

(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2019-19040

(P2019-19040A)

(43) 公開日 平成31年2月7日(2019.2.7)

(51) Int.Cl. F I テーマコード (参考)
C 3 O B 19/04 (2006.01) C 3 O B 19/04 4 G O 7 7
C 3 O B 29/38 (2006.01) C 3 O B 29/38 D

審査請求 有 請求項の数 7 O L (全 18 頁)

(21) 出願番号	特願2017-141532 (P2017-141532)	(71) 出願人	503035844
(22) 出願日	平成29年7月21日 (2017.7.21)		株式会社フェニックス・テクノ
			大阪府富田林市中野町東1丁目7番16号
		(71) 出願人	301023238
			国立研究開発法人物質・材料研究機構
			茨城県つくば市千現一丁目2番地1
		(74) 代理人	100104569
			弁理士 大西 正夫
		(72) 発明者	有馬 和重
			大阪府富田林市中野町東1丁目7番16号
			株式会社フェニックス・テクノ内
		(72) 発明者	川野 祐司
			大阪府富田林市中野町東1丁目7番16号
			株式会社フェニックス・テクノ内

最終頁に続く

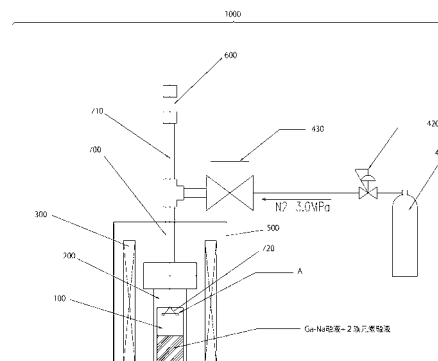
(54) 【発明の名称】 GaN単結晶成長方法及びGaN単結晶成長装置

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 インクルージョンが形成させずに、GaN単結晶の成長速度を向上させるGaN単結晶成長方法の提供。

【解決手段】 GaN基板AをGaが溶解されたGa-Na融液に出し入れすることでGaN基板Aの表面にGa-Na融液を付着させる工程と、窒素雰囲気下で加熱することでGaN基板Aの表面にGaN単結晶を成長させる工程とを具備しており、前記Ga-Na融液には、2族元素が混合されているGaN単結晶成長方法。Ga-Na融液を貯留するイットリウム製のつぼ100と、るつぼ100を格納する圧力容器200と、るつぼ100を加熱するヒーター300と、圧力容器200に窒素ガスを供給するガス供給部と、るつぼ100に貯留されたGa-Na融液にGaN基板Aを出し入れする基板浸漬部である昇降装置600とを備えており、Ga-Na融液には、Ca又はSrである2族元素が混合されているGaN単結晶成長装置。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

GaN 基板上に GaN 単結晶を成長させる GaN 単結晶成長方法において、GaN 基板を Ga が溶解された Ga-Na 融液に出し入れすることで GaN 基板の表面に Ga-Na 融液を付着させる工程と、窒素雰囲気下で加熱することで GaN 基板の表面に GaN 単結晶を成長させる工程とを具備しており、前記 Ga-Na 溶液には 2 族元素が混合されていることを特徴とする GaN 単結晶成長方法。

【請求項 2】

前記 2 族元素は Ca であることを特徴とする請求項 1 記載の GaN 単結晶成長方法。

【請求項 3】

前記 2 族元素は Sr であることを特徴とする請求項 1 記載の GaN 単結晶成長方法。

【請求項 4】

前記 Ga-Na 融液は、2 族元素が 0.05～5.0 mol % の比率で混合されていることを特徴とする請求項 1 記載の GaN 単結晶成長方法。

【請求項 5】

前記 Ga-Na 融液は、2 族元素が 0.05～2.0 mol % の比率で混合されていることを特徴とする請求項 1 記載の GaN 単結晶成長方法。

【請求項 6】

Ga-Na 融液を貯留するるつぼと、このるつぼを格納する圧力容器と、前記るつぼを加熱するヒーターと、前記圧力容器に窒素ガスを供給するガス供給部と、前記るつぼに貯留された Ga-Na 融液に GaN 基板を出し入れする基板浸漬部とを具備しており、前記 Ga-Na 融液には、2 族元素が混合されていることを特徴とする GaN 単結晶成長装置。

【請求項 7】

前記るつぼは、イットリア製であることを特徴とする請求項 6 記載の GaN 単結晶成長装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、GaN 基板上に GaN 単結晶を成長させる GaN 単結晶成長方法と、この GaN 単結晶成長方法を実施する GaN 単結晶成長装置とに関する。

【背景技術】

【0002】

III 族元素窒化物の半導体は、例えば、ヘテロ接合高速電子デバイスや光電子デバイス（半導体レーザー、発光ダイオード、センサ等）の分野に使用されており、特に、窒化ガリウム（GaN）が注目されている。従来では、GaN の単結晶を得るために、Ga と窒素ガスとを直接反応させることが行われていた（J.Phys.Chem.Solids, 1995、56、639 参照）。しかし、この場合、1300℃～1600℃、8000 atm～17000 atm という超高温超高压を必要とする。

