

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5046475号
(P5046475)

(45) 発行日 平成24年10月10日(2012.10.10)

(24) 登録日 平成24年7月27日(2012.7.27)

(51) Int.Cl. F I
 H O 1 L 21/205 (2006.01) H O 1 L 21/205
 C 3 O B 29/38 (2006.01) C 3 O B 29/38 D

請求項の数 9 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2003-586402 (P2003-586402)	(73) 特許権者	592130699
(86) (22) 出願日	平成15年4月15日 (2003.4.15)		ザ リージェンツ オブ ザ ユニバーシ
(65) 公表番号	特表2005-522889 (P2005-522889A)		ティ オブ カリフォルニア
(43) 公表日	平成17年7月28日 (2005.7.28)		The Regents of The
(86) 国際出願番号	PCT/US2003/011176		University of Calif
(87) 国際公開番号	W02003/089695		ornia
(87) 国際公開日	平成15年10月30日 (2003.10.30)		アメリカ合衆国 カリフォルニア州 オー
審査請求日	平成18年3月10日 (2006.3.10)		克蘭ド フランクリン ストリート 1
審査番号	不服2010-18755 (P2010-18755/J1)		111 第12 フロア
審査請求日	平成22年8月19日 (2010.8.19)	(74) 代理人	100078282
(31) 優先権主張番号	60/372, 909		弁理士 山本 秀策
(32) 優先日	平成14年4月15日 (2002.4.15)	(74) 代理人	100062409
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 安村 高明
		(74) 代理人	100113413
			弁理士 森下 夏樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属・有機化学気相成長によって成長した非極性 a 平面窒化ガリウム薄膜

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

平滑な平坦な成長表面を有する非極性の窒化ガリウムフィルムを、サファイア基板上で、金属・有機化学蒸着によって成長させる方法であって、以下の工程：

(a) 窒化ガリウムからなる緩衝層を、r 平面サファイア基板上に、400 と 900との間の第1の成長温度および大気圧で堆積させる工程；ならびに

(b) 非極性の a 平面窒化ガリウムフィルムを、該金属・有機化学蒸着によって、該緩衝層上で、0.2 気圧以下の成長圧力で、該第1の成長温度よりも高い第2の成長温度である 1100 で、そして N/Ga 比を 1300 とした、ガリウムフローおよび窒素フローを用いて成長させる工程であって、ここで、工程 (a) および (b) から得られる該非

極性の a 平面窒化ガリウムフィルムが、
 ・ $3.8 \times 10^{-5} \text{ cm}^{-1}$ 以下の積層欠損密度を有する該非極性 a 平面窒化ガリウムフィルムの c 軸に垂直に整列された積層欠陥と、

・ $2.6 \times 10^{-10} \text{ cm}^{-2}$ 以下の螺旋転位密度と、

・ 該非極性 a 平面窒化ガリウムフィルムのフィルム法線に対して平行な螺旋転位線方向と

、

・ 平坦な成長表面を有し、

(c) そして工程 (b) において形成された前記非極性の窒化ガリウムフィルム上に、1 つ以上のデバイス品質の (Al, B, In, Ga) N 層であるデバイス層を成長させる工程を、

10

20

包含する、方法。

【請求項 2】

前記非極性の窒化ガリウムフィルムの、前記 r 平面基板に対する面内配向が、

【数 1】

$$[0001]_{\text{GaN}} \parallel [\bar{1}101]_{\text{sapphire}} \text{ および } [\bar{1}100]_{\text{GaN}} \parallel [11\bar{2}0]_{\text{sapphire}}$$

である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記堆積させる工程 (a) の前に、前記基板を 1000 より高温でアニールする工程をさらに包含する、請求項 1 に記載の方法。

10

【請求項 4】

前記窒化ガリウムからなる緩衝層が、1 ~ 100 ナノメートルの窒化ガリウムを含有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 5】

前記成長させる工程 (b) が、前記非極性の窒化ガリウムフィルムを、前記窒化ガリウムからなる緩衝層上で、1 分間あたり約 30 μmol のガリウムフロー、および 1 分間あたり 40, 000 μmol の窒素フローで成長させる工程を包含する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 6】

前記非極性の窒化ガリウムフィルムが、光学的に反射性の表面により特徴付けられる平滑な平坦な成長表面を有する、請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 7】

前記非極性の窒化ガリウムフィルムが、c 軸に対して垂直であるわずかな段により特徴付けられる平滑な平坦な成長表面を有する、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記基板がミスカット基板である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

工程 (a) および (b) から得られる前記非極性の窒化ガリウムフィルムが、2.6 nm 以下の表面粗さを有する平滑な平坦な成長表面を有する、請求項 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

30

【技術分野】

【0001】

(関連出願の引用)

