

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5144192号  
(P5144192)

(45) 発行日 平成25年2月13日 (2013. 2. 13)

(24) 登録日 平成24年11月30日 (2012. 11. 30)

(51) Int. Cl.

F I

C 3 O B 29/38 (2006. 01)

C 3 O B 29/38

D

C 3 O B 19/12 (2006. 01)

C 3 O B 19/12

C 3 O B 19/04 (2006. 01)

C 3 O B 19/04

請求項の数 9 (全 17 頁)

(21) 出願番号 特願2007-245838 (P2007-245838)  
(22) 出願日 平成19年9月21日 (2007. 9. 21)  
(65) 公開番号 特開2009-73704 (P2009-73704A)  
(43) 公開日 平成21年4月9日 (2009. 4. 9)  
審査請求日 平成22年4月23日 (2010. 4. 23)

(73) 特許権者 000002130  
住友電気工業株式会社  
大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号  
(73) 特許権者 504176911  
国立大学法人大阪大学  
大阪府吹田市山田丘1番1号  
(74) 代理人 100064746  
弁理士 深見 久郎  
(74) 代理人 100085132  
弁理士 森田 俊雄  
(74) 代理人 100083703  
弁理士 仲村 義平  
(74) 代理人 100096781  
弁理士 堀井 豊

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 I I I 族窒化物結晶の成長方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

下地基板を準備する工程を備え、前記下地基板は、一主面を有する I I I 族窒化物種結晶を含み、前記主面が I I I 族窒化物結晶の { 1 - 1 0 0 } 面に対して  $0.1^\circ$  以上  $10^\circ$  以下の傾き角を有し、かつ前記主面における転位密度が  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満であって

前記下地基板の前記主面に I I I 族金属とアルカリ金属を含む溶媒に窒素含有ガスを溶解させた溶液を接触させて、前記下地基板の前記主面上に第 1 の I I I 族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程をさらに備え、

前記第 1 の I I I 族窒化物結晶の成長後の結晶成長面における転位密度が前記下地基板の前記主面における転位密度の  $1/10$  以下である I I I 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 2】

前記第 1 の I I I 族窒化物結晶のエピタキシャル成長の際に、前記第 1 の I I I 族窒化物結晶に存在する転位の少なくとも一部が、前記 { 1 - 1 0 0 } 面に対して実質的に平行な方向に伝搬して、前記第 1 の I I I 族窒化物結晶の外周部に排出される請求項 1 に記載の I I I 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 3】

請求項 1 の成長方法により得られた前記第 1 の I I I 族窒化物結晶に主面を形成する工程をさらに備え、前記第 1 の I I I 族窒化物結晶の前記主面は前記 { 1 - 1 0 0 } 面に対して  $0.1^\circ$  以上  $10^\circ$  以下の傾き角を有し、

10

20

前記第 1 の III 族窒化物結晶の主面に III 族金属とアルカリ金属を含む溶媒に窒素含有ガスを溶解させた溶液を接触させて、前記第 1 の III 族窒化物結晶の前記主面上に第 2 の III 族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程をさらに備える III 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 4】

前記第 2 の III 族窒化物結晶のエピタキシャル成長の際に、前記第 2 の III 族窒化物結晶に存在する転位の少なくとも一部が、前記 { 1 - 1 0 0 } 面に対して実質的に平行な方向に伝搬して、前記第 2 の III 族窒化物結晶の外周部に排出される請求項 3 に記載の III 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 5】

前記下地基板の前記主面の傾き方向と前記第 1 の III 族窒化物結晶の前記主面の傾き方向とのなす角が、 $80^\circ$  以上  $100^\circ$  以下である請求項 3 に記載の III 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 6】

前記下地基板の前記主面における転位密度が  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満であって、

前記第 2 の III 族窒化物結晶の成長後の結晶成長面における転位密度が前記下地基板の前記主面における転位密度の  $1/100$  以下である請求項 3 に記載の III 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 7】

前記アルカリ金属は、Na および Li の少なくともいずれかの金属である請求項 1 から請求項 6 までのいずれかに記載の III 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 8】

請求項 1 または請求項 2 の成長方法により得られた前記第 1 の III 族窒化物結晶に主面を形成する工程と、前記第 1 の III 族窒化物結晶の前記主面上に第 3 の III 族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程と、をさらに備える III 族窒化物結晶の成長方法。

【請求項 9】

請求項 3 から請求項 6 までのいずれかの成長方法により得られた前記第 2 の III 族窒化物結晶に主面を形成する工程と、前記第 2 の III 族窒化物結晶の前記主面上に第 4 の III 族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程と、をさらに備える III 族窒化物結晶の成長方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、発光素子、電子素子、半導体センサなどの各種半導体デバイスの基板として好ましく用いられる転位密度が低い III 族窒化物結晶の成長方法に関する。

【背景技術】

【0002】

$\text{Al}_x\text{Ga}_y\text{In}_{1-x-y}\text{N}$  結晶 ( $0 < x, 0 < y, x + y < 1$ 、以下同じ) などの III 族窒化物結晶は、発光素子、電子素子、半導体センサなどの各種半導体デバイスの基板を形成するための材料として非常に有用なものである。ここで、各種半導体デバイスの特性を向上させるために、転位密度が低く結晶性のよい III 族窒化物結晶が必要とされている。

【0003】

かかる III 族窒化物結晶を成長させる方法として、超高温超高压溶液法、フラックス法などの液相法、HVPE (ハイドライド気相成長) 法、MOCVD (有機金属化学気相堆積) 法などの気相法が提案されている。

【0004】

たとえば、特開 2004 - 244307 号公報 (以下、特許文献 1 という) は、基板と、その基板上に形成された半導体層と、その半導体層の上方に形成された III 族窒化物

10

20

30

40

50

結晶とを備えるⅢⅢⅢ族窒化物基板であって、上記半導体層が、組成式 $Al_uGa_vIn_{1-u-v}N(0 < u < 1, 0 < v < 1)$ で表される半導体からなり、その半導体層の表面が $(0001)$ 面のステップが階段状に配置された一方向に傾斜した面であり、その傾斜した面と上記 $(0001)$ 面とのなす角が、 $0.05^\circ$ 以上であり、さらに、上記半導体層上に形成されたⅢⅢⅢ族窒化物結晶のキャリア濃度の面内ばらつきが、キャリア濃度の平均値の $1/5$ 以上5倍以下であるⅢⅢⅢ族窒化物基板を開示する。

#### 【0005】

ここで、上記特許文献1は、かかるⅢⅢⅢ族窒化物結晶基板の製造方法として、基板上に、組成式 $Al_uGa_vIn_{1-u-v}N(0 < u < 1, 0 < v < 1)$ で表される半導体であって、その表面に $(0001)$ 面が存在する半導体層を形成する工程と、その半導体層の $(0001)$ 面に対して傾斜した面となるように半導体層の表面を処理する工程と、窒素を含む雰囲気下において、Ga（ガリウム）、Al（アルミニウム）およびIn（インジウム）から選ばれる少なくとも1つのⅢⅢⅢ族元素と溶剤とを含む融液に、その半導体層の表面を接触させることによって、少なくとも1つのⅢⅢⅢ族元素と窒素とを反応させて上記半導体層上にⅢⅢⅢ族窒化物結晶を成長させる工程とを含む。

