

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2020年2月13日(13.02.2020)

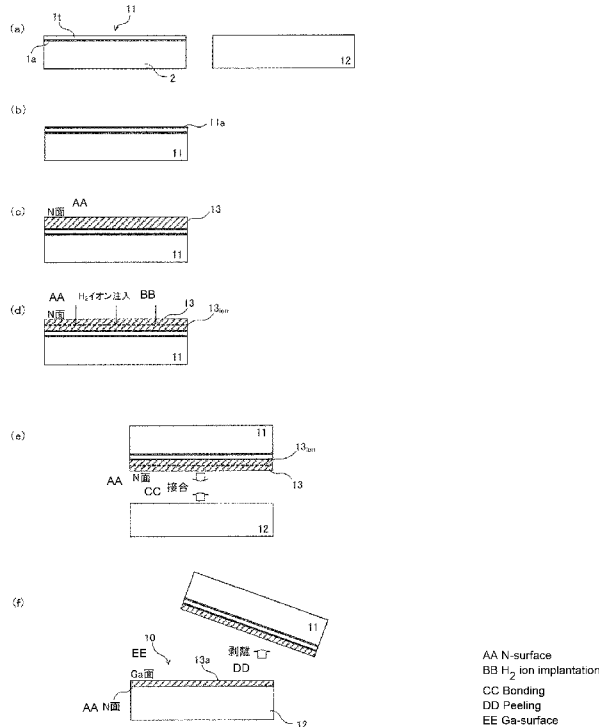


(10) 国際公開番号  
**WO 2020/031829 A1**

- (51) 国際特許分類:  
*C30B 29/38* (2006.01)    *H01L 21/20* (2006.01)  
*C23C 16/02* (2006.01)    *H01L 21/205* (2006.01)  
*C23C 16/34* (2006.01)    *H01L 21/265* (2006.01)  
*C30B 33/06* (2006.01)    *H01L 27/12* (2006.01)  
*H01L 21/02* (2006.01)
- (21) 国際出願番号:                    PCT/JP2019/030164
- (22) 国際出願日:                    2019年8月1日(01.08.2019)
- (25) 国際出願の言語:                    日本語
- (26) 国際公開の言語:                    日本語
- (30) 優先権データ:  
 特願 2018-149939    2018年8月9日(09.08.2018)    JP
- (71) 出願人: 信越化学工業株式会社 (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1000004 東京都千代田区大手町二丁目6番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 久保田 芳宏 (KUBOTA Yoshihiro); 〒3790127 群馬県安中市磯部二丁目13番1号 信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内 Gunma (JP). 永田 和寿 (NAGATA Kazutoshi); 〒3790127 群馬県安中市磯部二丁目13番1号 信越化学工業株式会社 精密機能材料研究所内 Gunma (JP).
- (74) 代理人: 特許業務法人英明国際特許事務所 (PATENT PROFESSIONAL CORPORATION EI-MEI PATENT OFFICE); 〒1040061 東京都

(54) Title: METHOD FOR PRODUCING GaN LAMINATE SUBSTRATE

(54) 発明の名称: GaN積層基板の製造方法



(57) Abstract: The present invention includes: transferring a C-plane sapphire thin film 1t having an off-angle of 0.5-5° onto a handle substrate composed of a ceramic material having a coefficient of thermal expansion at 800 K that is greater than that of silicon and less than that of C-plane sapphire, thus preparing a GaN epitaxial growth substrate 11; performing high-temperature nitriding treatment on the GaN epitaxial growth substrate 11 and covering the surface of the C-plane sapphire thin film 1t with a surface treatment layer 11a made of AlN; having



WO 2020/031829 A1

中央区銀座二丁目16番12号 銀座  
大塚ビル2階 Tokyo (JP).

- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, 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, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

GaN grow epitaxially on the surface treatment layer 11a, thus preparing a GaN film carrier, the surface of which is made of an N-polarity surface; ion-implanting a GaN film 13; pasting and bonding together the GaN film-side surface of the ion-implanted GaN film carrier and a support substrate 12; performing peeling at an ion implantation region 13<sub>ion</sub> in the GaN film 13 and transferring a GaN thin film 13a onto the support substrate 12; and obtaining a GaN laminate substrate 10 having, on the support substrate 12, the GaN thin film 13a of favorable crystallinity and flatness the surface of which is made of a Ga-polarity surface.

(57) 要約: 800Kにおける熱膨張率がシリコンより大きく、C面サファイアより小さいセラミック材料からなるハンドル基板にオフ角度0.5~5度のC面サファイア薄膜1tを転写してGaNエピ成長用基板11を作製し、GaNエピ成長用基板11の高温窒化処理を行ってC面サファイア薄膜1t表面をAlNからなる表面処理層11aで被覆し、この表面処理層11a上にGaNをエピ成長させて表面がN極性面からなるGaN膜担持体を作製し、GaN膜13にイオン注入し、イオン注入したGaN膜担持体のGaN膜側表面と支持基板12とを貼り合わせて接合し、GaN膜13中のイオン注入領域13<sub>ion</sub>で剥離させてGaN薄膜13aを支持基板12上に転写し、表面がGa極性面からなる結晶性及び平坦性のよいGaN薄膜13aを支持基板12上に有するGaN積層基板10を得る。

## 明 細 書

発明の名称： GaN積層基板の製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、表面がGa極性面（Ga面）からなるGaN積層基板の製造方法に関する。

### 背景技術

[0002] 結晶性GaNはSiやGaAsに比べ広いバンドギャップを有し、高速高パワーデバイス用途として有望である。しかしながら、中でも良好な結晶性を有するバルク（Bulk）GaN基板は、口径が小さくかつ非常に高価であることからその普及を阻害する要因となっている。

[0003] これに対し、ハイドライド気相成長法（HVPE法）や有機金属気相成長法（MOCVD法）などによりAlN基板やAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>（サファイア）基板上にGaNをヘテロエピタキシャル成長させることによって、比較的大口径のGaN薄膜が得られているが、特性の余り高いものは得られていない。

[0004] また、半導体材料として広く一般的に普及しているSi基板上に、GaN薄膜を形成した積層基板は、GaNの優れた基本特性が得られると共にSi半導体デバイスの進歩的なプロセス技術を適用することができることから高性能デバイス用基板として非常に期待される。

[0005] ここで、Si基板上にGaN薄膜を形成する手法としては、Si<111>面上に直接ヘテロエピタキシャル成長法でGaNを成膜する手法が開発されており、既に直径200mmの基板も実用化されている。

[0006] しかしながら、この手法では、結晶性の良好なGaNを得るには、Si基板とGaN薄膜の間に多重の厚いバッファ層が不可欠である。何故ならば、GaN膜とSi基板の熱膨張率が大きく異なると共に両者を構成する結晶の格子定数が一致していないことによって、積層基板として反りが発生しやすい傾向にあり、その反りはGaN膜厚が厚くなるほど、あるいは基板の口径が大きくなるほど増大し、種々の結晶欠陥が発生し拡大するという問題が

あったからである。また、積層基板の反りが増大すると、最終的には積層基板が破断するという問題があるが、破断に至らなくとも、半導体デバイスプロセスでは色々と問題が発生する。特に微細加工時の露光プロセスでは重大な問題となる。そこでこの反りを緩和すべくSi基板とGaN薄膜間に、これら2つの材料の中間の線膨張率と格子定数を考慮した厚いバッファ層を挿入する必要がある。

しかしながら、この手法でも積層基板上で特性のよいGaN層を厚くすることは困難であった。

[0007] このような問題を解決する手法として、次のような手順の転写によるGaN積層基板の製造方法が考えられる。

即ち、まず第1の基板を準備し、表面に一定膜厚以上のGaN膜をエピタキシャル成長させる。次に、この基板にイオン注入を行い、表面から一定深さのところに脆化層（イオン注入領域）を形成する。この基板を第2の基板に接合させた後、脆化層から剥離を行い、GaN薄膜を第2の基板に転写させてGaN積層基板を得る。

