

(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2007-142003

(P2007-142003A)

(43) 公開日 平成19年6月7日(2007.6.7)

(51) Int. Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 L 21/205 (2006.01)	HO 1 L 21/205	4 K O 3 O
HO 1 L 29/812 (2006.01)	HO 1 L 29/80 H	5 F O 4 5
HO 1 L 29/778 (2006.01)	C 2 3 C 16/34	5 F 1 O 2
HO 1 L 21/338 (2006.01)		
C 2 3 C 16/34 (2006.01)		

審査請求 未請求 請求項の数 17 O L (全 24 頁)

(21) 出願番号 特願2005-331235 (P2005-331235)  
 (22) 出願日 平成17年11月16日 (2005.11.16)

(71) 出願人 000004064  
 日本碍子株式会社  
 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号

(71) 出願人 000224798  
 DOWAホールディングス株式会社  
 東京都千代田区外神田四丁目14番1号

(74) 代理人 100089233  
 弁理士 吉田 茂明

(74) 代理人 100088672  
 弁理士 吉竹 英俊

(74) 代理人 100088845  
 弁理士 有田 貴弘

(72) 発明者 倉岡 義孝  
 愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号  
 日本碍子株式会社内

最終頁に続く

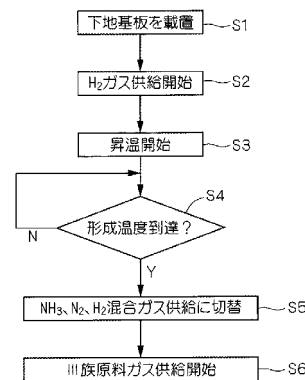
(54) 【発明の名称】 III族窒化物結晶の作製方法、エピタキシャル基板における反り低減方法、エピタキシャル基板、および半導体素子

(57) 【要約】

【課題】高結晶品質と高比抵抗の両立を安定的に実現することができ、エピタキシャル基板における反りを低減できるIII族窒化物結晶の作製方法を提供する。

【解決手段】サファイア単結晶上にAlNからなる成長下地層をエピタキシャル形成してなる下地基板を製造装置内に載置(ステップS1)した後、室温の状態の水素ガスの供給を開始(ステップS2)し、さらに昇温を開始する(ステップS3)。水素ガスの供給と昇温とは、下地基板が所定の形成温度に達するまで継続される(ステップS4)。下地基板の温度が形成温度に達すると、下地基板の温度を維持しつつ、ガスの供給態様を、水素ガスのみから、アンモニア、窒素、および水素の混合ガスに切り替える(ステップS5)。所定の時間経過後、混合ガスの供給を維持しつつ、さらにIII族原料ガスの供給を開始(ステップS6)して、下地基板上にIII族窒化物結晶膜をエピタキシャル成長させる。

【選択図】図5



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

III族窒化物結晶の作製方法であって、  
処理容器中で所定の単結晶下地基板を所定の成膜温度にまで昇温する昇温工程と、  
前記所定の成膜温度に昇温された前記単結晶下地基板の上に少なくともGaを含む第1  
のIII族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる成膜工程と、  
を備え、

前記昇温工程においては、遅くとも前記単結晶下地基板の温度が前記成膜温度に達する  
までには前記処理容器中に水素ガス雰囲気形成されているように水素ガスを供給し、

前記単結晶下地基板の温度が前記所定の成膜温度に達した以降に、前記第1のIII族窒  
化物結晶の形成に必要な所定のガス群の前記処理容器中への供給を開始することによって  
前記成膜工程を行う、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

10

## 【請求項 2】

III族窒化物結晶の作製方法であって、

処理容器中で所定の単結晶下地基板を所定の成膜温度にまで昇温する昇温工程と、

前記所定の成膜温度に昇温された前記単結晶下地基板の上に少なくともGaを含む第1  
のIII族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる成膜工程と、  
を備え、

前記昇温工程においては、前記単結晶下地基板の温度が所定の水素ガス供給開始温度以  
上である場合に前記処理容器中に水素ガス雰囲気形成されるように水素ガスを供給し、

前記単結晶下地基板の温度が前記所定の成膜温度に達した以降に、前記第1のIII族窒  
化物結晶の形成に必要な所定のガス群の前記処理容器中への供給を開始することによって  
前記成膜工程を行う、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

20

## 【請求項 3】

請求項1または請求項2に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、

前記昇温工程において前記単結晶下地基板の温度が300 以上である場合に前記水素  
ガスを供給する、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

30

## 【請求項 4】

請求項3に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、

前記昇温工程において前記単結晶下地基板の温度が500 以上である場合に前記水素  
ガスを供給する、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

## 【請求項 5】

請求項1ないし請求項4のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、

前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物を形成するためのV族原料ガスを含  
む第1のガス群の供給を先行して開始し、温度変動が収束した後に、前記第1のIII族窒  
化物を形成するためのIII族元素ガスを含む第2のガス群の供給を開始する、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

