【公報種別】特許法第１７条の２の規定による補正の掲載
【部門区分】第３部門第１区分
【発行日】平成23年11月10日(2011.11.10)

【公開番号】特開2011-46544(P2011-46544A)
【公開日】平成23年3月10日(2011.3.10)
【年通号数】公開・登録公報2011-010
【出願番号】特願2009-194414(P2009-194414)
【国際特許分類】
Ｃ３０Ｂ　29/38　(2006.01)
Ｃ３０Ｂ　25/18　(2006.01)
Ｃ３０Ｂ　25/04　(2006.01)
Ｃ２３Ｃ　16/34　(2006.01)
Ｈ０１Ｌ　21/205　(2006.01)
【ＦＩ】
Ｃ３０Ｂ　29/38　Ｄ
Ｃ３０Ｂ　25/18
Ｃ３０Ｂ　25/04
Ｃ２３Ｃ　16/34
Ｈ０１Ｌ　21/205

【手続補正書】
【提出日】平成23年9月28日(2011.9.28)
【手続補正１】
【補正対象書類名】特許請求の範囲
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【特許請求の範囲】
【請求項１】
ａ面を主面とするサファイア基板の表面に、長手方向がｍ軸方向に沿った帯状であり、サファイア基板の主面に平行な底面と、前記底面に角度を成した平面である２つの側面とを有した凹部を、一定の間隔で並んだストライプ状に複数形成し、前記凹部側面にバッファ層を形成し、前記凹部側面から前記バッファ層を介してIII 族窒化物半導体をｃ軸方向に成長させて、前記サファイア基板上にｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体を形成するIII 族窒化物半導体の製造方法であって、
前記凹部底面の幅は、１５μｍ以下、
前記凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は、２０μｍ以下、
前記凹部の深さは、５０ｎｍ以上、
前記凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は、５０～９０°、
となるように前記凹部を形成し、
２つの前記凹部側面のうち一方の前記凹部側面にマスクを形成し、他方の前記凹部側面からのみ、前記III 族窒化物半導体をｃ軸方向に成長させる、
ことを特徴とするIII 族窒化物半導体の製造方法。
【請求項２】
前記凹部の幅は６μｍ以下、前記凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は１０μｍ以下、前記凹部の深さは１００ｎｍ以上、前記凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は６０～９０°、となるよう前記凹部を形成する、ことを特徴とする請求項１に記載のIII 族窒化物半導体の製造方法。
【請求項３】

前記凹部の幅は２～３μｍ、前記凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は２～３μｍ、前記凹部の深さは０．５～１．５μｍ、前記凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は７５～９０°、となるよう前記凹部を形成する、ことを特徴とする請求項２に記載のIII 族窒化物半導体の製造方法。
【請求項４】
前記III 族窒化物半導体は、ＧａＮであることを特徴とする請求項１ないし請求項３のいずれか１項に記載のIII 族窒化物半導体の製造方法。
【請求項５】
前記バッファ層は、ＡｌＮからなり、
前記サファイア基板にトリメチルアルミニウムを供給してＡｌ薄膜を形成し、その後アンモニアを供給して前記Ａｌ薄膜を窒化させて前記バッファ層を形成する、ことを特徴とする請求項１ないし請求項４のいずれか１項に記載のIII 族窒化物半導体の製造方法。
【請求項６】
ａ面を主面とするサファイア基板上に、ｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体が位置したIII 族窒化物半導体基板であって、
前記サファイア基板のIII 族窒化物半導体側表面に、長手方向がｍ軸方向に沿った帯状であり、前記サファイア基板の主面に平行な底面と、前記底面に角度を成した平面である２つの側面とで構成された凹部を複数備え、各前記凹部は、一定の間隔でストライプ状に配置されていて、
各前記凹部側面にバッファ層を有し、
前記III 族窒化物半導体の一部領域は、各前記凹部側面にバッファ層を介して位置し、
前記凹部底面の幅は、１５μｍ以下、
前記凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は、２０μｍ以下、
前記凹部の深さは、５０ｎｍ以上、
前記凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は、５０～９０°であり、
２つの前記凹部側面のうち一方の前記凹部側面は、III 族窒化物半導体を結晶成長させないマスクに覆われている、
ことを特徴とするIII 族窒化物半導体基板。
【請求項７】
前記凹部の幅は６μｍ以下、前記凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は１０μｍ以下、前記凹部の深さは１００ｎｍ以上、前記凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は６０～９０°、であることを特徴とする請求項６に記載のIII 族窒化物半導体基板。
【請求項８】
前記凹部の幅は２～３μｍ、前記凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は２～３μｍ、前記凹部の深さは０．５～１．５μｍ、前記凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は７５～９０°、であることを特徴とする請求項７に記載のIII 族窒化物半導体基板。
【請求項９】
前記III 族窒化物半導体は、ＧａＮであることを特徴とする請求項６ないし請求項８のいずれか１項に記載のIII 族窒化物半導体基板。
【手続補正２】
【補正対象書類名】明細書
【補正対象項目名】全文
【補正方法】変更
【補正の内容】
【発明の詳細な説明】
【発明の名称】III 族窒化物半導体結晶の製造方法、およびIII 族窒化物半導体基板
【技術分野】
【０００１】

