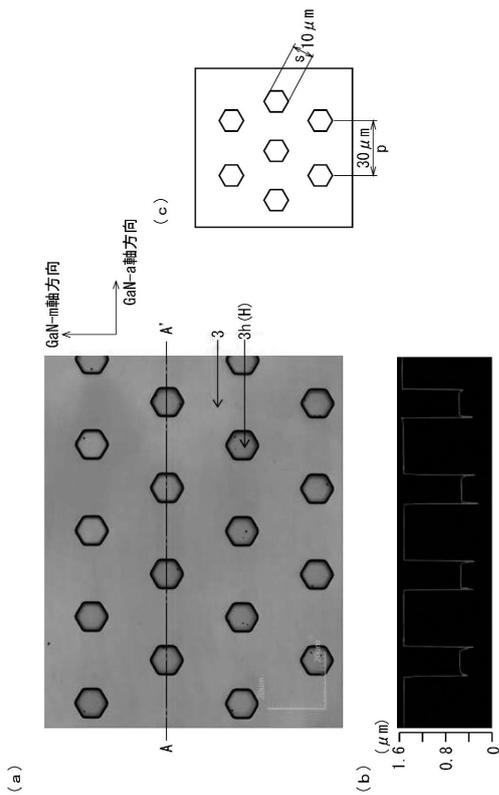
【 図 1 】



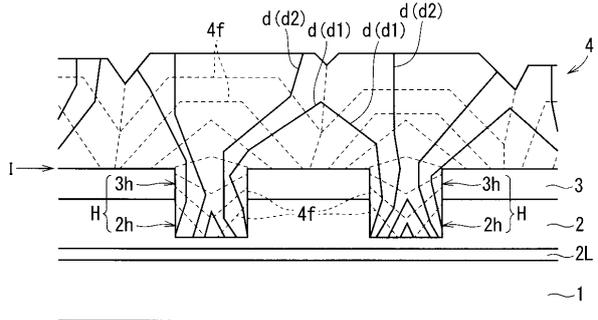
【 図 2 】



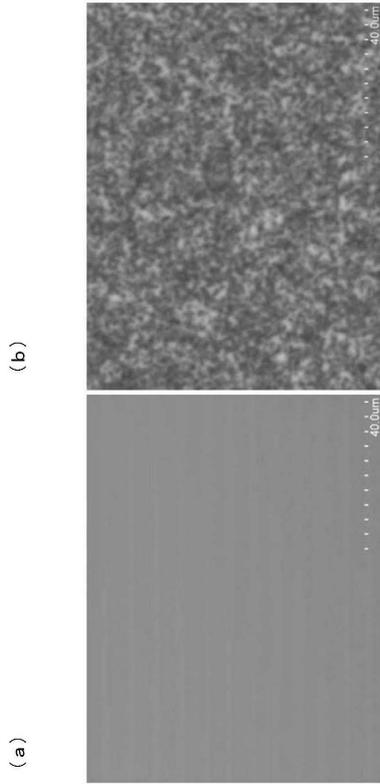
【 図 3 】



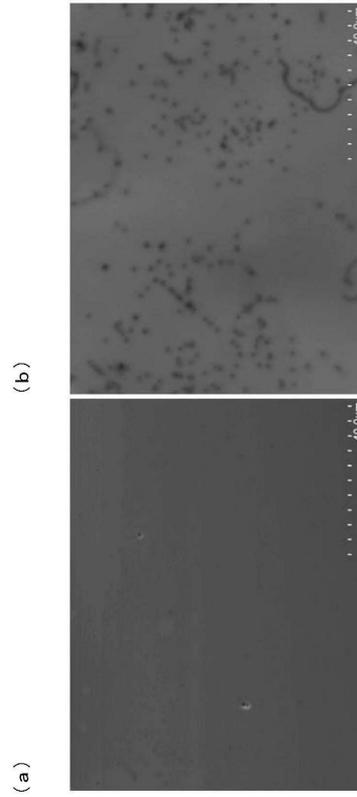
【 図 4 】



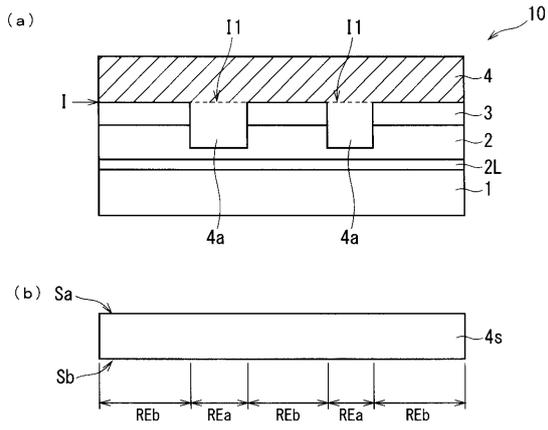
【 図 5 】



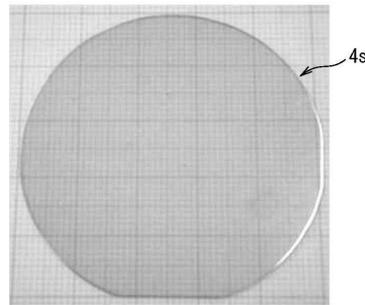
【 図 6 】



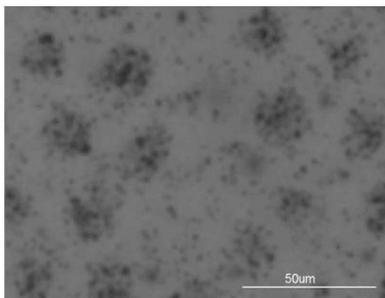
【 図 7 】



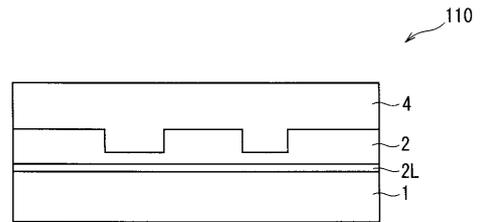
【 図 9 】