本願は、米国特許法第 119 条第 (e) 項のもとで、以下の同時係属中の、同一人に譲渡された米国仮特許出願番号 60/372,909 (発明の名称「NON-POLAR GALLIUM NITRIDE BASED THIN FILMS AND HETEROSTRUCTURE MATERIALS」、2002 年 4 月 15 日出願、Michael D. Craven, Stacia Keller, Steven P. DenBaars, Tal Margalith, James S. Speck, Shuji Nakamura, および Umesh K. Mishra、代理人文書番号 30794.95-US-P1) の利益を主張する。この出願は、本明細書中に参考として援用される。

40

【0002】

本願は、以下の同時係属中の、同一人に譲渡された米国特許出願に関する：

出願番号 - - / - - - , - - - 、発明の名称「NON-POLAR (AL, B, IN, GA) N QUANTUM WELL AND HETEROSTRUCTURE MATERIALS AND DEVICES」、本願と同日に出願、Michael D. Craven, Stacia Keller, Steven P. DenBaars, Tal Margalith, James S. Speck, Shuji Nakamura, および Umesh K. Mishra、代理人文書番号 30794.101-US -

50

U 1) ; ならびに

出願番号 - - / - - - , - - - 、発明の名称「DISLOCATION REDUCTION IN NON-POLAR GALLIUM NITRIDE THIN FILMS」、本願と同日に出願、Michael D. Craven, Steven P. DenBaars, および James S. Speck、代理人文書番号 30794.102-US-U1) ;

これらの出願の両方が、本明細書中に参考として援用される。

【0003】

(1 . 発明の分野)

本発明は、半導体材料、方法、およびデバイスに関し、そしてより具体的には、金属・有機化学気相成長 (MOCVD) によって成長された、非極性の a 平面窒化ガリウム (GaN) 薄膜に関する。

【背景技術】

【0004】

(2 . 関連技術の説明)

(注 : 本願は、多数の異なる特許、出願および / または刊行物を、1 つ以上の参照番号によって、本明細書全体に示されるように参照する。これらの異なる刊行物の、これらの参照番号に従った順序にしたリストは、以下の「参考文献」の表題の節に見出され得る。これらの刊行物の各々は、本明細書中に参考として援用される) 。

【0005】

ウルツ鉱 III 窒化物化合物における分極は、分極によって誘導される電場が、窒化物ベースの光電子デバイスおよび電子デバイスにおいて通常使用されるヘテロ構造に対して有する大きい影響に起因して、増加した注意を引き付けている。窒化物ベースの光電子デバイスおよび電子デバイスは、分極により誘導される効果に供される。なぜなら、これらのデバイスは、極性 c 方向 [0 0 0 1] (この軸に沿って、窒化物フィルムの自発的な圧電分極が整列する) に成長した窒化物フィルムを使用するからである。窒化物フィルムの全分極は、組成およびひずみ状態に依存するので、隣接するデバイス層の間の界面において不連続性が存在し、そして一定のシート電荷に関連し、これは、内部電場を生じる。

【0006】

分極により誘導される電場は、窒化物ベースのトランジスタ構造体における二次元電子気体 (2 DEG) 形成のためには有利であるが、量子井戸 (QW) 構造体における電子およびホールの波動関数を空間的に分離し、これによって、QWベースのデバイス (例えば、レーザーダイオードおよび発光ダイオード) におけるキャリア再結合効率を減少させる。参考文献 1 を参照のこと。光学遷移の振動強度および赤色移動の対応する減少が、GaN c 軸に沿って成長した AlGaIn / GaN および GaIn / InGaIn の量子井戸について、報告されている。参考文献 2 ~ 7 を参照のこと。

【0007】

これらの分極により誘導される場の効果を排除するための潜在的な手段は、GaN の c 軸 (非極性) の方向に対して垂直な方向で、構造を成長させることによる。例えば、m 平面 AlGaIn / GaN 量子井戸が、最近、アルミン酸リチウム基板上で、プラズマにより補助される分子線エピタキシー (MBE) によって、成長の方向に沿った分極により誘導される電場の存在なしで成長された。参考文献 8 を参照のこと。

【0008】

a 平面窒化物半導体の成長はまた、ウルツ鉱窒化物量子構造における分極により誘導される電場の影響を排除する手段を提供する。例えば、先行技術において、a 平面 GaN 成長が、MOCVD および分子線エピタキシー (MBE) を介して、r 平面サファイア上で達成された。参考文献 9 ~ 15 を参照のこと。しかし、これらの以前の努力によって報告されたフィルム成長は、低温緩衝層を利用せず、そして平滑な平坦な表面を有さず、従って、これらの層は、ヘテロ構造の成長および分析に、あまり適さなかった。その結果、以前に報告された、MOCVD による r 平面サファイア上での GaN の成長と比較して、改