#### 【0006】

上記特許文献1の方法においては、半導体層の表面が、 $(0001)$ 面が露出した階段状に加工されている。そのため、結晶育成時の異常成長を防止できる。また通常の種結晶基板を用いた場合と比較して、表面平坦性が高い結晶を得ることができる。特に、液相成長において、傾斜した基板を用いることにより、傾斜した基板を用いない場合に比べて、成長速度の向上と結晶中に取り込まれる不純物濃度の均一性が向上することが可能となる。

#### 【0007】

ここで、主面が $(0001)$ 面であるⅢⅢⅢ族窒化物基板の上にⅢⅢⅢ族窒化物結晶を成長させた場合、ⅢⅢⅢ族窒化物基板の転位がⅢⅢⅢ族窒化物結晶の成長方向である $[0001]$ 方向に伝搬しⅢⅢⅢ族窒化物結晶の成長表面に到達する。ⅢⅢⅢ族窒化物結晶を厚く成長させると、バーガーズベクトルの符号が反対で大きさが同じ転位同士が引力により合体して消滅することにより、ⅢⅢⅢ族窒化物結晶の転位密度が低減する。

#### 【0008】

しかし、結晶の転位密度が $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満になると、転位間の間隔が大きくなるため上記のような転位の合体が生じる可能性が極めて低くなる。すなわち、転位密度が $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満のⅢⅢⅢ族窒化物結晶基板にⅢⅢⅢ族窒化物結晶を成長させる場合、下地基板であるⅢⅢⅢ族窒化物結晶基板に比べて転位密度が低いⅢⅢⅢ族窒化物結晶を成長させることは困難であった。

#### 【0009】

また、従来のⅢⅢⅢ族窒化物結晶は、通常、下地基板であるⅢⅢⅢ族窒化物結晶基板の主面である $(0001)$ 面上にエピタキシャル成長させて得られるものであることから、その結晶成長面も $(0001)$ 面となり、 $(0001)$ 面がその結晶の主面となる。かかる $(0001)$ 面は、その面の垂直方向に極性を有する極性面である。このため、ⅢⅢⅢ族窒化物結晶の主面である $(0001)$ 面上に少なくとも1層の半導体結晶層を形成して得られる半導体デバイスは、分解電界が発生して電子と正孔が空間的に分離するため、発光効率などのデバイス特性が低下する問題点があった。このため、その面の垂直方向に極性がない非極性面を主面とする結晶が望まれていた。

【特許文献1】特開2004-244307号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

#### 【0010】

本発明は、非極性面を主面とする転位密度が低いⅢⅢⅢ族窒化物結晶の成長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】

## 【 0 0 1 1 】

本発明は、下地基板を準備する工程を備え、下地基板は、一主面を有するⅢ族窒化物結晶を含み、その主面がⅢ族窒化物結晶の{ 1 - 1 0 0 }面に対して $0.1^\circ$ 以上 $10^\circ$ 以下の傾き角を有し、かつその主面における転位密度が $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満であって、下地基板の主面にⅢ族金属とアルカリ金属を含む溶媒に窒素含有ガスを溶解させた溶液を接触させて、下地基板の主面上に第1のⅢ族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程をさらに備え、第1のⅢ族窒化物結晶の成長後の結晶成長面における転位密度が下地基板の上記主面における転位密度の $1/10$ 以下であるⅢ族窒化物結晶の成長方法である。

## 【 0 0 1 2 】

本発明にかかるⅢ族窒化物結晶の成長方法において、第1のⅢ族窒化物結晶のエピタキシャル成長の際に、第1のⅢ族窒化物結晶に存在する転位の少なくとも一部が、Ⅲ族窒化物結晶の{ 1 - 1 0 0 }面に対して実質的に平行な方向に伝搬して、第1のⅢ族窒化物結晶の外周部に排出され得る。

## 【 0 0 1 3 】

また、本発明にかかるⅢ族窒化物結晶の成長方法において、上記の成長方法により得られた第1のⅢ族窒化物結晶に主面を形成する工程をさらに備え、第1のⅢ族窒化物結晶の主面はⅢ族窒化物結晶の{ 1 - 1 0 0 }面に対して $0.1^\circ$ 以上 $10^\circ$ 以下の傾き角を有し、第1のⅢ族窒化物結晶の主面にⅢ族金属とアルカリ金属を含む溶媒に窒素含有ガスを溶解させた溶液を接触させて、第1のⅢ族窒化物結晶の主面上に第2のⅢ族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程をさらに備えることができる。

## 【 0 0 1 4 】

ここで、第2のⅢ族窒化物結晶のエピタキシャル成長の際に、第2のⅢ族窒化物結晶に存在する転位の少なくとも一部が、Ⅲ族窒化物結晶の{ 1 - 1 0 0 }面に対して実質的に平行な方向に伝搬して、第2のⅢ族窒化物結晶の外周部に排出され得る。また、下地基板の主面の傾き方向と第1のⅢ族窒化物結晶の主面の傾き方向とのなす角を、 $80^\circ$ 以上 $100^\circ$ 以下とすることができる。また、下地基板の主面における転位密度が $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満であって、第2のⅢ族窒化物結晶の成長後の結晶成長面における転位密度を下地基板の主面における転位密度の $1/100$ 以下とすることができる。

## 【 0 0 1 5 】

また、本発明にかかるⅢ族窒化物結晶の成長方法において、アルカリ金属を、NaおよびLiの少なくともいずれかの金属とすることができる。

## 【 0 0 1 6 】

また、本発明にかかるⅢ族窒化物結晶の成長方法において、上記のいずれかの成長方法により得られた第1のⅢ族窒化物結晶に主面を形成する工程と、第1のⅢ族窒化物結晶の主面上に第3のⅢ族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程とさらに含むことができる。また、上記のいずれかの成長方法により得られた第2のⅢ族窒化物結晶に主面を形成する工程と、第2のⅢ族窒化物結晶の主面上に第4のⅢ族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程とをさらに含むことができる。

## 【 発明の効果 】

## 【 0 0 1 7 】

本発明によれば、非極性面を主面とする転位密度が低いⅢ族窒化物結晶の成長方法を提供することができる。

## 【 発明を実施するための最良の形態 】

## 【 0 0 1 8 】

## ( 実施形態 1 )

本発明にかかるⅢ族窒化物結晶の成長方法の一実施形態は、図1を参照して、下地基板10を準備する工程(図1(a))を備える。ここで、下地基板10は一主面10m

10

20

30

40

50

を有するⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aを含みかつ主面10mがⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面10cに対して0.1°以上10°以下の傾き角を有する。また、下地基板10の主面10mにⅠⅠⅠ族金属元素とアルカリ金属元素を含む溶媒3に窒素含有ガス5を溶解させた溶液を接触させて(図1(b))、下地基板10の主面10m上に第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20をエピタキシャル成長させる工程(図1(c))をさらに備える。

#### 【0019】

本実施形態のⅠⅠⅠ族窒化物結晶の成長方法によれば、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20のエピタキシャル成長の際に、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20に存在する転位の少なくとも一部が、ⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面10cに対して実質的に平行な方向に伝搬して、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20の外周部に排出される。これにより、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20の転位密度を低減することができる。

10

#### 【0020】

本実施形態のⅠⅠⅠ族窒化物結晶の成長方法は、図1(a)を参照して、下地基板10を準備する工程(下地基板準備工程)を備える。準備される下地基板10は、一主面10mを有するⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aを含みかつ主面10mがⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面10cに対して0.1°以上10°以下の傾き角を有する。下地基板10は、一主面10mを有するⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aを含むため、その主面10m上に第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶10をエピタキシャル成長させることが可能となる。したがって、下地基板10のⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面10cに対して傾き角1が0.1°以上10°以下、すなわち、{1-100}面10cに近い面方位を有する主面10m上に第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20がエピタキシャル成長する。