[0008] ここで、一般的なGaNのエピタキシャル成長（即ち、上記第1の基板上に形成したGaNエピタキシャル成長膜）では成長面（表面）側がGa極性面（以下、Ga面）となる。よって、イオン注入面側がGa面となり、剥離して第2の基板上に転写した後の表面はN極性面（N面）となる。通常、電子部品用途としてはデバイス製造面に高特性が得られるGa面が使用されるため、第2の基板に転写されたGaN薄膜を再度第3の基板へ接合し転写して表面がGa面とする必要がある。そこで、剥離して第2の基板上に転写した後の表面がGa面となる（つまり、第1の基板上のエピタキシャル成長面をN面とする）様な試みもこれまで多く検討されたが、通常N面でのエピタキシャル成長ではGaN膜の結晶性や平坦性が悪く、デバイス用途としての使用は困難であった。

[0009] 上記のGaNエピタキシャル成長の特性から、最終的なGaN積層基板の成長面（表面）をGa面とする必要があるため、これまでわざわざGaN薄

膜の転写を2回実施せざるを得ない状況であった。このため、プロセスが複雑となり、低歩留り、高コストの要因となっていた。

なお、本発明に関連する先行技術として特表2016-511934号公報（特許文献1）が挙げられる。

## 先行技術文献

## 特許文献

[0010] 特許文献1：特表2016-511934号公報

## 発明の概要

### 発明が解決しようとする課題

[0011] 本発明は、上記事情に鑑みなされたもので、Ga面の表面を持ち、結晶性及び平坦性のよいGaN積層基板を簡便に製造でき、更に直径150mm以上の大口径化が可能なGaN積層基板の製造方法を提供することを目的とする。

### 課題を解決するための手段

[0012] 本発明は、上記目的を達成するため、下記のGaN積層基板の製造方法を提供する。

1.

800Kにおける熱膨張率がシリコンより大きく、C面サファイアより小さい、ガラス、セラミックス又は単結晶の材料からなるハンドル基板上に、イオン注入剥離法によりオフ角度0.5～5度のC面サファイア基板から剥離させたC面サファイア薄膜を転写してGaNエピ成長用基板を作製する工程と、

上記GaNエピ成長用基板の800～1000℃での高温窒化処理及び／又は該GaNエピ成長用基板のC面サファイア薄膜上への結晶性AlNの堆積処理を行って上記GaNエピ成長用基板を表面処理し、C面サファイア薄膜表面をAlNからなる表面処理層で被覆する工程と、

上記表面処理されたGaNエピ成長用基板の表面処理層上にGaNをエピ

タキシャル成長させて表面がN極性面からなるGaN膜担持体を作製する工程と、

上記GaN膜にイオン注入を行ってイオン注入領域を形成する工程と、

上記イオン注入したGaN膜担持体のGaN膜側表面と支持基板とを貼り合わせて接合する工程と、

上記GaN膜におけるイオン注入領域で剥離させてGaN薄膜を支持基板上に転写して、表面がGa極性面からなるGaN薄膜を支持基板上に有するGaN積層基板を得る工程と

を有するGaN積層基板の製造方法。

2.

上記ハンドル基板が硼ケイ酸系ガラス、GaN焼結体、AlN焼結体又はGaAs単結晶からなる1記載のGaN積層基板の製造方法。

3.

上記ハンドル基板とC面サファイア薄膜との間に酸化シリコン、窒化シリコン又は酸窒化シリコンの薄膜を介在させて該C面サファイア薄膜を転写する1又は2記載のGaN積層基板の製造方法。

4.

GaNエピ成長用基板の反り量を $300\mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とする1～3のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

5.

上記GaNエピタキシャル成長が $1000^\circ\text{C}$ 超 $1200^\circ\text{C}$ 以下で行われる1～4のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

6.

MOCVD法により上記GaNのエピタキシャル成長を行う1～5のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

7.

上記C面サファイア基板を表面処理した後、 $700^\circ\text{C}$ 以下で表面処理層上にGaNバッファー層を形成し、次いで該GaNバッファー層上に上記Ga

Nエピタキシャル成長を行う1～6のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

8.

上記GaNバッファ層の厚みが20～40nmである7記載のGaN積層基板の製造方法。

9.

上記エピタキシャル成長によりGaN膜を形成した後、更に該GaN膜上に酸化シリコン膜を形成して上記GaN膜担持体とする1～8のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

10.

更に、上記イオン注入前にGaN膜担持体のイオン注入面を算術平均粗さRa0.3nm以下に平滑化する1～9のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

11.

上記GaN膜へのイオン注入が水素イオン(H<sup>+</sup>)及び/又は水素分子イオン(H<sub>2</sub><sup>+</sup>)を用いた、注入エネルギー100～160keV、ドーズ量1.0×10<sup>17</sup>～3.5×10<sup>17</sup>atom/cm<sup>2</sup>の処理である1～10のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

12.

上記支持基板が、Si、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiC、AlN又はSiO<sub>2</sub>からなる1～11のいずれかに記載のGaN積層基板の製造方法。

13.

上記支持基板は、GaN膜担持体との接合面に酸化シリコン膜を形成したものである(ただし、支持基板がSiO<sub>2</sub>からなる場合を除く)12記載のGaN積層基板の製造方法。

## 発明の効果

[0013] 本発明によれば、GaNエピ成長用基板における所定のオフ角度を有するC面サファイア薄膜について所定の表面処理を行い、その薄膜上にGaNエ

ピタキシャル成長させることにより表面がN極性面からなる結晶性のよいGaN膜を形成することができるため、1回のGaN薄膜転写で表面がGa極性面からなるGaN積層基板を得ることが可能となる。従来よりも転写回数を減らせることにより、プロセスコスト低減が可能となる。更に、転写で消失するGaN膜を減らすことが可能となり、材料コストを低減させることが可能となる。また、膜厚の面内ばらつきや表面粗さが転写回数に応じて増大するところ、従来よりも転写回数を減らせるため、それを抑制することが可能となる。

更に、GaNエピ成長用基板のハンドル基板とGaN膜との熱膨張率の差を小さく抑えることによりGaN膜をエピタキシャル成長により形成して作製したGaN膜担持体の反りを抑制することができ、大口径のGaN膜担持体としてGaN膜転写ができ、Ga面の表面を持ち、結晶性及び平坦性のよいGaN積層基板の大口径化が可能となる。

また本発明によれば、GaN薄膜転写のドナー基板として大口径化し易いエピタキシャル成膜した基板を使用するため、高価で小口径なバルクGaN基板をドナー基板として使用する場合に比べて低コストかつ大口径のGaN積層基板が得られる。本発明で得られた表面がGa極性面からなるGaN積層基板はGaNテンプレート基板として、更にGaNのエピタキシャル成膜をすることにより高耐圧、高特性、低コストのGaN基板を得ることができる。

### 図面の簡単な説明

[0014] [図1]本発明に係るGaN積層基板の製造方法の一実施形態における製造工程のうち、GaNエピ成長用基板の作製に関する製造工程を示す図であり、(a)はC面サファイア基板及びハンドル基板の準備、(b)はC面サファイア基板上への薄膜形成、(c)はイオン注入処理、(d)は貼り合わせ接合、(e)はC面サファイア薄膜の剥離転写である。

[図2]本発明に係るGaN積層基板の製造方法の一実施形態における製造工程のうち、図1で作製したGaNエピ成長用基板を用いたGaN積層基板の製



造工程を示す図であり、(a)はGaNエピ成長用基板及び支持基板の準備、(b)はGaNエピ成長用基板の表面処理、(c)はGaNエピタキシャル成長、(d)はイオン注入処理、(e)は貼り合わせ接合、(f)はGaN薄膜の剥離転写である。

### 発明を実施するための形態

[0015] 以下に、本発明に係るGaN積層基板の製造方法について説明する。なお、ここでは数値範囲「A～B」はその両端の数値を含むものであり、A以上B以下を意味する。

本発明に係るGaN積層基板の製造方法は、800Kにおける熱膨張率がシリコンより大きく、C面サファイアより小さい、ガラス、セラミックス又は単結晶の材料からなるハンドル基板上に、イオン注入剥離法によりオフ角度0.5～5度のC面サファイア基板から剥離させたC面サファイア薄膜を転写してGaNエピ成長用基板を作製する工程と、上記GaNエピ成長用基板の800～1000℃での高温窒化処理及び／又は該GaNエピ成長用基板のC面サファイア薄膜上への結晶性AlNの堆積処理を行って上記GaNエピ成長用基板を表面処理し、C面サファイア薄膜表面をAlNからなる表面処理層で被覆する工程と、上記表面処理されたGaNエピ成長用基板の表面処理層上にGaNをエピタキシャル成長させて表面がN極性面からなるGaN膜担持体を作製する工程と、上記GaN膜にイオン注入を行ってイオン注入領域を形成する工程と、上記イオン注入したGaN膜担持体のGaN膜側表面と支持基板とを貼り合わせて接合する工程と、上記GaN膜におけるイオン注入領域で剥離させてGaN薄膜を支持基板上に転写して、表面がGa極性面からなるGaN薄膜を支持基板上に有するGaN積層基板を得る工程とを有することを特徴とするものである。

