

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5100231号
(P5100231)

(45) 発行日 平成24年12月19日(2012.12.19)

(24) 登録日 平成24年10月5日(2012.10.5)

(51) Int.Cl. F I
C 3 O B 29/38 (2006.01) C 3 O B 29/38 C
C 3 O B 25/10 (2006.01) C 3 O B 25/10

請求項の数 6 (全 13 頁)

<p>(21) 出願番号 特願2007-193116 (P2007-193116) (22) 出願日 平成19年7月25日 (2007.7.25) (65) 公開番号 特開2009-29642 (P2009-29642A) (43) 公開日 平成21年2月12日 (2009.2.12) 審査請求日 平成21年12月22日 (2009.12.22)</p>	<p>(73) 特許権者 000003182 株式会社トクヤマ 山口県周南市御影町1番1号 (72) 発明者 木下 亨 山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内 (72) 発明者 永島 徹 山口県周南市御影町1番1号 株式会社トクヤマ内 審査官 伊藤 光貴</p>
--	--

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 III族窒化物製造装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

反応部を有する反応器と、基板を保持するためのサセプタと、該サセプタに保持される基板を加熱するための加熱手段と、III族ハロゲン化物ガスと窒素源ガスとの組み合わせからなる原料ガスを前記反応部内に供給する原料ガス供給手段と、を備え、前記原料ガスを前記基板表面に沿った流れで供給すると共に前記反応部内で該原料ガスを反応させて加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成するIII族窒化物製造装置において、前記反応部は、前記サセプタが収納可能な穴を有する平坦な底面を有し、前記サセプタは、該サセプタに保持される基板面に対して垂直な軸を回転軸として回転可能に、且つ該サセプタの基板を保持する側の面が前記底面と実質的に同一面を形成するようにして前記穴の内部に収納設置されており、更に該サセプタには、加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成する稼動時において、該サセプタの周縁端部の温度を基板の温度よりも150 以上低温とする断熱機構及び/又は冷却機構が配設されていることを特徴とするIII族窒化物製造装置。

【請求項2】

断熱機構及び/又は冷却機構が、

(1) 前記サセプタにおいてその真上に基板を載置する基板載置部と該基板載置部を囲繞する周縁部との間に両者を隔てるように形成された溝、

(2) 前記周縁部を強制冷却する冷却装置、および

(3) 放熱又は断熱により前記周縁部の外周角部の温度を加熱された基板の温度よりも

150 以上低温となるような十分な幅を有する前記周縁部からなる群より選ばれる少なくとも一つであることを特徴とする請求項1に記載のIII族窒化物製造装置。

【請求項3】

前記基板載置部および前記周縁部の基板を載置する側の面が、非酸化セラミックス又は炭素で構成される請求項1又は2に記載のIII族窒化物製造装置。

【請求項4】

前記加熱手段による基板の加熱が、前記サセプタの基板の下層に位置する部分を発熱させる事により行われる請求項1乃至3のいずれかに記載のIII族窒化物製造装置。

【請求項5】

原料ガスとして三塩化アルミニウムとアンモニアとの組合せを使用し、III族窒化物からなる層として窒化アルミニウム単結晶層を形成する請求項1乃至4のいずれかに記載のIII族窒化物製造装置。

【請求項6】

請求項1乃至5の何れかに記載のIII族窒化物製造装置を用いてIII族窒化物を製造する方法であって、前記サセプタを回転させながら1000以上の温度に加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成すると共に、原料ガスと接触する前記周縁部外側端部の温度を基板温度よりも150以上低く制御することを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、III族窒化物膜およびIII族窒化物バルク結晶基板の作製に用いることの出来る、原料としてIII族ハロゲン化合物ガスと窒素源ガスとを用いたIII族窒化物製造装置に関する。

【背景技術】

【0002】

III族窒化物 ($Al_x Ga_y In_{1-x-y} N$, $0 < X < 1$, $0 < Y < 1$, $0 < X+Y < 1$) 半導体は可視領域から紫外領域に相当するエネルギー帯の全領域で直接遷移型のバンド構造を持ち、高効率な発光デバイスの作製が可能である。また、高い絶縁耐圧を有することから、次世代の電子デバイス材料としても注目を集めている。

【0003】

一般的に、III族窒化物半導体デバイスは、精密な膜厚制御が可能な有機金属化学気相堆積法(MOCVD法)、分子線エピタキシー法(MBE法)などによって単結晶基板上にIII族窒化物膜の積層構造を形成することにより製造される。

【0004】

単結晶基板材料としては、III族窒化物と格子整合する基板の入手が困難なため、主にサファイア、Siなどが用いられているが、III族窒化物との格子定数差が大きいため、III族窒化物膜内に多くの貫通転位や積層欠陥が内包されてしまい、高い結晶性を有するIII族窒化物膜を得ることは困難であった。