この問題を解決するために、ナトリウム（Na）フラックス中で GaN 単結晶を成長させる技術が開発された（例えば、米国特許公報 5868837 号参照）。

かかる方法によれば、加熱温度は 600℃～800℃、圧力も 50 atm 程度まで下げることができる。

この方法では、高温高压下の Ga-Na 融液に GaN 基板を浸漬し、Ga-Na 融液中で GaN 単結晶を成長させるものである。

【0003】

【特許文献 1】米国特許公報 5868837 号

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

10

20

30

40

50

しかしながら、この方法ではGaN単結晶の表面に激しい凹凸が形成され、その結果、GaN単結晶中にインクルージョンと称されるGa-Na融液の塊が形成されてしまうという問題があった。インクルージョンが形成されると、デバイス製作中にインクルージョンが膨張し基板の破損を引き起こす他、デバイス中にインクルージョンの成分が取り込まれてしまい、デバイス性能の著しい低下を引き起こすという問題が生じるのである。

また、Ga-Na融液にGaN基板を浸漬すると、Ga-Na融液の表面からGaN基板までの距離が大きく、Ga-Na融液内に窒素が溶解するまでに時間がかかることになる。このため、GaN単結晶の成長速度が遅くなるという問題が生じる。

さらに、GaN基板以外の多くの場所でGaN多結晶が発生してしまうという問題もある。

10

【0005】

本発明は、上記事情に鑑みて創案されたもので、インクルージョンが形成されることなく、かつGaN単結晶の成長速度を向上させることができるGaN単結晶成長方法、Ga-Na融液及びGaN単結晶成長装置を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明に係るGaN単結晶成長方法は、GaN基板上にGaN単結晶を成長させるGaN単結晶成長方法において、GaN基板をGaが溶解されたGa-Na融液に出し入れることでGaN基板の表面にGa-Na融液を付着させる工程と、窒素雰囲気下で加熱することでGaN基板の表面にGaN単結晶を成長させる工程とを備えており、前記Ga-Na溶液には2族元素が混合されている。

20

【0007】

また、前記2族元素はCa又はSrが適している。

【0008】

前記Ga-Na融液は、2族元素が0.05～5.0mol%、好ましくは0.02～1.0mol%の比率で混合されている。

【0009】

本発明に係るGaN単結晶成長装置は、Ga-Na融液を貯留するるつぼと、このるつぼを格納する圧力容器と、前記るつぼを加熱するヒーターと、前記圧力容器に窒素ガスを供給するガス供給部と、前記るつぼに貯留されたGa-Na融液にGaN基板を出し入れる基板浸漬部とを備えており、前記Ga-Na融液には、2族元素が混合されている。

30

【0010】

特に、前記るつぼは、イットリア製であるとよい。

【発明の効果】

【0011】

本発明に係るGaN単結晶成長方法は、GaN基板上にGaN単結晶を成長させるGaN単結晶成長方法において、GaN基板をGaが溶解されたGa-Na融液に出し入れることでGaN基板の表面にGa-Na融液を付着させる工程と、窒素雰囲気下で加熱することでGaN基板の表面にGaN単結晶を成長させる工程とを備えており、前記Ga-Na溶液には2族元素が混合されている。しかも、前記2族元素はCa又はSrが適している。また、前記Ga-Na融液は、2族元素が0.05～5.0mol%の比率で混合されている。

40

このため、GaN基板の表面にはGa-Na融液が残り、窒素ガス雰囲気下でGaN単結晶が形成されることになるので、従来の液相中よりもインクルージョンが形成されることなく、かつ成長速度を向上させることができる。

【0012】

本発明に係るGaN単結晶成長装置は、Ga-Na融液を貯留するるつぼと、このるつぼを格納する圧力容器と、前記るつぼを加熱するヒーターと、前記圧力容器に窒素ガスを供給するガス供給部と、前記るつぼに貯留されたGa-Na融液にGaN基板を出し入れる基板浸漬部とを備えており、前記Ga-Na融液には、2族元素が混合されているの

50

で、窒素ガス雰囲気下でGaN単結晶を形成することができるので、従来の液相中よりもインクルージョンが形成されることなく、かつ成長速度を向上させることができる。

【0013】

前記するつばは、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れ、かつ化学的に安定しているイットリア製であるので、Ga-Na融液にるつば由来の不純物が混入することはなく、安定的にGaN単結晶を形成することができる。

【図面の簡単な説明】

【0014】

【図1】本発明の実施の形態に係るGaN単結晶成長装置の概略的説明図である。

【図2】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるLiを0.1mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN単結晶を成長させようとしたGaN基板の表面の電子顕微鏡写真である。

【図3】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるLiを0.5mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN単結晶を成長させようとしたGaN基板の表面の電子顕微鏡写真である。

【図4】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるCaを0.05mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN単結晶を成長させようとしたGaN基板の表面の電子顕微鏡写真である。

【図5】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるCaを0.2mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図6】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるSrを0.1mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図7】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるSrを0.5mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図8】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるSrを1.0mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図9】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるBaを0.1mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図10】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるBaを0.5mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図11】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるMgを0.1mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図12】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるMgを0.5mol%混合してなるGa-Na融液を使用してGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【図13】Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるSrを1.0mol%混合してなるGa-Na融液を使用して、5回にわたって繰り返してGa-Na融液に浸漬したGaN基板の表面に形成されたGaN単結晶の電子顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0015】