20

#### 【0021】

上記エピタキシャル成長において、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20は、下地基板10のⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aの面方位を受け継ぐため、ⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10の{1-100}面10cおよび第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20の{1-100}面20cは、いずれもⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面10c、20cとして、互いに平行な面である。したがって、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶の結晶成長面20sは{1-100}面である。これにより、非極性面たる{1-100}面である結晶成長面20mを有する第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20が得られる。

#### 【0022】

30

ここで、下地基板10は、主面10mを有するⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aを含むものであれば特に制限はなく、下地基板10全体がⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aであってもよく、下地基板10がⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aとそれ以外のものを含むもの、たとえばⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aがⅠⅠⅠ族窒化物以外の異種基板上に形成されているテンプレート基板であってもよい。

#### 【0023】

また、エピタキシャル成長させる第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶20は、特に制限はないが、基板10のⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aとの間の格子整合性を高めるため、ⅠⅠⅠ族窒化物種結晶10aと同じ化学組成を有することが好ましい。

#### 【0024】

40

ここで、上記のような下地基板10の製造方法は、特に制限はなく、たとえば以下の方法が可能である。すなわち、従来の通常の気相法または液相法で、主面を(0001)面とするⅠⅠⅠ族窒化物バルク結晶を厚く成長させる。得られたⅠⅠⅠ族窒化物バルク結晶を、ⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面に対して0.5°以上10°以下の傾き角を有する面に平行な面でスライスして、スライス面を研磨および/または研削することにより鏡面化することにより得られる。スライス方法には、特に制限はなく、ワイヤソー、内周刃、外周刃、レーザー光などが用いられる。

#### 【0025】

また、下地基板10の主面10mがⅠⅠⅠ族窒化物結晶の{1-100}面10cに対して0.1°以上10°以下の傾き角1を有しているため、第1のⅠⅠⅠ族窒化物結晶

50

20の成長の際、第1のIII族窒化物結晶20に存在する転位の少なくとも一部が、{1-100}面10cに対して実質的に平行な方向に伝搬して、第1のIII族窒化物結晶の外周部に排出される。

#### 【0026】

また、本実施形態のIII族窒化物結晶の成長方法は、図1(b)および(c)を参照して、上記下地基板10の主面10mにIII族金属とアルカリ金属を含む溶媒3に窒素含有ガス5を溶解させた溶液を接触させて、下地基板10の主面10m上に第1のIII族窒化物結晶20をエピタキシャル成長させる工程(第1のIII族窒化物結晶成長工程)をさらに備える。かかる第1のIII族窒化物結晶20のエピタキシャル成長工程は、たとえば、以下のようにして行なわれる。

10

#### 【0027】

まず、図1(b)を参照して、結晶成長容器1内に、下地基板1をその主面1mを上に向けて配置し、III族金属とアルカリ金属を含む溶媒3を入れる。この溶媒3は室温(約25℃)中では固体であるが、後の加熱によって液化する。

#### 【0028】

III族金属とアルカリ金属を含む溶媒3には、特に制限はないが、純度の高いIII族窒化物結晶10を成長させる観点から、III族金属およびアルカリ金属の純度の高いものが好ましい。かかる観点から、溶媒3は、純度が99モル%以上のIII族金属と純度が99モル%以上のアルカリ金属の混合物が好ましく、99.999モル%以上のIII族金属と99.999モル%以上のアルカリ金属の混合物がより好ましい。ここで、溶媒3が2種類以上のIII族金属を含む場合は、各種III族金属のそれぞれの純度が、99モル%以上であることが好ましく、99.999モル%以上であることがより好ましい。また、溶媒3が2種類以上のアルカリ金属を含む場合は、各種アルカリ金属のそれぞれの純度が、99モル%以上であることが好ましく、99.999モル%以上であることがより好ましい。

20

#### 【0029】

III族金属およびアルカリ金属を含む溶媒3を用いると、III族金属を含み不純物濃度(たとえば溶媒全体に対して1モル%未満の濃度)以上にはアルカリ金属を含まない溶媒を用いる場合に比べて、III族窒化物結晶の成長温度、成長圧力を低減させ、結晶成長速度を高めることができる。これは、溶媒3に含まれているアルカリ金属が、溶媒3への窒素含有物5の溶解を促進させるためと考えられる。ここで、アルカリ金属は、特に制限はないが、III族窒化物結晶の成長を促進させる観点から、NaおよびLiの少なくともいずれかの金属であることが好ましい。

30

#### 【0030】

溶媒3に含まれるIII族金属原子 $M_{III}$ とアルカリ金属原子 $M_A$ とのモル比は、特に制限はないが、III族窒化物結晶の成長温度、成長圧力を低減させ、結晶成長速度を高める観点から、 $M_{III}:M_A=90:10\sim10:90$ が好ましく、 $M_{III}:M_A=50:50\sim20:80$ がより好ましい。 $M_{III}:M_A=90:10$ よりIII族金属原子 $M_{III}$ のモル比が大きくても、 $M_{III}:M_A=10:90$ よりアルカリ金属原子 $M_A$ のモル比が大きくても、結晶成長速度が低下する。

40

#### 【0031】

また、結晶成長容器1に入れられるIII族金属およびアルカリ金属を含む溶媒3の量は、特に制限はないが、液化した溶媒3(融液)の深さは、溶媒3の表面から下地基板10の主面10mまでが、1mm以上50mm以下であることが好ましい。かかる深さが1mmより小さいと溶媒3の表面張力のため下地基板10の主面10mを溶媒3(融液)が覆わない恐れがあり、50mmより大きいと溶媒3の液面からの窒素の供給が不足してしまうためである。

#### 【0032】

次に、下地基板10と、III族金属およびアルカリ金属を含む溶媒3とが配置された結晶成長容器1を加熱し、結晶成長容器1内の溶媒3内に窒素含有ガス5を供給して、結

50

晶成長容器 1 内の温度（結晶成長温度）を 700 ~ 900 結晶成長容器 1 内の窒素含有ガスの圧力（結晶成長圧力）を 0.5 MPa ~ 5 MPa とする。このとき、III 族金属とアルカリ金属を含む溶媒 3 が液化して、液化した溶媒 3 中に窒素含有ガス 5 が溶解する。このようにして、III 族金属を含む溶媒 3 に窒素含有ガス 5 が溶解した溶液を下地基板 10 の主面 10m に接触させることができ、主面 10m 上に第 1 の III 族窒化物結晶 20 がエピタキシャル成長する。

#### 【0033】

かかる下地基板 10 の主面 10m 上に III 族窒化物結晶 20 をエピタキシャル成長させると、下地基板 10 から受け継がれ、または、結晶成長の際に発生し、III 族窒化物結晶 20 に存在する転位の少なくとも一部が {1-100} 面 10c, 20c に対して実質的に平行な方向に伝搬して III 族窒化物結晶 20 の外周部に排出されるため、第 1 の III 族窒化物結晶 20 の転位密度を低減することができる。

10

#### 【0034】

このような低減方法は、バーガーズベクトルの符号が反対で大きさが同じ転位同士が引力により合体して消滅することによる転位密度の低減とは異なり、結晶の転位密度が  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満となっても、転位密度をさらに低減することができる。結晶の表面における転位密度は、カソードルミネッセンス (CL) 法により測定することができる。

