

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4184441号
(P4184441)

(45) 発行日 平成20年11月19日(2008.11.19)

(24) 登録日 平成20年9月12日(2008.9.12)

(51) Int.Cl.	F I
C 3 O B 29/38 (2006.01)	C 3 O B 29/38 D
C 3 O B 33/00 (2006.01)	C 3 O B 33/00

請求項の数 6 (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平10-542645	(73) 特許権者	インスティトゥ ヴィソキフ チシニエ ン ポルスキエイ アカデミイ ナウク ポーランド国、ピーエル—O 1—1 4 2 ヴァルシャヴァ、ウーエル、ソコフスカ 2 9 / 3 7
(86) (22) 出願日	平成10年3月13日(1998.3.13)	(74) 代理人	特許業務法人みのり特許事務所
(65) 公表番号	特表2001-518870(P2001-518870A)	(74) 代理人	弁理士 武石 靖彦
(43) 公表日	平成13年10月16日(2001.10.16)	(74) 代理人	弁理士 村田 紀子
(86) 国際出願番号	PCT/PL1998/000010		
(87) 国際公開番号	W01998/045511		
(87) 国際公開日	平成10年10月15日(1998.10.15)		
審査請求日	平成17年2月3日(2005.2.3)		
(31) 優先権主張番号	P.319329		
(32) 優先日	平成9年4月4日(1997.4.4)		
(33) 優先権主張国	ポーランド(PL)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 GaN 及び $Ga_{1-x-y}Al_xIn_yN$ の結晶及びエピタキシャル層の機械—化学研磨

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

GaN または $Ga_{1-x-y}Al_xIn_yN$ (ただし、 $x+y<1$) の結晶またはエピタキシャル層の表面から凹凸及び顕著な欠陥領域を機械—化学研磨によって除去する方法であって、濃度 0.01N 以上の塩基性水溶液からなる化学的エッチング剤の存在下において、前記表面を、研磨パッドに対して所定の圧力がかかった状態で 10 秒以上研磨し、次いで、前記化学的エッチング剤を純水で置換し、前記表面を少なくとも 1 分間研磨し、その後、前記所定の圧力を低下させ、研磨機を停止し、研磨された GaN または $Ga_{1-x-y}Al_xIn_yN$ の結晶またはエピタキシャル層を前記研磨機から取り外し、乾燥窒素ガス流中で乾燥させることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記化学的エッチング剤が、ナトリウム塩基 $NaOH$ 、カリウム塩基 KOH 及び / またはこれらの混合物からなる水溶液であることを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記化学的エッチング剤または前記純水の存在下において、前記研磨パッドを 1 ~ 100 rpm の角速度で回転しつつ研磨することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 4】

前記研磨パッド上に、1 秒間に 1 ~ 5 滴の割合で前記化学的エッチング剤を添加しつつ研磨することを特徴とする請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記研磨パッド上に、1秒間に1滴以上の割合で前記純水を添加しつつ研磨することを特徴とする請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記所定の圧力が、0.1MPa以上であることを特徴とする請求項1に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

発明の分野

本発明は、光電素子の製造に用いられるGaN及び $Ga_{1-x-y}Al_xIn_yN$ の結晶及びエピタキシャル層の表面から不規則かつ重大な欠陥領域を除去するために、そのGaN及びGaAlInNの結晶及びエピタキシャル層を機械-化学研磨する方法に関するものである。

10

発明の背景

従来よりホモエピタキシャル成長せしめたGaN単結晶の基板表面を調製するに当たり、ダイヤモンドマイクロパウダーで研磨するとともに、アンモニア及び水素ガス混合気相中において高温アニール処理（焼きなまし）する方法がよく知られている。マイクロパウダー研磨によれば、表面に深さ約200Å、すなわち約100原子間隔の深さを有する何層かの原子層高さの隆起又は畝が形成される。アンモニア及び水素ガス混合気相中のアニール処理は、表面構造のある種の変化をもたらすとしても、スクラッチ、すなわち掻き傷状の欠陥を除去できるものではない。