40

## 【請求項 6】

請求項1ないし請求項5のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、

前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物における全III族元素中のGaの含有  
比率が50%以上となるように、前記所定のガス群の供給を行う、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

## 【請求項 7】

請求項6に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、

前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物における全III族元素中のGaの含有  
比率が80%以上となるように、前記所定のガス群の供給を行う、

50

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

【請求項 8】

請求項 7 に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、  
前記成膜工程においては、前記第 1 のIII族窒化物が GaN となるように、前記所定の  
ガス群の供給を行う、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

【請求項 9】

請求項 1 ないし請求項 8 のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、  
前記単結晶下地基板が、所定の単結晶基材の上に AlN 系III族窒化物である第 2 のIII  
族窒化物からなる下地層をエピタキシャル形成してなるものであり、

前記第 1 のIII族窒化物における Al の含有比率は前記第 2 のIII族窒化物における Al  
の含有比率よりも小さい、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

【請求項 10】

請求項 9 に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、  
前記第 2 のIII族窒化物が AlN である、

ことを特徴とするIII族窒化物結晶の作製方法。

【請求項 11】

請求項 1 ないし請求項 10 のいずれかに記載の作製方法によって所定の単結晶下地基板  
の上に少なくとも Ga を含むIII族窒化物結晶からなる結晶層を形成することによりエピ  
タキシャル基板を得るようにしたこと、

を特徴とするエピタキシャル基板における反り低減方法。

【請求項 12】

請求項 11 に記載のエピタキシャル基板における反り低減方法であって、  
前記結晶層を  $2.0 \mu\text{m}$  以下の膜厚を有するように形成する、

ことを特徴とするエピタキシャル基板における反り低減方法。

【請求項 13】

請求項 1 ないし請求項 10 のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法によって所  
定の単結晶下地基板の上に前記第 1 のIII族窒化物からなる結晶層を形成してなる、  
ことを特徴とするエピタキシャル基板。

【請求項 14】

請求項 10 に記載のIII族窒化物結晶の作製方法によって前記下地層を  $0.5 \sim 1.0$   
 $\mu\text{m}$  の膜厚で形成するとともに前記第 1 のIII族窒化物からなる結晶層を GaN によって  
 $1.0 \sim 2.0 \mu\text{m}$  の膜厚で形成し、前記結晶層の上に AlGaN からなる上部層をさら  
にエピタキシャル形成してなる、

ことを特徴とするエピタキシャル基板。

【請求項 15】

請求項 13 または請求項 14 に記載のエピタキシャル基板であって、  
前記結晶層の比抵抗が  $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$  以上である、

ことを特徴とするエピタキシャル基板。

【請求項 16】

請求項 15 に記載のエピタキシャル基板であって、

前記結晶層が、(0002)面のX線ロックアップ半値幅が200秒以下で、かつ  
表面欠陥がないように形成されてなる、

ことを特徴とするエピタキシャル基板。

【請求項 17】

請求項 13 ないし請求項 16 のいずれかに記載のエピタキシャル基板を用いて形成され  
てなる、

ことを特徴とする半導体素子。

【発明の詳細な説明】

10

20

30

40

50

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、単結晶下地基板上にIII族窒化物結晶を形成する方法、特に温度変化に応じた雰囲気の設定に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

GaNをはじめとするIII族窒化物結晶は、バンドギャップが大きく、破壊電界強度が高く、かつ高融点であることから、GaAs系材料に代わる、高出力、高周波、高温用の半導体デバイス材料として期待されており、そうした物性を活かす電子デバイスとして、HEMT (High Electron Mobility Transistor) などが研究、開発されている。例えば、

10

サファイアやSiC等の基板にいわゆる半絶縁層（もしくはバッファ層とも称する）としてGaN層などをエピタキシャル成長させ、さらにその上に、いわゆるキャリア供給層としてAlGaN層あるいはAlN層などをエピタキシャル成長させて積層体を形成することで得られるヘテロ構造型のHEMTなどが、研究、開発されている。

## 【0003】

こうした電子デバイスにおいて良好な特性を得るには、エピタキシャル形成される各層の結晶品質が良好であることが求められる。例えば、単結晶基材の上にAlN膜やAlGaN膜などの下地膜をエピタキシャル形成してなる下地基板を用いる場合に、その上に形成される各層の結晶品質を向上させるべく、該下地膜の表面欠陥を低減する技術が公知である（例えば特許文献1および特許文献2参照）。

20

## 【0004】

また、そうした電子デバイスにおいては、半絶縁層（バッファ層）においてオフ時のリーク電流が少ないことが要求される。そのためには、高い比抵抗を有するようにバッファ層を形成することが求められる。これを実現することを目的とする技術もすでに公知である（例えば特許文献3参照）。