本発明は、ストライプ状に加工されたａ面サファイア基板を用いてｍ面III 族窒化物半導体を製造する方法に関するもので、特に、ｍ面III 族窒化物半導体の欠陥を低減することができる製造方法に関する。また、ストライプ状の凹部を有したａ面サファイア基板上にｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体が形成された基板に関する。

【背景技術】

【０００２】

従来のIII 族窒化物半導体からなる発光素子は、III 族窒化物半導体層の主面が極性面であるｃ面であり、結晶内部にピエゾ電界が誘起されるため、内部量子効率の低下などの問題がある。一方、ピエゾ電界は、ｍ面、ａ面などの無極性面や、ｒ面などの半極性面では発生しないことが知られている。そのため、それらの無極性面や半極性面を主面とするIII 族窒化物半導体を結晶成長させる技術が開発検討されており、たとえば特許文献１の結晶成長方法がある。

【０００３】

特許文献１に記載の結晶成長方法では、まず、所定の面方位を主面とするサファイア基板にストライプ状の凹部を形成し、凹部側面にサファイアの特定の面方位を露出させる。続いて凹部側面にバッファ層を形成する。そして、凹部側面からバッファ層を介してIII 族窒化物半導体をｃ軸方向に成長させ、サファイア基板上部を埋めるようにしてIII 族窒化物半導体を結晶成長させる。これによって、サファイア基板上に特定の面方位を主面とするIII 族窒化物半導体を得ることができる。III 族窒化物半導体の主面の面方位は、サファイア基板の主面の面方位と、凹部側面の面方位によって決まり、たとえばａ面サファイア基板を用い、凹部をｍ軸方向に沿ったストライプ状に形成し、凹部側面をｃ面もしくはそれに近い面方位とすれば、ａ面サファイア基板上にｍ面III 族窒化物半導体を結晶成長させることができる。

【０００４】

この特許文献１には、凹部の深さについての具体的な記述はあるが、凹部底面の幅やストライプの間隔については具体的な記述がなく、これらがｍ面III 族窒化物半導体の結晶性、表面平坦性に与える影響は不明である。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００５】

【特許文献１】特開２００６－３６５６１

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００６】

しかし、本発明者らが上記特許文献１に示された結晶成長方法でｍ面ＧａＮ結晶を作製してみたところ、凹部が形成されずにストライプ状に残されたサファイア基板表面（以下、テラスという）と凹部側面との段差部分（エッジ部）の上部にあたるｍ面ＧａＮ結晶の領域中に、多数の貫通転位が生じていることがわかった。本発明者らは、この貫通転位がストライプ状の凹部底面の幅などに依存しているものと考え、本発明の完成に至ったものである。

【０００７】

本発明の目的は、ストライプ状の凹部を有したａ面サファイア基板上にｍ面III 族窒化物半導体を形成する場合に、ｍ面III 族窒化物半導体のテラスエッジ部の上部の欠陥を低減し、かつ表面平坦性を高くすることである。

【課題を解決するための手段】

【０００８】

第１の発明は、ａ面を主面とするサファイア基板の表面に、長手方向がｍ軸方向に沿った帯状であり、サファイア基板の主面に平行な底面と、底面に角度を成した平面である２つの側面とを有した凹部を、一定の間隔で並んだストライプ状に複数形成し、凹部側面にバッファ層を形成し、凹部側面からバッファ層を介してIII 族窒化物半導体をｃ軸方向に

成長させて、サファイア基板上にm面を主面とするIII 族窒化物半導体を形成するIII 族窒化物半導体の製造方法であって、凹部底面の幅は、１５μｍ以下、凹部間に残った前記サファイア基板表面の幅は、２０μｍ以下、凹部の深さは、５０ｎｍ以上、凹部側面の前記サファイア基板主面に対する角度は、５０～９０°、となるように凹部を形成し、２つの凹部側面のうち一方の凹部側面にマスクを形成し、他方の凹部側面からのみ、III 族窒化物半導体をｃ軸方向に成長させることを特徴とするIII 族窒化物半導体基板の製造方法である。