【0005】

近年、ハライド気相エピタキシー法(HVPE)法により製造された高い結晶性を有する窒化ガリウム(GaN)バルク基板が開発され、青色発光素子や電子デバイス用途の高品位基板として使用されている。

【0006】

しかしながら、高いAl組成を必要とする半導体デバイス、例えば300nm以下の紫外線を発生する発光ダイオードを作製する場合には、GaNバルク基板が、紫外線吸収体となり、高い発光効率を得ることは困難となる。また、Al組成の増加に伴い、GaNバルク基板上のIII族窒化物膜中には引っ張り応力が働くため、III族窒化物膜にクラックが発生するなどの問題も発生する。

【0007】

10

20

30

40

50

このような状況に鑑みて、現在、次世代の単結晶基板として窒化アルミニウム（AlN）バルク基板の開発が活発に行われている。AlNはバンドギャップが6.0 eV程度で、実質的に210 nm以上の光に対して透明であり、またIII族窒化物の中で最も格子定数が小さいため、AlN基板上に積層したIII族窒化物膜に圧縮応力が加わり、クラックの抑制効果も期待される。

【0008】

単結晶AlNバルク基板の製造方法としては、昇華法、安熱法、融液法、HVPE法など様々な手法が検討されているが、上記手法により製造したAlNバルク体を基板として使用するためには、少なくとも100 μm以上の厚みを有していることが好ましいことから、大きな成長速度が期待できるHVPE法は、製造上の観点から優れた手法であると考

10

【0009】

HVPE法を用いてアルミニウム系III族窒化物結晶を成長させる場合には、一例を挙げると図4に示すような水平型HVPE装置400が使用される。図4に示す装置は、円筒状の石英ガラスなどの材質で構成される筒状の反応管410と、該反応管410の外部に配置される加熱手段420と、該反応管410の内部に配置されるサセプタ（基板支持台）430と、を有する。反応管410は通常水平に設置され、その一方の端部に位置する原料ガス供給手段450からキャリアガス及び原料ガスが、反応管410の長さ方向に沿って、サセプタ430の上に載置される基板（たとえばサファイア基板）440の面に対して平行に流れるように供給され、他方の端部からキャリアガス及び未反応の反応ガスを排出されるような構造となっている。なお、通常、基板は水平に置かれるので反応ガスも水平方向に流れることから、このような装置は一般に水平型装置と呼ばれている。

20

【0010】

原料ガス供給手段450は、反応管の一方の端部から所定の領域に二重管451が挿入された同心円状の三重管ノズル構造であり、二重管451の内管452の内側の空間を通路としてキャリアガス（たとえば水素ガス）で希釈されたIII族元素源ガスである“ハロゲン化アルミニウムを含むIII族ハロゲン化物ガス”が供給され、二重管451の外管453と反応管410の間の空間を通路としてキャリアガス（たとえば水素ガス）で希釈された窒素源ガス（たとえばアンモニアガス）が供給され、二重管の内管452と外管453の間の空間を通路として、バリアガス（たとえば窒素ガス）ガスが供給される。バリア

30

【0011】

また、サセプタ430の上には基板（たとえばサファイア基板）440が載置され、加熱手段により基板を加熱し、該基板440上にIII族元素源ガスと窒素源ガスとの反応によりアルミニウム系III族窒化物が成長する。良好な結晶層（成長層）を得るためには、基板は通常1000℃以上に加熱される。基板を加熱する方法（加熱手段）としては、(1)反応管の外部に取り付けられたヒーターにより反応管を直接加熱し、反応器壁を介しての熱伝導や輻射熱により基板を加熱する方法、(2)反応管の内部に取り付けられた円筒型発熱部材（たとえばカーボン）に反応管外部から高周波加熱により円筒型発熱部材を加熱し、その輻射熱により基板を加熱する方法、(3)基板をカーボン製の基板支持台（サセプタ）上に保持し、反応管外部から高周波加熱により基板を直接加熱する方法、(4)反応管外部から光を照射して基板を加熱する方法、(5)サセプタ自体に発熱体を埋め込み、通電してサセプタを加熱し、その熱伝導により基板を加熱する方法、(6)サセプタおよび/または基板をマイクロ波等の電磁波で加熱する方法等がある。

40

【0012】

そして、このような水平型の装置を用いることにより、毎時100 μm以上という速度で窒化アルミニウム単結晶膜を形成することができるといわれている。

【0013】

50

【特許文献1】特開2003-303774号公報

【特許文献2】特開2006-073578号公報

【特許文献3】特開2006-114845号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0014】

しかしながら、上記したような従来の水平型装置では、サセプタは反応管に単に挿入された状態で設置されているため、基板表面と接触しない原料ガスの割合が多く、経済的でないばかりでなく、サセプタの側面と衝突することによってガスの流れに乱れが生じ、安定に膜成長を行うことが困難となる傾向がある。