[0016] 以下、本発明に係るGaN積層基板の製造方法を図1及び図2に基づき詳細に説明する。

本発明に係るGaN積層基板の製造方法は、まず図1に示すように、(a) C面サファイア基板及びハンドル基板の準備工程(工程1-1)、(b)

C面サファイア基板上への薄膜形成工程（工程1-2）、（c）C面サファイア基板のイオン注入処理工程（工程1-3）、（d）C面サファイア基板とハンドル基板の貼り合わせ接合工程（工程1-4）、（e）C面サファイア薄膜の剥離、転写工程（工程1-5）の順に処理を行い、GaNエピ成長用基板を作製するものである。

[0017]（工程1-1：C面サファイア基板及びハンドル基板の準備）

まずC面サファイア基板1とハンドル基板2を準備する（図1（a））。

ここで、C面サファイア基板1は、C面（（0001）面）を基板面とするサファイア（ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ）からなる基板である。また、C面サファイア基板1のc軸オフ角度（以下、オフ角度）は、0.5～5度であり、2～3度であることが好ましい。オフ角度をこの範囲内とすることにより、この後に該C面サファイア基板1から剥離・転写して形成するC面サファイア薄膜1t上に形成されるGaN膜13においてその表面がN極性面（以下、N面）となると共に平滑性が良好で結晶性がよいエピタキシャル成長膜となり、更にイオン注入剥離法によりGaN膜13の一部を剥離して支持基板12に転写した場合にその転写薄膜13aが平滑性に優れたものとなる。なお、オフ角度とは基板表面（結晶成長させようとする面）を最密面から特定方向に微傾斜させた場合のその角度であり、c軸オフ角度とは、C面サファイア基板1のc軸（C面の法線軸）のa軸方向への傾きの大きさをいう。

[0018] ハンドル基板2は、800Kにおける熱膨張率がシリコンより大きく、C面サファイアより小さい、ガラス、セラミックス又は単結晶の材料からなる基板であり、本製造工程で作製するGaNエピ成長用基板11のベース基板となるものである。

[0019] また、ハンドル基板2は、GaNエピタキシャル成長時の基板温度、例えば1000℃の熱膨張率と室温（20℃）の熱膨張率との差分（ $\Delta\alpha$ ）がシリコンよりも大きく、C面サファイアよりも小さい、ガラス、セラミックス又は単結晶の材料からなることが好ましく、GaNにできるだけ近い材料からなることがより好ましい。ハンドル基板2が硼ケイ酸系ガラス、GaN焼

結体、AlN焼結体又はGaAs単結晶からなることが特に好ましい。なお、硼ケイ酸系ガラスとしては、例えば、JIS R3503:2007で規定される、ほうけい酸ガラス-1 (JR-1)、ほうけい酸ガラス-2 (JR-2) が挙げられる。

[0020] ここでいう熱膨張率とは、所定の温度におけるその材料の線膨張率のことである。なお、熱膨張率は温度の関数になるので、本発明においてはエピタキシャル成長時の温度と室温との中間温度における値で判断したものである。

代表的な材料の800Kにおける熱膨張率の例を以下に示す。

GaN:  $6.0 \times 10^{-6} / \text{K}$  (800K)

C面サファイア:  $8.0 \times 10^{-6} / \text{K}$  (800K)

AlN:  $5.2 \times 10^{-6} / \text{K}$  (800K)

Si:  $4.1 \times 10^{-6} / \text{K}$  (800K)

GaAs単結晶:  $6.9 \times 10^{-6} / \text{K}$  (800K)

[0021] ハンドル基板2表面の算術平均粗さRa (JIS B0601:2013、以下同じ) が0.5nm以下であることが好ましい。これによりC面サファイア基板1との接合時により強固な接合が可能となる。

[0022] (工程1-2: C面サファイア基板上への薄膜形成)

C面サファイア基板1の表面に薄膜1aを形成する(図1(b))。

薄膜1aは、C面サファイア基板1(最終的にC面サファイア薄膜1t)と貼り合わせ相手のハンドル基板2との間に介在して両者の接合強度を向上させるためのものであり、酸化シリコン( $\text{SiO}_2$ )、窒化シリコン( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )又は酸窒化シリコン( $\text{SiO}_x\text{N}_y$ )からなることが好ましい。また、この薄膜1aの膜厚は300~1000nmであることが好ましい。

薄膜1aは、スパッタリング法、プラズマCVD法などにより形成するとよい。

なお、薄膜1aを介在させなくてもC面サファイア基板1とハンドル基板2との間で十分な接合強度が得られる場合(即ち、C面サファイア薄膜1t

が剥離することなくハンドル基板 2 に転写される場合) にはこの工程を省略してもよい。

[0023] (工程 1-3 : C面サファイア基板 1 のイオン注入処理工程)

次に、上記C面サファイア基板 1 の薄膜 1 a 形成面にイオン注入を行ってC面サファイア基板 1 中に層状のイオン注入領域  $1_{ion}$  を形成する (図 1 (c))。

[0024] このとき、注入イオンとして水素イオン ( $H^+$ ) 及び/又は水素分子イオン ( $H_2^+$ ) を用いることが好ましい。

[0025] また、注入エネルギーはイオン注入深さ (つまり剥離膜 (C面サファイア薄膜 1 t) の膜厚) を規定するものであり、 $110 \sim 160 \text{ keV}$  が好ましい。注入エネルギー  $110 \text{ keV}$  以上とすると、C面サファイア薄膜 1 t の膜厚を  $500 \text{ nm}$  以上とすることができる。一方、 $160 \text{ keV}$  超とすると、注入ダメージが大きくなり剥離された薄膜の結晶性の劣化を招くおそれがある。

[0026] また、ドーズ量は  $1.0 \times 10^{17} \sim 3.0 \times 10^{17} \text{ atom/cm}^2$  であることが好ましい。これにより、C面サファイア基板 1 中に剥離層 (脆化層) となるイオン注入領域  $1_{ion}$  を形成することができる。なお、イオン注入温度は室温である。

[0027] ここで、上記イオン注入処理は、前工程 1-2 で薄膜 1 a を形成したままのC面サファイア基板 1 に対して実施してもよいが、形成したままの薄膜 1 a の表面 (薄膜 1 a を形成しない場合にはC面サファイア基板 1 表面) が粗いとその表面凹凸に対応してイオン注入深さが不均一となり、剥離後のC面サファイア薄膜 1 t の剥離面 (表面) の凹凸が大きくなってしまう。

[0028] そこで、上記イオン注入前にC面サファイア基板 1 のイオン注入面 (つまり、薄膜 1 a 表面又はC面サファイア基板 1 表面) を算術平均粗さが好ましくは  $0.3 \text{ nm}$  以下となるように平滑化するとよい。例えば、工程 1-2 で形成した薄膜 1 a 表面又は薄膜 1 a を形成しない場合にはC面サファイア基板 1 表面をCMP等による研磨及び/又はエッチングして算術平均粗さ  $R_a$

が好ましくは0.3 nm以下となるように平滑化するとよい。

[0029] 以上のようにC面サファイア基板1のイオン注入を予定している面（つまり、薄膜1 a表面又はC面サファイア基板1表面）を平滑化することにより、次に行うイオン注入処理におけるイオン注入深さを一定にすることができ、引いてはハンドル基板2と貼り合わせた後に剥離させた場合に表面が平滑な（表面粗さの小さな）剥離転写層（C面サファイア薄膜1 t）を得ることができる。

[0030]（工程1-4：C面サファイア基板1とハンドル基板2の貼り合わせ接合工程）

次に、上記イオン注入したC面サファイア基板1の薄膜1 a表面（薄膜1 aを形成しない場合にはC面サファイア基板1表面）とハンドル基板2とを貼り合わせて接合する（図1（d））。

[0031] ここで、C面サファイア基板1とハンドル基板2とが薄膜1 aを介して接合されるようになる。あるいは、薄膜1 aを形成しない場合にはC面サファイア基板1とハンドル基板2とが直接接する形で接合されるようになる。