本発明の実施の形態に係るGaN単結晶成長装置1000は、Ga-Na融液を貯留するつば100と、このつば100を格納する圧力容器200と、前記するつば100を加熱するヒーター300と、前記圧力容器200に窒素ガスを供給するガス供給部400

10

20

30

40

50

と、前記るつば100に貯留されたGa-Na融液にGaN基板Aを出し入れする基板浸漬部である昇降装置600とを備えており、前記Ga-Na融液には、2族元素が混合されている。

【0016】

前記るつば100、压力容器200及びヒーター300は、耐熱耐圧容器500に格納されている。この耐熱耐圧容器500の上方には、GaN基板AをGa-Na融液に出し入れするための昇降装置600が設けられている。

昇降装置600と压力容器200との間には、耐熱耐圧容器500を貫通した耐圧チューブ700が設けられており、この耐圧チューブ700の内側には昇降装置600によって上下動させられるステンレス製の上下動シャフト710が格納されている。なお、上下動シャフト710の下端には、GaN基板Aを保持する基板保持部720が設けられている。

10

【0017】

一方、ヒーター300は、压力容器200を取り囲むように耐熱耐圧容器500内に配置されている。

【0018】

前記昇降装置600は、上下動シャフト710を上下動させるものである。

上下動シャフト710を上下動させることでその先端の基板保持部720に保持されたGaN基板が压力容器200の内部で上下動するようになっている。

【0019】

また、前記耐圧チューブ700には、前記ガス供給部400が接続されている。このガス供給部400は、窒素ガスポンプ410と、減圧弁420及び手動弁430とを有しており、窒素ガスを耐圧チューブ700、ひいては压力容器200内に供給するようになっている。

20

【0020】

なお、前記るつば100には、腐食性ガスやプラズマに対する耐食性に優れ、かつ化学的に安定しているイットリウム(Y_2O_3)製のものを使用する。このるつば100は、実験前に10分間のアセトン超音波洗浄を施した後、300℃で24時間加熱しておく。

【0021】

このように構成されたGaN単結晶成長装置1000を用いてGaN基板AにGaN単結晶を成長させる手順について説明する。

30

まず、るつば100にGa-Na融液になるGa及びNaと2族元素とをセットするとともに、GaN基板Aを基板保持部720に保持させる。この作業は、昇温中に各原料元素が溶解してフラックス化する際の影響を避けるために、GaN単結晶成長装置1000全体をアルゴンガスが充填されたグローブボックス内に格納した状態で行う。

【0022】

前記作業が完了した時点でGaN単結晶成長装置1000全体をグローブボックスから取り出し、压力容器200、耐熱耐圧容器500、耐圧チューブ700を真空引きした後、ガス供給部400から窒素ガスを供給して压力容器200、耐熱耐圧容器500、耐圧チューブ700内を窒素ガスで充填し、压力容器200内の圧力を3.0MPaとする。

40

【0023】

その後、ヒーター300を作動させて压力容器200内の温度を830℃にまで昇温させる。压力容器200内部が830℃にまで昇温したならば、るつば100内のGa-Na融液が均一になるために、15分程度830℃を維持する。

15分が経過したならば、昇降装置600を作動させて、GaN基板AをGa-Na融液に浸漬させ、すぐに引き上げる。Ga-Na融液から引き上げられたGaN基板Aを一定時間(育成時間)静止させた後、ヒーター300の動作を停止し、十分に冷却された後に压力容器200等から窒素ガスを排気してGaN基板Aを取り出す。

なお、今回の実験においてGaN基板Aとしては、POWDEC社製の直径4インチのGaNウエハを一辺10mmの長方形に切り出したものを使用した。

50

【0024】

GaN基板AをGa-Na融液に浸漬して引き上げると、GaN基板Aの表面にGa-Na融液が付着して膜を形成する。この膜は薄いため、窒素ガス雰囲気下でGa-Na融液内に窒素が溶解するまでの時間が短くなる。このため、GaN基板Aの表面でのGaN単結晶の成長速度が速くなることになる。

なお、GaN基板Aは、Ga-Na融液に対して水平を保ったままで浸漬され、水平を保ったままの状態を引き上げられるようになっている。GaN基板Aが斜めになっていると、表面からGa-Na融液が滑り落ち、表面に膜を形成しないことがあるためである。

なお、このようにGaN基板AをGa-Na融液に浸漬し、さらに引き上げて気相中でGaN単結晶を成長させる方法をディッピング法と称する。

10

【0025】

次に、各種条件で実験した結果を示す。

実験1)

Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるLiを0.1mol%混合してなるGa-Na融液を使用した。なお、育成時間を1時間とした。

【0026】

【表1】

混 合 比	Ga	3.17g
	Na	2.44g
	Li	0.001g
育成圧力		3.0MPa
育成温度		830℃
Ga:Na		30:70
Ga-Na内混合比		Na99.9%、Li0.1%

20

30

【0027】

実験2)

Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるLiを0.5mol%混合してなるGa-Na融液を使用した。なお、育成時間を1時間とした。

【0028】

【表 2】

混 合 比	G a	3 . 0 8 g
	N a	2 . 3 7 g
	L i	0 . 0 0 4 g
育成圧力		3 . 0 M P a
育成温度		8 3 0 ℃
G a : N a		3 0 : 7 0
G a - N a 内混合比		N a 9 9 . 5 %、L i 0 . 5 %