10

【0015】

このような問題は、図2に示す装置200のように、サセプタを収容できるような穴214の開いた仕切り板212を反応管210内に設置し、この穴214の中にサセプタ230を、仕切り板の上面とサセプタの上面が同一面を形成するようにして収容するように設置して、仕切り板で仕切られた上部の空間にのみ原料ガスを含むガスが流通させるようにすることにより解決することができると考えられる。

【0016】

そこで、本発明者らは図2に示すような装置を作製し、該装置を用いて、良好な単結晶膜の形成が可能な条件下で長時間成長を行うことにより300 μ mを越えるような厚さの1N単結晶膜の形成を実際に試みた。

20

【0017】

その結果、原料ガスの有効利用という点では所期の効果を得ることができたが、成膜時間の経過に伴い実効的なAlN成長速度が低下し、最終的には実効的なAlN成長速度が0と見積もられる状態となってしまおうという問題が発生することが明らかとなった。

【0018】

そこで、本発明は、図2に示すような水平型の装置を用いたときに起こるこのような問題、すなわち経時的に成膜速度が低下するという問題の発生を防止して厚い単結晶窒化アルミニウム膜を安定して効率良く製造することができる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】

30

【0019】

本発明者らは、上記したような問題が発生する原因を検討するため、AlN成長後の炉内の状況を注意深く観察した。その結果、上流側に位置する仕切り板の孔の周縁部の角部近傍260に多量の堆積物が形成されていることを確認した。

【0020】

本発明者等はこのような観察結果から、前記問題の発生機構を次のように推定した。すなわち、図2に示すような装置では、サセプタは狭い空間に収納されガスの流通による空冷効果もないために熱がこもりやすく、AlN成長過程においてはサセプタの周縁部やそれと近接する仕切り板の孔の周縁部も基板温度に近い高温となってしまおうと考えられる。基板表面のような平坦部と比べて角部や凸部などは結晶核が形成され易いため、基板よりも上流側におけるサセプタの周縁部やそれと近接する仕切り板の孔の周縁部では結晶核が形成されやすい状態にあるといえる。そして、何らかのきっかけで結晶核が形成してしまうと、該部分の温度は結晶形成に十分な温度となっているので結晶形成が一気に進んでしまい、最終的に肥大化した多結晶体もしくはアモルファス状の堆積物となる。さらに、該堆積箇所は非駆動箇所であるため、一旦形成された堆積物はAlN成長終了時まで基板上流場側で肥大化し続け、該堆積物によって基板上への原料の供給が遮蔽されることにより、基板表面における成膜速度が低下すると推定した。

40

【0021】

そして、本発明者等は、このような推定に基づき、基板上流部において結晶核形制を抑制し、急激な堆積物の生成を防止する方法について様々検討を行った。その結果、成膜時

50

にサセプタを回転させると共に、サセプタに断熱機構及び/又は冷却機構が配設してサセプタの周縁端部の温度を基板の温度よりも150 以上低温とした場合には、成膜速度を長時間安定保つことができることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0022】

すなわち、第一の本発明は、反応部111を有する反応器110と、基板を保持するためのサセプタ130と、該サセプタに保持される基板を加熱するための加熱手段120と、III族ハロゲン化合物ガスと窒素源ガスとの組み合わせからなる原料ガスを前記反応部内に供給する原料ガス供給手段150と、を備え、前記原料ガスを前記基板表面沿った流れで供給すると共に前記反応部内で該原料ガスを反応させて加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成するIII族窒化物製造装置において、前記反応部は、前記サセプタが収納可能な穴114を有する平坦な底面113を有し、前記サセプタ130は、該サセプタに保持される基板140の面に対して垂直な軸を回転軸131として回転可能に、且つ該サセプタの基板を保持する側の面(基板側面)132が前記底面と実質的に同一面を形成するようにして前記穴の内部に収納設置されており、更に該サセプタには、加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成する稼動時において、該サセプタの周縁端部133の温度を基板の温度よりも150 以上低温とする断熱機構及び/又は冷却機構が配設されていることを特徴とするIII族窒化物製造装置100である。

10

【0023】

また、第二の本発明は、上記本発明のIII族窒化物製造装置を用いてIII族窒化物を製造する方法であって、前記サセプタを回転させながら1000 以上の温度に加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成すると共に、原料ガスと接触する前記周縁部外側端部の温度を基板温度よりも150 以上低く制御することを特徴とする方法である。