【０００９】

ここで、III 族窒化物半導体とは、一般式$Al_xGa_yIn_zN$（ｘ＋ｙ＋ｚ＝１、０≦ｘ、ｙ、ｚ≦１）で表される化合物半導体であり、Ａｌ、Ｇａ、Ｉｎの一部を他の第１３族元素であるＢやＴｌで置換したもの、Ｎの一部を他の第１５族元素であるＰ、Ａｓ、Ｓｂ、Ｂｉで置換したものをも含むものとする。ｎ型不純物にはＳｉ、ｐ型不純物にはＭｇが通常用いられる。

【００１０】

本発明によってサファイア基板上に形成するm面III 族窒化物半導体には、ｎ型やｐ型の不純物をドープしてもよく、物性、結晶性、結晶成長速度などの制御のための不純物をドープしてもよい。

【００１１】

サファイア基板表面への凹部の形成は、ドライエッチングなどによって行うことができる。

【００１２】

サファイア基板の主面は完全にａ面である必要はなく、ａ面に対してｃ軸方向、またはｍ軸方向に５°程度のずれを有している面であってもよい。また、凹部の長手方向が完全にｍ軸方向に一致している必要はなく、ｍ軸方向から５°程度ずれた方向であってもよい。また、サファイア基板上に形成されるIII 族窒化物半導体は、主面が完全にｍ面である場合だけでなく、ｍ面に対してｃ軸方向、またはａ軸方向に５°程度のずれを有している面も含む。

【００１３】

凹部底面の幅を１５μｍ以下、凹部が形成されずに残されたサファイア基板表面（テラス）の幅を２０μｍ以下とするのは、凹部底面の幅やテラスの幅を広くすると、貫通転位が減少する傾向にあるが、幅を広くしすぎると、III 族窒化物半導体で凹部やテラスを覆うことが難しくなり、表面平坦性が悪化してしまうからである。また、凹部底面またはテラスに垂直な方向をｃ軸方向として、凹部底面またはテラスからIII 族窒化物半導体が成長してしまい、ｍ面III 族窒化物半導体結晶とｃ面III 族窒化物半導体結晶とが混在した結晶となってしまうからである。また、凹部底面の幅およびテラスの幅は、２μｍ以上が望ましい。幅を広くすることによってテラスエッジ部の割合が減少するため、そのテラスエッジ部の上部に発生する貫通転位を多数含むIII 族窒化物半導体の領域も減少し、その結果、III 族窒化物半導体の結晶性が向上するからである。したがって、凹部底面の幅は、２～１５μｍが望ましく、テラスの幅は、２～２０μｍが望ましい。結晶性、表面平坦性を良好とするため、凹部底面の幅は１０μｍ以下ないし２～６μｍとすることが望ましく、２～３μｍとするとさらに望ましい。また、テラスの幅は１０μｍ以下ないし２～１０μｍとすることが望ましく、２～３μｍとするとさらに望ましい。

【００１４】

凹部の深さを５０ｎｍ以上とするのは、これよりも浅いと凹部側面の面積が狭いため凹部側面からの成長が難しくなり、ｍ面III 族窒化物半導体結晶を得難くなるためである。また、凹部を深くしすぎても、凹部の内部に原料ガスが入り込みにくくなり、凹部側面からの結晶成長が難しなるので、１．５μｍ以下とすることが望ましい。したがって、凹部の深さは、５０ｎｍ～１．５μｍとするのが望ましい。凹部の深さは１００ｎｍ以上ないし１００ｎｍ～１．５μｍとすることがより望ましく、０．５～１．５μｍとするとさらに望ましい。