10

【0029】

実験1の電子顕微鏡写真である図2からも判るように、2族元素としてL iを混合したG a - N a融液を使用しても、G a N基板Aの表面にはG a N単結晶はほとんど形成されない。

20

また、実験2の電子顕微鏡写真である図3からも判るように、2族元素としてL iを混合したG a - N a融液を使用すると、G a N基板Aの表面にごくわずかに部分的にG a N単結晶が形成されている。しかし、形成されたG a N単結晶の結晶モフォロジー（結晶形態）はあまりよくないことが判る。

すなわち、2族元素としてL iを混合したG a - N a融液は、G a N基板Aの表面にがそれほど付着しなかった、すなわち濡れ性がそれほど良くなかったと考えられる。

なお、L iの混合量が0 . 2 ~ 0 . 4 m o l %での実験は行わなかったが、L iの混合量が0 . 1 m o l %の場合もL iの混合量が0 . 5 m o l %の場合も良いとはいえないので、同様であると考察される。

【0030】

30

実験3)

G a : N a = 3 0 m o l % : 7 0 m o l %で、2族元素であるC aを0 . 0 5 m o l %混合してなるG a - N a融液を使用した。なお、育成時間を1時間とした。

【0031】

【表 3】

混 合 比	G a	3 . 0 9 g
	N a	2 . 3 8 g
	C a	0 . 0 0 2 g
育成圧力		3 . 0 M P a
育成温度		8 3 0 ℃
G a : N a		3 0 : 7 0
G a - N a 内混合比		N a 9 9 . 9 5 %、C a 0 . 0 5 %

10

【 0 0 3 2 】

実験 4)

G a : N a = 3 0 m o l % : 7 0 m o l % で、2 族元素である C a を 0 . 2 m o l % 混合してなる G a - N a 融液を使用した。なお、育成時間を 1 時間とした。

20

【 0 0 3 3 】

【表 4】

混 合 比	G a	3 . 1 5 g
	N a	2 . 4 2 g
	C a	0 . 0 0 8 g
育成圧力		3 . 0 M P a
育成温度		8 3 0 ℃
G a : N a		3 0 : 7 0
G a - N a 内混合比		N a 9 9 . 8 %、C a 0 . 2 %

30

【 0 0 3 4 】

実験 3 の電子顕微鏡写真である図 4 から判るように、2 族元素として C a を混合した G a - N a 融液を使用すると、ごく僅か一部で G a N 単結晶が成長していることが判る。

40

また、実験 4 の電子顕微鏡写真である図 5 もから判るように、2 族元素として C a を混合した G a - N a 融液を使用すると、G a N 基板 A の全面で G a N 単結晶は成長していることが判る。

すなわち、2 族元素として C a を混合した G a - N a 融液は濡れ性が良好であったと考えられる。

しかしながら、他に行った実験でば再現性が得られなかったという結果から、2 族元素として C a を混合した G a - N a 融液を使用した場合、るつぽ 1 0 0 からの不純物の影響を大きく受けていると考えられる。

ただし、図 4 から判るように、G a N 単結晶の結晶モフォロジー（結晶形態）はよく

50

ない。

また、図 5 から判るように、GaN 基板 A の全面で GaN 単結晶は成長しているが、GaN 基板 A との密着性があまりよくないことが判る。

【0035】

実験 5)

Ga : Na = 30 mol % : 70 mol % で、2 族元素である Sr を 0.1 mol % 混合してなる Ga-Na 融液を使用した。なお、育成時間を 1 時間とした。

【0036】

【表 5】

混合 比	Ga	3.17 g
	Na	2.43 g
	Sr	0.009 g
育成圧力		3.0 MPa
育成温度		830℃
Ga : Na		30 : 70
Ga-Na 内混合比		Na 99.9%、Sr 0.1%

10

20

【0037】

実験 6)

Ga : Na = 30 mol % : 70 mol % で、2 族元素である Sr を 0.5 mol % 混合してなる Ga-Na 融液を使用した。なお、育成時間を 1 時間とした。

【0038】

【表 6】

混合 比	Ga	3.15 g
	Na	2.38 g
	Sr	0.046 g
育成圧力		3.0 MPa
育成温度		830℃
Ga : Na		30 : 70
Ga-Na 内混合比		Na 99.5%、Sr 0.5%

30

40

【0039】

実験 7)

Ga : Na = 30 mol % : 70 mol % で、2 族元素である Sr を 1.0 mol % 混

50

合してなるGa-Na融液を使用した。なお、育成時間を1時間とした。

【0040】

【表7】

混合比	Ga	3.13g
	Na	2.32g
	Sr	0.093g
育成圧力		3.0MPa
育成温度		830℃
Ga:Na		30:70
Ga-Na内混合比		Na99.0%、Sr1.0%

10

【0041】

実験5の顕微鏡写真である図6、実験6の顕微鏡写真である図7及び実験7の顕微鏡写真である図8から判るように、2族元素としてSrを混合したGa-Na融液を使用すると、Ga-N基板Aの表面に結晶モフォロジー（結晶形態）が良好なGa-N単結晶を得ることができた。すなわち、Ga-N基板Aの表面にGa-Na融液が適量付着した、すなわち2族元素としてSrを混合したGa-Na融液の濡れ性が良好であったと考えられる。