20

【発明の効果】

【0024】

本発明の装置は、サセプタを反応部底面に設けられた穴の中に収納し、反応ガスの流通の障害とならないように設置しているので、反応部(反応ガスの流路ともなる)を狭くすることができ、反応ガスの利用率を高くすることができる。また、反応ガスがサセプタの側面と衝突して気流が乱れることがないので、安定して反応を行うことができ、その条件制御も容易に行うことができる。さらに、サセプタを回転させることによりサセプタ周縁部の状態の均一化を図り、局所的な堆積物の肥大化が起こりにくい状態とするとともにサセプタに断熱機構及び/又は冷却機構が配設することによりサセプタの周縁部やそれと近接する仕切り板の孔の周縁部の温度上昇を抑制し、結晶成長自体が起こりにくい状態としているので、長時間成膜を行っても成膜速度が急激に低下することなく安定して成膜を続けることが可能となっている。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0025】

本発明のIII族窒化物製造装置は、従来の水平型HVPE装置と同様に、反応部を有する反応器と、基板を保持するためのサセプタと、該サセプタに保持される基板を加熱するための加熱手段と、III族ハロゲン化合物ガスと窒素源ガスとの組み合わせからなる原料ガスを前記反応部内に供給する原料ガス供給手段と、を備えている。そして、前記原料ガスを前記基板表面に沿った流れで供給すると共に前記反応部内で該原料ガスを反応させて加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成する。

40

【0026】

本発明の装置は、後述する特徴点を除いて、従来の水平型HVPE装置と特に変わる点はなく、従来の水平型HVPE装置で採用されている基板加熱手段および原料ガス供給手段が何ら制限なく採用できる。たとえば、原料ガス供給手段としては図4に示される装置と同様の手段、すなわち同心円状の三重管構造となっているガス導入管からキャリアガスで適宜希釈された原料ガスおよびバリアガスを供給する手段が採用できる。該手段に於いては、三重管の中心部の流路からキャリアガスで希釈されたIII族ハロゲン化合物ガスが供

50

給され、最も外側の流路から空間を流路としてキャリアガスで希釈された窒素源ガスが供給され、両者の中間の流路からバリアガスが供給される。

【 0 0 2 7 】

III族ハロゲン化物ガスとしては、三塩化アルミニウム等のハロゲン化アルミニウム、一塩化ガリウム等のハロゲン化ガリウム、三塩化インジウム等のハロゲン化インジウム、又はこれらの混合物が使用できる。これらIII族ハロゲン化物ガスは、アルミニウム、ガリウム、インジウムなどのIII族金属とハロゲン化水素を反応させることにより得ることができる。また、III族ハロゲン化物ガスは、ハロゲン化アルミニウム、ハロゲン化ガリウム、ハロゲン化インジウム等のIII族ハロゲン化物そのものを加熱、気化させることにより得ることもできる。この場合、III族ハロゲン化物には無水結晶であり、かつ不純物の少ないものを使用するのが好ましい。原料ガスに不純物が混入すると形成される結晶に欠陥が発生するばかりでなく、物理的・化学的特性の変化をもたらすため、ガスの原料となる物質は高純度品を用いる必要がある。III族窒化物として窒化アルミニウムを製造する場合には、三塩化アルミニウムが好適に使用される。なお、III族ハロゲン化物ガスは、ガス温度が100以下になった場合に配管や反応装置内に析出する恐れがあるため、100以上、より好ましくは150以上に加熱して、ガス温度を管理することが望ましい。

10

【 0 0 2 8 】

窒素源ガスとしては、窒素を含有する反応性ガスが採用されるが、コストと取扱易さの点で、アンモニアガスが好ましい。

20

【 0 0 2 9 】

キャリアガス及びバリアガスとしては水素、窒素、ヘリウム、またはアルゴンの単体ガス、もしくはそれらの混合ガスが使用可能であり、あらかじめ精製器を用いて酸素、水蒸気、一酸化炭素或いは二酸化炭素等の不純ガス成分を除去しておくことが好ましい。

【 0 0 3 0 】

また、基板加熱手段としては、図4で示す装置において適用可能とされている加熱手段(背景技術に於いて(1)~(6)として示されている方法)を採用することができる。

【 0 0 3 1 】

本発明のIII族窒化物製造装置は、従来の水平型HVPE装置と比較して、下記1~3に示す特徴点を有する。

30

1. 前記反応部の底面を平坦にし、該底面に穴を設けて、該穴の中に前記サセプタを、該サセプタの基板を保持する側の面が前記底面と実質的に同一面を形成するようにして収納設置した点。