[0032] なお、この貼り合わせの前に、C面サファイア基板1のイオン注入面、ハンドル基板2の接合面の双方もしくは片方に表面活性化処理としてプラズマ処理を施すことが好ましい。

例えば、一般的な平行平板型プラズマチャンバーに、表面活性化処理するC面サファイア基板1及び／又はハンドル基板2をセットし、13.56 MHz、100W程度の高周波を印加し、プロセスガスとしてAr、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>等を導入して処理すればよい。処理時間は5～30秒とする。これにより、対象の基板表面が活性化され、貼り合わせ後の接合強度が増大する。

また、貼り合せ後は200～300℃程度のアニールを実施することで、より強固な接合が形成される。

[0033]（工程1-5：C面サファイア薄膜の剥離、転写工程）

次に、上記C面サファイア基板1におけるイオン注入領域1<sub>ion</sub>で剥離させてC面サファイア薄膜1 tをハンドル基板2上に転写する（図1（e））。

[0034] 剥離処理は、イオン注入剥離法で一般的に行われる処理であればよく、例えばブレードを挿入するなどの機械剥離の他、レーザー光照射等の光剥離、その他ジェット水流や超音波等の物理的衝撃剥離が適用可能である。

[0035] これにより、オフ角度が0.5～5度、好ましくは2～3度で表面が平滑なC面サファイア薄膜1tをハンドル基板2上に有するGaNエピ成長用基板11が得られる。

[0036] このとき、GaNエピ成長用基板11の反り量は小さければ小さい程よいが実用的には300μm以下とすることが好ましく、200μm以下がより好ましく、150μm以下が更に好ましい。なお、この場合の基板サイズは直径150mm（6インチ）以上（上限は特に制限はないが、通常直径300mm（12インチ）以下）を前提としている。これにより、以降の処理工程を容易に行うことができる。

なお、GaNエピ成長用基板11の反り量は、GaNエピ成長用基板11のC面サファイア薄膜1tが上側（表面側）となる向きに配置したときのGaNエピ成長用基板11の中央部と端部との高低差であり、基板の中央部が下方向に凸の場合をマイナスの値、上方向に凸の場合をプラスの値とする。また、反り量の測定には、例えば垂直入射方式のフィゾー干渉計（Corn ing Tropel社製、Flat Master）を用いるとよい（実施例において同じ）。

[0037] 次に、本発明に係るGaN積層基板の製造方法は、図2に示すように、（a）GaNエピ成長用基板及び支持基板の準備工程（工程2-1）、（b）GaNエピ成長用基板の表面処理工程（工程2-2）、（c）GaNエピタキシャル成長工程（工程2-3）、（d）イオン注入処理工程（工程2-4）、（e）貼り合わせ接合工程（工程2-5）、（f）GaN薄膜の剥離、転写工程（工程2-6）の順に処理を行うものである。

[0038] （工程2-1：GaNエピ成長用基板及び支持基板の準備）

まずGaNエピ成長用基板11と支持基板12を準備する（図2（a））

。

ここで、GaNエピ成長用基板11は、上述した通りの工程で作製したものであり、ハンドル基板2上にオフ角度が0.5～5度、好ましくは2～3度のC面サファイア薄膜1tを有してなる。

オフ角度をこの範囲内とすることにより、この後にC面サファイア薄膜1t上に形成されるGaN膜13においてその表面がN極性面（以下、N面）となると共に平滑性が良好で結晶性がよいエピタキシャル成長膜となり、更にイオン注入剥離法によりこれの一部を剥離して支持基板12に転写した場合にその転写薄膜13aが平滑性に優れたものとなる。

[0039] また、C面サファイア薄膜1t表面の算術平均粗さRaが0.5nm以下であることが好ましい。これにより、エピタキシャル成膜されるGaN膜13の表面が更に平滑になり、支持基板12との貼り合わせ接合時により強固な接合が可能となる。

[0040] 支持基板12は、最終的にGaN薄膜13aを支持する基板であり、Si、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、SiC、AlN又はSiO<sub>2</sub>からなることが好ましい。その構成材料は、得られたGaN積層基板を用いて作製する半導体デバイスの用途に応じて適宜選定するとよい。

[0041] 支持基板12表面の算術平均粗さRaが0.5nm以下であることが好ましい。これによりGaNエピ成長用基板11上にGaN層13を有するGaN層担持体との接合時により強固な接合が可能となる。

[0042] また、スパッタリング法、プラズマCVD法などや支持基板12がSiからなる場合には熱酸化法により、支持基板12の最表層に酸化シリコン（SiO<sub>x</sub>薄膜、但し、0<x≤2）からなるボンド膜を設けてもよい（ただし、支持基板12がSiO<sub>2</sub>からなる場合を除く）。更に、支持基板12自体の表面粗さが十分に小さくない場合（例えば、支持基板12表面の算術平均粗さRaが0.5nm超の場合）、このボンド膜を化学機械研磨（CMP）等により処理してその表面を平滑化してもよい。これにより、GaNエピ成長用基板11及びGaN層13を有するGaN層担持体との接合強度をより一層大きくすることができる。

なお、このボンド膜の膜厚は、概ね300～1000nmが好ましい。

[0043] (工程2-2: GaNエピ成長用基板の表面処理)

次に、GaNエピ成長用基板の表面処理を行う(図2(b))。

即ち、GaNエピ成長用基板11の800～1000℃での高温窒化処理及び/又はGaNエピ成長用基板11のC面サファイア薄膜1t上への結晶性AlNの堆積処理を行ってGaNエピ成長用基板11を表面処理し、C面サファイア薄膜1t表面をAlNからなる表面処理層11aで被覆する。

[0044] このうち、GaNエピ成長用基板11の高温窒化処理は、GaNエピ成長用基板11を窒素含有雰囲気中でこの後行われるGaNエピタキシャル成長の成膜温度よりもやや低い温度、具体的には800～1000℃に加熱して少なくともC面サファイア薄膜1tの表面に表面処理層11aとしてAlN膜を形成するものである。この処理は、好ましくはGaN膜をエピタキシャル成長させるMOCVD装置の同一の処理室でインサイチュー(in situ)の状態で行われ、GaNエピタキシャル成長の成膜温度(1050～1100℃)よりやや低い温度(800～1000℃)で実行される。このとき、処理温度が800℃未満となるとGaN膜のN極成長が発生せず、更には1000℃超ではこの後に行われるエピタキシャル成長のGaN生成で平滑性が劣化する。また、プロセスガスとしては純窒素を使用するが、アンモニアガスを使用することもできる。アンモニアガスを使用することにより、より活性なN原子が発生し、GaN膜の表面形態(結晶構造)を改善できる。また、高温窒化処理時間は30秒～30分程度とするとよい。処理時間を長くすることで、GaN膜の表面形態(結晶構造)を改善可能である。

[0045] C面サファイア薄膜1t上への結晶性AlNの形成処理は、サファイアの窒化、化学的気相成長法(CVD法)又は物理的気相成長法(PVD法)によりC面サファイア薄膜1t上に表面処理層11aとして結晶性AlN膜を形成するものである。この堆積処理は少なくともC面サファイア薄膜1t表面を結晶性AlN膜(表面処理層11a)で被覆できる形成条件で行えばよい。



[0046] なお、上記のようにC面サファイア薄膜1 t上に表面処理層1 1 aとして結晶性AlN膜を形成した後、GaNエピタキシャル成長前に熱処理して結晶性AlN膜を安定化させることが好ましい。

[0047] (工程2-3: GaNエピタキシャル成長工程)

次に、上記表面処理されたC面サファイア薄膜1 tの表面処理層1 1 a上にGaNをエピタキシャル成長させて表面がN極性面からなるGaN膜1 3を形成し、GaN膜担持体を作製する。

[0048] GaN膜のエピタキシャル成長法としては、分子線エピタキシャル(MBE)法や、ハイドライド気相成長(HVPE)法、有機金属気相成長(MOCVD)法が知られているが、C面サファイア薄膜1 t上に直接低欠陥のGaN薄膜を成長させるにはMOCVD法が最適であり好ましい。

[0049] このとき、MOCVD法によるGaN膜1 3のエピタキシャル成長が1000℃超で行われることが好ましく、上記工程2-2において高温窒化処理が行われる場合にはその処理温度よりも高温で行われることが好ましく、GaN膜1 3の膜質と成膜速度のバランスがとれる1000℃超1200℃以下が好適である。また、プロセスガスはトリメチルガリウム(TMGa)及びアンモニア(NH<sub>3</sub>)を使用し、キャリアガスとして水素を使用するとよい。