【００１５】
凹部底面と凹部側面が成す角度を５０～９０°とするのは、５０°よりも小さい角度では凹部側面からIII 族窒化物半導体を結晶成長させるのが難しくなるからである。なお、２つの凹部側面が成す角度はそれぞれ異なっていてもよいが、ｍ面III 族窒化物半導体結晶の表面平坦性や結晶性を高めるために同じ角度とするのが望ましい。
【００１６】
２つの凹部側面のうち、一方はSiO_2などのIII 族窒化物半導体を結晶成長させないマスクで覆った方がよい。両方の側面からIII 族窒化物半導体を結晶成長させると、＋ｃ面（Ｇａ極性面）の結晶と－ｃ面（Ｎ極性面）の結晶が混在し、結晶性、表面平坦性が悪化してしまうからである。また、一方の凹部側面にマスクを形成すれば、テラスの両エッジ部のうち、マスク形成側のエッジ部上部において欠陥が発生せず、結晶性をより改善することができる。また、マスクを形成した側の凹部側面近傍は、結晶成長したIII 族窒化物半導体によって埋められずにボイドが形成される。そのボイドによってサファイア基板とIII 族窒化物半導体との熱膨張係数差、格子定数差に起因する応力を緩和することができ、ウェハの反りを低減することができる。
【００１７】
凹部側面に形成するバッファ層は、ＡｌＮやＡｌＧａＮなどからなる層を用いることができる。ＡｌＮからなるバッファ層は、たとえば、サファイア基板にアルミニウム源を供給してＡｌ薄膜を形成し、その後アンモニアを供給して窒化処理を行うことで形成することができる。アルミニウム源には、ＴＭＡ（トリメチルアルミニウム）などを用いることができる。また、サファイア基板を高温水素ガス処理し、エッチングと還元反応によってＡｌ薄膜を形成し、その後窒化処理を行うことでＡｌＮからなるバッファ層を形成してもよい。
【００１８】
また、サファイア基板上にｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体を結晶成長させた後に、エッチング、研磨、レーザーリフトオフなどの公知の方法でサファイア基板を除去し、ｍ面III 族窒化物半導体の自立基板を作製してもよい。このような自立基板を作製する場合は、ｍ面III 族窒化物半導体は４００μｍ以上の厚さに形成することが望ましい。
【００１９】
第２の発明は、第１の発明において、凹部の幅は６μｍ以下、凹部間に残ったサファイア基板表面の幅は１０μｍ以下、凹部の深さは１００ｎｍ以上、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度は６０～９０°、となるよう凹部を形成する、ことを特徴とするIII 族窒化物半導体の製造方法である。
【００２０】
第３の発明は、第２の発明において、凹部の幅は２～３μｍ、凹部間に残ったサファイア基板表面の幅は２～３μｍ、凹部の深さは０．５～１．５μｍ、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度は７５～９０°、となるよう凹部を形成する、ことを特徴とするIII 族窒化物半導体の製造方法である。
【００２１】
第４の発明は、第１の発明から第３の発明において、III 族窒化物半導体は、ＧａＮであることを特徴とするIII 族窒化物半導体の製造方法である。
【００２２】
【００２３】
第５の発明は、第１の発明から第４の発明において、バッファ層は、ＡｌＮからなり、サファイア基板にトリメチルアルミニウムを供給してＡｌ薄膜を形成し、その後アンモニアを供給してＡｌ薄膜を窒化させてバッファ層を形成する、ことを特徴とするIII 族窒化物半導体の製造方法である。
【００２４】
第６の発明は、ａ面を主面とするサファイア基板上に、ｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体が位置したIII 族窒化物半導体基板であって、サファイア基板のIII 族窒化物半導

体側表面に、長手方向がｍ軸方向に沿った帯状であり、サファイア基板の主面に平行な底面と、底面に角度を成した平面である２つの側面とで構成された凹部を複数備え、各凹部は、一定の間隔でストライプ状に配置されていて、各凹部側面にバッファ層を有し、III族窒化物半導体の一部領域は、各凹部側面にバッファ層を介して位置し、凹部底面の幅は、１５μｍ以下、凹部間に残ったサファイア基板表面の幅は、２０μｍ以下、凹部の深さは、５０ｎｍ以上、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度は、５０～９０°であり、２つの凹部側面のうち一方の凹部側面は、III族窒化物半導体を結晶成長させないマスクに覆われていることを特徴とするIII族窒化物半導体基板である。

【００２５】

第７の発明は、第６の発明において、凹部の幅は６μｍ以下、凹部間に残ったサファイア基板表面の幅は１０μｍ以下、凹部の深さは１００ｎｍ以上、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度は６０～９０°、であることを特徴とするIII族窒化物半導体基板である。

【００２６】

第８の発明は、第７の発明において、凹部の幅は２～３μｍ、凹部間に残ったサファイア基板表面の幅は２～３μｍ、凹部の深さは０．５～１．５μｍ、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度は７５～９０°、であることを特徴とするIII族窒化物半導体基板である。

【００２７】

第９の発明は、第６の発明から第８の発明において、III族窒化物半導体は、ＧａＮであることを特徴とするIII族窒化物半導体基板である。

【００２８】

第１０の発明は、第６の発明から第９の発明において、２つの凹部側面のうち一方の凹部側面は、III族窒化物半導体を結晶成長させないマスクに覆われている、ことを特徴とするIII族窒化物半導体基板である。