10

20

30

40

50

善された表面および構造的品質を示すフィルムを成長させる、改善された方法に対する必要性が存在する。

【発明の開示】

【課題を解決するための手段】

【0009】

(発明の要旨)

本発明は、デバイス品質の、非極性の a 平面 GaN 薄膜を、MOCVD を介して、r 平面サファイア基板上で成長させるための方法を記載する。本発明は、分極により誘導される効果のない、窒化物ベースのデバイスのための経路を提供する。なぜなら、非極性の a 平面 GaN 薄膜の成長方向は、極性の c 軸に対して垂直であるからである。分極により誘導される電場は、存在する場合、非極性の a 平面 GaN 薄膜上で成長する (Al, B, In, Ga) N デバイス層に対して、最小の影響を有する。

10

【0010】

(発明の詳細な説明)

以下の好ましい実施形態の説明において、添付の図面に対して参照がなされる。この図面は、本明細書の一部を形成し、そしてこの図面において、例として、本発明が実施され得る特定の実施形態が説明され得る。本発明の範囲から逸脱することなく、他の実施形態が利用され得、そして構造的変化がなされ得ることが、理解されるべきである。

【0011】

(概説)

20

本発明は、デバイス品質の非極性の

【0012】

【数 2】

$(11\bar{2}0)$

a 平面 GaN 薄膜を、MOCVD を介して、

【0013】

【数 3】

$(1\bar{1}02)$

30

r 平面サファイア基板上に成長させるための方法を記載する。この方法は、大気圧で成長した低温緩衝層を使用して、r 平面サファイア上での GaN 成長を開始させる。その後、平坦なフィルムを生じるために、高温成長工程が低圧 (例えば、約 0.1 気圧 (atm)) で実施される。

【0014】

平坦な成長表面が、本発明を使用して達成された。具体的には、r 平面サファイア基板に対する GaN の面内配向が、

【0015】

40

【数 4】

$[0001]_{\text{GaN}} \parallel [\bar{1}\bar{1}01]_{\text{sapphire}}$ および $[\bar{1}100]_{\text{GaN}} \parallel [11\bar{2}0]_{\text{sapphire}}$

であることが確認された。

【0016】

得られるフィルムは、引き続く (Al, B, In, Ga) N デバイス層の成長のために適切な表面を保有する。具体的には、分極により誘導される電場が、存在する場合、非極性の a 平面 GaN ベース層上で成長する (Al, B, In, Ga) N デバイス層に対して最小の影響を有する。

【0017】

50

(プロセス工程)

図1は、本発明の好ましい実施形態に従って、非極性の

【0018】

【数5】

$(11\bar{2}0)$

a平面GaN薄膜の、

【0019】

【数6】

$(1\bar{1}20)$

10

r平面サファイア基板上での成長のためのMOCVDプロセスの工程を示すフローチャートである。この成長プロセスは、c-サファイア上でのc-GaNの成長に対して標準となった、2工程プロセスの後にモデル化された。

【0020】

ブロック100は、サファイア基板を、垂直な、間隔の狭い、回転ディスクのMOCVD反応器への装填を示す。この工程について、+/-2°以内のサファイアr平面

【0021】

【数7】

20

$(1\bar{1}20)$

で結晶学的に配向した表面を有する、準備前のサファイア基板が、市場の販売者から入手され得る。エキソサイチュ(ex-situ)ではない調製は、サファイア基板をMOCVD反応器に装填する前に実施される必要があるが、サファイア基板のエキソサイチュクリーニングは、予防上の手段として使用され得る。

【0022】

ブロック102は、サファイア基板をインサイチュで高温(>1000)でアニールすることを表し、これは、原子規模で、基板表面の質を改善する。アニール後、基板の温度は、引き続き低温核生成層堆積のために低下される。

【0023】

ブロック104は、薄い、低温の、低圧の窒化物ベースの核生成層を、緩衝層として、サファイア基板上に堆積させることを表す。好ましい実施形態において、この核生成層は、1~100ナノメートル(nm)のGaNからなるが、これに限定されず、そして約400~900および1atmの低温、低圧の堆積条件で堆積される。このような層は、通常、c平面(0001)窒化物半導体のヘテロエピタキシャル成長において使用される。具体的には、この堆積工程は、r平面サファイア基板上でのGaN成長を開始させる。

【0024】

核生成層を堆積させた後に、反応温度は高温に上昇され、そしてブロック106は、非平面の

【0025】

【数8】

$(11\bar{2}0)$

40

a平面GaN薄膜を、この基板上で成長させることを表す。好ましい実施形態において、この高温成長条件としては、約1100の成長温度、約0.2atm以下の成長圧力、1分間あたり30μmolのGaフロー、および1分間あたり40,000μmolのN

