

(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2005-1928

(P2005-1928A)

(43) 公開日 平成17年1月6日(2005.1.6)

(51) Int. Cl.<sup>7</sup>  
C30B 29/38

F I  
C30B 29/38

テーマコード(参考)  
4G077

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願2003-166463 (P2003-166463)  
(22) 出願日 平成15年6月11日(2003.6.11)

(71) 出願人 000005186  
株式会社フジクラ  
東京都江東区木場1丁目5番1号  
(74) 代理人 100064908  
弁理士 志賀 正武  
(74) 代理人 100108578  
弁理士 高橋 詔男  
(74) 代理人 100089037  
弁理士 渡邊 隆  
(74) 代理人 100101465  
弁理士 青山 正和  
(72) 発明者 大道 浩児  
千葉県佐倉市六崎1440番地 株式会社  
フジクラ佐倉事業所内

最終頁に続く

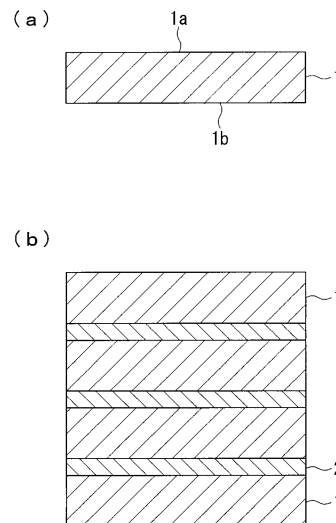
(54) 【発明の名称】 自立基板およびその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 電気的特性を改善した高品質なGaNからなる自立基板、および、この自立基板を1つの種基板上に複数積層して製造することが可能な自立基板の製造方法を提供する。

【解決手段】 GaN厚膜からなり、一方の面1aから測定した転位密度のデプス・プロファイルと、他方の面1bから測定した転位密度のデプス・プロファイルとが略同一である自立基板1。GaNからなる平板状の基材の上に、ZnO薄膜からなる中間層と中間層の上にGaN厚膜を順に複数回形成する工程Dと、複数の中間層を除去し、基材と複数のGaN厚膜とを分離する工程Eと、を少なくとも具備した自立基板の製造方法。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

窒化ガリウムの厚膜からなり、一方の面から測定した転位密度のデプス・プロファイルと、他方の面から測定した転位密度のデプス・プロファイルとが略同一であることを特徴とする自立基板。

## 【請求項 2】

窒化ガリウムからなる平板状の基材の上に、酸化亜鉛からなる中間層を形成する工程 A と、該中間層の上に窒化ガリウムの厚膜を形成する工程 B と、前記中間層を除去し、前記基材と前記厚膜とを分離する工程 C と、を少なくとも具備したことを特徴とする自立基板の製造方法。

10

## 【請求項 3】

窒化ガリウムからなる平板状の基材の上に、酸化亜鉛からなる中間層と該中間層の上に窒化ガリウムの厚膜を順に複数回形成する工程 D と、複数の前記中間層を除去し、前記基材と複数の前記厚膜とを分離する工程 E と、を少なくとも具備したことを特徴とする自立基板の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

本発明は、窒化物半導体からなる自立基板およびその製造方法に関する。

## 【0002】

20

## 【従来の技術】

近年、窒化ガリウム（以下、「GaN」とも記す。）系の窒化物半導体デバイスが急速に技術進展している。窒化物半導体デバイスとして、青色発光ダイオード（LED）の実現を契機に、紫外LED、白色LED、青紫レーザダイオード（LD）、マイクロ波帯出力FET（電界効果トランジスタ）など、多岐にわたる開発が精力的に行われている。

## 【0003】

ここで、窒化物半導体とは、アルミニウム（Al）、インジウム（In）、ガリウム（Ga）などの金属と窒素（N）からなる化合物半導体のことを指している。

上記のような窒化物半導体デバイスを実現するために、GaN基板をはじめとする窒化物半導体自立基板の実現に期待が高まっている。なぜならば、従来のサファイアやシリコンカーバイド（SiC）といったヘテロ（異種）基板を用いた場合、格子不整合や熱膨張係数差などに伴う転位が窒化物半導体デバイス層に発生し、結果として高機能のデバイスを実現するのが困難となっているからである。

30

## 【0004】

また、従来のサファイア基板では、サファイアが絶縁性であるため、通常のデバイス構造のように基板裏面に電極を形成することが不可能であったが、GaN基板では、シリコン（Si）などのドーピングにより容易に導電性を得ることができるため、基板裏面に電極を形成することも可能となる。

## 【0005】

GaN基板の製造方法は、大きく分けると、窒素高圧下で結晶を成長させる溶液成長と、HVPE（Hydride Vapor Phase Epitaxy）などの化学輸送反応を利用して、ほぼ大気圧近くで結晶を成長させる気相成長がある。

40

現在、実用化されているのは、気相成長のみであり、溶液成長には、高圧下における結晶の成長、結晶の成長速度が遅い、大面積化が困難などといった問題がある。

## 【0006】

気相成長では、サファイア、砒化ガリウム（GaAs）、ガドリウム酸リチウム（LiGdO<sub>3</sub>、以下、「LGO」と略す。）、ガドリウム酸ネオジウム（NdGdO<sub>3</sub>、以下、「NGO」と略す。）、アルミニウム酸リチウム（LiAlO<sub>2</sub>、以下、「LAO」と略す。）といった基板の上に、200 μm/hr程度の成長速度で、GaN単結晶膜を150 ~ 500 μm程度成長させた後、基板からGaN単結晶膜を剥離することにより、GaN