また、GaN膜1 3の厚みは、最終的に得ようとするGaN薄膜1 3 aの厚さに応じるものであり、例えば1~30 μmである。

[0050] なお、工程2-2においてC面サファイア薄膜1 tを表面処理した後、表面処理層1 1 a上に低温、例えば700℃以下でGaNバッファ層を形成し、次いでこのGaNバッファ層上に上記MOCVD法によるGaNエピタキシャル成長を行い、GaN膜1 3を形成することが好ましい。

[0051] このとき、GaNバッファ層の成膜に際して、成膜温度が700℃超ではバッファ層上のGaN膜1 3がうまくN極成長せず、400℃未満では成膜自体が進行しない場合があるため、好ましくは400~700℃、より好ましくは400~600℃で成膜することが好ましい。また、GaNバッファ層の厚みは、薄過ぎるとバッファ効果が得られない場合があり、厚

過ぎると膜質低下を招くおそれがあるため、好ましくは20～40nm、より好ましくは20～25nmとする。

[0052] 以上の一連のGaN膜13の形成工程により、GaNエピ成長用基板11のC面サファイア薄膜1t（表面処理層11a）上に表面がN面からなり、極めて結晶性のよいGaN膜13が成膜される（ここまで、図2（c））。

ここで、GaNなどの化合物半導体結晶表面は極性を有しており、例えば構成元素GaとNからなる単結晶のGaN膜は、必然的に、Ga原子からなり（終端され）該Ga原子の未結合手が露出した極性面（Ga極性面（Ga面ともいう））と、N原子からなり（終端され）該N原子の未結合手が露出した極性面（N極性面（N面ともいう））を有する。

また、GaNの結晶構造は六方晶系であり、その極性面は結晶格子の最密面に現れる。なお、六方晶系化合物半導体結晶の最密面は{0001}面であるが、(0001)面と(000-1)面は等価ではなく、前者はカチオン原子が露出する面、後者はアニオン原子が露出する面であり、窒化ガリウム（GaN）においては(0001)面がGa面、(000-1)面がN面となる。

[0053] なお、上記エピタキシャル成長によりGaN膜13を形成した後、更にスパッタリング法、プラズマCVD法などにより、該GaN膜13上に酸化シリコン（SiO<sub>x</sub>、但し、0<x≤2）膜を支持基板12と貼り合わせるためのボンド層として形成して上記GaN膜担持体としてもよい。この場合の酸化シリコン膜の厚み（CMP研磨する場合にはCMP研磨後の厚み）は200～1000nmが好ましい。

[0054] （工程2-4：GaN膜13へのイオン注入工程）

次に、上記GaN膜担持体のGaN膜13の表面からイオン注入を行ってGaN膜13中に層状のイオン注入領域13<sub>ion</sub>を形成する（図2（d））。

[0055] このとき、注入イオンとして水素イオン（H<sup>+</sup>）及び／又は水素分子イオン（H<sub>2</sub><sup>+</sup>）を用いることが好ましい。

[0056] また、注入エネルギーはイオン注入深さ（つまり剥離膜（GaN薄膜13

a) の膜厚) を規定するものであり、100~160 keV が好ましい。注入エネルギー100 keV 以上とすると、GaN 薄膜13a の膜厚を500 nm 以上とすることができる。一方、160 keV 超とすると、注入ダメージが大きくなり剥離された薄膜の結晶性の劣化を招くおそれがある。

[0057] また、ドーズ量は $1.0 \times 10^{17} \sim 3.5 \times 10^{17}$  atom/cm<sup>2</sup>であることが好ましい。これにより、GaN 膜13 中に剥離層（脆化層）となるイオン注入領域13<sub>ion</sub>を形成することができ、且つGaN 膜担持体の温度上昇を抑制することができる。なお、イオン注入温度は室温であり、高温となるとGaN 膜担持体が破断するおそれがあるため、GaN 膜担持体を冷却してもよい。

[0058] ここで、上記イオン注入処理は、工程2-3でGaN 膜13を形成したままのGaN 膜担持体に対して実施してもよいが、形成したままのGaN 膜13の表面が粗いとその表面凹凸に対応してイオン注入深さが不均一となり、剥離後のGaN 薄膜13aの剥離面（表面）の凹凸が大きくなってしまう。

[0059] そこで、上記イオン注入前にGaN 膜担持体のイオン注入面を算術平均粗さが好ましくは0.3 nm以下、より好ましくは0.2 nm以下となるように平滑化するとよい。

例えば、工程2-3で形成したGaN 膜13表面をCMP等による研磨及び／又はエッチングして算術平均粗さRaが好ましくは0.3 nm以下、より好ましくは0.2 nm以下となるように平滑化するとよい。

[0060] あるいは、上記GaN 膜13（即ち、成膜したままの、あるいは研磨及び／又はエッチングして平滑化したGaN 膜13）の上にボンド層として酸化シリコン膜を形成した場合には、この酸化シリコン膜表面をCMP等による研磨及び／又はエッチングして算術平均粗さRaが好ましくは0.3 nm以下となるように平滑化するとよい。GaN 膜13の厚みが薄く、研磨等での平坦化が困難な場合に特に有効である。

[0061] 以上のようにGaN 膜担持体のイオン注入を予定している面（つまり、GaN 膜13又は上記ボンド層としての酸化シリコン膜表面）を平滑化するこ

とにより、次に行うイオン注入処理におけるイオン注入深さを一定にすることができ、ひいては支持基板12と貼り合わせた後に剥離させた場合に表面が平滑な（表面粗さの小さな）剥離転写層（GaN薄膜13a）を得ることができる。

[0062]（工程2-5：GaN膜担持体と支持基板12の貼り合わせ接合工程）

次に、上記イオン注入したGaN膜担持体のGaN膜13側表面と支持基板12とを貼り合わせて接合する（図2（e））。

[0063] ここで、ボンド層（酸化シリコン膜）を形成していないGaN膜担持体と支持基板12の貼り合わせの場合、GaN膜担持体のGaN膜13表面（N面）と支持基板12表面とが接合するようになる。即ち、GaNエピ成長用基板11（ハンドル基板2／薄膜1a／C面サファイア薄膜1t）／表面処理層11a／（GaNバッファ層）／GaN膜13（N面）／支持基板12の積層構造となる。

[0064] また、ボンド層（酸化シリコン膜）を少なくともいずれかの表面に形成しているGaN膜担持体と支持基板12の貼り合わせの場合、GaN膜担持体のGaN膜13表面（N面）と支持基板12表面とがそれらの間にボンド層（酸化シリコン膜）が介在して接合するようになる。即ち、GaNエピ成長用基板11（ハンドル基板2／薄膜1a／C面サファイア薄膜1t）／表面処理層11a／（GaNバッファ層）／GaN膜13（N面）／ボンド層（酸化シリコン膜）／支持基板12の積層構造となる。

[0065] なお、この貼り合わせの前に、GaN膜担持体のイオン注入面、支持基板12の接合面の双方もしくは片方に表面活性化処理としてプラズマ処理を施すことが好ましい。

例えば、一般的な平行平板型プラズマチャンバーに、表面活性化処理するGaN膜担持体及び／又は支持基板12をセットし、13.56MHz、100W程度の高周波を印加し、プロセスガスとしてAr、N<sub>2</sub>、O<sub>2</sub>等を導入して処理すればよい。処理時間は5～30秒とする。これにより、対象の基板表面が活性化され、貼り合わせ後の接合強度が増大する。

また、貼り合せ後は200～300℃、5～24時間程度のアニールを実施することで、より強固な接合が形成されるため好ましい。

[0066] (工程2-6: GaN薄膜の剥離、転写工程)

次に、上記GaN膜13におけるイオン注入領域13<sub>ion</sub>で剥離させてGaN薄膜13aを支持基板12上に転写する(図2(f))。

[0067] 剥離処理は、イオン注入剥離法で一般的に行われる処理であればよく、例えばブレードを挿入するなどの機械剥離の他、レーザー光照射等の光剥離、その他ジェット水流や超音波等の物理的衝撃剥離が適用可能である。