#### 【0035】

ここで、結晶の {hkl} 面、<hkl> 方向は、結晶の X 線回折により特定することができる。ここで、 $i = -(h + k)$  であり、h、k および l は、いずれも整数であり、それぞれ同じであっても異なってもよい。また、結晶の転位の伝搬の様子（転位伝搬線 20d）は、光散乱トモグラフィ法により観察することができる。なお、{hkl} 面とは、(hkl) 面および ( $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ ) 面と幾何学的に等価な結晶面を含む総称である。<hkl> 方向とは、[hkl] 方向および  $[\bar{h}\bar{k}\bar{l}]$  方向と幾何学的に等価な方向を含む総称である。

20

#### 【0036】

本実施形態における第 1 の III 族窒化物結晶 20 の転位の低減のメカニズムを以下に説明する。図 2 (a) を参照して、本実施形態における下地基板 10 の主面 10m は、ミクロ的には、複数の {1-100} 面である複数のテラス面 10mc と、それらのテラス面 10mc それぞれに対してそれぞれがある角度を持つ複数のステップ面 10t とで、それぞれ構成される複数のステップ 10s を有する階段状の凹凸面である。

30

#### 【0037】

図 2 (b) を参照して、上記のような主面 10m 上に第 1 の III 族窒化物結晶 20 を成長させると、第 1 の III 族窒化物結晶 20 は、主面 10m のテラス面 10mc からこのテラス面 10mc に垂直な方向と、主面 10m のステップ面 10t からテラス面 10mc に平行な方向に成長する。このため、第 1 の III 族窒化物結晶 20 の成長中の結晶成長面 20a, 20b には、複数の {1-100} 面である複数のテラス面 20ac, 20bc と、それらのテラス面 20ac, 20bc のそれぞれに対してそれぞれがある角度を有する複数のステップ面 20at, 20bt とで、それぞれ構成される複数のステップ 20as, 20bs が形成される。

40

#### 【0038】

ここで、テラス面 20ac, 20bc に平行な方向の結晶成長は、テラス面 20ac, 20bc に垂直な方向の結晶成長に比べて優勢である。また、転位は結晶の成長方向に伝搬する。このため、下地基板 10 の主面から受け継がれ、または、結晶成長の際に発生して、結晶に存在する転位を {1-100} 方向に実質的に平行に伝搬させて（図 1 (c) および図 2 (b) の転位伝搬線 20d を参照）、結晶の外周部に排出させることができるものと考えられる。ここで、転位伝搬線 20d とは、転位の伝搬の軌跡を示す線をいう。

#### 【0039】

ここで、結晶に存在する転位が伝搬する方向である {1-100} 面に実質的に平行な方向とは、フラックス法による第 1 の III 族窒化物結晶 20 の成長において、テラス面

50

20 a c , 20 b c に平行な方向の結晶成長速度はテラス面 20 a c , 20 b c に垂直な方向の結晶成長速度に比べて約 2 倍以上となることから、テラス面 20 a c , 20 b c に対する傾き角  $\theta_1$  (これは、転位伝搬線 20 d と  $\{1-100\}$  面 10 c , 20 c とのなす転位伝搬角  $\theta_1$  でもある) が約 26 ° 以下の方向を意味する。

#### 【0040】

図 2 ( b ) を参照して、III 族窒化物結晶 20 の成長とともに、ステップ面 20 a t , 20 b t が転位とともに結晶の外周部へ移動 (ステップ・フロー) して、ある結晶成長面 20 e においてステップ面が消滅する。さらに、結晶が  $\{1-100\}$  面 20 c に垂直な方向に成長して結晶成長面 20 s として  $\{1-100\}$  面を有する第 1 の III 族窒化物結晶 20 が得られる。このようにして、 $\{1-100\}$  面という非極性面である結晶成長面 20 s における転位密度が低減した第 1 の III 族窒化物結晶 20 が得られる。

10

#### 【0041】

下地基板 10 において、III 族窒化物結晶の  $\{1-100\}$  面 10 c に対する主面 10 m の傾き角  $\theta_1$  が、0 . 1 ° より小さいと下地基板 10 の主面 10 m に存在するステップ 10 s の数が少なく転位を  $\{1-100\}$  面と実質的に平行な方向に効率的に伝搬させることができなくなり、10 ° より大きいと主面 10 m に存在するステップ 10 s の数が多くなり、結晶成長中にステップ 20 a s , 20 b s が合体してマクロステップ化する (図示せず)。マクロステップが生じると、マクロステップに溶媒 3 が巻き込まれて結晶中に液胞が生じやすくなる。かかる観点から、傾き角  $\theta_1$  は、0 . 1 ° 以上 10 ° 以下であることがより好ましい。

20

#### 【0042】

また、 $\{1-100\}$  面 10 c に対する主面 10 m の傾きの方向 10 h は、特に制限はないが、結晶対称性の観点から、 $\langle 0001 \rangle$  方向、 $\langle 11-20 \rangle$  方向などであることが好ましく、 $\langle 0001 \rangle$  方向がより好ましい。ここで、 $\langle 0001 \rangle$  方向には、幾何学的に等価な  $[0001]$  方向 (  $(0001)$  G a 面の法線方向 ) と  $[000-1]$  方向 (  $(000-1)$  N 面の法線方向 ) が存在する。本実施形態においては、下地基板 10 の主面 10 m の傾き方向 10 h が、 $[0001]$  方向および  $[000-1]$  方向のいずれの方向であっても、第 1 の III 族窒化物結晶 20 の結晶成長面にステップの形成が可能である。下地基板 10 の主面の傾き方向 10 h は、ステップ・フローの速度が高い観点から、 $[0001]$  方向であることがより好ましい。

30

#### 【0043】

本実施形態の III 族窒化物結晶の成長方法においては、上記の傾き角  $\theta_1$  に加えて、主面 10 m における転位密度が  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満の下地基板 10 の主面 10 m 上に成長させる第 1 の III 族窒化物結晶 20 の成長後の結晶成長面 20 s における転位密度が下地基板 10 の主面 10 m における転位密度の  $1/10$  以下とすることができる。

#### 【0044】

本実施形態においては、バーガースベクトルの符号が反対で大きさが同じ転位同士が引力により合体して消滅することによる転位密度の低減とは異なり、第 1 の III 族窒化物結晶 20 に存在する転位の少なくとも一部を  $\{1-100\}$  面 10 c 、 20 c に実質的に平行な方向に伝搬させて結晶の外周部に排出させて転位密度の低減を図っているため、下地基板 10 の主面 10 m における転位密度が  $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$  未満であっても、成長させる第 1 の III 族窒化物結晶 20 の転位密度をさらに低減させ、成長後の結晶成長面 20 s における転位密度を下地基板 10 の主面 10 m における転位密度の  $1/10$  以下とすることができる。

40

#### 【0045】

##### (実施形態 2)

本発明にかかる III 族窒化物結晶の成長方法の他の実施形態は、図 3 を参照して、実施形態 1 の成長方法により得られた第 1 の III 族窒化物結晶 20 に主面 20 m を形成する工程 (図 3 ( a ) ) をさらに備える。ここで、第 1 の III 族窒化物結晶 20 の主面 20 m は、 $\{1-100\}$  面 10 c , 20 c に対して 0 . 1 ° 以上 10 ° 以下の傾き角  $\theta_2$