50

フローが挙げられるが、これらに限定されず、これによって、約 1300 の V / I I I 比を与える。好ましい実施形態において、第 I I I 族の供給源および第 V 族の供給源として使用される前駆体は、それぞれ、例えば、トリメチルガリウムおよびアンモニアであるが、代替の前駆体が同様に使用され得る。さらに、成長条件は、本発明の範囲から逸脱せずに、異なる成長速度（例えば、1 秒間あたり 5 と 9 との間）を生じるために変動され得る。約 1 . 5 μ m の厚さの非極性 G a N が、成長され、そして特徴付けられた。

【 0 0 2 6 】

高温成長工程の完了の際に、ブロック 1 0 8 は、非極性

【 0 0 2 7 】

【 数 9 】

10

(11 $\bar{2}$ 0)

a 平面 G a N 薄膜の、窒素過剰圧力下での冷却を表す。

【 0 0 2 8 】

最後に、ブロック 1 1 0 は、処理工程の最終結果を表し、これは、r 平面サファイア基板上の非極性

【 0 0 2 9 】

【 数 1 0 】

20

(11 $\bar{2}$ 0)

a 平面 G a N フィルムである。これらのプロセス工程を使用して製造され、引き続くデバイス成長のための非極性

【 0 0 3 0 】

【 数 1 1 】

(11 $\bar{2}$ 0)

a 平面 G a N ベース層を形成する潜在的なデバイス層としては、レーザーダイオード (L D)、発光ダイオード (L E D)、共振空洞 L E D (R C - L E D)、垂直空洞表面発光レーザー (V C S E L)、高電子移動度トランジスタ (H E M T)、ヘテロ結合双極トランジスタ (H B T)、ヘテロ結合電場効果トランジスタ (H F E T) ならびに U V 光検出器および近 U V 光検出器が挙げられる。

【 0 0 3 1 】

(実験結果)

成長したままの G a N フィルムおよび r 平面サファイアの結晶学的配向および構造の質を、4 バウンス G e (2 2 0) 単色 C u K 放射線および 1 . 2 m m のスリットを検出器アームに有する受容スリットモードで作動する、P h i l i p s ^{T M} 4 サイクル高解像度 X 線回折計 (H R - X R D) を使用して決定した。集束ビーム電子回折 (C B E D) を使用して、サファイア基板に対する a - G a N フィルムの極性を規定した。ウェッジポリシングおよびイオンミリングによって調製した、透過型電子顕微鏡 (T E M) サンプルの平面図および断面図を分析して、a - G a N の欠損構造を決定した。タッピングモードの D i g i t a l I n s t r u m e n t s D 3 0 0 0 原子力顕微鏡 (A F M) は、表面形態学の画像を生じた。

【 0 0 3 2 】

図 2 (a) は、G a N フィルムの成長方向を

【 0 0 3 3 】

30

40

【数 1 2】

 $(11\bar{2}0)$

a 平面 GaN として示す、2 - 回折走査を示す。この走査は、サファイアの

【0 0 3 4】

【数 1 3】

 $(1\bar{1}02), (2\bar{2}04)$

10

回折、および GaN の

【0 0 3 5】

【数 1 4】

 $(11\bar{2}0)$

回折を検出した。これらの測定の感度の範囲内で、2 = 34 . 604 ° に対応する GaN (0 0 0 2) 回折は検出されなかった。このことは、これらのフィルムに c 平面 (0 0 0 2) 成分が存在せず、従って、GaN の成長方向の不安定性が考慮されないことを示す。

20

【0 0 3 6】

図 2 (b) は、GaN と r - サファイアとの間の面内エピタキシャル関係を決定するために使用される、オフ軸 走査の比較であり、ここで、傾斜角 が、各走査について記載されるオフ軸投影に近付くために使用された。a 平面成長表面に閉じ込められるので、オフ軸回折のピークを使用して、GaN と r - サファイアとの間のインエピタキシャル関係を決定した。オフ軸投影を回折計の散乱面にもたらすために、2つのサンプル回転 および を調節した。ここで、 は、サンプル表面の法線の周りでの回転の角度であり、そして は、ブラッグ面と散乱面との交差によって形成される軸の周りでのサンプルの傾きの角度である。サンプルを傾けて を特定のオフ軸回折について補正した後に、 走査は、図 2 (b) に示されるように、