[0068] これにより、表面がGa極性面からなり結晶性の良好で表面が平滑なGaN薄膜13aを支持基板12上に有するGaN積層基板10が得られる。

なお、剥離後の転写したGaN薄膜13aの表面は十分に平滑であるが、このGaN積層基板10を使用するデバイスの要求特性の如何によっては研磨等でより平滑化してもよい。また、このGaN積層基板10に更にGaN膜をエピタキシャル成長させることで、低欠陥で厚膜のGaN基板を製造することも可能である。

[0069] なお、GaN積層基板10のGaN薄膜13a表面の極性面を確認する方法は、例えばKOH水溶液によるエッチングレートの違いをみて判断すればよい。即ち、N面の方がGa面よりもエッチングレートが大きい。例えば、40℃、2mol/LのKOH水溶液に45分浸した場合、Ga面はエッチングされないが、N面はエッチングされることから確認できる。

## 実施例

[0070] 以下に、実施例及び比較例を挙げて、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

[0071] [実施例1]

以下の条件でGaN積層基板を作製した。

[0072] (実施例1-1)

直径12インチ、厚み750μm、熱膨張率 $5.2 \times 10^{-6}/k$  (800K)のAlN焼結体(セラミックス)からなるハンドル基板と、直径12イン

ち、厚み $750\mu\text{m}$ 、算術平均粗さ $Ra0.3\text{nm}$ 、熱膨張率 $8.0\times 10^{-6}/\text{k}$  ( $800\text{K}$ )、 $c$ 軸オフ角 $1.5$ 度の $C$ 面サファイア基板を準備した。なお、このハンドル基板の $GaN$  (熱膨張率 $6.0\times 10^{-6}/\text{k}$  ( $800\text{K}$ ))との熱膨張率の差は $-0.8\times 10^{-6}/\text{k}$ である。

次に、この $C$ 面サファイア基板表面にスパッタリング法により厚み $150\text{nm}$ の $SiO_2$ 薄膜を形成し、この $SiO_2$ 薄膜表面から水素分子イオン $H_2^+$ を、注入エネルギー $150\text{keV}$ 、ドーズ量 $2\times 10^{17}\text{atom}/\text{cm}^2$ でイオン注入した。

次いで、 $C$ 面サファイア基板のイオン注入面 ( $SiO_2$ 薄膜形成面) とハンドル基板表面について $Ar$ プラズマ処理を実施した。次いで、両者の $Ar$ プラズマ処理面同士を貼り合せて接合した後、貼り合わせたものからイオン注入領域において機械的に $C$ 面サファイア基板を剥離させ、ハンドル基板上に $C$ 面サファイア薄膜を転写して $GaN$ エピ成長用基板を得た。この $GaN$ エピ成長用基板の反り量は $100\mu\text{m}$ であった。

[0073] この基板を $RCA$ 洗浄にて洗浄した後、 $MOCVD$ 装置にて、基板温度 $900^\circ\text{C}$ の高温窒化処理 (プロセスガス: 純窒素) を $30$ 分実施し、続いて基板温度 $400^\circ\text{C}$ で $GaN$ バッファ層を厚み $20\text{nm}$ 成膜した後に、更に基板温度 $1050^\circ\text{C}$ にて、プロセスガス:  $TMG$ 及び $NH_3$ を用いてエピタキシャル成長させて $GaN$ 膜を $10\mu\text{m}$ 成膜した。その $GaN$ 膜の算術平均粗さ $Ra$ は $8\text{nm}$ であった。

次いで、この $GaN$ 膜上にボンド層としてプラズマ $CVD$ 法により厚み $2\mu\text{m}$ の酸化シリコン膜を成膜した後、 $CMP$ 装置でこの酸化シリコン膜を $300\text{nm}$ まで研磨した。得られた $GaN$ 膜担持体の算術平均粗さ $Ra$ は $0.3\text{nm}$ であった。

次に、この $GaN$ 膜担持体の酸化シリコン膜表面から水素分子イオン $H_2^+$ を、注入エネルギー $160\text{keV}$ 、ドーズ量 $3.1\times 10^{17}\text{atom}/\text{cm}^2$ でイオン注入した。

[0074] 次に、支持基板として、直径 $12$ インチ、厚み $750\mu\text{m}$ の $Si$ 基板を準

備し、Si基板上に厚み300nmの熱酸化膜を形成した。熱酸化膜形成後のSi基板の算術平均粗さは $R_a = 0.5 \text{ nm}$ であった。

[0075] このSi基板、上記GaN膜担持体それぞれの熱酸化膜、酸化シリコン膜（イオン注入面）表面についてArプラズマ処理を実施した。次いで、Arプラズマ処理面同士を貼り合せた後、窒素雰囲気下で200℃にて12時間アニールした。アニール後、GaN膜のイオン注入領域に金属ブレードを差し込んで剥離を行い、Si基板上にGaN薄膜を転写してGaN積層基板を得た。

[0076] 得られたGaN積層基板のGaN薄膜表面の算術平均粗さ $R_a$ は10nmであった。また、得られたGaN積層基板のGaN薄膜についてX線ロックンクカーブ法により結晶性を評価した。詳しくは、X線回折により上記GaN薄膜のGaN(0002)面反射のロックンクカーブ( $\omega$ スキャン)におけるチルト分布(半価幅)を求めたところ、310arcsecと良好な結晶性を示した。

また、GaN薄膜の表面の極性面の確認として、サンプルを40℃、2mol/LのKOH水溶液に45分浸した後、表面を観察したところ、GaN薄膜表面はエッチングされておらず、GaN薄膜表面がGa面となっていることが分かった。

[0077] (実施例1-2)

実施例1-1において、ハンドル基板をほうけい酸ガラス(熱膨張率 $6.8 \times 10^{-6} / \text{K}$ (800K))からなるものとし、C面サファイア基板のオフ角度を3度(算術平均粗さ $R_a : 0.3 \text{ nm}$ )とし、それ以外は実施例1-1と同様にしてGaNエピ成長用基板を作製した。このGaNエピ成長用基板の反り量は150 $\mu\text{m}$ であった。

次いで、このGaNエピ成長用基板を用いて厚み5 $\mu\text{m}$ のGaN膜をエピタキシャル成長させた後、このGaN膜表面(該GaN膜算術平均粗さ $R_a : 6 \text{ nm}$ )をCMP研磨してその表面の算術平均粗さ $R_a$ を0.2nmとし、ボンド層を形成することなくそのまま、石英からなる支持基板(石英基板

)に転写した。それ以外は実施例1-1と同様にしてGaN積層基板を得た。

得られたGaN積層基板のGaN薄膜表面の算術平均粗さRaは0.3nmであった。また、得られたGaN積層基板のGaN薄膜について実施例1-1と同様にX線ロックアップ法により結晶性を評価したところ、FWHM280arcsecとなり、実施例1-1と同等の結晶性を示した。

また、実施例1-1と同様にしてGaN薄膜の表面の極性面を確認したところ、Ga面となっていた。

[0078] (比較例1-1)

実施例1-1において、C面サファイア基板のc軸オフ角度を0.05度(算術平均粗さRa:0.3nm)としたものを用い、それ以外は実施例1-1と同様にしてGaN積層基板を得た。なお、GaN膜成膜後の該GaN膜算術平均粗さRaは135nmであり、酸化シリコン膜CMP研磨後のGaN膜担持体の算術平均粗さRaは0.2nmであった。

得られたGaN積層基板のGaN薄膜表面の算術平均粗さRaは150nmとなり平滑性が悪いものであった。また、得られたGaN積層基板のGaN薄膜について実施例1-1と同様にX線ロックアップ法により結晶性を評価したところ、FWHM850arcsecとなり、結晶性が悪化した。

また、実施例1-1と同様にしてGaN薄膜の表面の極性面を確認したところ、Ga面となっていた。

[0079] (比較例1-2)

実施例1-1において、C面サファイア基板のc軸オフ角度を6度(算術平均粗さRa:0.3nm)としたものを用い、それ以外は実施例1-1と同様にしてGaN積層基板を得た。なお、GaN膜成膜後の該GaN膜算術平均粗さRaは80nmであり、酸化シリコン膜CMP研磨後のGaN膜担持体の算術平均粗さRaは0.3nmであった。

得られたGaN積層基板のGaN薄膜表面の算術平均粗さRaは120nm



であった。また、得られたGaN積層基板のGaN薄膜について実施例1-1と同様にX線ロックアップ法により結晶性を評価したところ、FWHM960arcsecとなり、結晶性が悪化した。