50

基板を製造することができる。

【0007】

以下、例えば、サファイア、GaAs、LGO、NGO、LAOといったGaN単結晶厚膜を成長させるための基板を種基板、種基板から剥離する前のGaN単結晶厚膜をGaN厚膜、GaN厚膜を種基板から剥離したものをGaN自立基板と称する。

【0008】

ここで、気相成長によるGaN厚膜の作製に係る従来技術と、種基板からGaN厚膜を剥離し、GaN自立基板を作製する従来技術について説明する。

【0009】

(気相成長によるGaN厚膜の製造に関する従来技術)

従来技術では、種基板として、サファイアなどのヘテロ基板を用いているため、種基板とGaN厚膜との格子不整合度、熱膨張係数差などに起因する転位がGaN厚膜をなすGaN結晶中に発生し、高品質(低転位)のGaN厚膜を製造することが難しいという問題があった。

そのため、従来技術では、例えば、特許文献1に開示されているような製造方法により、GaN結晶中の転位を低減している。

【0010】

以下に、特許文献1に記載されているGaN厚膜の製造方法の概略を示す。

まず、MOVPE(Metal Organic Vapor Phase Epitaxy)により種基板上に低温堆積緩衝層と高温成長層からなる下地結晶膜を成長させる。

次に、この下地結晶上に、SiO<sub>2</sub>膜を形成した後、フォトリソグラフィ技術とドライエッチングプロセスを用いてSiO<sub>2</sub>のストライプパターンを形成する。以下、このSiO<sub>2</sub>のストライプパターンをSiO<sub>2</sub>マスクと称する。続いて、再度MOVPEによりGaNを成長させると、SiO<sub>2</sub>マスク上面からGaNの成長はなく、下地GaN層が最表面となる窓部からのみGaNが再成長する。SiO<sub>2</sub>マスク厚よりもさらに厚く成長させていくと、GaN結晶は横方向への成長が進行し、窓部から成長させたGaN同士が合体し、SiO<sub>2</sub>マスク表面を完全に覆う。このとき、GaN結晶方位に対するSiO<sub>2</sub>マスクのストライプ方向、SiO<sub>2</sub>マスクのストライプ幅および窓幅、MOVPEの成長条件を最適化することによって、GaN最表面の平坦性および転位密度を低減させることができる。この方法は、選択横方向成長技術(Epitaxial Lateral Overgrowth、以下、「ELO成長」と略す。)として知られている。

このようなプロセスを経て、ELO成長を行った結晶の上に、HVPEにより、GaN厚膜を成長させることによって転位密度の低い膜を形成することができる。

【0011】

(種基板からGaN厚膜を剥離し、GaN自立基板を作製する従来技術)

従来技術としては、(1)レーザーリフトオフを用いた方法、(2)除去し易い基板上へGaN厚膜を成長する方法、(3)中間層を導入する方法、(4)熱応力により自然剥離させる方法、(5)機械加工により種基板を除去する方法などが挙げられる。

【0012】

(1)の方法では、サファイア基板上に、GaN厚膜を成長させた後、サファイア基板の裏面からNd:YAGレーザーの3倍波を照射することにより、サファイア基板を剥離する。

(2)の方法では、GaAs基板上に、GaN厚膜を成長させた後、GaAsを王水でエッチングし、GaAs基板を除去する(例えば、特許文献2参照。)

【0013】

(3)の方法では、サファイア基板上に、酸化亜鉛(ZnO)薄膜からなる中間層を介してGaN厚膜を成長させた後、ZnOを王水でエッチングし、サファイア基板を剥離する。

(4)の方法では、LGO、NGOなどからなる種基板上に、GaN厚膜を成長させた後、結晶成長温度から室温に冷却する間に、種基板とGaN厚膜との熱膨張係数差を利用し

10

20

30

40

50

て、両者を自然剥離させる。

【0014】

(5)の方法では、サファイア基板上に、GaN厚膜を成長させた後、サンドブラスト法によりサファイア基板の裏面を研磨して、大部分のサファイア基板を除去し、最後にポリッシング工程にて残存するサファイア基板を完全に除去する(例えば、特許文献1参照)。

【0015】

また、GaN以外の窒化物半導体基板をなす窒化物としては、窒化アルミニウム(AlN)、窒化アルミニウムガリウム(AlGaN)、窒化インジウムアルミニウム(InAlN)などが挙げられるが、アルミニウム(Al)、インジウム(In)、ガリウム(Ga)などの金属と、窒素とからなる化合物の半導体は、気相成長および種基板の剥離技術を用いることにより、自立基板として製造されることが望まれている。

【0016】

【特許文献1】

特開2000-349338号公報

【特許文献2】

特開平10-114600号公報

【0017】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、従来の窒化物半導体自立基板の製造方法では、1枚の種基板から、1枚の窒化物半導体自立基板を製造するため、製造効率が非常に悪かった。

【0018】

1枚の種基板から複数の窒化物半導体自立基板を製造する方法としては、種基板上に厚さ数十mmの窒化物半導体厚膜層を形成し、ダイシング工程とポリッシング工程を用いて窒化物半導体自立基板を製造する方法が考えられる。しかしながら、実際には、厚さ数十mmもの窒化物半導体厚膜層を成長させるのは困難である。さらに、ダイシング工程において、1枚の窒化物半導体自立基板を切り出す毎に、ダイシング装置のブレード厚に応じた切りしろ(200 $\mu$ m~500 $\mu$ m程度)が必要となり、窒化物半導体自立基板として使用される部分は、種基板に成長させた直後の窒化物半導体厚膜層の厚さの半分程度となってしまう。また、ダイシング装置や、ポリッシング装置は高価である上に、製造工程が複雑になるという問題もある。