30

【0 0 3 7】

【数 1 5】

 $\text{GaN}(10\bar{1}0), (10\bar{1}1)$

およびサファイア (0 0 0 6) のピークを検出した。これらのピークの 位置の間の相関を、以下のエピタキシャル関係：

【0 0 3 8】

【数 1 6】

$$[0001]_{\text{GaN}} \parallel [\bar{1}101]_{\text{sapphire}} \text{ および } [\bar{1}100]_{\text{GaN}} \parallel [11\bar{2}0]_{\text{sapphire}}$$

40

に従って決定した。

【0 0 3 9】

図 2 (c) は、GaN と r 平面サファイアとの間のエピタキシャル関係の概略図である。結晶学的配向の X 線分析を補償するために、a - GaN 極性を、C B E D を使用して決定した。極性の符号は、GaN の c 軸に沿って整列した極性 Ga - N 結合の方向によって規定される；正の c 軸 [0 0 0 1] は、ガリウム原子から窒素原子を指す。その結果、ガリウム面の c - GaN フィルムは、[0 0 0 1] の成長方向を有し、一方で、窒素面の c - GaN 結晶は、

50

【 0 0 4 0 】

【 数 1 7 】

 $[000\bar{1}]$

の成長方向を有する。r - サファイア上での a - GaN 成長について、 $[0001]_{Ga}$ a_N は、サファイアの c 軸投影

【 0 0 4 1 】

【 数 1 8 】

 $[\bar{1}101]_{\text{sapphire}}$

10

と整列し、従って、上で規定されるエピタキシャル関係は、極性の観点で正確である。その結果、正の GaN の c 軸は、成長表面上 (C B E D によって決定される) で、サファイアの c 軸投影と同じ方向を指す。この関係は、種々の成長技術を使用するグループによって以前に報告されたエピタキシャル関係と一致する。参考文献 9、12 および 14 を参照のこと。従って、エピタキシャル関係は、r 平面サファイア基板上での GaN の成長について、特に規定される。

【 0 0 4 2 】

図 3 (a) および 3 (b) は、r 平面サファイア基板上の a 平面 GaN フィルムの欠損構造の、それぞれ断面 TEM 画像および平面 TEM 画像である。これらの画像は、それぞれ、線および面の欠損の存在を明らかにする。図 3 (a) および 3 (b) の回折条件は、それぞれ、

20

【 0 0 4 3 】

【 数 1 9 】

 $g = 0002$ および $g = 10\bar{1}0$

である。

【 0 0 4 4 】

30

図 3 (a) における断面 TEM 画像は、線の方が成長方向

【 0 0 4 5 】

【 数 2 0 】

 $[11\bar{2}0]$

に平行な、サファイア / GaN 界面にいて始まる螺旋転位 (threading dislocation) (TD) の大きい密度を明らかにする。平面 TEM によって決定される TD 密度は、 $2.6 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ であった。TD 線の方が成長方向と平行であるので、純粋な螺旋転位 (screw dislocation) は、成長方向

【 0 0 4 6 】

40

【 数 2 1 】

 $b = \pm [11\bar{2}0]$

に沿って整列したバーガスベクトルを有し、一方で、純粋な刃状転位は、 $b = \pm [0001]$ を有する。c - GaN に対して減少した a - GaN 表面の対称性は、混合した転位の特徴付けを複雑にする。なぜなら、結晶学的に等価な

【 0 0 4 7 】

【 数 2 2 】

 $[11\bar{2}0]$

50

方向は、

【 0 0 4 8 】

【 数 2 3 】

$\langle 11\bar{2}0 \rangle$

族として処理され得ないからである。具体的には、混合された転位の可能なバーガスベクトルは、以下の3つの細分：

【 0 0 4 9 】

【 数 2 4 】

(1) $b = \pm [1\bar{2}10]$ および (3) $b = \pm [\bar{2}110]$, (2) $b = \pm [11\bar{2}0] \pm [0001]$, および (3) $b = \pm [11\bar{2}0] \pm [1\bar{2}10]$ および $b = \pm [11\bar{2}0] \pm [\bar{2}110]$.

に分割され得る。

【 0 0 5 0 】

線の欠損に加えて、図3(b)における平面TEM画像は、a-GaNフィルムにおいて観察される面の欠損を明らかにする。c軸に対して垂直に、 $3.8 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ の密度で整列した積層欠損が、平面TEM画像において観察された。この積層欠損（通常、密に充填された面のエピタキシャル成長に関連する）は、三次元(3D)の島のc面側壁に最も生じやすく、この島は、高温成長の開始段階の間に形成される。その結果、積層欠損は、現在固有であると仮定され、そして逆の符号のショックレー部分転位によって終わる。類似の特徴を有する積層欠損が、r平面サファイア基板上で成長したa面AlNフィルムにおいて観察された。参考文献17を参照のこと。積層欠損は、密に充填された(0001)に対して平行な、約 $3.8 \times 10^5 \text{ cm}^{-1}$ の密度の共通の欠損面を有する。