ダイヤモンドマイクロパウダー研磨及びアニール処理の難点は、エピタキシャル層の成長に重大な悪影響を与える好ましくない表面欠陥を生成する恐れがあることである。

20

また、結晶（GaN以外の結晶）の不規則表面を、化学的エッチング処理剤の存在下においてソフトパッドで研磨すること、即ち機械-化学研磨と呼ばれる方法によって取り除く方法が下記によって知られている。

非特許文献1・Applied Physics Letters, vol. 68, No. 7, 1996, 917~919頁, 筆者Ponce F. A. 他

非特許文献2・Applied Physics Letters, vol. 68, No. 11, 1999,

しかしGaNの機械-化学研磨に適用できるものは、開示されていない。

発明の目的及び要約

本発明の1つの目的は、濃度約0.1の塩基性水溶液の存在下において、10秒間ソフトパッドで研磨し、次いで、溶液を純水と交換し、さらに、少なくとも1分間研磨することにより、GaAlInNの結晶及びエピタキシャル層の表面から表面不規則性及び重大な欠陥領域を除去する方法を提供することである。次に、サンプル上加えられた圧力を低下させ、研磨機を停止するとともに、研磨されたGaAlInN結晶を周知の方法において乾燥窒素ガス流の存在下に除去する。化学的エッチング剤としては、ナトリウム塩基NaOH、カリウム塩基KOHまたはそれらの混合物などのような塩基性水溶液がある。研磨は、圧力0.01MPaにおけるエッチング剤及び水の存在下において、ソフトパッド上で実行され、それは1~100rpmの角速度で行われる。エッチング剤の存在下における研磨は、1秒間当たり1~5滴の割合でエッチング剤を連続的に添加しつつ行われる。

30

水研磨は、1秒間当たり1滴以上の割合で純水を連続的に添加することにより行われる。本発明の利点は、GaAlInNの結晶及びエピタキシャル層の広い表面領域において、原子単位での平滑性を達成し得ることである。そのようにして調製された表面を有する結晶は、ホモエピタキシャル成長した薄層であって、最高品質の電子的構造を得るための最適の基板を提供する。本発明の方法は、反応生成物の平坦層を生成することではなく、表面をエッチングして尖鋭な角柱構造を得ることに関するものである。本発明による研磨は、尖鋭なエッジに加わる局部的ひずみが公称圧力値を上回るが故に、エッチング工程において角錐の摩滅をもたらすものである。本発明の方法は、単純であり、室温において用いることができる。化学的エッチング剤は、調製容易であって、非毒性である。

40

発明の実施の形態

本発明の主題は、実施例において明示される。

50

実施例 I

高圧の N_2 下における液体ガリウム中の窒素溶液から成長して得られた GaN 六方板状結晶は、本発明の方法において調製される。結晶の六方面は、ウルツ鉱型構造の結晶学的 (0001) 平面に対応する。結晶の表面を薄層ホモエピタキシャル成長の基板として用いるためには、その表面を原子単位で平滑化しなければならない。まずその表面は、ダイヤモンドマイクロパウダーを用いて、数個の原子間隔単位まで平滑となるように機械的に研磨される。このようにして得られた平滑領域は、およそ 100 原子間隔の深さのスクラッチ間において形成される。さらに、この研磨は、高い位置ずれ密度を有する欠陥度の大きい結晶を含む厚さ数ミクロンの隣接層を生成する。次いで、結晶の表面は、本発明に従って研磨される。GaN 結晶は、“ポリテックス超型”と称するソフト研磨クロスで覆われた研磨パッドを装備した研磨機のホルダ内に位置付けられる。KOH の 5 N 水溶液が、バッチメータ中に注入される。研磨クロスは、エッチング溶液で飽和している。回転パッドが、回転数 20 rpm に等しい速度で運動するようにセットされ、負荷を加えた状態で結晶と接触させられ、これによって結晶表面には、公称圧力 0.3 MPa が加えられる。研磨は、研磨クロス上に 1 秒間当たり 1 滴の割合で化学的薬剤を連続的に加えながら、20 分間行われる。20 分経過後、化学薬剤は、研磨作業を中断することなく水と置換される。研磨は、水を 1 秒間当たり 2 滴の割合で徐々に加えながら、60 分間継続され、その結果、負荷が減少し、機械は停止される。結晶とともに除去されたホルダは、周知の方法で乾燥窒素ガス流中において乾燥される。