20

【0042】

実験8)

Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるBaを0.1mol%混合してなるGa-Na融液を使用した。なお、育成時間を1時間とした。

【0043】

【表8】

混合比	Ga	3.22g
	Na	2.46g
	Ba	0.015g
育成圧力		3.0MPa
育成温度		830℃
Ga:Na		30:70
Ga-Na内混合比		Na99.9%、Ba0.1%

30

40

【0044】

実験9)

Ga:Na=30mol%:70mol%で、2族元素であるBaを0.5mol%混合してなるGa-Na融液を使用した。なお、育成時間を1時間とした。

【0045】

50

【表 9】

混 合 比	G a	3 . 1 1 g
	N a	2 . 3 2 g
	B a	0 . 0 7 2 g
育成圧力		3 . 0 M P a
育成温度		8 3 0 ℃
G a : N a		3 0 : 7 0
G a - N a 内混合比		N a 9 9 . 5 %、B a 0 . 5 %

10

【0046】

また、実験 8 の電子顕微鏡写真である図 9 及び実験 9 電子顕微鏡写真である図 10 から判るように、GaN 基板 A の表面に GaN 単結晶はある程度成長した。すなわち、2 族元素として Ba を混合した Ga-Na 融液は、GaN 基板 A の表面にある程度は付着したが、それほど濡れ性が良くはないと考えられる。

20

しかも、Ba を混合したことによって GaN 基板 A の表面に形成された GaN 単結晶は、顕微鏡写真で観察した結果、結晶モフォロジー（結晶形態）が悪かったことが確認された。

【0047】

実験 10)

Ga : Na = 30 mol % : 70 mol % で、2 族元素である Mg を 0 . 1 mol % 混合してなる Ga-Na 融液を使用した。なお、育成時間を 1 時間とした。

【0048】

【表 10】

30

混 合 比	G a	3 . 0 2 g
	N a	2 . 3 2 g
	M g	0 . 0 0 2 g
育成圧力		3 . 0 M P a
育成温度		8 3 0 ℃
G a : N a		3 0 : 7 0
G a - N a 内混合比		N a 9 9 . 9 %、M g 0 . 1 %

40

【0049】

実験 11)

Ga : Na = 30 mol % : 70 mol % で、2 族元素である Mg を 0 . 5 mol % 混合してなる Ga-Na 融液を使用した。なお、育成時間を 1 時間とした。

【0050】

50

【表 1 1】

混合比	G a	3 . 1 9 g
	N a	2 . 4 4 g
	M g	0 . 0 1 3 g
育成圧力		3 . 0 M P a
育成温度		8 3 0 ℃
G a : N a		3 0 : 7 0
G a - N a 内混合比		N a 9 9 . 5 %、M g 0 . 5 %

10

【0 0 5 1】

また、実験 1 0 の電子顕微鏡写真である図 1 1 及び実験 1 1 の電子顕微鏡写真である図 1 2 から判るように、2 族元素として M g を混合した G a - N a 融液を使用すると、図 1 1 では G a N 単結晶がほとんど成長しない一方、図 1 2 では G a N 単結晶が成長したことが確認できる。よって、2 族元素として M g を混合した場合、混合量が 0 . 1 m o l % では濡れ性はほとんどなく、混合量が 0 . 5 m o l % でかなり高い濡れ性を有すると思われる。

20

しかしながら、0 . 5 m o l % の M g を混合したことによって G a N 基板 A の表面に形成された G a N 単結晶は、図 1 2 に示す電子顕微鏡写真からも判るように、G a N 基板 A への密着性が低いことが確認された。これは、M g 自体が G a N 単結晶の成長過程において不純物として作用した結果と考えられる。

【0 0 5 2】

これらの実験 1 ~ 1 1 から、G a - N a 溶液に混合する 2 族元素は S r が最も優れ、C a がそれに次ぐという結果を得ることができた（表 1 2 参照）。

30

【0 0 5 3】

【表 1 2】

		混合量（単位：mol %）					
		0 . 1	0 . 2	0 . 3	0 . 4	0 . 5	1 . 0
混合元素	L i	×	⇔			×	
	C a	○	○	⇒			
	S r	○	⇔			○	(○)
	B a	△	⇔			△	
	M g	×	⇒			○	

40

○：濡れ性あり

×：濡れ性なし

50

△：濡れ性あるが高くない

【0054】

実験1～実験11の結果に基づいて、次の実験12を行った。

実験12)

Ga：Na＝30mol％：70mol％で、2族元素であるSrを1.0mol％混合してなるGa－Na融液を使用した。なお、育成時間を1時間とし、それを連続して5回の計5時間にわたって行った。

【0055】

【表13】

混合比	Ga	3.09g
	Na	2.29g
	Sr	0.092g
育成圧力		3.0MPa
育成温度		830℃
Ga：Na		30：70
Ga－Na内混合比		Na99.0％、Sr1.0％