2. サセプタを該サセプタに保持される基板面に対して垂直な軸を回転軸として回転可能に設置した点。

3. 加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成する稼動時において、該サセプタの周縁端部の温度を基板の温度よりも150以上低温とする断熱機構及び/又は冷却機構をサセプタに配設した点。

【 0 0 3 2 】

以下、図面を参照してこれら特徴点について詳しく説明する。

40

【 0 0 3 3 】

図1は、代表的な本発明のIII族窒化物製造装置100の模式図(部分断面の模式図)である。該装置100は、水平型の装置であり、筒状の反応器110の内部に仕切り板112を設置し、該仕切り板で区切られた上部の空間が反応部111となっている。上記仕切り板112には、穴114が設けられており、該穴114の内部にサセプタ130が収納設置されている。サセプタ130はその基板側面132を上向きに、該基板側面132と仕切り板112の上面とが実質的に同一面を形成するようにして収納されている。したがって、反応部の底面113は仕切り板112の上面とサセプタ130の基板側面132で構成されることになる。なお、上記基板側面132と仕切り板上面が実質的に同一面を形成するとは、原料ガス流通の障害となるような凹凸は極力排除されている状態を指し、

50

具体的には両者の高低差が5 mm以下、好ましくは2 mm以下であることを意味する。

【0034】

反応部は、反応器内壁と仕切り板上面で囲われた空間であり、原料ガス供給手段150から供給される原料ガスやキャリアガスなどのガスがこの空間を流れることからフローチャンネルと呼ばれることもある。該反応部壁面を構成する材料(すなわち、反応器および仕切り板を構成する材料)としては、サセプタからの熱輻射に対する耐熱性および、原料ガスに対するガス耐性を有している材料の中から任意に選択することが出来るが、加工の容易さなどから、石英、SUS、AlN焼結体、AlNおよびBN混合焼結体などを用いることが好ましい。石英もしくはSUSを使用する場合は、それぞれの材料の耐熱性能を考慮して、石英においては1100 以上、SUSについては800 以上に加熱されないように注意を払う必要がある。

10

【0035】

また、反応部壁面を冷媒流通管と接触させ、該流通管内に冷媒を循環させて上記の温度以上への過昇温を防止するように反応部内の温度を管理することも、製造プロセスを安定して行う上で非常に有用な手法である。

【0036】

サセプタ130は、真上に基板140を載置する基板載置部134と該基板載置部を囲繞する周縁部135を有しており、該基板載置部134の内部には基板を加熱する加熱手段120となる炭素製発熱体137が埋設されている。該炭素製発熱体には図示しない電量供給装置から電力を気供給し、通電することによりヒーターとして機能する。

20

【0037】

また、サセプタの基板載置部134の表面には、基板がずれないように基板が嵌合するような凹部が形成されていることが好ましい。基板はこの嵌合凹部に載置せられるが、載置された基板表面の高さはサセプタ上面の高さよりも0.01~0.5 mm、特に0.05~0.3 mm高くなっていることが好ましい。基板表面の高さをサセプタ上面の高さよりも僅かに高くすることにより基板上流部に堆積物が僅かに形成されたとしても、それによる反応ガス流通障害の影響を小さくすることができる。

【0038】

また、該サセプタ130は、これに保持される基板面に対して垂直な軸を回転軸131として回転可能に設置されている。サセプタを回転させながら結晶成長を行うことにより、サセプタ周縁部の状態の均一化を図ると共に核形成箇所を円周方向に分散させることにより局所的な核形成が起こりにくい状態とすることができる。基板の回転は、図示しないモーターを用いて行われる。

30

【0039】

さらに、本発明のIII族窒化物製造装置においては、加熱された前記基板表面にIII族窒化物からなる層を形成する稼動時(成膜時)において、該サセプタの周縁端部133の温度を基板の温度よりも150 以上低温とする断熱機構及び/又は冷却機構が、サセプタに配設される。このような断熱機構及び/又は冷却機構としては、(1)前記サセプタにおいてその真上に基板を載置する基板載置部と該基板載置部を囲繞する周縁部との間に両者を隔てるように形成された溝、(2)前記周縁部を強制冷却する冷却装置、および(3)放熱又は断熱により前記周縁部の外周角部の温度を加熱された基板の温度よりも150 以上低温となるような十分な幅を有する前記周縁部を挙げることができ、これらは併用可能である。

40

【0040】

図4に示す装置では上記(1)および(3)を採用している。すなわち、(1)として基板載置部134と周縁部135の間には、両者を隔てる環状の溝136が形成されている。溝を設けて伝熱面積を小さくすることにより断熱し、基板載置部から周縁部への熱伝導による周縁部の加熱が抑制される。また、周縁部135は上記(3)として機能するような十分な幅を有している。基板載置部から伝わった熱は、反応部を流通するガス(キャリアガス、原料ガスおよびバリアガスの混合ガス)との熱交換により冷却されるため、上