## 【0005】

従って、結局のところ、結晶品質の向上と、高い比抵抗の実現との両立が求められることになる。その実現を目的とする技術もすでに公知である（例えば、特許文献4参照）。

## 【0006】

【特許文献1】特開2003-048799号公報

30

【特許文献2】特開2003-197541号公報

【特許文献3】特開2004-289905号公報

【特許文献4】特開2005-035869号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0007】

上述のように、基板にIII族窒化物結晶をエピタキシャル形成した積層体を得ることによって作製される電子デバイスにおいては、形成される各層の高結晶品質化と半絶縁層の高比抵抗化との両立が求められるが、実用化ひいては量産化にあたってはさらに、それらが安定的に、あるいは確実に実現されることが必要である。そのためには、異なる基板に由来する積層体間の品質のばらつきを出来るだけ小さくすることが必要である。

40

## 【0008】

また、これらの電子デバイスは通常、一の積層体を分割することによって多数個取りされるので、それぞれの電子デバイスが一定以上の品質及び特性を安定的に有するには、一の積層体間のばらつき、いわゆる面内ばらつきを出来るだけ小さくすることが必要である。こうしたばらつきの抑制は、電子デバイスを生産する際の歩留まりを確保するために必須だからである。

## 【0009】

さらに、III族窒化物エピタキシャル膜は一般に、膜厚を大きくするほど結晶品質は良好となるが、一方で、膜厚が大きいほど、格子定数の異なる異種材料上にエピタキシャル

50

形成を行っていることに起因して積層体に反りが生じやすくなる。係る反りの存在は、成膜以降の工程、例えばステッパによる露光時などに、積層体の吸着固定が困難となる、などの問題を生じさせる。従って、半絶縁層の膜厚が薄い状態で、上述の高結晶品質化や高比抵抗化が実現されることが、反りの抑制という観点からは好ましいといえる。

【0010】

しかしながら、特許文献1ないし特許文献3のいずれにおいても、結晶品質の向上と、半絶縁層に高い比抵抗を実現するための技術とを両立させる技術についての開示はなされていない。さらには、反りの低減に関する技術についての開示もなされていない。

【0011】

特許文献4には、積層体を構成する各層の結晶品質の向上と、半絶縁層の高い比抵抗の実現との両立を目的とする技術が開示されているが、そうした品質や特性の実現の安定性や確実性の実現については、何らの開示もなされていない。そして、反りの低減に関する技術についての開示もなされていない。

10

【0012】

本発明は、上記課題に鑑みてなされたものであり、高結晶品質と高い比抵抗との両立が安定的に実現されるIII族窒化物結晶の作製方法を提供することを目的とする。そして、該III族窒化物結晶を半絶縁層として用いるエピタキシャル基板における反りが低減されることを第2の目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0013】

上記課題を解決するため、請求項1の発明は、III族窒化物結晶の作製方法であって、処理容器中で所定の単結晶下地基板を所定の成膜温度にまで昇温する昇温工程と、前記所定の成膜温度に昇温された前記単結晶下地基板の上に少なくともGaを含む第1のIII族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる成膜工程と、を備え、前記昇温工程においては、遅くとも前記単結晶下地基板の温度が前記成膜温度に達するまでには前記処理容器中に水素ガス雰囲気形成されているように水素ガスを供給し、前記単結晶下地基板の温度が前記所定の成膜温度に達した以降に、前記第1のIII族窒化物結晶の形成に必要な所定のガス群の前記処理容器中への供給を開始することによって前記成膜工程を行う、ことを特徴とする。

20

【0014】

また、請求項2の発明は、III族窒化物結晶の作製方法であって、処理容器中で所定の単結晶下地基板を所定の成膜温度にまで昇温する昇温工程と、前記所定の成膜温度に昇温された前記単結晶下地基板の上に少なくともGaを含む第1のIII族窒化物結晶をエピタキシャル成長させる成膜工程と、を備え、前記昇温工程においては、前記単結晶下地基板の温度が所定の水素ガス供給開始温度以上である場合に前記処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されるように水素ガスを供給し、前記単結晶下地基板の温度が前記所定の成膜温度に達した以降に、前記第1のIII族窒化物結晶の形成に必要な所定のガス群の前記処理容器中への供給を開始することによって前記成膜工程を行う、ことを特徴とする。

30

【0015】

また、請求項3の発明は、請求項1または請求項2に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記昇温工程において前記単結晶下地基板の温度が300以上である場合に前記水素ガスを供給する、ことを特徴とする。

40

【0016】

また、請求項4の発明は、請求項3に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記昇温工程において前記単結晶下地基板の温度が500以上である場合に前記水素ガスを供給する、ことを特徴とする。

【0017】

また、請求項5の発明は、請求項1ないし請求項4のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物を形成するためのV族原料ガスを含む第1のガス群の供給を先行して開始し、温度変動が収束した後に

50

、前記第1のIII族窒化物を形成するためのIII族元素ガスを含む第2のガス群の供給を開始する、ことを特徴とする。

【0018】

また、請求項6の発明は、請求項1ないし請求項5のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物における全III族元素中のGaの含有比率が50%以上となるように、前記所定のガス群の供給を行う、ことを特徴とする。

【0019】

また、請求項7の発明は、請求項6に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物における全III族元素中のGaの含有比率が80%以上となるように、前記所定のガス群の供給を行う、ことを特徴とする。