10

20

【0056】

この実験12では、5回の浸漬で得られたGaN単結晶は、1回の浸漬で得られるGaN単結晶の約5倍の厚さ寸法を有していることが確認された。

【0057】

なお、上述した説明では、GaN単結晶成長装置1000は、Ga－Na融液を貯留するつば100と、このつば100を格納する圧力容器200と、前記Ga－Na融液を加熱するヒーター300と、前記圧力容器200に窒素ガスを供給するガス供給部400と、前記つば100に貯留されたGa－Na融液にGaN基板Aを出し入れする基板浸漬部である昇降装置600とを備えているとしたが、Ga－Na融液を貯留する構成、それを格納する構成、Ga－Na融液を加熱する構成、Ga－Na融液の周囲に窒素ガスを供給する構成、Ga－Na融液にGaN基板Aを出し入れする構成を有していれば、上記構成に限定されるものでないことはいうまでもない。

30

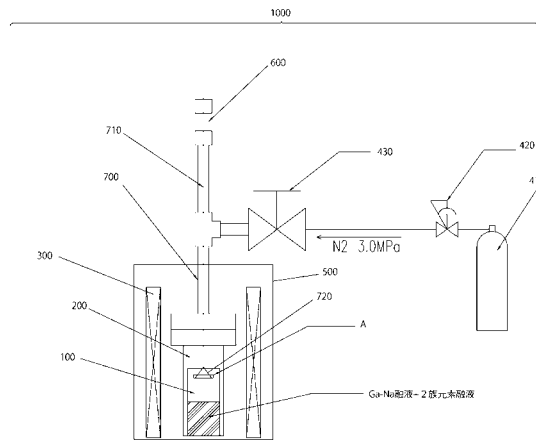
【符号の説明】

【0058】

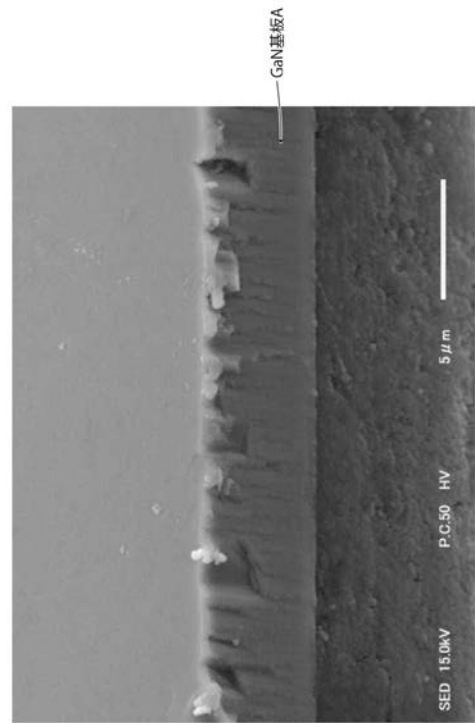
- 100 つば
- 200 圧力容器
- 300 ヒーター
- 400 ガス供給部
- 600 昇降装置（基板浸漬部）
- A GaN基板