10

実施例 II

20

この実施例は、本発明の手順により不規則性を除去するものであり、それは、サファイヤ基板上において GaN を MOCVD 析出することにより得られた、公称厚さ 0.6 ミクロンのヘテロエピタキシャル層の表面に用いられる。この層は、ねじりずれの近傍において比較的速い成長速度からもたらされた、高さ 0.2 ミクロンまでの六方砂丘状面に覆われる。

析出層を有する基板は、ベロン型の研磨クロスで覆われた回転パッドを装備した研磨機のホルダ中に配置される。ナトリウム塩基 NaOH の 2 N 水溶液が、バッチメータに注入される。研磨クロスは、エッチング剤で飽和している。回転パッドは、30 rpm の速度で回転するようにセットされ、結晶と接触することにより負荷状態となり、これによって結晶表面上には、公称圧力 0.1 MPa が加えられる。研磨の残り 3 分間において、研磨パッドには、1 秒間 1 滴の割合で化学的エッチング剤が連続的に添加される。3 分間経過後、エッチング剤は、研磨を中断することなく、純水と置換される。研磨は、1 秒間に 2 滴の割合で水を加えながら、80 分間行われ、次いで、負荷が減少して、研磨機が停止される。

30

産業上の利用可能性

本発明の方法は、電子装置及び光電装置の製造に適用することができる。特に、この方法は、発光ダイオード (LED) 及び緑、青及び紫外線領域のスペクトルで活性化するレーザーダイオード (LE) の製造に用いることができる。電子装置への適用には、高温下において動作することができる大電力 / 高周波装置の製造を含むものである。

フロントページの続き

- (72)発明者 ポロフスキ, シルヴェステル
ポーランド国、ピーエル 01 572 ヴァルシャヴァ、ウーエル・ヴィエニアフスキエゴ 5 / 7
- (72)発明者 グジェゴシ, イザベラ
ポーランド国、ピーエル 01 886 ヴァルシャヴァ、ウーエル・ナルコフスキエイ 9 エム 10
- (72)発明者 ヴァイヘル, ヤーン
オランダ王国、エヌエル 6581 ゲーエクス マルデン、サンゲルスホフ 16
- (72)発明者 ノヴァク, グジェゴズ
ポーランド国、ピーエル 03 968 ヴァルシャヴァ、ウーエル・サスカ 4 エム 46

審査官 横山 敏志

- (56)参考文献 特開平05 - 166923 (JP, A)
特開平06 - 291368 (JP, A)
M.S. MINSKY et al., Room-temperature photoenhanced wet etching of GaN, Applied Physics Letters, 1996年 3月11日, Vol.68, No.11, pp.1531-1533
F.A. PONCE et al., Homoepitaxy of GaN on polished bulk single crystals by metalorganic chemical vapor deposition, Applied Physics Letters, 1996年 2月12日, Vol.68, No.7, pp.917-919
P. PERLIN et al., Spatial distribution of electron concentration and strain in bulk GaN single crystals-relation to growth mechanism, III-V Nitrides. Symposium, 米国, Mater. Res. Soc., 1996年12月 2日, pp.519-524
J.L. WEYHER et al., Chemical polishing of bulk and epitaxial GaN, Journal of Crystal Growth, 1997年12月, Vol.182, Nos.1-2, pp.17-22

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C30B 1/00 - 35/00
Science Direct
JSTPlus(JDream2)