50

記(1)による効果、更には基板を回転させる効果と相俟って、所期の効果を達成することができる。周縁部の幅は、サセプタの材質、基板を加熱するためにサセプタに供給される熱量、周縁部の形状、伝熱面積、流通ガスの組成、流量、温度、サセプタの回転速度などを勘案して、成膜時におけるサセプタの周縁端部の温度が基板の温度よりも150以上低温となるように決定される。成膜時(稼動時)におけるサセプタの周縁端部の温度は、基板温度よりも150以上低温、好ましくは250以上低温であればよいが、原料ガス中のIII族ハロゲン化物の析出を防止する観点からその下限は300、より好ましくは400以上とすることが好ましい。すなわち、成膜時(稼動時)におけるサセプタの周縁端部の温度は、300~(基板温度-150)であることが好ましく、400~(基板温度-250)であることがより好ましい。

10

【0041】

なお、上記(2)の周縁部を強制冷却する冷却装置としては、周縁部の裏面に温度制御された冷媒を接触させる装置、或いは裏面に低温の不活性ガスを吹き付ける装置などが採用でき、このような装置を用いれば周縁部の幅を狭くすることも可能である。

【0042】

サセプタを構成する材料としては、耐熱性およびアンモニア耐性を有した材料が好適に使用される。このような材料を例示すれば、AlN焼結体、パイロリティック窒化ボロン(PBN)、AlNおよびBN混合焼結体、炭化タンタル(TaC)、炭化珪素(SiC)、炭素、石英、サファイアなどが使用できるが、加熱時に構造体中の酸素成分が脱離してAlN中へ取り込まれることを防ぐために、AlN焼結体、PBN、AlNおよびBN混合焼結体、TaC、およびSiCなどの窒化物セラミックスまたは炭素を使用するのが好ましい。このとき、TaCおよびSiCについては、バルク体として使用してもよいし、コーティング材として使用してもよい。コーティング材として使用する場合には、例えば炭素基材のような異種材料からなる基材の表面に化学気相堆積法(CVD法)等によってコーティングを施し、TaC膜又はSiC膜を形成すればよい。また、炭素についてもバルク体、コーティング材の両方として使用可能である。

20

【0043】

しかしながら、基板載置部の材質は加熱手段としてどのような手段を採用するかによって制約を受ける。例えば、高周波加熱方式でサセプタ内に直接誘導電流を発生させて加熱する場合には、導電性を有するTaC、SiC、炭素の中から選定する必要がある。また、抵抗加熱により加熱する場合や、別の加熱源からの熱輻射によりサセプタを過熱する場合においては、導電性の有無は、加熱方式と関係なくなるため、上記の全ての材料の中から選定することが出来る。一方、周縁部の材質としては、断熱効果の観点から、熱伝導率の比較的低いPBN、AlNおよびBN混合焼結体を使用することが好ましい。なお、サセプタは必ずしも単一の材質で構成される必要はなく、例えば基板載置部と周縁部を別の材料で構成してもよく、更に周縁部を2層構造とし、それぞれを別の材料で構成してもよい。

30

【0044】

本発明のIII族窒化物製造装置を用いた場合には、基板を1000以上の温度に加熱してIII族窒化物の成膜を行っても、サセプタを回転させ、更に原料ガスと接触する前記周縁部外側端部の温度を基板温度よりも150以上低く制御することができるので、サセプタの周縁部やそれと近接する仕切り板の孔の周縁部での結晶成長が抑制され、長時間製膜を行っても成膜速度急激に低下することなく安定して成膜を続けることができる。

40

【0045】

本発明のIII族窒化物製造装置を用いてIII族窒化物の製造を行う場合には、先ずサセプタに保持してからサセプタを回転させ、水素雰囲気中で基板を1000程度に加熱して表面のクリーニングを行い、その後原料ガスの流通を開始して加熱された基板上にIII族窒化物からなる層を形成すればよい。このとき、サセプタの回転速度は10~4000rpm、特に50~500rpmとするのが好ましい。また、III族窒化物からなる層の形成時(成膜時)における基板温度は、1000~1700、特に1250~1500と

50

することが好ましい。成長時間は所望の膜厚が得られるように成長速度を基に適時決定すればよく、所定の時間が経過した後、原料ガスの供給を停止し、サセプタを室温まで冷却し基板を反応炉から取り出せばよい。

【0046】

以下、実施例により本発明の内容を具体的に説明するが、本発明は該実施例に限定されるものではない。

【0047】

実施例 1

図1に示すような構造を有する装置を用いて、AlN単結晶の製造を行った。使用したサセプタは、基板載置部と周縁部とを有しており、その間には溝が設けられている。また、基板載置部と周縁部とは共にPBN製であり、基板載置部には炭素発熱体が埋設され、これに通電することにより基板を加熱することができるようになっている。