40

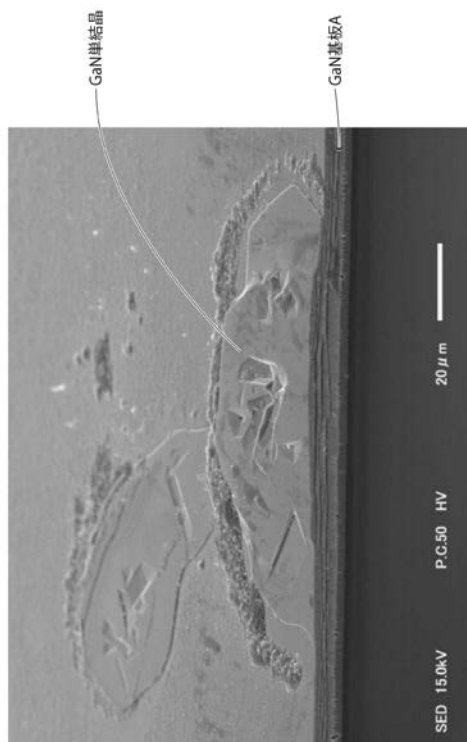
【図 1】



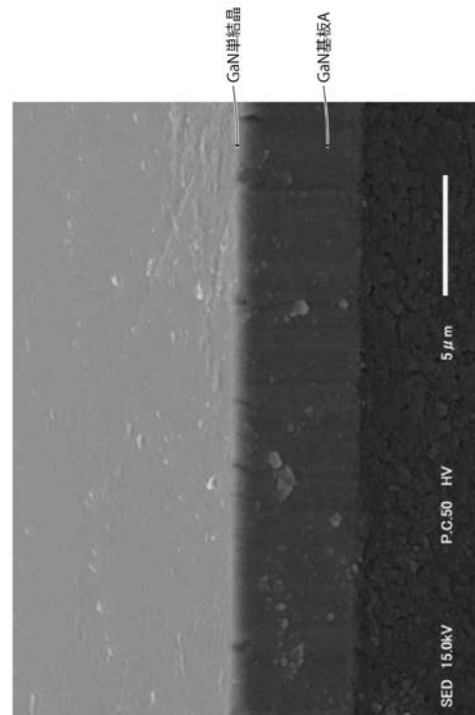
【図 2】



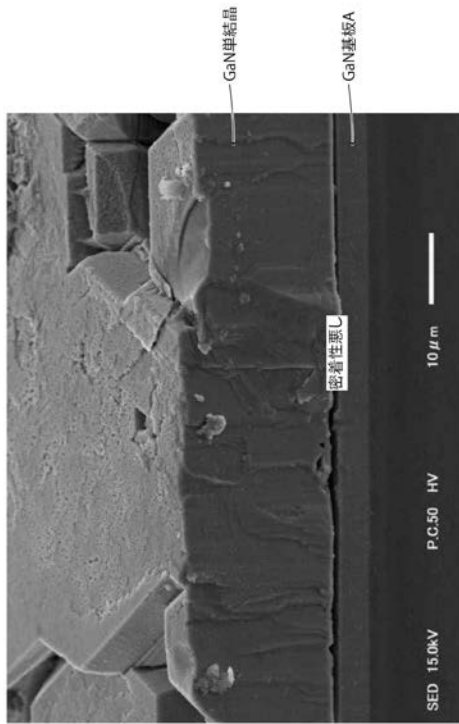
【図 3】



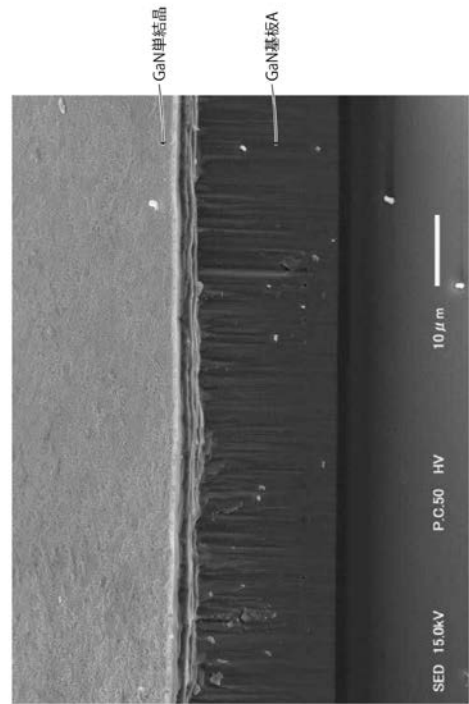
【図 4】



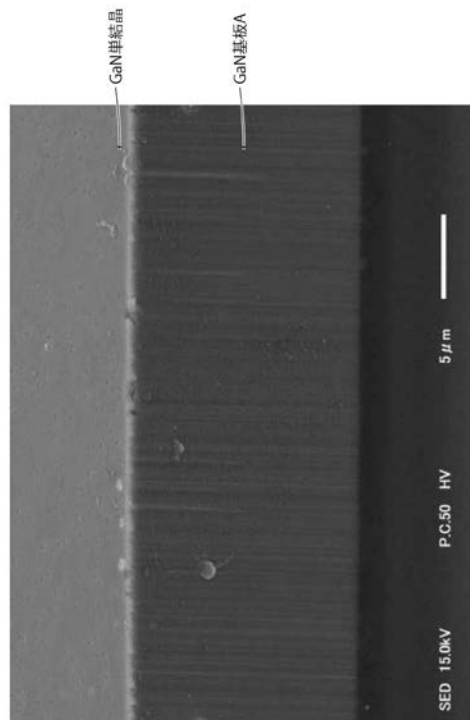
【図 5】



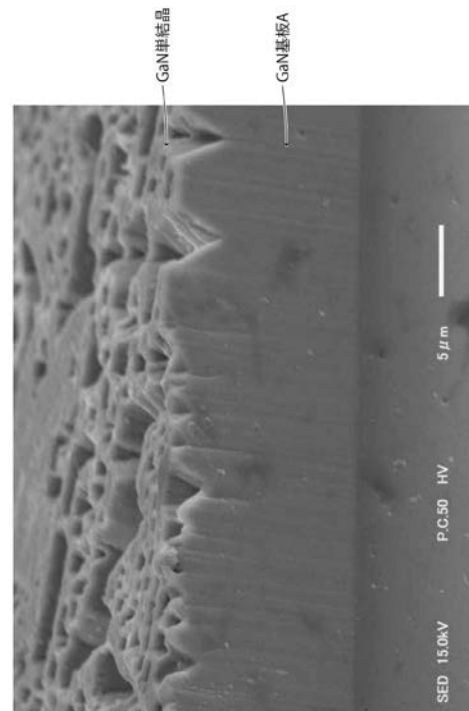
【図 6】



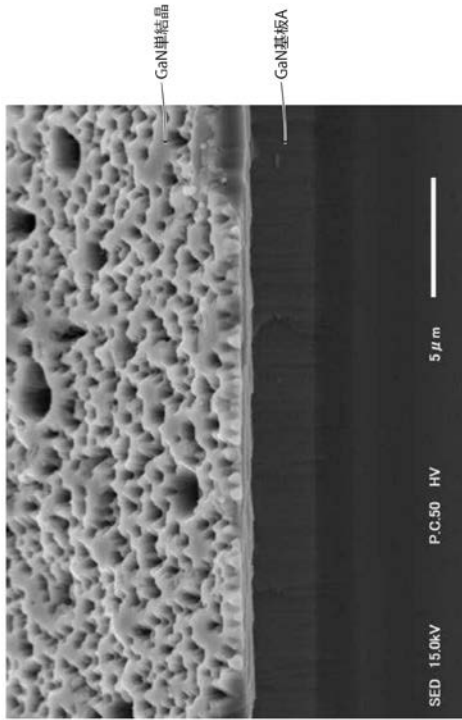
【図 7】



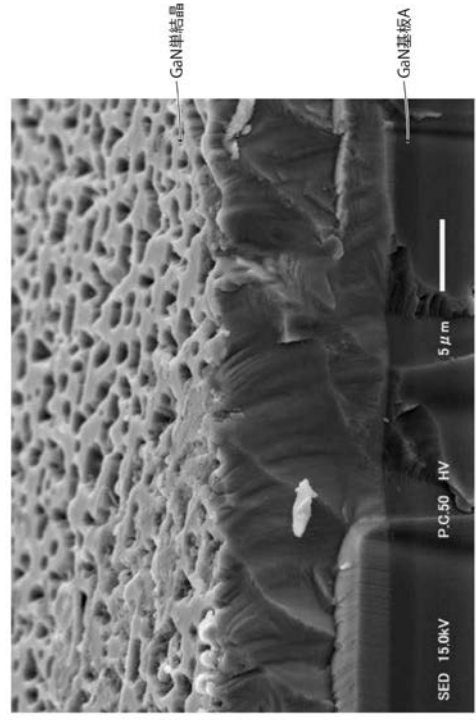