【0019】

また、種基板としてヘテロ基板を使用した場合、GaN厚膜を高品質化するためには、上述のように、複雑な工程を経る必要があるため、その分、製造コストが高くなるという問題があった。

【0020】

種基板として、GaN自立基板を使用することができれば、格子不整合度、熱膨張差などの問題がなくなり、従来のような複雑な製造工程を経ることなく、HVPEによる厚膜成長のみで、十分に高品質のGaN自立基板を製造することができる。

しかしながら、従来、種基板に物理的変化を及ぼすことなくGaN自立基板を製造し、さらには、同じ種基板上に、複数のGaN自立基板を積層するようにして製造する方法は開示されていなかった。

【0021】

また、従来技術により、サファイア基板上に設けたZnO薄膜からなる中間層上にGaN厚膜を成長させて得られたGaN自立基板では、サファイア基板とZnOの格子不整合度が18.3%と非常に大きいため、成長初期の転位密度が非常に大きい。HVPEで厚膜を成長させることにより、最表面は転位密度の小さい膜になるため、その表面に成長させる窒化物半導体デバイスは低転位に形成することができるが、成長初期の転位密度が大きいGaN自立基板の初期成長部は抵抗値も非常に高く、GaN自立基板裏面から電極を形成することが困難となる問題があった。

10

20

30

40

50

## 【0022】

本発明は、前記事情に鑑みてなされたもので、電気的特性を改善した高品質な自立基板、および、この自立基板を1つの種基板上に複数積層して製造することが可能な自立基板の製造方法を提供することを目的とする。

## 【0023】

## 【課題を解決するための手段】

本発明は、上記課題を解決するために、窒化ガリウムの厚膜からなり、一方の面から測定した転位密度のデプス・プロファイルと、他方の面から測定した転位密度のデプス・プロファイルとが略同一である自立基板を提供する。

## 【0024】

本発明は、窒化ガリウムからなる平板状の基材の上に、酸化亜鉛からなる中間層を形成する工程Aと、該中間層の上に窒化ガリウムの厚膜を形成する工程Bと、前記中間層を除去し、前記基材と前記厚膜とを分離する工程Cと、を少なくとも具備した自立基板の製造方法を提供する。

10

## 【0025】

本発明は、窒化ガリウムからなる平板状の基材の上に、酸化亜鉛からなる中間層と該中間層の上に窒化ガリウムの厚膜を順に複数回形成する工程Dと、複数の前記中間層を除去し、前記基材と複数の前記厚膜とを分離する工程Eと、を少なくとも具備した自立基板の製造方法を提供する。

## 【0026】

## 【発明の実施の形態】

以下、本発明を詳しく説明する。

図1は、本発明の自立基板の一例を示す概略断面図であり、(a)は自立基板単体を示し、(b)は本発明によって複数の自立基板が積層された状態を示している。

この例の自立基板1は、種基板上にZnOからなる中間層2を介して気相成長により形成したGaN厚膜を、中間層2から剥離して得られたGaN平板からなり、一方の面1aから厚み方向にみた転位密度のプロファイルと、他方の面1bから厚み方向にみた転位密度のプロファイルとが略同一となっている半導体基板である。

20

## 【0027】

ここで、自立基板1において、一方の面1aから厚み方向にみた転位密度のプロファイルと、他方の面1bから厚み方向にみた転位密度のプロファイルとが略同一となっているとは、自立基板1中の結晶品質が厚み方向で略一様であることを意味している。

30

## 【0028】

自立基板1は、一方の面1aから厚み方向にみた転位密度のプロファイルと、他方の面1bから厚み方向にみた転位密度のプロファイルとが略同一となっているため、自立基板1中に高抵抗となる部分が存在せず、結果として非常に低抵抗であり、前記自立基板1上に窒化物半導体デバイスを形成し、その電極を自立基板1の裏面に形成することが可能となる。

## 【0029】

また、自立基板1の厚みは、150 $\mu$ m以上が望ましく、150 $\mu$ m~500 $\mu$ mがより望ましい。

40

自立基板1の厚みが150 $\mu$ m以上であれば、自立基板として扱い易い上に、結晶品質(転位密度の分布など)が良好である。ただし、自立基板1の厚みが厚すぎると、残存する転位に起因する漏れ電流が大きくなるので、厚みは150 $\mu$ m~500 $\mu$ m程度がより望ましい。

## 【0030】

したがって、この自立基板1をLEDやLDといった窒化物半導体発光デバイス用の基板として用いた場合、非常に電気-光変換効率の高い(内部量子効率の高い)デバイスを作製することが可能となる。

## 【0031】

50

以下に、図2～図7を用いて、本発明に係る自立基板の製造方法について説明する。

図2および図3は、本発明に係る自立基板の製造方法を示す概略断面図である。図4は、ZnO薄膜およびGaN厚膜の製造装置の一例を示す概略模式図であり、この例の製造装置には、図5に構造を示すような第二のチャンバー40、および、図6に構造を示すような第三のチャンバー50が組み込まれており、第二のチャンバー40内においてZnO薄膜が、第三のチャンバー50内においてGaN厚膜が形成されるようになっている。図7は、ZnO薄膜を除去するためのエッチング装置の一例を示す概略模式図である。

【0032】

まず、サファイア基板の上に、後述の高周波マグネトロンスパッタリング法によりZnO薄膜を形成し、このZnO薄膜上に後述のHVPEによりGaN厚膜を形成した後、後述のエッチングによりサファイア基板からGaN厚膜を剥離して、GaNからなる平板状の基材10を得る。