また、実施例1-1と同様にしてGaN薄膜の表面の極性面を確認したところ、Ga面となっていた。

[0080] (比較例1-3)

実施例1-1で用いたC面サファイア基板をそのままGaNエピ成長用基板として用い、該GaNエピ成長用基板に実施例1-1と同様にしてGaN膜を形成したところ、GaN成膜後の基板の反りが約3mmと極めて大きくなり、支持基板との貼り合せができないため、以降の工程を中止した。

[0081] 以上の結果を表1に示す。本発明によれば、直径12インチの大口径の基板であっても優れた平滑性と結晶性を持つGaN積層基板が得られることが明らかとなった。なお、表中の表面粗さRaは算術平均粗さRaのことである。

[0082] [表1]

	GaNエピ成長用基板作製			表面処理	GaNエピタキシャル成長			ボンド層形成		GaN薄膜転写	GaN転写薄膜評価結果		
	ハンドル基板	C面サファイア基板	C面サファイア薄層転写	高温窒化処理	GaNバッファ層	GaN膜		酸化シリコン膜		表面粗さRa	基板構成	表面粗さRa	結晶性*
	構成材料	c軸オフ角度		処理条件	膜厚(nm)	成膜後の表面粗さRa	CMP研磨	成膜	CMP研磨				
実施例1-1	AIN焼結体	1.5度	あり	900℃/30分	20nm	8nm	なし	あり	あり	0.3nm	S基板(熱酸化膜形成)	10nm	310arcsec
実施例1-2	ほうけい酸ガラス	3度	あり	900℃/30分	20nm	6nm	あり	なし	なし	0.2nm	石英基板	0.3nm	280arcsec
比較例1-1	AIN焼結体	0.05度	あり	900℃/30分	20nm	135nm	なし	あり	あり	0.2nm	S基板(熱酸化膜形成)	150nm	850arcsec
比較例1-2	AIN焼結体	6度	あり	900℃/30分	20nm	80nm	なし	あり	あり	0.3nm	S基板(熱酸化膜形成)	120nm	960arcsec
比較例1-3	-	1.5度	なし	900℃/30分	20nm	110nm	-	-	-	-	-	-	-

\*:GaN(0002)面反射ロックアップ法( $\omega$ スキャン)における半幅値(FWHM)

[0083] なお、これまで本発明を上記実施形態をもって説明してきたが、本発明はこの実施形態に限定されるものではなく、他の実施形態、追加、変更、削除など、当業者が想到することができる範囲内で変更することができ、いずれの態様においても本発明の作用効果を奏する限り、本発明の範囲に含まれるものである。

符号の説明

[0084] 1、1' C面サファイア基板

- 1 a 薄膜
- 1<sub>ion</sub>、13<sub>ion</sub> イオン注入領域
- 1 t C面サファイア薄膜
- 2 ハンドル基板
- 1 0 GaN積層基板
- 1 1 GaNエピ成長用基板
- 1 1 a 表面処理層
- 1 2 支持基板
- 1 3 GaN膜
- 1 3 a GaN薄膜

## 請求の範囲

[請求項1] 800Kにおける熱膨張率がシリコンより大きく、C面サファイアより小さい、ガラス、セラミックス又は単結晶の材料からなるハンドル基板上に、イオン注入剥離法によりオフ角度0.5～5度のC面サファイア基板から剥離させたC面サファイア薄膜を転写してGaNエピ成長用基板を作製する工程と、

上記GaNエピ成長用基板の800～1000℃での高温窒化処理及び／又は該GaNエピ成長用基板のC面サファイア薄膜上への結晶性AlNの堆積処理を行って上記GaNエピ成長用基板を表面処理し、C面サファイア薄膜表面をAlNからなる表面処理層で被覆する工程と、

上記表面処理されたGaNエピ成長用基板の表面処理層上にGaNをエピタキシャル成長させて表面がN極性面からなるGaN膜担持体を作製する工程と、

上記GaN膜にイオン注入を行ってイオン注入領域を形成する工程と、

上記イオン注入したGaN膜担持体のGaN膜側表面と支持基板とを貼り合わせて接合する工程と、

上記GaN膜におけるイオン注入領域で剥離させてGaN薄膜を支持基板上に転写して、表面がGaN極性面からなるGaN薄膜を支持基板上に有するGaN積層基板を得る工程と  
を有するGaN積層基板の製造方法。

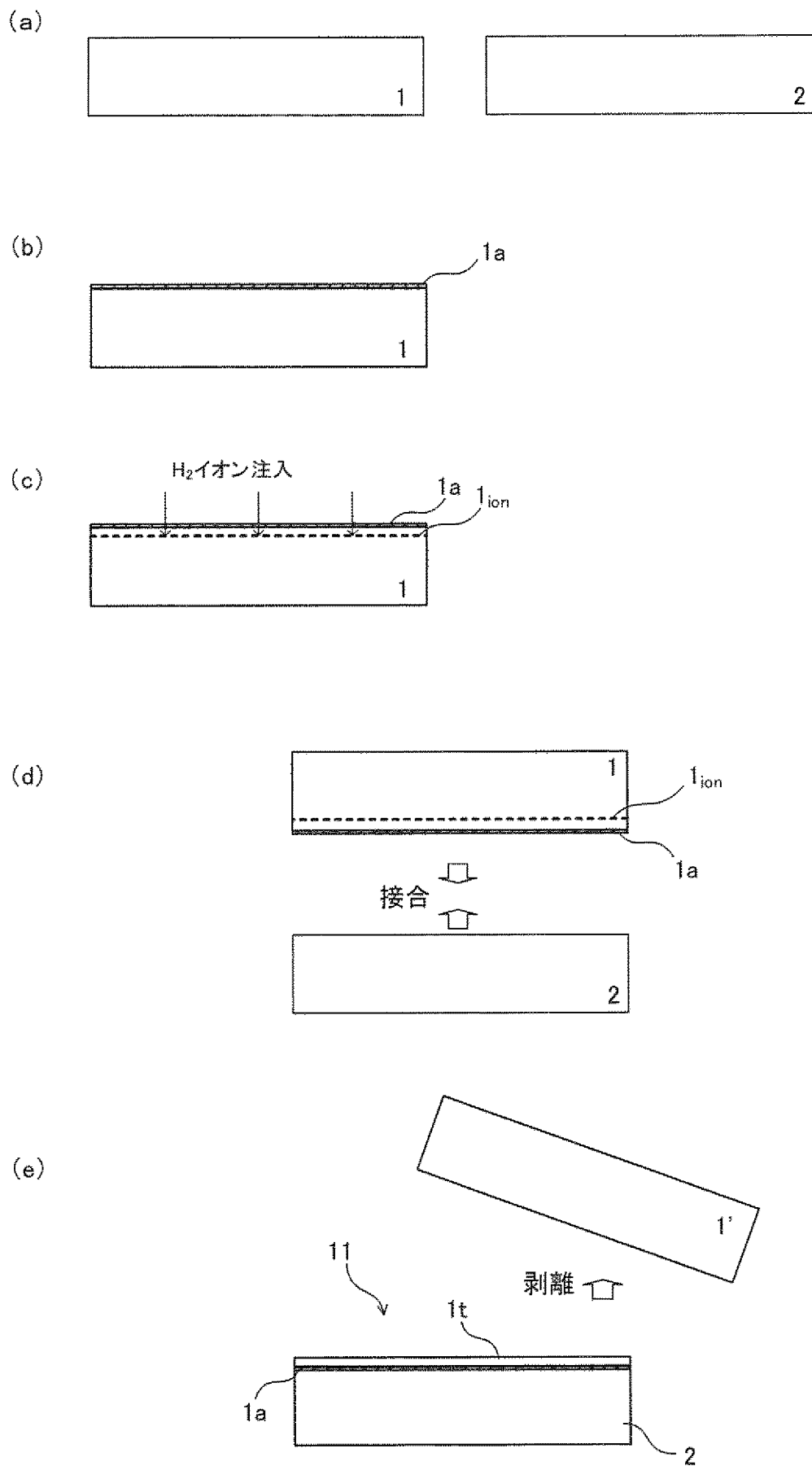
[請求項2] 上記ハンドル基板が硼ケイ酸系ガラス、GaN焼結体、AlN焼結体又はGaAs単結晶からなる請求項1記載のGaN積層基板の製造方法。