【発明の効果】

【００２９】

第１の発明のように、凹部底面の幅を１５μｍ以下、テラスの幅を２０μｍ以下、凹部の深さを５０ｎｍ以上、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度を５０～９０°、としてサファイア基板表面にストライプ状に複数の凹部を形成すると、ｍ面を主面とするIII族窒化物半導体結晶のテラスエッジ部の上部にあたる領域の結晶欠陥を低減することができ、また表面平坦性にも優れた良質なｍ面III族窒化物半導体結晶を得ることができる。また、第１の発明によると、ある凹部側面から成長するIII族窒化物半導体と、他の凹部側面から成長するIII族窒化物半導体とが合体する領域であってサファイア基板近傍の領域にボイドが形成されるため、サファイア基板とIII族窒化物半導体との熱膨張係数差、格子定数差に起因する応力を緩和することができ、室温に戻した際のウェハの反りを低減することができる。

また、一方の凹部側面にマスクを形成してIII族窒化物半導体を成長させないようにしているので、そのマスクを形成した側のテラスエッジ部の上部にあたるIII族窒化物半導体の領域中の結晶欠陥をより低減することができる。また、マスクを形成した凹部側面近傍はIII族窒化物半導体によって埋められず、ボイドが発生する。そのボイドは、サファイア基板とIII族窒化物半導体との熱膨張係数差、格子定数差に起因する応力を緩和するため、ウェハの反りを低減することができる。また、一方の凹部側面のみからIII族窒化物半導体を結晶成長させているため、それぞれの凹部側面から成長した結晶が合体したときにｃ軸方向が揃い、結晶性がより改善する。

【００３０】

また、第２の発明のように、凹部の幅を６μｍ以下、テラスの幅を１０μｍ以下、凹部の深さを１００ｎｍ以上、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度を６０～９０°、としてサファイア基板表面にストライプ状に複数の凹部を形成すると、III族窒化物半導体結晶のテラスエッジ部の上部にあたる領域の結晶欠陥をより低減することができる。

【００３１】
また、第３の発明のように、凹部の幅を２～３μｍ、テラスの幅を２～３μｍ、凹部の深さは０．５～１．５μｍ、凹部側面のサファイア基板主面に対する角度を７５～９０°、としてサファイア基板表面にストライプ状に複数の凹部を形成すると、III 族窒化物半導体結晶のテラスエッジ部の上部にあたる領域の結晶欠陥を第２の発明の場合よりもさらに低減することができる。
【００３２】
また、第４の発明のように、本発明はｍ面を主面とするＧａＮを作製するのに適用することができる。
【００３３】
【００３４】
また、第５の発明によれば、容易に凹部側面にバッファ層を形成することができ、凹部側面以外の面からの結晶成長を抑制することができるため、III 族窒化物半導体の結晶性をより改善することができる。
【００３５】
また、第６～１０の発明によるｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体基板は、III 族窒化物半導体の結晶欠陥が少なく結晶性に優れ、かつ表面平坦性に優れている。
【図面の簡単な説明】
【００３６】
【図１】サファイア基板１０の斜視図。
【図２】サファイア基板１０の断面図。
【図３】ｍ面ＧａＮ結晶の結晶成長工程を示した図。
【図４】ｍ面ＧａＮ結晶の結晶成長工程を示した図。
【図５】ｍ面ＧａＮ結晶の結晶成長工程を示した図。
【図６】ｍ面ＧａＮ結晶の結晶成長工程を示した図。
【図７】ＧａＮ結晶１４の結晶成長初期段階におけるＴＥＭ写真。
【発明を実施するための形態】
【００３７】
以下、本発明の具体的な実施例について図を参照に説明するが、本発明は実施例に限定されるものではない。
【実施例１】
【００３８】
図１は、ｍ面ＧａＮ結晶の成長に用いるサファイア基板１０の斜視図であり、図２は、サファイア基板１０の主面に垂直な方向の断面を示した図である。サファイア基板１０は、主面をａ面とする基板である。サファイア基板１０の一方の表面には、長手方向をｍ軸方向（図２中において紙面垂直方向）とする帯状の凹部１１が、ストライプ状に配置されて複数形成されている。凹部１１は、サファイア基板１０の主面に平行な底面１１ａと、向かい合う２つの側面１１ｂで構成されている。側面１１ｂは平面状である。また、図２のように、凹部１１のサファイア基板１０主面に垂直な方向であって、凹部１１の長手方向に垂直な断面は台形状であり、凹部１１のサファイア基板１０主面に平行な面での断面積が、凹部１１の底面１１ａから遠ざかるにつれて増加するように、底面１１ａに対して側面１１ｂは角度を成している。各凹部１１は、サファイア基板１０表面がストライプ状に残るように、一定の間隔を隔てて形成されている。以下、この残されたサファイア基板１０表面をテラス１０ａと呼ぶこととする。
【００３９】
テラス１０ａの幅ｘは２０μｍ以下、凹部１１の底面１１ａの幅ｙは１５μｍ以下、凹部１１の深さｚは５０ｎｍ以上、サファイア基板１０の主面に対して凹部１１の側面１１ｂのなす角度θは５０～９０°、である。このような範囲とする理由は後述する。
【００４０】
凹部１１は、任意の方法で形成してよく、たとえばＩＣＰエッチングなどのドライエッ