【 0 0 5 1 】

ロッキングカーブを、GaNのオン軸

【 0 0 5 2 】

【 数 2 5 】

$(11\bar{2}0)$

反射およびオフ軸

【 0 0 5 3 】

【 数 2 6 】

$(10\bar{1}1)$

反射の両方について測定し、a平面GaN結晶の質を特徴付けた。オン軸ピークの全半値幅(FWHM)は、 $0.29^\circ (1037'')$ であり、一方で、オフ軸ピークは、 $0.46^\circ (1659'')$ のFWHMで間隔を空けた、より大きい配向を示した。大きいFWHM値が予測される。なぜなら、微細構造が、かなりの転位密度を含むからである。Heyingらによって提供された、c-サファイア上のc-GaNフィルムについての分析によれば、オン軸ピーク幅は、螺旋転位および混合転位によって広くされ、一方で、オフ軸幅は、刃状成分TDによって広くされる(TD線がフィルムの法線に平行であると仮定する)。参考文献18を参照のこと。オン軸ピークと比較したオフ軸ピークの幅広化に起因して、比較的大きい刃状転位密度が、r-サファイア上のa-GaNについて予測される。さらなる微細構造分析が、a-GaN TDジオメトリーをロッキングカーブ測定に関係付けるために必要とされる。

【 0 0 5 4 】

図4(a)および4(b)は、成長したままのa平面GaNフィルムの表面の、それぞ

れ A F M 振幅画像および A F M 高さ画像である。図 4 (a) の A F M 振幅画像における表面の穴は、G a N の c 軸に平行に均一に整列し、一方で、図 4 (b) の A F M 高さ画像において見られる段は、c 軸に対して垂直に整列する。

【 0 0 5 5 】

2 . 6 n m の表面 R M S 粗さで光学的に透過性 (s p e c u l a r) であるが、a - G a N の成長表面は、図 4 (a) に示される A F M 振幅画像に明らかに観察され得るように、ミクロン未満の規模で穴があいている。表面の穴は、表面で転位の終結を修飾していることが提唱されている；平面 T E M によって決定される転位密度は、1 桁以内で、表面の穴の密度に相関する。

【 0 0 5 6 】

10

G a N の c 軸 [0 0 0 1] にそって整列した小さい表面の穴に加えて、図 4 (b) における A F M 高さ画像は、c 軸に対して垂直な、わずかな段を明らかにする。継ぎ目は、明らかに規定されない原子段階であるが、これらの結晶学的特徴は、表面成長様式の初期の兆候であり得る。a 平面成長プロセスの発達におけるこの初期の時点において、穴も段もいずれも、特定の欠損構造に相関しなかった。

【 0 0 5 7 】

(参考文献)

以下の参考文献が、本明細書中に参考として援用される：

【 0 0 5 8 】

【 表 1 】

20

1. I. P. Smorchkova, C. R. Elsass, J. P. Ibbetson, R. Veturly, B. Heying, P. Fini, E. Haus, S. P. DenBaars, J. S. Speck, and U. K. Mishra, J. Appl. Phys. 86, 4520 (1999).

2. O. Ambacher, J. Smart, J. R. Shealy, N. G. Weimann, K. Chu, M. Murphy, W. J. Schaff, L. F. Eastman, R. Dimitrov, L. Wittmer, M. Stutzmann, W. Rieger, and J. Hilsenbeck, J. Appl. Phys. 85, 3222 (1999).

3. I. Jin Seo, H. Kollmer, J. Off, A. Sohmer, F. Scholz, and A. Hangleiter, Phys. Rev. B 57, R9435 (1998).

30

4. R. Langer, J. Simon, V. Ortiz, N. T. Pelekanos, A. Barski, R. Andre, and M. Godlewski, Appl. Phys. Lett. 74, 3827 (1999).

5. P. Lefebvre, J. Allegre, B. Gil, H. Mathieu, N. Grandjean, M. Leroux, J. Massies, and P. Bigenwald, Phys. Rev. B 59, 15363 (1999).