【0048】

AlN単結晶の製造の製造は、次のような手順で行った。すなわち、まずサファイアC面基板をサセプタ上に保持し、サセプタを100rpmで回転させた。次いで水素を10slmの流量で流しながら、サファイア基板を1200℃まで加熱して、10分間保持することで表面のクリーニングを行った。その後、サセプタの回転状態および基板温度を保ったままで原料ガスの流通を開始した。このとき、原料ガス及びバリアガスの流量は、三塩化アルミニウム5sccm、アンモニア20sccm、窒素(バリアガス)1500sccmとし、キャリアガス(水素)の流量を調節して全流量が10slmとなるようにした。また、反応部内の圧力は500Torrとなるようにした。

【0049】

なお、III族原料ガスとして用いた該三塩化アルミニウムは、反応炉の上流側において、500℃に加熱保持した金属アルミニウムと塩化水素ガスを反応させることにより発生させて供給した。また、配管内への三塩化アルミニウムの析出を防止するため、金属アルミニウムと塩化水素を反応させる反応炉から反応部までの配管は200℃に加熱した。

【0050】

所定時間成膜を行った後、三塩化アルミニウムの供給のみを停止し、成膜を終了した。なお、成膜は、成膜時間を60分、120分、360分、および600分と変えて4回行った。成膜時におけるサセプタ周縁部外周領域の温度を赤外放射温度計により測定したところ、その温度は、何れの場合も約980℃であった。

【0051】

三塩化アルミニウムの供給停止後、サセプタ温度が700℃以下になったことを確認してからアンモニアの供給を停止し、反応部内に供給するガスを窒素ガスに切り替え炉内を窒素置換した後、室温まで冷却してから基板を取り出した。取り出した基板の中心部を5mm角に壁開した後、スパッタリングコーターによりPtを10nmコーティングした。その後、走査型電子顕微鏡(SEM)によりサンプルの断面を観察することにより、膜厚評価を行った。膜厚は成長時間60分、120分、360分、600分、でそれぞれ、42μm、78μm、235μm、397μmであった。図3に成長時間に対し、得られたAlN単結晶膜の膜厚をプロットしたものを示す。

【0052】

比較例 1

図2に示す構造を有する装置、すなわち、サセプタとして周縁部及び溝を有しておらず、回転不能に固定設置されている他は実施例1で用いたサセプタと同様のサセプタを用いた以外は、実施例1と同様の操作を行った。膜厚は成長時間60分、120分、360分、600分でそれぞれ、40μm、77μm、190μm、230μmであった。図3に成長時間に対し、得られたAlN単結晶膜の膜厚をプロットしたものを示す。なお、成膜時におけるサセプタ周縁端部の温度は実施例1に比べ200℃近く高い約1160℃であり、360分以上成膜を行った後にはサセプタ上流部の仕切り板の孔の周縁部の角部近傍に結晶性の堆積物が付着していた。

【 0 0 5 3 】

比較例 2

実施例 1 においてサセプタを回転させない他は同様にして 6 0 0 分間成膜を行った。得られた膜の膜厚は 3 1 0 μm であり、製膜後に装置内を観察したところサセプタ上流部の仕切り板の孔の周縁部の角部近傍に結晶性の堆積物が付着していた。