10

【0033】

次いで、化学エッチング処理により洗浄した基材10を種基板として用い、この基材10を、図4に示す装置の第一のチャンバー30内に収容し、基板搬送ロッド31に支持されている基板支持台32上に載置し、第二のチャンバー40と連通している搬送管路33に設けられた第一のゲート34、および、第三のチャンバー50と連通している搬送管路35に設けられた第二のゲート36を閉じて、チャンバー30内を真空排気する。

【0034】

次いで、第一のゲート34を閉じたまま、第二のチャンバー40に設けられた第三のゲート41を閉じて、第二のチャンバー40内を真空排気する。

20

次いで、第一のゲート34を開いて、基板搬送ロッド31により、基板支持台32上に配置されている基材10を真空排気されている第二のチャンバー40内に搬送する。

【0035】

次いで、高周波マグネトロンスパッタリング法により、基材10に、ZnO薄膜からなる中間層11を形成する(図2(a)参照)。このとき、基材10の温度を20～50程度とし、減圧下で、ZnOを堆積させて、厚み数10nm～100nm程度の中間層11を形成する。

【0036】

中間層11は、本発明によって得られる自立基板に物理的変化を及ぼすことなく、選択的に除去することが可能な層である。

30

また、この中間層11をなすZnO薄膜は、マクロ的にはアモルファス状であるが、数nm程度の単結晶微粒子の集合体である、いわゆる半アモルファス状であることが望ましく、さらには、その厚みが数10nm～100nm程度であることが望ましい。

【0037】

なお、半アモルファス状のZnO薄膜は、スパッタリング法のみならず、パルスレーザデポジション(PLD)、分子線ビームエピタキシー(MBE)、原子層エピタキシー(ALE)などの方法で製造することができる。

【0038】

次いで、第二のゲート36を閉じたまま、第一のゲート34を開き、基板支持台32上に載置されている基材10および中間層11からなる積層体を真空排気されている第一のチャンバー30内に搬送する。

40

次いで、第一のゲート34を閉じて、第一のチャンバー30内の雰囲気窒素などの不活性ガスにより置換した後、再度真空排気する。

【0039】

次いで、第三のチャンバー50内を真空排気する。

次いで、第二のゲート36を開いて、基板支持台32上に載置されている基材10および中間層11からなる積層体を真空排気されている第三のチャンバー50内に搬送する。

【0040】

次いで、第三のチャンバー50内において、HVPE(Hydride Vapor P

50

h a s e E p i t a x y )として知られる気相成長により、中間層 1 1 上に、窒化ガリウム厚膜 2 0 を形成する ( 図 2 ( b ) 参照 )。

【 0 0 4 1 】

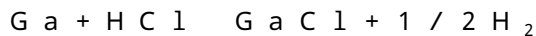
窒化ガリウム厚膜 2 0 の形成方法について説明する。

まず、H V P E による窒化ガリウム厚膜 2 0 の形成原理について説明する。

( 1 ) 電気炉 5 1 に周囲を覆われたホットウォール型の第三のチャンバー 5 0 内の原料供給部 5 2 に、G a ボードを配し、結晶成長部 5 3 に、基板支持台 3 2 上に載置されている基材 1 0 および中間層 1 1 からなる積層体を配する。原料供給部 5 2 、結晶成長部 5 3 はそれぞれ、別々に温度設定が可能となるように設計されている。

【 0 0 4 2 】

( 2 ) 原料供給部 5 2 にて、加熱して溶融させた G a に、塩化水素 ( H C l ) ガスを原料輸送ガスの窒素 ( N <sub>2</sub> ) と共に吹き込み、下記の反応式に従って、塩化ガリウム ( G a C l ) ガスを合成する。



【 0 0 4 3 】

合成した G a C l ガスを、ノズル 5 4 から、基板支持台 3 2 上に載置されている基材 1 0 および中間層 1 1 からなる積層体の配された結晶成長部 5 3 に送り込む。また、この積層体の表面付近に、別のノズル 5 5 からアンモニア ( N H <sub>3</sub> ) を吹き付けることにより、下記の反応式に従って、G a C l と N H <sub>3</sub> が反応して、窒化ガリウム ( G a N ) が中間層 1 1 上に成長する。



【 0 0 4 4 】

次に、窒化ガリウム厚膜 2 0 を形成する工程について説明する。

基板支持台 3 2 上に載置されている基材 1 0 および中間層 1 1 からなる積層体を真空排気されている第三のチャンバー 5 0 内に搬送した後、第二のゲート 3 6 を閉じて、原料ガスを供給せずに、真空状態を保持したまま、電気炉 5 1 により、第三のチャンバー 5 0 内の温度を G a N の結晶成長温度となる 1 0 0 0 ~ 1 1 0 0 まで昇温する。

【 0 0 4 5 】

第三のチャンバー 5 0 の昇温中に、基材 1 0 上に形成した中間層 1 1 をなす Z n O 薄膜が固相成長する。

ここでいう Z n O 薄膜の固相成長とは、半アモルファス状である Z n O 薄膜内に存在する微粒子界面上を原子が拡散し、部分的に結合の弱い部分を残す大きな結晶粒子となると同時に、( 0 0 0 1 ) 面からなる配向膜に成長することをいう。

中間層 1 1 をなす Z n O 薄膜のように、低温で形成したものは、G a N 成長初期のランダムな結晶核の発生を制御し、部分的に結合力の弱い部分が基材 1 0 と G a N 厚膜 2 0 との格子不整合を緩和する役割を果たす。この技術は、低温堆積緩衝 ( 低温バッファ ) 層として知られている。