【 0 0 5 9 】

【表 2】

6. P. Lefebvre, A. Morel, M. Gallart, T. Taliercio, J. Allegre, B. Gil, H. Mathieu, B. Damilano, N. Grandjean, and J. Massies, Appl. Phys. Lett. 78, 1252 (2001).
7. T. Takeuchi, C. Wetzel, S. Yamaguchi, H. Sakai, H. Amano, I. Akasaki, Y. Kaneko, S. Nakagawa, Y. Yamaoka, and N. Yamada, Appl. Phys. Lett. 73, 1691 (1998).
8. P. Waltereit, O. Brandt, A. Trampert, H. T. Grahn, J. Menniger, M. Ramsteiner, M. Reiche, and K. H. Ploog, Nature (London) 406, 865 (2000). 10
9. T. Sasaki and S. Zembutsu, J. Appl. Phys. 61, 2533 (1987).
10. C. J. Sun and M. Razeghi, Appl. Phys. Lett. 63, 973 (1993).
11. T. Metzger, H. Angerer, O. Ambacher, M. Stutzmann, and E. Born, Phys. Status Solidi B 193, 391 (1996).
12. T. Lei, K. F. Ludwig, Jr., and T. D. Moustakas, J. Appl. Phys. 74, 4430 (1993). 20
13. C. R. Eddy, Jr., T. D. Moustakas, and J. Scanlon, J. Appl. Phys. 73, 448 (1993).
14. T. D. Moustakas, T. Lei, and R. J. Molnar, Physica B 185, 36 (1993).
15. K. Iwata, H. Asahi, K. Asami, R. Kuroiwa, and S. Gonda, Jpn. J. Appl. Phys., Part 2 36, L661 (1997).
16. H. Amano, N. Sawaki, I. Akasaki, and Y. Toyoda, Appl. Phys. Lett. 48, 353 (1986).
17. K. Dovidenko, S. Oktyabrsky, and J. Narayan, J. Appl. Phys. 82, 4296 (1997). 30
18. B. Heying, X. H. Wu, A. S. Keller, Y. Li, D. Kapolnek, B. P. Keller, S. P. DenBaars, and J. S. Speck, Appl. Phys. Lett. 68, 643 (1996).

(結論)

これは、発明の好ましい実施形態の説明を結論付ける。以下は、本発明を達成するための、いくつかの代替の実施形態を記載する。

【0060】

例えば、上記説明の内容が示すように、非極性の

【数 27】

40

$(11\bar{2}0)$

a 平面 GaN 薄膜を

【数 28】

$(1\bar{1}02)$

r 平面サファイア基板上で成長させるために使用され得る、MOCVD 技術および設備の多数の改変およびバリエーションが存在する。さらに、異なる成長条件が、異なる MOC

50

V D 反応器設計について最適であり得る。このプロセスの多くのバリエーションが、産業および学問において現在使用されている種々の反応器設計を用いて、可能である。これらの差異にもかかわらず、成長パラメータは、フィルムの質を改善するために最適化され得るようである。M O C V D 成長のための最も重要な変数としては、成長温度、V / I I I 比、前駆体フロー、および成長圧力が挙げられる。

【 0 0 6 1 】

M O C V D 成長技術を用いて可能な多数の改変に加えて、他の改変が可能である。例えば、r 平面サファイア基板の特定の結晶学的配向が、引き続くエピタキシャルな G a N 成長を最適化するために、変化され得る。さらに、特定の結晶学的解説において特定の程度のミスカット (m i s c u t) を有する r 平面サファイア基板が、成長のために最適であり得る。

10

【 0 0 6 2 】

さらに、核生成層の堆積が、平滑な成長表面および最小の結晶欠損を有するエピタキシャル G a N フィルムを達成するために重要である。基本的な M O C V D パラメータを最適化する以外に、G a N の代わりに A l N または A l G a N の核生成層の使用が、高品質の a 平面 G a N フィルムを得る際に有用であることが示され得る。

【 0 0 6 3 】

さらに、非極性の a 平面 G a N 薄膜が、本明細書中に記載されるが、同じ技術が、非極性の m 平面 G a N 薄膜に対して適用可能である。さらに、非極性の I n N 薄膜、A l N 薄膜、および A l I n G a N 薄膜が、G a N 薄膜の代わりに作製され得る。

20

【 0 0 6 4 】

最後に、サファイア基板以外の基板が、非極性 G a N 成長のために使用され得る。これらの基板としては、炭化ケイ素、窒化ガリウム、ケイ素、酸化亜鉛、窒化ホウ素、アルミン酸リチウム、ニオブ酸リチウム、ゲルマニウム、窒化アルミニウム、および ガリウム酸 リチウムが挙げられる。

【 0 0 6 5 】

要約すると、本発明は、エピタキシャル

【 0 0 6 6 】

【 数 2 9 】

(11 $\bar{2}$ 0)

30

a 平面 G a N フィルムの高温成長の前に、低温核生成層を緩衝層として使用することによって、非極性の

【 数 3 0 】

(11 $\bar{2}$ 0)

a 平面 G a N 薄膜の、r 平面

【 数 3 1 】

40

(1 $\bar{1}$ 02)

サファイア基板上への成長を記載する。エピタキシャル関係は、

【 数 3 2 】

$[0001]_{\text{GaN}} \parallel [\bar{1}101]_{\text{sapphire}}$ および $[\bar{1}100]_{\text{GaN}} \parallel [11\bar{2}0]_{\text{sapphire}}$