50



を有する。また、第1のIII族窒化物結晶20の主面20mにIII族金属とアルカリ金属を含む溶媒3に窒素含有ガス5を溶解させた溶液を接触させて(図3(b))、第1のIII族窒化物結晶20の主面20m上に第2のIII族窒化物結晶30をエピタキシャル成長させる工程(図3(c))をさらに備える。

【0046】

本実施形態のIII族窒化物結晶の成長方法によれば、第2のIII族窒化物結晶30のエピタキシャル成長の際に、第2のIII族窒化物結晶30に存在する転位の少なくとも一部が、III族窒化物結晶の{1-100}面10c, 20c, 30cに対して実質的に平行な方向に伝搬して、第2のIII族窒化物結晶20の外周部に排出される。これにより、第2のIII族窒化物結晶30の転位密度を低減することができる。

10

【0047】

本実施形態のIII族窒化物結晶の成長方法は、図3(a)を参照して、実施形態1の成長方法により得られた第1のIII族窒化物結晶20に主面20mを形成する工程をさらに備える。かかる工程において、主面20mの形成方法には、特に制限はなく、切断、切削、研磨など各種の方法が可能である。

【0048】

第1のIII族窒化物結晶20の主面20mは、III族窒化物結晶の{1-100}面10c, 20cに対して0.1°以上10°以下の傾き角 $\theta_2$ を有しているため、第2のIII族窒化物結晶30の成長の際、第2のIII族窒化物結晶30に存在する転位の少なくとも一部が、{1-100}面10c, 20cに対して実質的に平行な方向に伝搬して、第2のIII族窒化物結晶30の外周部に排出される。ここで、図3(b)および(c)を参照して、第2のIII族窒化物結晶30の転位の低減のメカニズムは、実施形態1における第1のIII族窒化物結晶20の転位の低減のメカニズムと同様である。したがって、図3(c)において、転位伝搬線30dと{1-100}面20cとのなす転位伝搬角 $\theta_2$ は、実施形態1における転位伝搬角 $\theta_1$ と同様に、約26°以下となる。

20

【0049】

また、本実施形態のIII族窒化物結晶の成長方法は、図3(b)および(c)を参照して、第1のIII族窒化物結晶20の主面20mにIII族金属とアルカリ金属を含む溶媒3に窒素含有ガス5を溶解させた溶液を接触させて、第1のIII族窒化物結晶20の主面20m上に第2のIII族窒化物結晶30をエピタキシャル成長させる工程(第2のIII族窒化物結晶の成長工程)をさらに備える。かかる第2のIII族窒化物結晶30のエピタキシャル成長工程は、実施形態1の第1のIII族窒化物結晶20のエピタキシャル成長工程と同様にして行なわれる。

30

【0050】

ここで、第2のIII族窒化物結晶30は第1のIII族窒化物結晶20の主面20m上にエピタキシャル成長し、第1のIII族窒化物結晶20は下地基板10の主面上にエピタキシャル成長したものであるため、III族窒化物結晶の面方位が、第1のIII族窒化物結晶および第2のIII族窒化物結晶においても保持されている。したがって、III族窒化物結晶10a、第1のIII族窒化物結晶20および第2のIII族窒化物結晶30の{1-100}面10c, 20c, 30cは、いずれもがIII族窒化物結晶の{1-100}面10c, 20c, 30cとして互いに平行である。

40

【0051】

したがって、本実施形態のIII族窒化物結晶の成長方法において、{1-100}面という非極性面である結晶成長面30sにおける転位密度が低減した第2のIII族窒化物結晶30が得られる。

【0052】

また、本実施形態における第2のIII族窒化物結晶30の成長の際の転位の低減のメカニズムは、実施形態1における第1のIII族窒化物結晶20の成長の際の転位の低減のメカニズムと同様である。したがって、第2のIII族窒化物結晶30の結晶成長後の成長面30sにおける転位密度は第1のIII族窒化物結晶20の主面20mにおける転

50

位密度の $1/10$ 以下とすることができる。また、第1のIII族窒化物結晶20の主面20mにおける転位密度は、下地基板10の主面10mにおける転位密度( $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満)の $1/10$ 以下とすることができる。したがって、本実施形態において、下地基板10の主面10mにおける転位密度が $1 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満であっても、第2のIII族窒化物結晶30の結晶成長後の成長面30sにおける転位密度を下地基板10の主面10mにおける転位密度の $1/100$ 以下とすることができる。

#### 【0053】

また、本実施形態のIII族窒化物結晶の成長方法において、図1(c)、図3(c)および図4を参照して、下地基板10の主面10mの傾き方向10hと第1のIII族窒化物結晶20の主面20mの傾き方向20hとのなす角度が、 $80^\circ$ 以上 $100^\circ$ 以下

10

#### 【0054】

ここで、図4(a)を参照して、第1のIII族窒化物結晶20の転位伝搬線20dを $\{1-100\}$ 面10cに投影した方向は、下地基板10の主面10mの傾き方向10hと同じである。また、図4(b)を参照して、第2のIII族窒化物結晶30の転位伝搬線30dを $\{1-100\}$ 面10cに投影した方向は、第1のIII族窒化物結晶20の主面の傾き方向20hと同じである。

#### 【0055】

したがって、下地基板10の主面10mの傾き方向10hと第1のIII族窒化物結晶20の主面20mの傾き方向20hを異ならせることにより、第1のIII族窒化物結晶における転位伝搬方向と第2のIII族窒化物結晶における転位伝搬方向を異ならせることができ、第1のIII族窒化物結晶の成長の際に結晶の外周部に排出できなかった転位を第2のIII族窒化物結晶の成長の際に結晶の外周部に排出することができ、III族窒化物結晶の転位密度をより低減することができる。

20

#### 【0056】

ここで、図4(b)を参照して、下地基板10の主面10mの傾き方向10hと第1のIII族窒化物結晶20の主面20mの傾き方向20hとのなす角度、すなわち第1のIII族窒化物結晶における転位伝搬線を $\{1-100\}$ 面に投影した方向と第2のIII族窒化物結晶における $\{1-100\}$ 面に投影した方向とのなす角度を $80^\circ$ 以上 $100^\circ$ 以下としたが、この角度範囲であれば実質的に $\langle 0001 \rangle$ 方向と $\langle 11-20 \rangle$ 方向(順不問)へ転位を伝播させることができるためである。なお、より効率よく転位を結晶側面より外部に吐き出させるためには、 $\langle 0001 \rangle$ 方向と $\langle 11-20 \rangle$ 方向の方位差 $90^\circ$ に対して、 $85^\circ$ 以上 $95^\circ$ 以下であることが望ましい。

30

#### 【0057】

また、エピタキシャル成長させる第2のIII族窒化物結晶30は、特に制限はないが、第1のIII族窒化物結晶20との間の格子整合性を高めるため、第1のIII族窒化物結晶20と同じ化学組成を有することが好ましい。

#### 【0058】

##### (実施形態3)

40

本発明にかかるIII族窒化物結晶の成長方法のさらに他の実施形態は、図5を参照して、実施形態1の成長方法により得られた第1のIII族窒化物結晶20の主面20mを形成する工程(図5(a))と、第1のIII族窒化物結晶20の主面20m上に第3のIII族窒化物結晶40をエピタキシャル成長させる工程(図5(b))とを含む。転位密度が低減した第1のIII族窒化物結晶20の主面20m上に、第3のIII族窒化物結晶40を成長させることにより、成長後の結晶成長面40sの転位密度が低減した第3のIII族窒化物結晶40が得られる。