チングによって形成することができる。

【００４１】

次に、サファイア基板１０を用いてｍ面ＧａＮ結晶を成長させる結晶成長方法について説明する。

【００４２】

まず、上記のように凹部１１が形成されたサファイア基板１０を水素雰囲気下で１１６０℃に加熱し、サーマルクリーニングを行った。これにより、凹部１１の形成によって生じたエッチングダメージを回復させるとともに、サファイア基板１０表面の不純物や酸化物を除去した。

【００４３】

次に、サファイア基板１０を降温して３００～４２０℃に保持し、ＴＭＡ（トリメチルアルミニウム）を供給した。キャリアガスには水素と窒素の混合ガスを用いた。これにより、サファイア基板１０の露出した面をＡｌで終端させてＡｌ薄膜を形成した。このＡｌ薄膜は４０Å以下の厚さである。次に、ＴＭＡの供給を停止してキャリアガスとアンモニアを供給し、サファイア基板１０を１０１０℃まで昇温した。これにより、Ａｌ薄膜のＡｌを窒化し、サファイア基板１０にＡｌＮ薄膜１２を形成した（図３）。このＡｌＮ薄膜１２はバッファ層として機能し、凹部１１の側面１１ｂからの結晶成長を促し、テラス１０ａや、凹部１１の底面１１ａからの結晶成長を抑制する働きをする。ここで、Ａｌ薄膜を４０Å以下としたのは、４０Åよりも厚く形成してしまうと、サファイア基板１０のａ面である底面１１ａやテラス１１ａからの結晶成長が主体となり、ｍ面ＧａＮ結晶を成長させることが難しいからである。

【００４４】

次に、凹部１１の側面１１ｂの一方、およびその近傍の凹部１１底面１１ａ、テラス１０ａに、SiO_2 からなるマスク１３をフォトリソグラフィを用いて蒸着により形成した（図４）。このマスク１３は、２つの凹部１１の側面１１ｂのうち、一方の側面１１ｂからのＧａＮ結晶成長を抑制し、他方の側面１１ｂからのみＧａＮを結晶成長させるために設けたものである。

【００４５】

なお、マスク１３には、側面１１ｂからIII 族窒化物半導体を結晶成長させない材料であればSiO_2 以外の材料を用いてもよい。また、マスク１３はスパッタやＣＶＤ法により形成してもよい。このように、一方の凹部１１側面１１ｂからのみＧａＮを結晶成長させるには、マスク１３で一方の側面１１ｂを覆うのが簡易で望ましいが、他の方法によってＧａＮの結晶成長を抑制してもよい。たとえば、一方の側面１１ｂをノコギリ歯状にエッチングするなどして結晶成長しにくい面を露出させることで、一方の側面１１ｂからの結晶成長を抑制してもよい。また、先にマスク１３を形成した後に、ＡｌＮ薄膜１２を形成してもよい。

【００４６】

次に、ＭＯＣＶＤ法によって、ＧａＮ結晶１４を結晶成長させた。キャリアガスには水素と窒素の混合ガス、窒素源にはアンモニア、Ｇａ源にはＴＭＧ（トリメチルガリウム）を用いた。また、成長温度は１０００℃、ＴＭＧに対するアンモニアの供給量の比（Ｖ／III 比）は１５０とした。このとき、凹部１１の底面１１ａやテラス１０ａからの結晶成長は、ＡｌＮ薄膜１２によって阻害され、マスク１３に覆われた側面１１ｂからの結晶成長も阻害される。一方、マスク１３に覆われていない凹部側面１１ｂからは、ＡｌＮ薄膜１２を介してＧａＮ結晶１４が結晶成長する。ＧａＮ結晶１４は、サファイア基板１０の主面、つまりａ面に平行で、かつ凹部１１の長手方向（サファイア基板１０のｍ軸方向）に垂直な方向をｃ軸方向として結晶成長する。また、各側面１１ｂから成長するＧａＮ結晶１４のｃ軸極性は、凹部１１の側面１１ｂから凹部１１の内部に向かう側が〈０００－１〉方向（－ｃ面方向）であり、各ＧａＮ結晶１４の極性はすべて揃っている。ここで、本来はミラー指数の負値は数字の上にバーをつけて表記するが、本明細書では数字の左に負号を付して表記している。ＧａＮ結晶１４の結晶成長は、サファイア基板１０の主面に