であり、正の G a N の c 軸位置は、成長表面上のサファイアの c 軸投影と同じ方向にある。

50

【 0 0 6 7 】

本発明の1つ以上の実施形態の上記説明は、例示および説明の目的で提供された。排他的であることも、本発明を開示された正確な形態に限定することも、意図されない。多くの改変およびバリエーションが、上記教示を考慮して、可能である。本発明の範囲は、この詳細な説明によって限定されるのではなく、本明細書に添付された特許請求の範囲によって限定されることが、意図される。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 8 】

ここで、図面が参照される、図面において、類似の参照番号は、全体にわたって、対応する部品を表す。

10

【図1】図1は、本発明の好ましい実施形態に従う、

【数33】

$(11\bar{2}0)$

r平面サファイア上での非極性

【数34】

$(1\bar{1}20)$

20

a平面GaN薄膜の成長のための、MOCVDプロセスの工程を示すフローチャートである。

【図2】図2(a)は、

【数35】

$(11\bar{2}0)$

a平面GaNとしてGaNフィルムの成長方向を示す、2 - 回折走査を示す。

図2(b)は、GaNとr-サファイアとの間の面内エピタキシャル関係を決定するために使用される、オフ軸 走査の編集であり、ここで、傾斜角 を使用して、各走査につい

30

て記載されるオフ軸投影に接近した。

図2(c)は、GaNとr平面サファイアとの間のエピタキシャル関係の概略図である。

【図3】図3(a)および3(b)は、それぞれ、r平面サファイア上のa平面GaNフィルムの欠損構造の、透過型電子顕微鏡(TEM)画像の断面図および平面図である。

【図4】図4(a)および4(b)は、それぞれ、成長したままのa平面GaNフィルムの表面の、原子力顕微鏡(AFM)の振幅画像および高さ画像である。

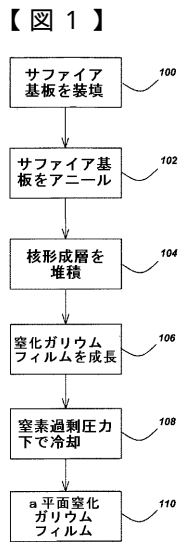


FIG. 1

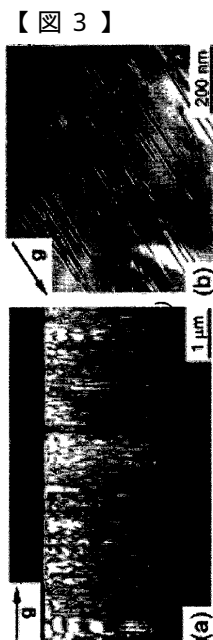


FIG. 3

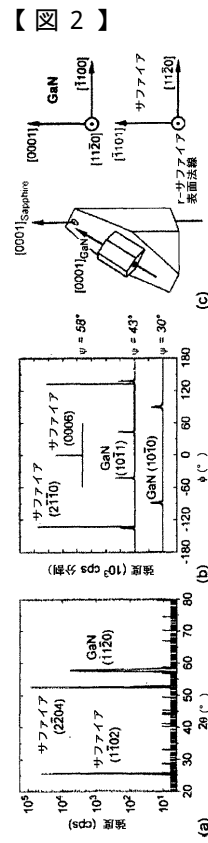


FIG. 2

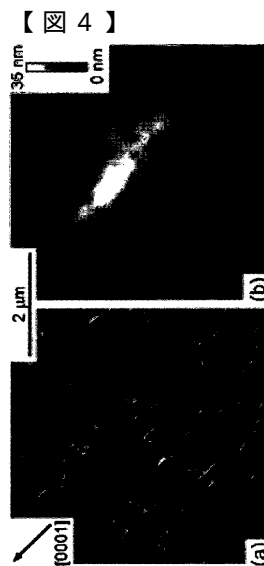


FIG. 4

フロントページの続き

- (72)発明者 クレイブン, マイケル ディー.
アメリカ合衆国 カリフォルニア 93117, ゴレタ, ディアーハースト ドライブ 68
1 / 2
- (72)発明者 スペック, ジェームス エス.
アメリカ合衆国 カリフォルニア 93117, ゴレタ, ウェスト キャンパス レーン 9
47

合議体

審判長 藤原 敬士
審判官 井上 茂夫
審判官 川端 修

- (56)参考文献 欧州特許出願公開第942459(EP, A1)
米国特許出願公開第2001/29086(US, A1)
特開平3-3233(JP, A)
特開平11-346002(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01L 21/205
C30B 29/38