#### 【0059】

ここで、第1のIII族窒化物結晶20の主面20mを形成する方法には、特に制限はなく、切断、切削、研磨など各種の方法が可能である。また、主面20mの面方位は、特

50

に制限はないが、 $\{1-100\}$ 面または $\{1-100\}$ 面との傾き角が小さな面とすることにより、エピタキシャル成長させる第3のIII族窒化物結晶40の結晶成長面40sを $\{1-100\}$ 面とすることができる。こうして、 $\{1-100\}$ 面という非極性面である結晶成長面40sにおける転位密度が低減した第3のIII族窒化物結晶40が得られる。

#### 【0060】

また、第3のIII族窒化物結晶40の結晶成長方法は、特に制限はなく、本発明の液相法その他、HVPE（ハイドライド気相成長）法、MOCVD（有機金属化学気相堆積）法などの気相法を用いることができる。結晶成長速度が高い観点から、HVPE法が好ましい。

10

#### 【0061】

また、エピタキシャル成長させる第3のIII族窒化物結晶40は、特に制限はないが、第1のIII族窒化物結晶20との間の格子整合性を高めるため、第1のIII族窒化物結晶20と同じ化学組成を有することが好ましい。

#### 【0062】

##### （実施形態4）

本発明にかかるIII族窒化物結晶の成長方法のさらに他の実施形態は、図6を参照して、実施形態2の成長方法により得られた第2のIII族窒化物結晶30に主面30mを形成する工程（図6（a））と、第2のIII族窒化物結晶30の主面30m上に第4のIII族窒化物結晶50をエピタキシャル成長させる工程（図6（b））とを含む。転位密度が低減した第2のIII族窒化物結晶30の主面30m上に、第4のIII族窒化物結晶50を成長させることにより、結晶成長後の成長面50sの転位密度が低減した第4のIII族窒化物結晶50が得られる。

20

#### 【0063】

ここで、第2のIII族窒化物結晶30に主面30mを形成する方法には、特に制限はなく、切断、切削、研磨など各種の方法が可能である。また、主面30mの面方位は、特に制限はないが、 $\{1-100\}$ 面または $\{1-100\}$ 面との傾き角が小さな面とすることにより、エピタキシャル成長させる第4のIII族窒化物結晶50の結晶成長面50sを $\{1-100\}$ 面とすることができる。こうして、 $\{1-100\}$ 面という非極性面である結晶成長面50sにおける転位密度が低減した第4のIII族窒化物結晶50が得られる。

30

#### 【0064】

また、第4のIII族窒化物結晶50の結晶成長方法は、特に制限はなく、本発明の液相法その他、HVPE（ハイドライド気相成長）法、MOCVD（有機金属化学気相堆積）法などの気相法を用いることができる。結晶成長速度が高い観点から、HVPE法が好ましい。

#### 【0065】

また、エピタキシャル成長させる第4のIII族窒化物結晶50は、特に制限はないが、第2のIII族窒化物結晶30との間の格子整合性を高めるため、第2のIII族窒化物結晶30と同じ化学組成を有することが好ましい。

40

#### 【実施例】

#### 【0066】

##### （実施例1）

図1（a）を参照して、まず、下地基板10として5mm×10mm×厚さ350μmのウルツ鉱型GaN結晶基板を準備した。このGaN基板（下地基板10）は、主面10mが $(1-100)$ 面（ $\{1-100\}$ 面10c）に対して $[0001]$ 方向（傾き方向10h）に $0.1^\circ$ の傾き角1を有しており、その主面10mが研磨加工により鏡面にされている。このGaN基板（下地基板10）の主面10mにおける面内転位密度をカソードルミネセンス法により暗点として検出し測定したところ、面内平均転位密度は $9.0 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ であった。

50

## 【0067】

ここで、GaN基板（下地基板10）は、従来の通常の気相法または液相法で厚く成長させた主面（0001）面とするGaNバルク結晶を、（1-100）面に平行な面でワイヤーソーによりスライスし、スライス面を研磨することによって得られたものである。

## 【0068】

図1（b）および（c）を参照して、次に、液相法としてNaフラックス法によりGaN基板（下地基板10）の主面10m上に第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）を厚さ3000 $\mu\text{m}$ に成長させた。具体的には、アルミナ製の坩堝（結晶成長容器1）中にGaN基板をその主面10mを上に向けて坩堝底面に置き、20gの金属Ga（純度が99.9モル%）と15gの金属Na（純度が99.9モル%）を入れて、800  
10  
まで加熱し、GaN基板（下地基板10）に接触するGa-Na融液（溶媒3）を形成した。このGa-Na融液（溶媒3）に、純度が99.9モル%で圧力が5MPaの窒素ガス（窒素含有ガス5）を300時間供給し、第1のGaN結晶を平均成長厚さ3000 $\mu\text{m}$ に成長させた。平均結晶成長速度は10 $\mu\text{m}$ で、第1のGaN結晶の成長後の結晶成長面の面方位は（1-100）であった。

## 【0069】

次に、成長させた第1のGaN結晶を坩堝から取り出し、その表面を研磨加工し鏡面化した。この鏡面化された第1のGaN結晶の表面について、GaN基板と同様にカソードルミネセンス法により面内平均転位密度を調べたところ、面内平均転位密度は4.0 $\times 10^6\text{cm}^{-2}$ であった。この第1のGaN結晶の転位伝搬の様子を光散乱トモグラフィによ  
20  
り観察したところ、GaN基板に近い成長初期において、転位は（1-100）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し、結晶外周側面に到達していることが確認された。また、蛍光顕微鏡により結晶内部を観察したところ、液胞は認められなかった。

## 【0070】

## （実施例2）

GaN基板（下地基板10）の主面10mが（1-100）面に対して[0001]方向に0.5°の傾き角1を有していること以外は、実施例1と同様にして第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）を成長させ、その表面を鏡面化した。この第1のGaN結晶について、表面における平均転位密度は、3.0 $\times 10^5\text{cm}^{-2}$ であり、GaN  
30  
基板に近い成長初期において転位は（1-100）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し結晶外周側面に到達していることが確認され、結晶内部に液胞は認められなかった。

## 【0071】

## （実施例3）

GaN基板（下地基板10）の主面10mが（1-100）面に対して[0001]方向に5°の傾き角1を有していること以外は、実施例1と同様にして第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）を成長させ、その表面を鏡面化した。この第1のGaN結晶について、表面における平均転位密度は、8.0 $\times 10^4\text{cm}^{-2}$ であり、GaN  
40  
基板に近い成長初期において転位は（1-100）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し結晶外周側面に到達していることが確認され、結晶内部に液胞は認められなかった。

## 【0072】

## （実施例4）

GaN基板（下地基板10）の主面10mが（1-100）面に対して[0001]方向に10°の傾き角1を有していること以外は、実施例1と同様にして第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）を成長させ、その表面を鏡面化した。この第1のGaN結晶について、表面における平均転位密度は、6.0 $\times 10^4\text{cm}^{-2}$ であり、GaN  
50  
基板に近い成長初期において転位は（0001）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し結晶外周側面に到達していることが確認され、実用上は問題とならない範囲であるが、結晶内部に極めて少量の液胞が認められた。

## 【0073】

## （比較例1）

GaN基板（下地基板10）の主面10mが（1 - 100）面（傾き角 1が0°）であること以外は、実施例1と同様にして第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）を成長させ、その表面を鏡面化した。この第1のGaN結晶について、表面における平均転位密度は、 $1.0 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ であり、転位は（1 - 100）面に対してほぼ垂直な方向に伝搬していることを確認され、結晶内部に液胞は認められなかった。