【 0 0 4 6 】

次いで、第三のチャンバー 5 0 の昇温により中間層 1 1 の熱処理を行った後、ノズル 5 4 、5 5 から結晶成長部 5 3 への原料ガス ( H C l 、 N <sub>2</sub> 、 N H <sub>3</sub> ) の供給を開始すると、中間層 1 1 上に G a N が成長する。このとき、第三のチャンバー 5 0 内の温度を 1 0 0 0 ~ 1 1 0 0 、圧力を 1 a t m とする。

【 0 0 4 7 】

次いで、G a N 厚膜 2 0 を 1 5 0 μ m ~ 5 0 0 μ m 成長させた後、原料ガスの供給を停止して、一旦、第三のチャンバー 5 0 内を真空排気する。

次いで、第一のゲート 3 4 および第二のゲート 3 6 を閉じて、第一のチャンバー 3 0 内を真空排気する。

【 0 0 4 8 】

次いで、第一のゲート 3 4 を閉じたまま、第二のゲート 3 6 を開けて、基板支持台 3 2 上に載置されている G a N 厚膜 2 0 が形成された基材 1 0 を真空排気されている第一のチャ

10

20

30

40

50

ンバー 30 内に搬送する。

次いで、第二のゲート 36 を閉じて、第一のチャンバー 30 内の雰囲気窒素などの不活性ガスにより置換した後、再度真空排気する。

【0049】

ここまでの、中間層 11 を形成する工程（工程 A とする）と、GaN 厚膜 20 を形成する工程（工程 B とする）を 1 サイクルと定義する。

本発明の自立基板の製造方法では、この工程 A と工程 B とからなる 1 サイクルを  $n$  回（ $n$  は 1 以上の自然数）繰り返して（工程 D とする）、GaN 厚膜 20 が  $n$  層形成された積層体 25 を形成する（図 3（a）参照。この図では、 $n = 3$  の場合を例示している。）。

【0050】

次いで、GaN 厚膜 20 を  $n$  層形成した後、第一のチャンバー 30 から、積層体 25 を取り出す。

【0051】

なお、得られた積層体 25 における二層目以降の ZnO 薄膜からなる中間層 11 は、一層目の低温堆積緩衝層と区別して、低温堆積中間層と定義する。しかし、ZnO 薄膜からなる中間層 11 は GaN 厚膜 20 との格子不整合度が 2.2% と小さい上に、結合の弱い部分を残す半アモルファス層とすることで、GaN 厚膜 20 の結晶品質を損なわない。

【0052】

次いで、図 7 に示すエッチング装置を用いて、中間層 11 を除去して、積層体 25 から GaN 厚膜 20 を剥離して、 $n$  枚の GaN 自立基板 20a を得る（図 3（b）参照）（工程 C または工程 E とする。）。

【0053】

ここで、図 7 に示すエッチング装置を用いて、積層体 25 の中間層 11 を除去する方法を説明する。

まず、積層体 25 を回転機構が設けられた試料保持部 61 に固定する。

次いで、王水 62 で満たされたエッチング槽 63 内に、この試料保持部 61 を浸漬する。

次いで、試料保持部 61 の上方に超音波発振機 64 を配置し、この超音波発振機 64 の超音波発振部を王水に浸す。

【0054】

次いで、先端に攪拌翼 65 が設けられた攪拌器 66 で王水を攪拌し、かつ、試料保持部 61 を回転しながら、超音波発振機 64 より、周波数 28 kHz、45 kHz、100 kHz の超音波を同時に発生させて、ZnO 薄膜からなる中間層 11 をエッチングし、積層体 25 から  $n$  層の GaN 厚膜 20 を剥離して、 $n$  枚の GaN 自立基板 20a を得る。

【0055】

ここで、超音波を発生させることは、超音波によって生じる真空に近い微小空洞（キャビテーション）によるエッチングアシスト効果と、常にエッチング最表面の王水を循環させる効果がある。

また、このとき、GaN 厚膜 20 は王水により物理的变化を生じないが、ZnO 薄膜からなる中間層 11 のみが選択的にエッチングされる。この結果、1 枚の積層体 25 から、GaN 厚膜 20 の層数に応じた、GaN 自立基板 20a を得ることができる。

【0056】

本発明の自立基板の製造方法において、上記  $n$  が 1 の場合、GaN からなる平板状の基材 10 の上に、ZnO 薄膜からなる中間層 11 を形成する工程 A と、この中間層 11 の上に GaN 厚膜 20 を形成する工程 B と、中間層 11 を除去し、基材 10 と GaN 厚膜 20 とを分離する工程 C と、を少なくとも具備した自立基板の製造方法を表している。

【0057】

本発明の自立基板の製造方法において、上記  $n$  が 2 以上の自然数の場合、GaN からなる平板状の基材 10 の上に、ZnO 薄膜からなる中間層 11 とこの中間層 11 の上に GaN 厚膜 20 を順に複数回形成する工程 D と、複数の中間層 11 を除去し、基材 10 と複数の GaN 厚膜 20 とを分離する工程 E と、を少なくとも具備した自立基板の製造方法を表し

10

20

30

40

50



ている。

【0058】

なお、本発明の自立基板の製造方法にあつては、基材10としては、サファイア基板上に高周波マグネトロンスパッタリング法により形成したZnO薄膜上に、HVPEにより形成したGaN厚膜を、エッチングによりサファイア基板から剥離したものに限定されない。本発明の自立基板の製造方法によって得られたGaN自立基板を、基材10として用いてもよい。