【図 8】



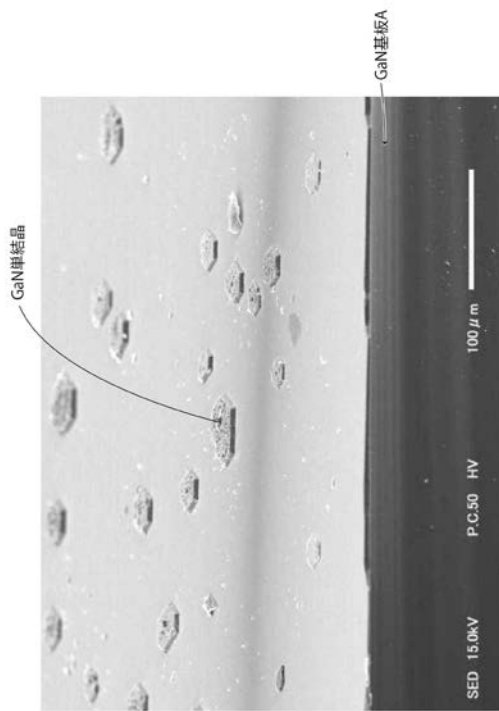
【図 9】



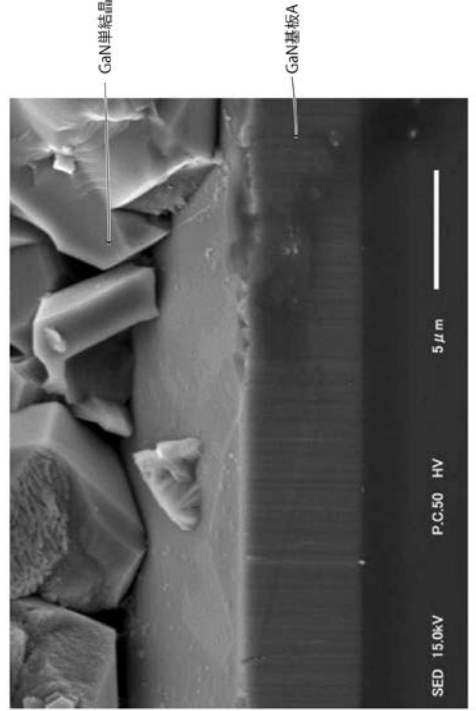
【図 10】



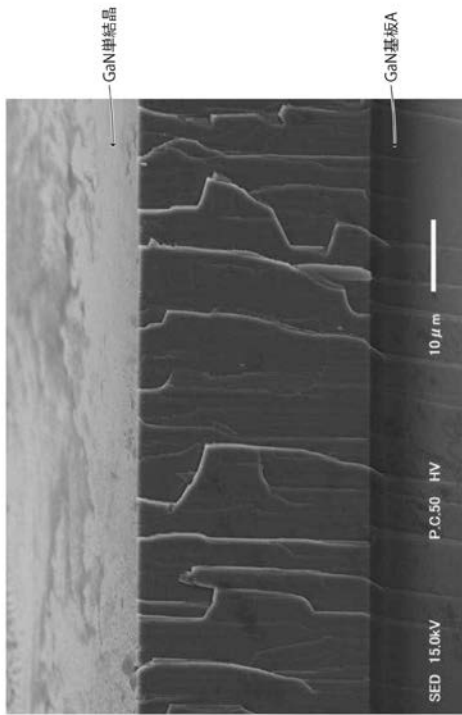
【図 11】



【図 12】



【図 13】



フロントページの続き

(72)発明者 服部 佑泰

大阪府富田林市中野町東1丁目7番16号 株式会社フェニックス・テクノ内

(72)発明者 川村 史朗

茨城県つくば市千現一丁目2番地1 国立研究開発法人物質・材料研究機構内

Fターム(参考) 4G077 AA02 BE15 CG02 CG07 EC08 EG02 EG10 EG22 EG26 HA02

HA06 QA04 QA12 QA27 QA52