【0074】

（比較例2）

GaN基板（下地基板10）の主面10mが（1 - 100）面に対して[0001]方向に11°の傾き角 1を有していること以外は、実施例1と同様にして第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）を成長させ、その表面を鏡面化した。この第1のGaN結晶について、表面における平均転位密度は、 $5.1 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ であり、GaN基板に近い成長初期において転位は（1 - 100）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し結晶外周側面に到達していることが確認されたが、結晶内部に液胞が認められた。

【0075】

（実施例5）

図3（a）を参照して、実施例3で得られた第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）の表面を研削および研磨することにより、（1 - 100）面に対して[0001]方向（傾き方向20h）に5°の傾き角 2を有する主面20mを形成した。本実施例においては、図4を参照して、GaN基板（下地基板10）の主面10mの傾き方向10hと第1のGaN結晶の主面20mの傾き方向20hとのなす角度 は0°であった。

【0076】

次に、図3（b）および（c）を参照して、第1のGaN結晶の主面20m上に、実施例1と同様のNaフラックス法により、第2のGaN結晶（第2のIII族窒化物結晶30）を厚さ3000μmに成長させ、その表面を鏡面化した。この第2のGaN結晶について、表面における平均転位密度は $5.0 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ と実施例3の第1のGaN結晶の平均転位密度（ $8.0 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ ）に比べてわずかに減少し、第1のGaN結晶に近い成長初期において転位は（1 - 100）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し結晶外周側面に到達していることが確認され、結晶内部に液胞は認められなかった。

【0077】

（実施例6）

図3（a）を参照して、実施例3で得られた第1のGaN結晶（第1のIII族窒化物結晶20）の表面を研削および研磨することにより、（1 - 100）面に対して[11-20]方向（傾き方向20h）に5°の傾き角 2を有する主面20mを形成した。本実施例においては、図4を参照して、GaN基板（下地基板10）の主面10mの傾き方向10hと第1のGaN結晶の主面20mの傾き方向20hとのなす角度 は90°であった。

【0078】

次に、図3（b）および（c）を参照して、第1のGaN結晶の主面20m上に、実施例1と同様のNaフラックス法により、第2のGaN結晶（第2のIII族窒化物結晶30）を厚さ3000μmに成長させ、その表面を鏡面化した。この第2のGaN結晶について、表面における平均転位密度は $6.0 \times 10^3 \text{ cm}^{-2}$ と実施例3の第1のGaN結晶の平均転位密度（ $8.0 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ ）に比べて著しく減少し、第1のGaN結晶に近い成長初期において転位は（1 - 100）面に対して実質的に平行な方向に伝搬し結晶外周側面に到達していることが確認され、結晶内部に液胞は認められなかった。

【0079】

実施例1～4および比較例1，2から、主面が{1 - 100}面に対して0.1°以上10°以下の傾き角をする下地基板のその主面上に、第1のIII族窒化物結晶をエピタキシャル成長させることにより、第1のIII族窒化物結晶に存在する転位の少なくとも一部が{1 - 100}面に対して実質的に平行な方向に伝搬して第1のIII族窒化物結晶の外周部に排出され、結晶成長後の結晶成長面における転位密度が低減した第1のIII

I 族窒化物結晶が得られることがわかった。

【0080】

また、実施例 3、5 および 6 から、上記第 1 の I I I 族窒化物結晶に { 1 - 1 0 0 } に  
対して 0 . 1 ° 以上 1 0 ° 以下の傾き角を有する主面を形成し、この第 1 の I I I 族窒化  
物結晶の主面上に第 2 の I I I 族窒化物結晶をエピタキシャル成長させることにより、第  
2 の I I I 族窒化物結晶に存在する転位の少なくとも一部が { 1 - 1 0 0 } 面に対して実  
質的に平行な方向に伝搬して第 2 の I I I 族窒化物結晶の外周部に排出され、結晶成長後  
の結晶成長面における転位密度が低減した第 2 の I I I 族窒化物結晶が得られることがわ  
かった。ここで、下地基板の主面の傾き方向と第 1 の I I I 族窒化物結晶の主面の傾き方  
向とのなす角が 8 0 ° 以上 1 0 0 ° 以下であると、第 2 の I I I 族窒化物結晶の転位密度  
は、下地基板および第 1 の I I I 族窒化物結晶の転位密度に比べて、著しく低減すること  
がわかった。

10

【0081】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものでは  
ないと考えられるべきである。本発明の範囲は、上記した説明でなくて特許請求の範囲に  
よって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内のすべての変更が含まれること  
が意図される。

【図面の簡単な説明】

【0082】

【図 1】本発明にかかる I I I 族窒化物結晶の成長方法の一実施形態を示す概略断面図で  
ある。ここで、( a ) は下地基板を準備する工程を示し、( b ) および ( c ) は下地基板  
上に第 1 の I I I 族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる工程を示す。

20

【図 2】本発明にかかる I I I 族窒化物結晶の成長方法の一実施形態を示す概略部分拡大  
断面図である。ここで、( a ) は図 1 ( a ) および ( b ) における I I A 部分を拡大した  
ものを示し、( b ) は図 1 ( c ) における I I B 部分を拡大したものを示す。

【図 3】本発明にかかる I I I 族窒化物結晶の成長方法の他の実施形態を示す概略断面図  
である。ここで、( a ) は第 1 の I I I 族窒化物結晶に主面を形成する工程を示し、( b )  
および ( c ) は第 1 の I I I 族窒化物結晶の主面上に第 2 の I I I 族窒化物結晶をエピ  
タキシャル成長させる工程を示す。

【図 4】本発明にかかる I I I 族窒化物結晶の成長方法の他の実施形態を示す概略平面図  
である。ここで、( a ) は下地基板の主面上に第 1 の I I I 族窒化物結晶をエピタキシャ  
ル成長させた状態を示し、( b ) は第 1 の I I I 族窒化物結晶の主面上に第 2 の I I I 族  
窒化物結晶をエピタキシャル成長させた状態を示す。

30

【図 5】本発明にかかる I I I 族窒化物結晶の成長方法のさらに他の実施形態を示す概略  
断面図である。ここで、( a ) は第 1 の I I I 族窒化物結晶に主面を形成する工程を示し  
、( b ) は第 1 の I I I 族窒化物結晶の主面上に第 3 の I I I 族窒化物結晶をエピタキシ  
ャル成長させる工程を示す。

【図 6】本発明にかかる I I I 族窒化物結晶の成長方法のさらに他の実施形態を示す概略  
断面図である。ここで、( a ) は第 2 の I I I 族窒化物結晶に主面を形成する工程を示し  
、( b ) は第 2 の I I I 族窒化物結晶の主面上に第 4 の I I I 族窒化物結晶をエピタキシ  
ャル成長させる工程を示す。