平行な方向へ成長して凹部１１内部を埋めつつ、サファイア基板１０の主面に垂直な方向へ成長し、テラス１０ａ上にも成長していく（図５）。

【００４７】

図７は、テラス１０ａの幅ｘを２μｍ、凹部１１の底面１１ａの幅ｙを２μｍ、凹部１１の深さｚを０．７μｍ、凹部１１の側面１１ｂのサファイア基板１０の主面に対する角度θを７５°とした場合の、ＧａＮ結晶１４の結晶成長初期段階におけるＴＥＭ写真である。上記説明のように、マスク１３を形成した側の凹部１１側面１１ｂからはＧａＮが結晶成長せず、マスク１３を形成していない側の凹部１１側面１１ｂからのみ、ＧａＮが結晶成長していることがわかる。

【００４８】

ＧａＮ結晶１４の結晶成長が進むと、マスク１３に覆われている側の凹部１１側面１１ｂの近傍にボイド１５を残しつつサファイア基板１０上を覆うように成長し、隣接する他の凹部１１側面１１ｂから成長したＧａＮ結晶１４と合体してサファイア基板１０上に一続きのＧａＮ結晶１６が形成される。ここで、側面１１ｂから成長した各ＧａＮ結晶１４は、ｃ軸極性が揃っているため、合体後のＧａＮ結晶１６はｃ軸極性が揃っており、良質な結晶となる。また、この結晶同士が合体する領域であって、サファイア基板１０の近傍にも、ボイド１７が生じる。結晶成長がさらに進むと、ＧａＮ結晶１６の表面は次第に平坦となり、最終的には、サファイア基板１０上に、サファイア基板の主面に平行で平坦な表面１６ａを有したＧａＮ結晶１６が形成される（図６）。このＧａＮ結晶１６は、サファイア基板の主面がａ面で、凹部１１の長手方向がサファイア基板１０のｍ軸方向であることから、主面はｍ面である。

【００４９】

なお、その後さらにＧａＮ結晶１６を厚く成長させ、サファイア基板１０を除去してｍ面ＧａＮ結晶１６の自立基板としてもよい。サファイア基板１０の除去は、エッチング、研磨、レーザーリフトオフなどの公知の方法によって可能である。

【００５０】

以上のようにして形成したｍ面ＧａＮ結晶１６は、テラス１０ａの幅ｘを２０μｍ以下、凹部１１の底面１１ａの幅ｙを１５μｍ以下、凹部１１の深さｚを５０ｎｍ以上、凹部１１の側面１１ｂのサファイア基板１０の主面に対する角度θを５０～９０°としているため、ＧａＮ結晶１６の結晶性、および表面１６ａの平坦性が高い。その理由を以下に説明する。

【００５１】

まず、テラス１０ａの幅ｘを２０μｍ以下、凹部１１の底面１１ａの幅ｙを１５μｍ以下とするのは、テラス１０ａのエッジ部上部におけるＧａＮ結晶１６の領域１６ｂの結晶欠陥を低減するためである。本発明者らの検討によると、このテラス１０ａのエッジ部上の領域１６ｂには貫通転位が多数形成されることがわかった。そこで、テラス１０ａの幅ｘ、および凹部１１の底面１１ａの幅ｙについて検討したところ、幅ｘ、ｙを広げると、ＧａＮ結晶１６中の領域１６ｂの占める割合が減り、ＧａＮ結晶１６全体の貫通転位密度が減少する方向にあることがわかった。特に、幅ｘ、ｙを２μｍ以上とした場合に、貫通転位の減少が十分であった。しかし、幅ｘ、ｙを広げすぎると、テラス１０ａや底面１１ａからｃ面ＧａＮが成長してしまい、ｍ面ＧａＮとｃ面ＧａＮが混在してしまうこともわかった。また、幅ｘ、ｙを広げることにより、ＧａＮ結晶によって凹部１１を埋め込み、サファイア基板１０上を覆うことが困難になり、表面平坦性が悪化してしまう。そこで、幅ｘを２０μｍ以下、幅ｙを１５μｍ以下に抑えることにより、良質で表面平坦性の高いｍ面ＧａＮ結晶が得られるようにしている。より望ましくは幅ｘを２～２０μｍ、幅ｙを２～１５μｍとすることである。

【００５２】

また、凹部１１の深さｚを５０ｎｍ以上とするのは、これよりも浅くすると側面１１ｂの面積が狭いために側面１１ｂからの結晶成長が難しくなり、底面１１ａやテラス１０ａからも結晶成長してしまうからである。一方、凹部１１の深さｚが深すぎると、凹部１１