【0059】

本発明の自立基板の製造方法によれば、1枚の種基板を出発として、中間層の層数に応じた複数枚のGaN自立基板を製造することができる。

10

また、種基板からGaN自立基板を剥離する方法が機械的手法でないため、種基板を再利用することも可能である。

また、GaN自立基板を種基板として使用することが可能となり、結晶品質が高く、反りの小さなGaN自立基板を製造することができる。

さらに、結晶品質の高いGaN自立基板を製造するための製造工程を削減できる。

【0060】

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

(実施例1)

図4～図6に示したような装置を用いて、GaN自立基板からなる種基板の上に、ZnO薄膜からなる中間層と、GaN厚膜とをこの順に形成した後、図7に示したようなエッチング装置を用いて中間層を除去し、GaN自立基板を得た。

20

このGaN自立基板の転位密度深さ分布を調べるために、GaN厚膜の膜厚を10 $\mu$ m～250 $\mu$ mまで変化させた複数枚のGaN厚膜を作製した。これらの試料について、硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)とリン酸(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)を1:1で調製し、250に保持した溶液内に1時間浸漬し、洗浄・乾燥させた後、走査型電子顕微鏡(SEM、日立製、S-4800EDX)にて試料表面に存在する単位面積当たりのエッチピット数をカウントし、転位密度とした。SEMの観察条件は印加電圧15kV、倍率2,000倍とした。測定結果を図8に示す。

【0061】

30

(比較例1)

図4～図6に示したような装置を用いて、サファイア基板からなる種基板の上に、ZnO薄膜からなる中間層と、GaN厚膜とをこの順に形成した後、図7に示したようなエッチング装置を用いて中間層を除去し、GaN自立基板を得た。

得られたGaN自立基板について、実施例1と同様にして、転位密度を測定した。結果を図8に示す。

【0062】

図8の結果から、実施例1のGaN自立基板は、一方の面から厚み方向にみた転位密度のプロファイルと、他方の面から厚み方向にみた転位密度のプロファイルとが略同一であることが確認された。一方、比較例1のGaN自立基板は、一方の面から厚み方向にみた転位密度のプロファイルと、他方の面から厚み方向にみた転位密度のプロファイルとが同一でないことが確認された。

40

【0063】

これは、サファイア基板の上に、ZnO中間層を介してGaN厚膜を成長させると、成長初期にサファイア基板との格子不整合度に起因する転位が多数発生することに起因している。同様の問題は前述したサファイア基板の上にELO成長を介して成長させたGaN自立基板にも存在することが確認された。

一方、実施例1のGaN自立基板は、GaN自立基板からなる種基板を用いているため、GaN厚膜の成長初期における転位密度が小さい。

【0064】

50

## (実施例2)

図4～図6に示したような装置を用いて、GaN自立基板からなる種基板上に、ZnO薄膜からなる中間層と、GaN厚膜とをこの順に形成した後、図7に示したようなエッチング装置を用いて中間層を除去し、GaN自立基板を得た。この実施例では、ジクロールシラン( $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ )をドーパントとして用いて、Siドーブ(n型)GaN厚膜を形成した。

得られたGaN自立基板について、ホール効果測定装置(アクセント社製、HL5500PC)を用いたホール測定法により、移動度(モビリティ)を測定し、電気的特性を評価した。結果を図9に示す。

## 【0065】

10

## (比較例2)

図4～図6に示したような装置を用いて、サファイア基板からなる種基板上に、ZnO中間層と、GaN厚膜とをこの順に形成した後、図7に示したようなエッチング装置を用いて中間層を除去し、GaN自立基板を得た。この比較例でも、実施例2と同様にして、Siドーブ(n型)GaN厚膜を形成した。

得られたGaN自立基板について、実施例2と同様にして、移動度を測定し、電気的特性を評価した。結果を図9に示す。

## 【0066】

図9の結果から、実施例2のGaN自立基板は、高抵抗の原因となる転位が少ないため、移動度が高い。また、ドーパント濃度(キャリア濃度)を高くしても、抵抗の増加が小さく、結果として移動度の低下も小さいことが確認された。

20

一方、比較例2のGaN自立基板は、高抵抗の原因となる転位が多数存在するため、移動度が低い。また、ドーパント濃度(キャリア濃度)を高くすると、抵抗の増加が実施例2よりも大きいため、結果として移動度の低下も大きいことが確認された。同様の問題は上述したサファイア基板上にELO成長を介して成長させたGaN自立基板にも存在することが確認された。

## 【0067】

さらに、GaN厚膜成長時に膜厚を変化させた、実施例2で得たGaN自立基板と、比較例2で得たGaN自立基板を比較したところ、前述の電気特性の相違は、特に $10\mu\text{m}$ ～ $50\mu\text{m}$ 程度の膜厚の薄い時により顕著になった。これより、自立基板が高抵抗となる主要因はGaN厚膜の成長初期に発生する転位密度が多数存在する部分に起因していることが分かった。

30

## 【0068】

## (実施例3)

GaN自立基板上に、RFスパッタ法により、温度 $25^\circ\text{C}$ でZnO薄膜を形成した。次いで、このZnO薄膜が形成されたGaN自立基板を、HVPEを行うチャンバー内に配して、このチャンバー内の温度を $1080^\circ\text{C}$ まで昇温した。

RFスパッタ法による形成直後のZnO薄膜と、HVPEを行うチャンバー内で昇温工程を経た後のZnO薄膜について、X線回折装置(リガク社製、RINT2000)を用いたX線回折分析(管電圧 $30\text{kV}$ 、管電流 $20\text{mA}$ )を行った。結果を図10に示す。