10

【0020】

また、請求項8の発明は、請求項7に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記成膜工程においては、前記第1のIII族窒化物がGaNとなるように、前記所定のガス群の供給を行う、ことを特徴とする。

【0021】

また、請求項9の発明は、請求項1ないし請求項8のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記単結晶下地基板が、所定の単結晶基材の上にAlN系III族窒化物である第2のIII族窒化物からなる下地層をエピタキシャル形成してなるものであり、前記第1のIII族窒化物におけるAlの含有比率は前記第2のIII族窒化物におけるAlの含有比率よりも小さい、ことを特徴とする。

20

【0022】

また、請求項10の発明は、請求項9に記載のIII族窒化物結晶の作製方法であって、前記第2のIII族窒化物がAlNである、ことを特徴とする。

【0023】

また、請求項11の発明は、エピタキシャル基板における反り低減方法であって、請求項1ないし請求項10のいずれかに記載の作製方法によって所定の単結晶下地基板の上に少なくともGaを含むIII族窒化物結晶からなる結晶層を形成することによりエピタキシャル基板を得るようにしたこと、を特徴とする。

【0024】

また、請求項12の発明は、請求項11に記載のエピタキシャル基板における反り低減方法であって、前記結晶層を2.0μm以下の膜厚を有するように形成する、ことを特徴とする。

30

【0025】

また、請求項13の発明は、エピタキシャル基板が、請求項1ないし請求項10のいずれかに記載のIII族窒化物結晶の作製方法によって所定の単結晶下地基板の上に前記第1のIII族窒化物からなる結晶層が形成されてなる、ことを特徴とする。

【0026】

また、請求項14の発明は、エピタキシャル基板が、請求項10に記載のIII族窒化物結晶の作製方法によって前記下地層が0.5~1.0μmの膜厚で形成されるとともに前記第1のIII族窒化物からなる結晶層がGaNによって1.0~2.0μmの膜厚で形成され、前記結晶層の上にAlGaNからなる上部層がさらにエピタキシャル形成されてなる、ことを特徴とする。

40

【0027】

また、請求項15の発明は、請求項13または請求項14に記載のエピタキシャル基板であって、前記結晶層の比抵抗が $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$ 以上である、ことを特徴とする。

【0028】

また、請求項16の発明は、請求項15に記載のエピタキシャル基板であって、前記結晶層が、(0002)面のX線ロックアップ半値幅が200秒以下で、かつ表面欠陥がないように形成されてなる、ことを特徴とする。

50

## 【0029】

また、請求項17の発明は、半導体素子が、請求項13ないし請求項16のいずれかに記載のエピタキシャル基板を用いて形成されてなる、ことを特徴とする。

## 【発明の効果】

## 【0030】

請求項1ないし請求項10の発明によれば、下地基板上に対して安定的に、高結晶品質でかつ高比抵抗なIII族窒化物結晶を形成することができる。さらには、該III族窒化物結晶からなる結晶層を半絶縁層として有する半導体素子において、半絶縁層を薄くしても、高結晶品質と高比抵抗が維持されるので、下地基板と半絶縁層との格子定数差に起因して生じる半導体素子における反りの低減が実現される。

10

## 【0031】

請求項11および請求項12の発明によれば、下地基板上にIII族窒化物結晶からなる結晶層によって半絶縁層を形成してなる半導体素子において、半絶縁層を薄くしても、高結晶品質と高比抵抗が維持されるので、下地基板と半絶縁層との格子定数差に起因して生じる半導体素子における反りの低減が実現される。

## 【0032】

請求項13ないし請求項17の発明によれば、下地基板上に高結晶品質でかつ高比抵抗なIII族窒化物結晶からなる結晶層を有するエピタキシャル基板を、得ることができる。さらには、このエピタキシャル基板を用いて形成した、該結晶層が半絶縁層として作用する半導体素子においては、半絶縁層を薄くしても高結晶品質と高比抵抗が維持されるので、下地基板と半絶縁層との格子定数差に起因して生じる半導体素子における反りの低減が実現される。

20

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【0033】

<第1の実施の形態>

<HEMT素子の構造>

図1は、本実施の形態に係る作製方法によって得られる積層体10の構成を示す概要図である。なお、図示の都合上、図1における各層の厚みの比率は、実際の比率を反映したものではない。

## 【0034】

積層体10は、単結晶基材1の上に、成長下地層2と半絶縁層3とがこの順にエピタキシャル形成されてなる、いわゆるエピタキシャル基板である。なお、本明細書中においては、単結晶基材1の上に成長下地層2が形成された状態のものを、下地基板1sと称することがある。すなわち、積層体10は、該下地基板1s上に半絶縁層3がエピタキシャル形成されたものと捉えることも出来る。

30

## 【0035】

また、図2は、積層体10を用いて形成されたHEMT素子20の構成を示す概要図である。HEMT素子20は、積層体10の上に、より具体的には半絶縁層3の上に、キャリア供給層4が形成されてなり、さらにその上に、ソース電極5およびドレイン電極6と、ゲート電極7とが形成されてなる。