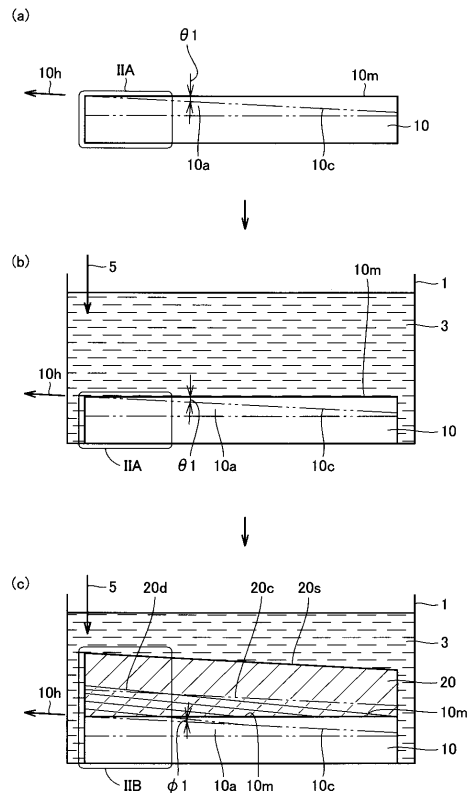
40

【符号の説明】

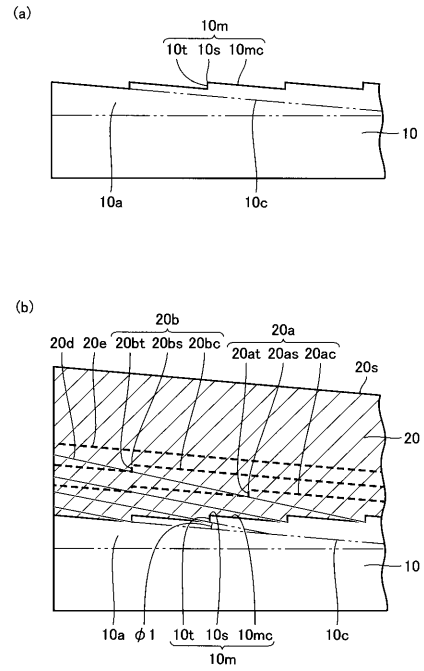
【0083】

1 結晶成長容器、3 溶媒、5 窒素含有ガス、10 下地基板、10 a I I I 族  
窒化物結晶層、10 c , 20 c , 30 c { 1 - 1 0 0 } 面、10 h , 20 h 傾き方向  
、10 m , 20 m , 30 m 主面、10 m c , 20 a c , 20 b c テラス面、10 s ,  
20 a s , 20 b s ステップ、10 t , 20 a t , 20 b t ステップ面、20 , 30  
、40 , 50 I I I 族窒化物結晶、20 a , 20 b , 20 e , 20 s , 30 s , 40 s  
、50 s 結晶成長面、20 d , 30 d 転位伝搬線。

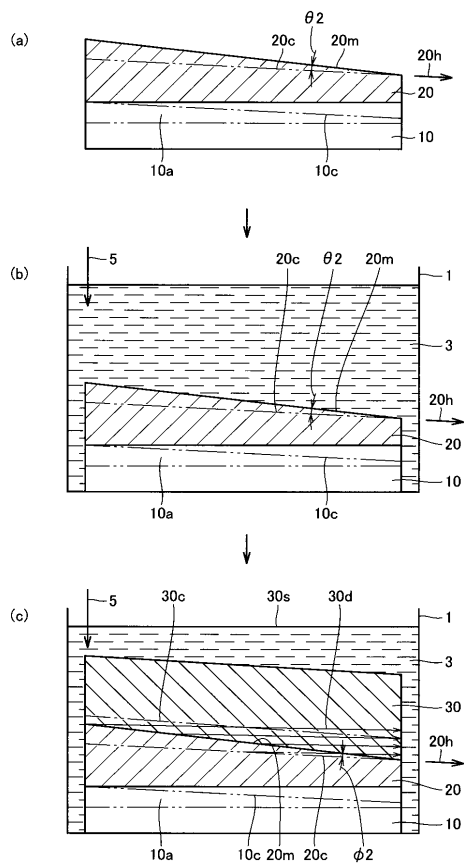
【図 1】



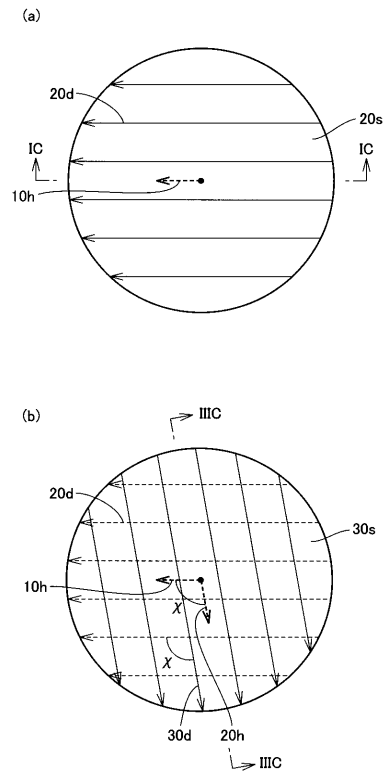
【図 2】



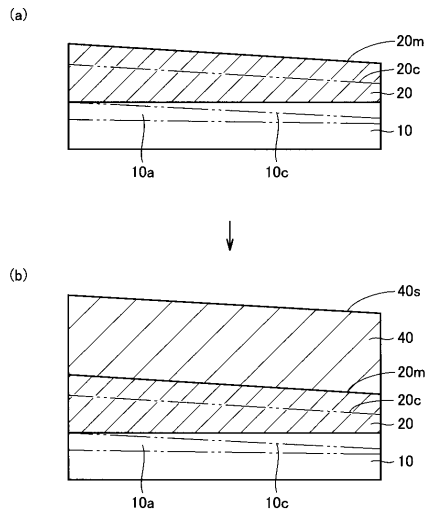
【図 3】



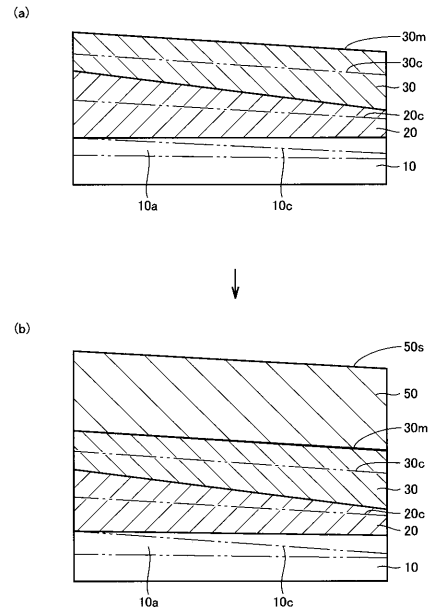
【図 4】



## 【 図 5 】



## 【 図 6 】





## フロントページの続き

- (74)代理人 100098316  
弁理士 野田 久登
- (74)代理人 100109162  
弁理士 酒井 將行
- (74)代理人 100111246  
弁理士 荒川 伸夫
- (72)発明者 吉田 浩章  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
- (72)発明者 藤原 伸介  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
- (72)発明者 弘田 龍  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
- (72)発明者 上松 康二  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
- (72)発明者 田中 晴子  
兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内
- (72)発明者 佐々木 孝友  
大阪府箕面市粟生外院1-17-1-711
- (72)発明者 森 勇介  
大阪府交野市私市8-16-9
- (72)発明者 川村 史朗  
大阪府箕面市粟生間谷東5-15-4 間谷ハイツ104
- (72)発明者 北岡 康夫  
大阪府茨木市東太田3-5-B-604

審査官 安齋 美佐子

- (56)参考文献 特開2003-206198(JP,A)  
特開2004-244307(JP,A)  
特開2006-193348(JP,A)  
特開2007-119325(JP,A)  
特開2007-161536(JP,A)  
特開2002-145700(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C30B 1/00-35/00