[請求項3] 上記ハンドル基板とC面サファイア薄膜との間に酸化シリコン、窒化シリコン又は酸窒化シリコンの薄膜を介在させて該C面サファイア薄膜を転写する請求項1又は2記載のGaN積層基板の製造方法。

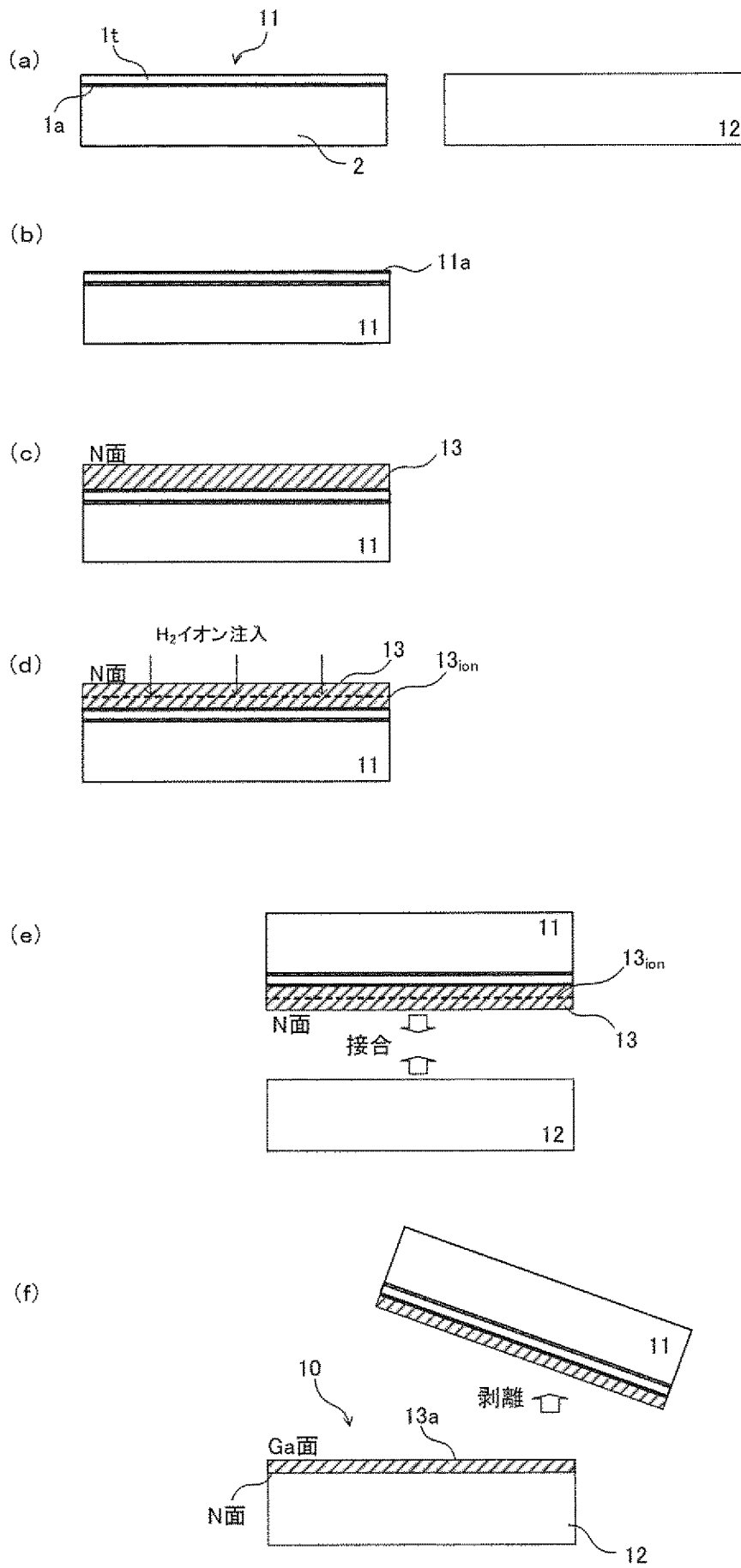
- [請求項4] GaNエピ成長用基板の反り量を $300\mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とする請求項1～3のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項5] 上記GaNエピタキシャル成長が $1000^\circ\text{C}$ 超 $1200^\circ\text{C}$ 以下で行われる請求項1～4のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項6] MOCVD法により上記GaNのエピタキシャル成長を行う請求項1～5のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項7] 上記C面サファイア基板を表面処理した後、 $700^\circ\text{C}$ 以下で表面処理層上にGaNバッファー層を形成し、次いで該GaNバッファー層上に上記GaNエピタキシャル成長を行う請求項1～6のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項8] 上記GaNバッファー層の厚みが $20\sim 40\text{nm}$ である請求項7記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項9] 上記エピタキシャル成長によりGaN膜を形成した後、更に該GaN膜上に酸化シリコン膜を形成して上記GaN膜担持体とする請求項1～8のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項10] 更に、上記イオン注入前にGaN膜担持体のイオン注入面を算術平均粗さ $Ra0.3\text{nm}$ 以下に平滑化する請求項1～9のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項11] 上記GaN膜へのイオン注入が水素イオン ( $\text{H}^+$ ) 及び/又は水素分子イオン ( $\text{H}_2^+$ ) を用いた、注入エネルギー $100\sim 160\text{keV}$ 、ドーズ量 $1.0\times 10^{17}\sim 3.5\times 10^{17}\text{atom/cm}^2$ の処理である請求項1～10のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。
- [請求項12] 上記支持基板が、Si、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、SiC、AlN又は $\text{SiO}_2$ からなる請求項1～11のいずれか1項記載のGaN積層基板の製造方法。

[請求項13] 上記支持基板は、GaN膜担持体との接合面に酸化シリコン膜を形成したものである（ただし、支持基板がSiO<sub>2</sub>からなる場合を除く）請求項12記載のGaN積層基板の製造方法。

[図1]



[図2]



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2019/030164

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**

Int.Cl. C30B29/38(2006.01) i, C23C16/02(2006.01) i, C23C16/34(2006.01) i,  
 C30B33/06(2006.01) i, H01L21/02(2006.01) i, H01L21/20(2006.01) i,  
 H01L21/205(2006.01) i, H01L21/265(2006.01) i, H01L27/12(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)

Int.Cl. C30B29/38, C23C16/02, C23C16/34, C30B33/06, H01L21/02, H01L21/20,  
 H01L21/205, H01L21/265, H01L27/12

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2019
Registered utility model specifications of Japan	1996-2019
Published registered utility model applications of Japan	1994-2019

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.
A	JP 2018-024538 A (MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION) 15 February 2018 (Family: none)	1-13
A	JP 2009-231816 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 08 October 2009 & US 2009/0221131 A1 & EP 2100989 A1 & CN 101521155 A & KR 10-2009-0093887 A & TW 201001497 A	1-13
A	JP 2017-193486 A (SUMITOMO CHEMICAL CO., LTD.) 26 October 2017 & US 2013/0069075 A1	1-13

Further documents are listed in the continuation of Box C.

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
- "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
- "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)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "I" 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
- "X" 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
- "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 October 2019 (08.10.2019)

Date of mailing of the international search report  
 21 October 2019 (21.10.2019)

Name and mailing address of the ISA/  
 Japan Patent Office  
 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,  
 Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer  
  
 Telephone No.



A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C30B29/38(2006.01)i, C23C16/02(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, C30B33/06(2006.01)i, H01L21/02(2006.01)i, H01L21/20(2006.01)i, H01L21/205(2006.01)i, H01L21/265(2006.01)i, H01L27/12(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. C30B29/38, C23C16/02, C23C16/34, C30B33/06, H01L21/02, H01L21/20, H01L21/205, H01L21/265, H01L27/12

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

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2019年
日本国実用新案登録公報	1996-2019年
日本国登録実用新案公報	1994-2019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
A	JP 2018-024538 A (三菱ケミカル株式会社) 2018.02.15, (ファミリーなし)	1-13
A	JP 2009-231816 A (信越化学工業株式会社) 2009.10.08, & US 2009/0221131 A1 & EP 2100989 A1 & CN 101521155 A & KR 10-2009-0093887 A & TW 201001497 A	1-13
A	JP 2017-193486 A (住友化学株式会社) 2017.10.26, & US 2013/0069075 A1	1-13

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ 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

08.10.2019

国際調査報告の発送日

21.10.2019

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)  
 井上 政志

4G 4050

電話番号 03-3581-1101 内線 3416