40

## 【0036】

単結晶基材1は、その上に形成する各層の組成や構造、あるいは形成手法に応じて適宜に選択される。例えば、SiC(炭化ケイ素)やサファイアなどの単結晶を所定の厚みに切り出したものを用いる。あるいは、ZnO, LiAlO<sub>2</sub>, LiGaO<sub>2</sub>, MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, (LaSr)(AlTa)O<sub>3</sub>, NdGaO<sub>3</sub>, MgOといった各種酸化物材料, Si, Geといった各種IV族単結晶、SiGeといった各種IV-IV族化合物, GaAs, AlN, GaN, AlGaNといった各種III-V族化合物およびZrB<sub>2</sub>といった各種ホウ化物の単結晶から適宜選択して用いてもよい。こうした単結晶の中では、SiC基板、サファイア基板が望ましい。特に、C面を主面とするIII族窒化物層を成長下地層2として得る場合には、C面SiCあるいはC面サファイアを単結晶基材1として用いるの

50

が望ましい。高品質な成長下地層 2 の形成を実現できるからである。また、A 面を主面とする III 族窒化物層を成長下地層 2 として得る場合には、A 面 SiC あるいは R 面サファイアを単結晶基材 1 として用いるのが望ましい。単結晶基材 1 の厚みには特段の材質上の制限はないが、取り扱いの便宜上、数百  $\mu\text{m}$  ~ 数 mm の厚みのものが好適である。

#### 【0037】

成長下地層 2 は、少なくとも Al を含み、かつ、全 III 族元素に対する Al のモル分率が半絶縁層 3 を構成する III 族窒化物（後述）よりも大きい III 族窒化物にて形成される。好ましくは、成長下地層 2 は全 III 族元素に対する Al のモル分率が 50 原子% 以上である III 族窒化物にて形成される。さらに好ましくは、成長下地層 2 は、全 III 族元素に対する Al のモル分率が 80 原子% 以上である III 族窒化物にて形成される。最も好ましくは、AlN にて形成される。成長下地層 2 をこのような組成の III 族窒化物にて構成するのは、面内における格子定数が半絶縁層 3 において成長下地層 2 より大きい場合、半絶縁層 3 において成長下地層 2 との界面近傍に発生する略水平方向の圧縮応力の作用により成長下地層 2 からの主に刃状転位からなる貫通転位が互いに絡まり合い、その結果として半絶縁層 3 内の転位が低減する、という効果が得られるからである。ここで、前記格子定数の差は、III 族元素である B、Al、Ga、In のモル分率あるいは V 族元素として N に添加することができる P、As の添加量で調整することができる。特に、成長下地層 2 の結晶品質、熱伝導性等を考慮に入れると、Al のモル分率の差で調整することが望ましく、成長下地層 2 と半絶縁層 3 との Al のモル分率の差が大きいほど、この転位低減効果は大きくなる。よって、成長下地層 2 が AlN によって形成されてなる場合に、その効果が最大となるが、成長下地層 2 を全 III 族元素に対する Al のモル分率が 80 原子% 以上である III 族窒化物にて形成した場合にも AlN にて形成した場合とほぼ同程度の転位低減効果を持つことが、実験的に確認されている。なお、成長下地層 2 を AlN とした場合には、組成のばらつきが問題とならないという利点もある。

#### 【0038】

このようにして形成される成長下地層 2 は通常、六方晶系のウルツ鉱型構造をとる。特に、C 面を主面とする III 族窒化物を成長下地層 2 として用いる場合、該成長下地層 2 については、X 線ロックアップ測定（スキャン）による（0002）面の半値幅が 200 秒以下であることが望ましい。さらには、100 秒以下であることがより望ましい。係る半値幅が実現されるということは、成長下地層 2 の表面において、成長方位に揺らぎが少なく、C 面が揃い、らせん成分の転位が少ない状態が実現されているということになり、このことは成長下地層 2 上に結晶品質の良い半絶縁層 3 を形成する上でより好適だからである。この結晶性を実現するためには、単結晶基材 1 上に、いわゆる低温緩衝層を挿入しない方が望ましい。X 線ロックアップ測定（スキャン）による（0002）面の半値幅の下限値は、特に定めるものではないが、材料及び結晶構造から計算される理論値（ $\sim 10$  秒）を下回るものではない。また、成長下地層 2 内の刃状転位密度は、 $5 \times 10^{10} / \text{cm}^2$  以下であることが望ましく、単結晶基材 1 の表面に窒化物層を形成しておくことで、この状態は実現可能であり、条件設定によっては、転位密度  $1 \times 10^9 / \text{cm}^2$  の転位密度まで実現可能である。なお、本実施の形態において、転位密度は、平面 TEM を用いて評価している。