40

## 【0069】

図10の結果から、RFスパッタ法による形成直後のZnO薄膜では、完全なアモルファス層となっているため、GaN自立基板に起因するピークのみ観察された。一方、HVPEを行うチャンバー内で昇温工程を経た後のZnO薄膜では、 $34.4^\circ$ 付近に微弱かつブロードなピークが観察された。この結果より、RFスパッタ法による形成直後には、アモルファス状であったZnO薄膜が、昇温工程を経て、数nm程度の単結晶微粒子の集合体である、いわゆる半アモルファス状に相変化していると推測される。

## 【0070】

## (比較例3)

サファイア基板上に、RFスパッタ法により、温度 $300^\circ\text{C}$ でZnO薄膜を形成した。

50

得られた ZnO 薄膜について、実施例 3 と同様にして、X 線回折分析を行った。結果を図 11 に示す。

【0071】

図 11 の結果から、ZnO (0002) の鋭いピークが観察されていることから、得られた ZnO 薄膜は完全に結晶化した c 軸配向性の膜であると推測される。

【0072】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の自立基板は、窒化ガリウムの平板からなり、一方の面から厚み方向にみた転位密度のプロファイルと、他方の面から厚み方向にみた転位密度のプロファイルとが略同一であり、かつ、その転位密度が小さいため、自立基板内に高抵抗部分が存在せず、本発明において提供する GaN 自立基板上に窒化物半導体デバイスを形成し、前記 GaN 自立基板裏面より電極を形成しても、非常に漏れ電流の小さい高効率なデバイスを作製できる。

【0073】

本発明の自立基板の製造方法によれば、1 枚の種基板から中間層の層数に応じた複数の自立基板を製造することができる。また、種基板の剥離方法が機械的手法でないため、種基板の再利用が可能である。また、自立基板を種基板として使用することが可能となり、結晶品質が高く、反りの小さな自立基板を製造することが可能である。さらに、結晶品質の高い自立基板を製造するための製造工程を削減できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明の自立基板の一例を示す概略断面図である。

【図 2】本発明に係る自立基板の製造方法を示す概略断面図である。

【図 3】本発明に係る自立基板の製造方法を示す概略断面図である。

【図 4】ZnO 薄膜および GaN 厚膜の製造装置の一例を示す概略模式図である。

【図 5】図 4 の製造装置に組み込まれた第二のチャンバーを示す概略模式図である。

【図 6】図 4 の製造装置に組み込まれた第三のチャンバーを示す概略模式図である。

【図 7】エッチング装置の一例を示す概略模式図である。

【図 8】GaN 厚膜について転位密度を測定した結果を示すグラフである。

【図 9】GaN 厚膜について移動度を測定した結果を示すグラフである。

【図 10】ZnO 薄膜について X 線回折分析を行った結果を示すグラフである。

【図 11】ZnO 薄膜について X 線回折分析を行った結果を示すグラフである。

【符号の説明】

1・・・自立基板、2・・・中間層、10・・・基材、11・・・中間層、20・・・GaN 厚膜、20a・・・GaN 自立基板、25・・・積層体、30・・・第一のチャンバー、31・・・基板搬送ロッド、32・・・基板支持台、33, 35・・・搬送管路、34・・・第一のゲート、36・・・第二のゲート、40・・・第二のチャンバー、41・・・第三のゲート、50・・・第三のチャンバー、51・・・電気炉、52・・・原料供給部、53・・・結晶成長部、54, 55・・・ノズル、61・・・試料保持部、62・・・王水、63・・・エッチング槽、64・・・超音波発振機、65・・・攪拌翼、66・・・攪拌器。