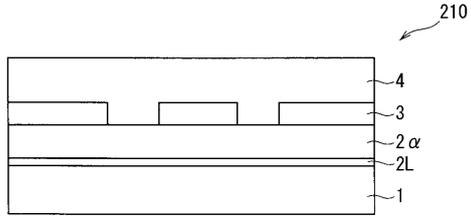
【 図 8 】



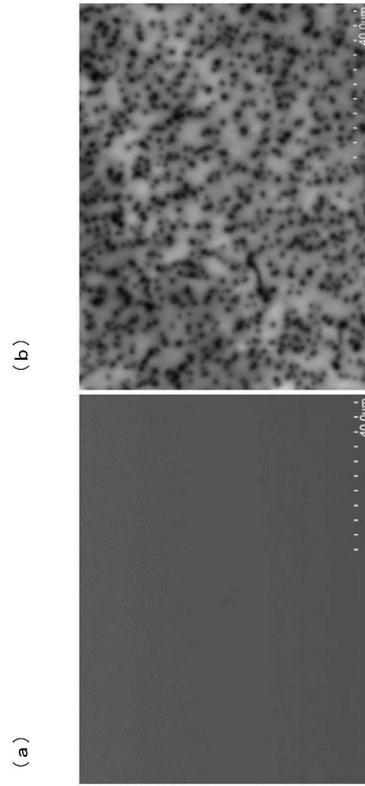
【 図 10 】



【図 1 1】



【図 1 2】



---

フロントページの続き

(72)発明者 倉岡 義孝

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

審査官 塩谷 領大

(56)参考文献 特開2013-193915(JP,A)

国際公開第99/023693(WO,A1)

特開2012-197194(JP,A)

特開2003-069158(JP,A)

特開2007-235181(JP,A)

特開2006-052102(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00-35/00