#### 【0039】

また、成長下地層 2 は、好ましくは 10 nm ~ 100  $\mu\text{m}$  の厚みに形成される。これよりも厚みが小さいと成長下地層 2 が十分に結晶成長せず、単結晶基材 1 と成長下地層 2 の界面で発生した多量の転位がほとんど成長下地層 2 の表面まで残存してしまっ好ましくない。よって、成長下地層 2 は、内部の転位を十分に消失させるべく、少なくとも  $5 \times 10^{10} / \text{cm}^2$  以下とする程度の厚みで形成することが望ましい。300 nm 以上の厚みとすれば、 $5 \times 10^{10} / \text{cm}^2$  以下の転位密度を安定して実現することができる。ただし、厚みが大きすぎると、コスト面でのデメリットが生じることに加え、成長下地層 2 の内部にクラックが発生する可能性があるため、クラックの発生しない範囲内で適宜厚みを設定する。10  $\mu\text{m}$  以下が望ましい厚みである。また、積層体 10 あるいは HEMT 素子 20

10

20

30

40

50

における反りを低減するという観点からは、成長下地層 2 の厚みは薄いことが望ましく、 $2\ \mu\text{m}$  以下が望ましい厚みである。

#### 【0040】

成長下地層 2 は、例えば、MOCVD 法、あるいは MBE 法（分子線エピタキシ法；Molecular Beam Epitaxy）を用いて形成することができる。MOCVD 法には、PALE 法（パルス原子層エピタキシ法；Pulsed Atomic Layer Epitaxy）、プラズマアシスト法やレーザーアシスト法などが併用できる。MBE 法に関しても、同様の技術を併用可能である。MOCVD 法あるいは MBE 法といった成長方法は、製造条件を高精度に制御することができるので、高品質な結晶を成長させることに適しており、本実施の形態のように、異種基材上に AlN による高品質な成長下地層 2 を成長させる場合には、 $1100\sim 1600$  の加熱温度で、減圧条件の設定が可能となった方法を用いることが望ましい。より具体的な作製条件は、それぞれの形成手法に応じて、適切に選択、設定されることになる。こうした方法の中では、より熱平衡状態に近い状態を実現できる、MOCVD 法を用いることが特に望ましい。

10

#### 【0041】

また、成長下地層 2 の最表面は、実質的に原子レベルで平坦となるように形成されることが望ましい。この場合、成長下地層 2 の表面は原子ステップが明瞭に観察される程度の平坦性を有しており、AFM によって評価される最表面の表面粗さ（本願においては、 $5\ \mu\text{m}\times 5\ \mu\text{m}$  の正方形領域における算術平均粗さ  $R_a$  で評価）が成長下地層 2 を構成する III 族窒化物材料の c 軸の格子定数と略同程度の  $0.5\ \text{nm}$  以下、好ましく  $0.3\ \text{nm}$  以下となる。 $R_a$  の値が  $0.3\ \text{nm}$  以下となると、表面においてピットはほとんど観察されなくなる。

20

#### 【0042】

成長下地層 2 の表面においてこのような原子レベルの平坦性を実現するためには、局所的な凹凸バラツキが生じにくい結晶成長手法を用いることが好ましい。形成速度がせいぜい数  $\mu\text{m}/\text{hr}$  程度である MOCVD 法は、その手法として好適であるといえる。上記のような成長下地層 2 を、トリメチルアルミニウムとアンモニアを用いて MOCVD 法によって形成する場合、基板自体の温度を  $1100$  以上、 $1250$  以下とし、形成時圧力を  $6.5\ \text{mbar}$  以上  $35\ \text{mbar}$  以下とし、トリメチルアルミニウムとアンモニアの供給比を  $1:500$  以下、より好ましくは  $1:200$  以下で、 $1:1$  以上とするのが望ましい。ここで、成長下地層 2 の形成の際の基板自体の温度は、熱電対付基板を用いた形成条件と同一条件下での温度測定実験に基づき規定している。

30

#### 【0043】

半絶縁層 3 は、好ましくは高抵抗の III 族窒化物にて形成される。例えば、全 III 族元素中の Ga の含有比率が  $50\%$  以上である III 族窒化物にて、好ましくは、全 III 族元素中の Ga の含有比率が  $80\%$  以上である III 族窒化物にて、より好ましくは、抵抗を低減する要因となる不純物を含まない、 $\text{GaN}$  ( $i\text{-GaN}$ ) にて形成される。Ga の含有比率を  $50\%$  以上とすることにより、半絶縁層 3 の形成時の横方向成長効果が現れ、安定して半絶縁層 3 の転位低減の効果を安定して得ることができ、Ga の含有比率を  $80\%$  以上とすることにより、 $5\times 10^9/\text{cm}^2$  以下の転位密度を安定して実現できる。

40

#### 【0044】

半絶縁層 3 は、一般的には例えば MOCVD 法や MBE などの公知の成膜手法を利用して形成することができるが、本実施の形態に係る半絶縁層 3 の形成方法については、後で詳述する。上記のような高い結晶性を有する成長下地層 2 の上に、後述する手法によって形成することから、半絶縁層 3 も良好な結晶品質を有する。