の内部に原料ガスが入り込みにくくなり、側面１１ｂからの結晶成長が難しくなるため、深さｚは１．５μｍ以下であることが望ましい。よって、５０ｎｍ～１．５μｍがより望ましい。

【００５３】

また、凹部１１の側面１１ｂのサファイア基板１０の主面に対する角度θを５０～９０°とするのは、５０°よりも小さい角度では、側面１１ｂの面方位が、サファイア基板１０のｃ面からずれすぎてしまい、側面１１ｂからＧａＮを結晶成長させるのが難しくなるからである。

【００５４】

また、テラス１０ａの幅ｘ、凹部１１の底面１１ａの幅ｙ、凹部１１の深さｚ、凹部１１の側面１１ｂのサファイア基板１０の主面に対する角度θが、上記範囲を満たしていると、ＧａＮ結晶１４同士が合体する領域であって、サファイア基板１０の近傍に、容易にボイド１７を形成することができる。このボイド１７により、サファイア基板１０とＧａＮ結晶１４との熱膨張係数差、格子定数差に起因して生じる応力を緩和し、ウェハの反りを抑制することができる。

【００５５】

また、実施例１では、ＧａＮ結晶１６のｃ軸極性を揃えるために一方の側面１１ｂにマスク１３を形成しているが、マスク１３を形成したことにより、マスク１３を形成している側のテラス１０ａエッジ部上の領域１６ｂの貫通転位密度を大幅に減少させることができることも、発明者らの検討によりわかった。また、マスク１３を形成した場合、そのマスク１３を形成下側の凹部１１側面１１ｂの近傍に、ボイド１５を形成することができる。このボイド１５もまた、ボイド１７と同様に、応力を緩和し、ウェハの反りを抑制することができる。

【００５６】

以上のように、実施例１によれば、テラスの両エッジ部の上部領域における結晶欠陥が低減され、表面平坦性も高いｍ面ＧａＮ結晶を結晶成長させることができる。

【００５７】

なお、ｍ面ＧａＮ結晶１６の結晶性、表面平坦性をより高めるためには、テラス１０ａの幅ｘは１０μｍ以下ないし２～１０μｍ、凹部１１の底面１１ａの幅ｙは６μｍ以下ないし２～６μｍ、凹部１１の深さｚは１００ｎｍ以上ないし１００ｎｍ～１．５μｍ、凹部１１の側面１１ｂのサファイア基板１０の主面に対する角度θは６０～９０°、とすることが望ましく、テラス１０ａの幅ｘは２～３μｍ、凹部１１の底面１１ａの幅ｙは２～３μｍ、凹部１１の深さｚは０．５～１．５μｍ、凹部１１の側面１１ｂのサファイア基板１０の主面に対する角度θは７５～９０°、とするとさらに望ましい。

【００５８】

また、実施例１はｍ面ＧａＮ結晶を成長させるものであったが、本発明はＧａＮに限るものではなく、ｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体結晶の結晶成長に適用することができる。また、実施例１のｍ面ＧａＮ結晶はノンドープであったが、Ｓｉなどのｎ型不純物をドープしてもよいし、Ｍｇなどのｐ型不純物をドープしてもよく、物性や成長速度等を制御するための不純物をドープしてもよい。

【００５９】

また、実施例１では凹部側面の一方にマスクを形成したが、これは必ずしも必要ではない。しかし、マスクを形成しない場合、ｃ軸極性が混在してしまい、結晶が合体する領域に結晶欠陥を生じてしまい望ましくない。また、マスクを形成しないと、テラスエッジ部の両方の上部に貫通転位が多数形成されてしまい、結晶性が悪化してしまうため望ましくない。

【００６０】

また、実施例１では、サファイア基板にＡｌ薄膜を形成し、Ａｌを窒化させることでＡｌＮからなるバッファ層を形成しているが、他の方法によって形成してもよい。たとえば、凹部側面にスパッタなどによって直接ＡｌＮ膜を形成してもよい。また、ＡｌＮに限ら

ず、ＧａＮ、ＡｌＧａＮ、ＡｌＧａＩｎＮなどをバッファ層として用いてもよいが、格子整合性などからＡｌの組成比はなるべく高いことが望ましく、ＡｌＮが最も望ましい。

【産業上の利用可能性】

【００６１】

本発明のｍ面を主面とするIII 族窒化物半導体基板を用いて発光素子を作製すれば、発光効率を向上することができる。

【符号の説明】

【００６２】

１０：サファイア基板
１０ａ：テラス
１１：凹部
１２：ＡｌＮ薄膜
１３：マスク
１４、１６：ＧａＮ結晶
１５、１７：ボイド