【 図面の簡単な説明 】

【 0 0 5 4 】

【 図 1 】 本図は、代表的な本発明の III 族窒化物製造装置の模式図（部分断面の模式図）である。

【 図 2 】 本図は、比較例 1 で用いた III 族窒化物製造装置の模式図（部分断面の模式図）である。

【 図 3 】 本図は、実施例 1 及び比較例 1 において、得られた A 1 N 単結晶膜の膜厚と製膜時間との関係を示したグラフである。

【 図 4 】 本図は、従来の水平型 H V P E 装置の模式図（部分断面の模式図）である。

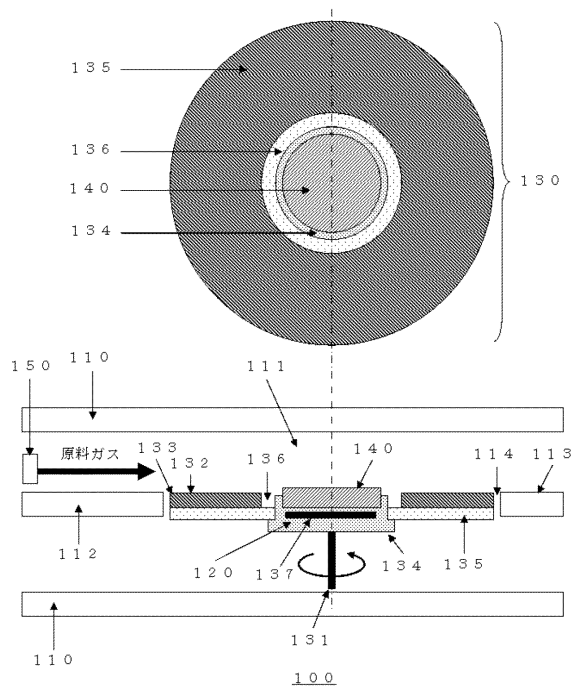
【 符号の説明 】

【 0 0 5 5 】

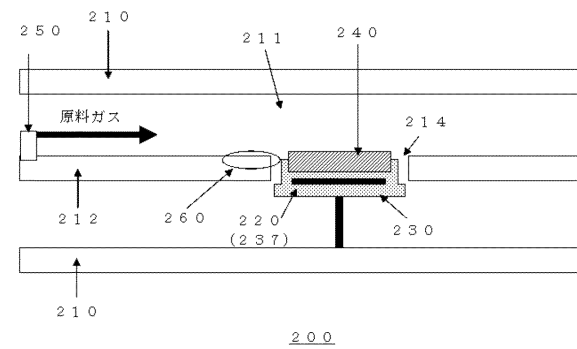
1 0 0 . . .	III 族窒化物製造装置	
1 1 0 . . .	反応器	
1 1 1 . . .	反応部	
1 1 2 . . .	仕切り板	20
1 1 3 . . .	底面	
1 1 4 . . .	穴	
1 2 0 . . .	加熱手段	
1 3 0 . . .	サセプタ	
1 3 1 . . .	回転軸	
1 3 2 . . .	基板側面	
1 3 3 . . .	周縁端部	
1 3 4 . . .	基板載置部	
1 3 5 . . .	周縁部	
1 3 6 . . .	溝	30
1 3 7 . . .	炭素製発熱体	
1 4 0 . . .	基板	
1 5 0 . . .	原料ガス供給手段	
2 0 0 . . .	III 族窒化物製造装置	
2 1 0 . . .	反応器	
2 1 1 . . .	反応部	
2 1 2 . . .	仕切り板	
2 1 3 . . .	底面	
2 1 4 . . .	穴	
2 2 0 . . .	加熱手段	40
2 3 0 . . .	サセプタ	
2 3 7 . . .	炭素製発熱体	
2 4 0 . . .	基板	
2 5 0 . . .	原料ガス供給手段	
2 6 0 . . .	仕切り板の孔の周縁部の角部近傍	
4 0 0 . . .	水平型 H V P E 装置	
4 1 0 . . .	反応管	
4 2 0 . . .	加熱手段	
4 3 0 . . .	サセプタ	
4 4 0 . . .	基板	50

- 4 5 0 . . . 原料ガス供給手段
- 4 5 1 . . . 二重管
- 4 5 2 . . . 二重間の内管
- 4 5 3 . . . 二重間の外管

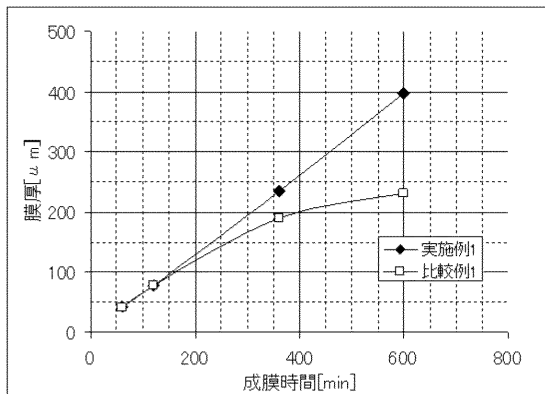
【図1】



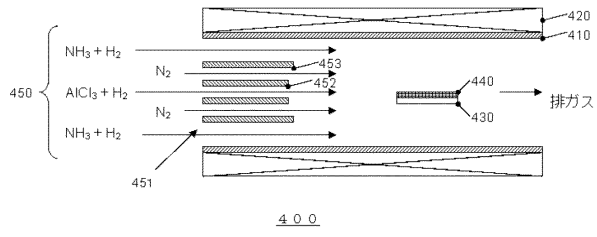
【図2】



【図3】



【 図 4 】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2007-081315(JP,A)
特開平10-167883(JP,A)
特開2005-093505(JP,A)
特開平10-167897(JP,A)
特開2011-001634(JP,A)
特開平09-219369(JP,A)
特開2006-073578(JP,A)
特開2003-303774(JP,A)
特開2006-114845(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00-35/00