#### 【0045】

なお、成長下地層 2 の表面平坦性が高いほど、半絶縁層 3 における転位低減効果が最も有効に発揮される。半絶縁層 3 の内部の転位密度は、少なくとも成長下地層 2 の表面部の転位密度の  $1/2$  以下とすることができ、 $5\times 10^7/\text{cm}^2$  まで低減することができる。また、この結晶性を実現するためには、成長下地層 2 上に、いわゆる低温緩衝層を挿入し

50

ない方が望ましい。さらに、表面にピットがほとんど存在しない程度に平坦な成長下地層 2 の上に半絶縁層 3 を形成する場合には、半絶縁層 3 において結晶欠陥がピットから誘発されるといった状況の発生を抑制することが出来るうえ、キャリア供給層 4 における表面平坦性の向上も実現されることになる。

【0046】

また、半絶縁層 3 の上面近傍には、キャリア供給層 4 からキャリアとなる電子が供給されることにより、高濃度の 2 次元電子ガスが生成する 2 次元電子ガス領域が形成されることになる。そのため、半絶縁層 3 は、この 2 次元電子ガス領域を確保するだけの厚みが必要である。一方で、あまりに厚みが大きすぎるとクラックが発生しやすくなるとともに、HEMT 素子 20 全体に反りが生じやすくなるという問題もある。従って、厚みを抑制しつつ、良好な結晶品質および高い比抵抗を有することが求められる。

10

【0047】

本実施の形態においては、後述する手法によって半絶縁層 3 を形成することにより、数  $\mu\text{m}$  以下の厚みで、好ましくは  $3\ \mu\text{m}$  以下の厚みで、より好ましくは  $1.5\ \mu\text{m}$  程度の厚みで、(0002) 面における X 線ロックアップの半値幅はせいぜい  $100$  秒以下であり表面平坦性も良好という高結晶品質と  $1 \times 10^7$   $\cdot\text{cm}$  以上という高い比抵抗とを実現しつつ、積層体あるいは HEMT 素子における反りを低減させることができる。また、従来、半絶縁層を  $3\ \mu\text{m}$  以下とすると、上記ピット等の欠陥の増加により、HEMT 素子の移動度の低下が観察されていたが、後述する手法によって形成された半絶縁層 3 の場合、その厚みが  $2\ \mu\text{m}$  程度まで HEMT 素子の移動度の低下が観察されることはない。さらに、半絶縁層 3 の厚みが  $1\ \mu\text{m}$  以上  $2\ \mu\text{m}$  未満の領域で、従来の半絶縁層を用いた場合よりも大きく移動度が回復し、デバイスとして要求される移動度を満たすことが確認されている。

20

【0048】

図 3 は、本実施の形態における反りの規定方法を説明するための図である。本実施の形態においては、反り量 BW を、積層体 10 (もしくは HEMT 素子 20) の表面 WS の最大浮き上がり量、すなわち、水平位置 HR からの表面 WS の突出距離で規定するものとする。

【0049】

キャリア供給層 4 は、少なくとも Al を含む III 族窒化物にて形成されてなる。好ましくは、 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  なる組成を有する III 族窒化物にて形成される。キャリア供給層 4 は、数十 nm 程度の厚みに形成されるのが、2 次元電子ガス領域の形成の点ならびにデバイス動作の点 (すなわちゲート電圧印加に対する主電流の制御性という点) からは好ましい。

30

【0050】

キャリア供給層 4 は、例えば MOCVD 法や MBE 法などの公知の成膜手法にて形成される。HEMT 素子 20 においては、半絶縁層 3 とキャリア供給層 4 の (a 軸の) 格子定数差に起因して表面から基板へと電界が生ずる piezo 効果 (圧電効果)、ならびに自発分極効果により、半絶縁層 3 の表面に 2 次元電子ガスが生成するが、キャリア供給層 4 を x の値が大きい III 族窒化物、つまりは、Al リッチな III 族窒化物にて形成するほど、piezo 効果は増し、2 次元電子ガス領域におけるシートキャリア濃度は向上する。好ましくは、キャリア供給層 4 は  $x = 0.2$  をみたす範囲の III 族窒化物にて形成される。ただし、x が大きい場合は、クラックが生じやすくなるため、クラックが生じない成長条件を選択することが必要である。

40

【0051】

なお、キャリア供給層 4 には、例えば Si などの n 型のドーパントがドーブされてもよい。また、バリア層やキャップ層などとして作用する III 族窒化物層がキャリア供給層 4 上側や下側に設けられてもよい。

【0052】

キャリア供給層 4 は、その表面におけるピット密度が  $5 \times 10^8 / \text{cm}^2$  以下であるよう

50

に形成される。キャリア供給層 4 が、このような良好な結晶性を有するのは、上述のように高い結晶性を有する半絶縁層 3 を設けたうえで、用いる成膜手法に応じて半導体層の成長条件を適宜に制御することによるものといえる。