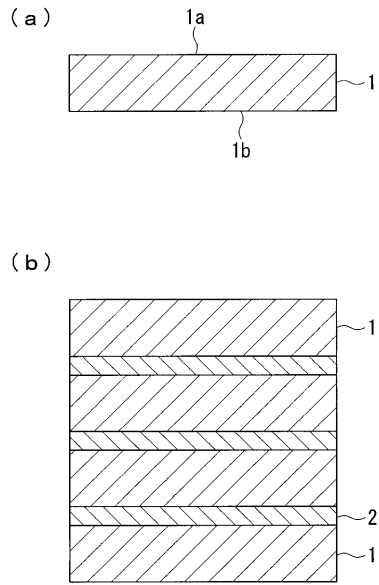
10

20

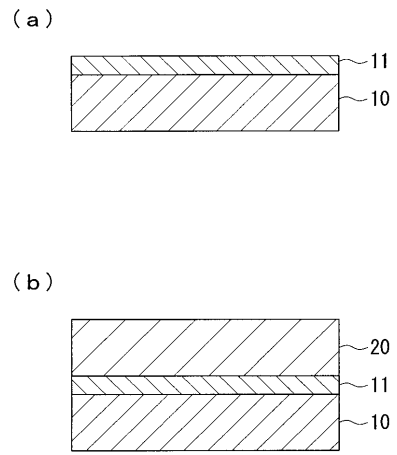
30

40

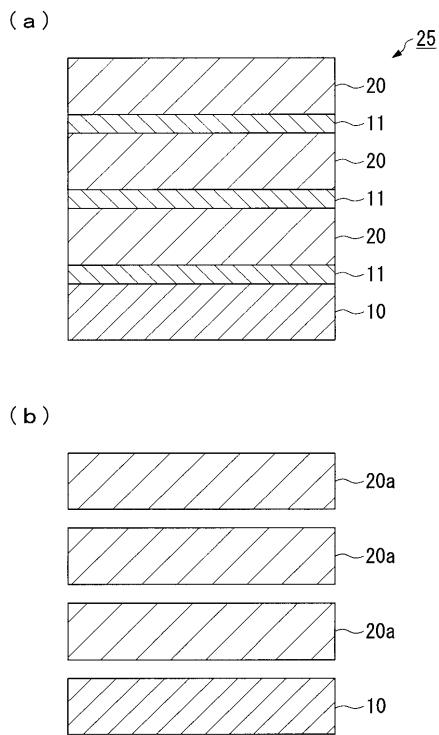
【 図 1 】



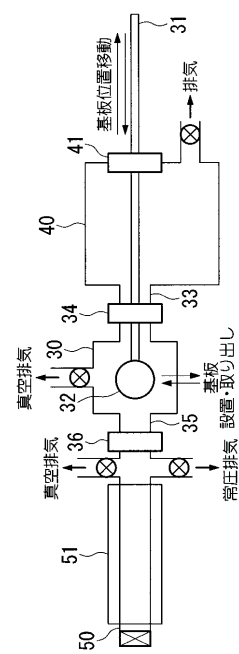
【 図 2 】



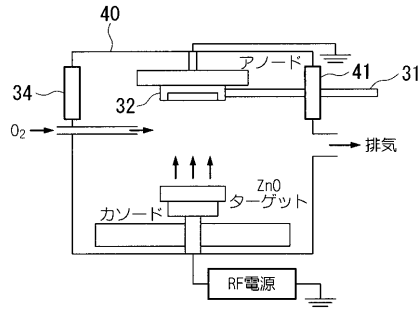
【 図 3 】



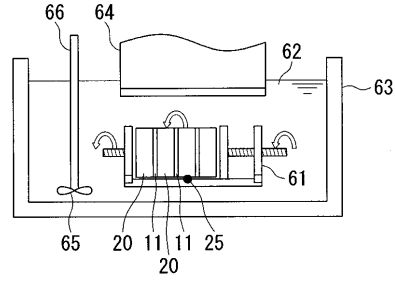
【 図 4 】



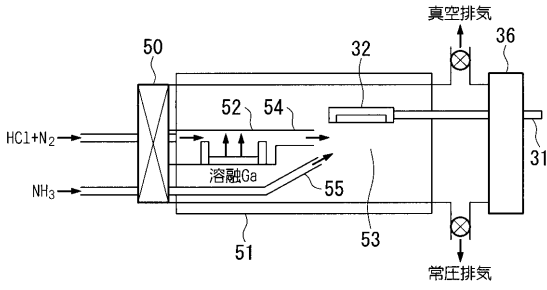
【 図 5 】



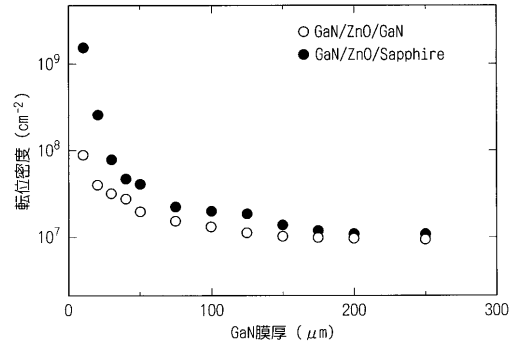
【 図 7 】



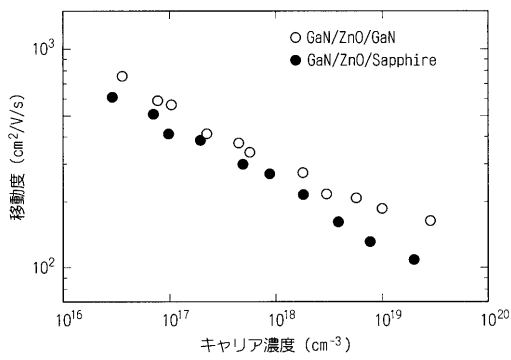
【 図 6 】



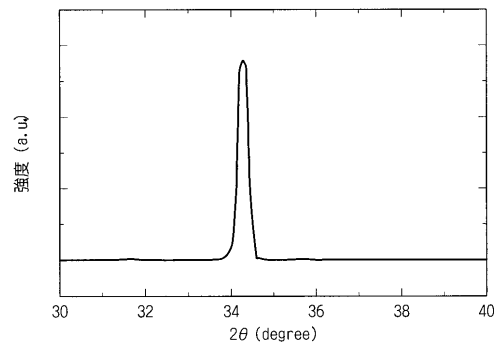
【 図 8 】



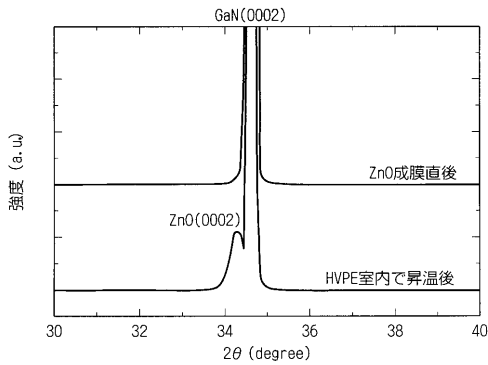
【 図 9 】



【 図 1 1 】



【 図 1 0 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 佐久間 健

千葉県佐倉市六崎1 4 4 0 番地 株式会社フジクラ佐倉事業所内

(72)発明者 細谷 英行

千葉県佐倉市六崎1 4 4 0 番地 株式会社フジクラ佐倉事業所内

Fターム(参考) 4G077 AA02 BE15 DB04 ED06 EF04 FJ03 TB02 TC13 TC14 TK11