【0053】

ソース電極 5 およびドレイン電極 6 は、キャリア供給層 4 の表面に、例えば、Ti/Au/Ti/Auにてオーミック接合により形成される。ソース電極 5 およびドレイン電極 6 の形成に際しては、キャリア供給層 4 の表面の電極形成箇所に、所定のコンタクト処理がなされた上で行われてもよい。また、ゲート電極 7 は、キャリア供給層 4 の表面に、例えば、Pt/Auにてショットキー接合により形成される。

【0054】

< 製造装置 >

次に、本実施の形態に係る III 族窒化物の作製、具体的には半絶縁層 3 のエピタキシャル形成を MOCVD 法を用いて行う場合に用いる装置について説明する。図 4 は、係る製造装置 100 の構成の一例を、模式的に示す図である。すなわち、製造装置 100 はいわゆる「MOCVD 装置」である。

【0055】

製造装置 100 は、III 族窒化物を半絶縁層 3 として下地基板 1s 上にエピタキシャル形成するための原料ガスを、下地基板 1s の主面上に流すことができるように構成される。なお、半絶縁層 3 の形成のみならず、成長下地層 2 およびキャリア供給層 4 の形成を、製造装置 100 を用いて行うことも可能である。

【0056】

製造装置 100 は、反応性ガスを下地基板 1s の主面に導入するための、反応性ガス導入管 31 を備える。反応性ガス導入管 31 は、気密の処理容器 21 内にあり、その 2 つの外部端は、それぞれ、反応性ガスの導入口 22 および排気口 24 となっている。また、反応性ガス導入管 31 には、下地基板 1s の主面上に反応性ガスを接触させるために開口部 31h が設けられている。

【0057】

処理容器 21 の外側にある導入口 22 には、配管系 L1 および L2 が接続されている。配管系 L1 は、アンモニアガス ( $\text{NH}_3$ )、窒素ガス ( $\text{N}_2$ ) および水素ガス ( $\text{H}_2$ ) を供給するための配管系である。一方、配管系 L2 は、TMA (トリメチルアルミニウム;  $\text{Al}(\text{CH}_3)_3$ )、TMG (トリメチルガリウム;  $\text{Ga}(\text{CH}_3)_3$ )、TMI (トリメチルインジウム;  $\text{In}(\text{CH}_3)_3$ )、 $\text{CP}_2\text{Mg}$  (シクロペンタジエニルマグネシウム;  $\text{Mg}(\text{C}_5\text{H}_5)_2$ )、シランガス ( $\text{SiH}_4$ )、窒素ガスおよび水素ガスを供給するための配管系である。さらに、配管系 L2 には、TMA、TMG、TMI および  $\text{CP}_2\text{Mg}$  の供給源 24d ~ 24g が接続される。

【0058】

TMA、TMG、TMI および  $\text{CP}_2\text{Mg}$  の供給源 24d ~ 24g は、バブリングを行うために、窒素ガスの供給源 24b に接続されている。同様に、TMA、TMG、TMI および  $\text{CP}_2\text{Mg}$  の供給源 24d ~ 24g は、水素ガスの供給源 24c に接続されている。なお、本実施の形態においては、TMI および  $\text{CP}_2\text{Mg}$  は使用しないので、供給源 24f および 24g は備わっていなくともよい。

【0059】

製造装置 100 においては、水素 ( $\text{H}_2$ ) もしくは窒素 ( $\text{N}_2$ )、またはその混合ガスがキャリアガスとして機能する。なお、全てのガス供給系は、流量計を用いて、ガス流量が制御されている。

【0060】

さらに、排気口 24 には、処理容器 21 の内部のガスを強制排気する真空ポンプ 27 が接続される。

【0061】

また、処理容器 21 の内部には、下地基板 1s を載置する基材台 (サセプタ) 28 と、

10

20

30

40

50

基材台 28 を処理容器 21 の内部に支持する支持脚 29 とが設けられる。基材台 28 は、ヒータ 30 によって温度制御可能である。製造装置 100 においては、下地基板 1s と密着している基材台 28 の温度を変更することにより、下地基板 1s の成長温度を変化させる。換言すれば、ヒータ 30 を制御することによって下地基板 1s の温度は制御可能である。ここで、半絶縁層 3 を形成する際の下地基板 1s の温度は、SiC をコーティングしたカーボンで構成される厚み (5 mm) のサセプタ 28 を、波長  $0.95 \mu\text{m}$  にて裏面から輻射率 (0.5) と設定した放射温度計を用いて測定した温度により規定している。

#### 【0062】

##### < 半絶縁層の形成方法 >

続いて、製造装置 100 を用いた III 族窒化物の作製方法、具体的にいえば、半絶縁層 3 の形成方法について説明する。ここでは、あらかじめ所定の方法により、上述のように作成されてなる下地基板 1s の上に、半絶縁層 3 を生成する場合について説明する。なお、後述する実施例では便宜上、成長下地層 2 を形成することによる下地基板 1s の作製と、半絶縁層 3 の作成とを同一の製造装置 100 で連続的に行うよう説明しているが、成長下地層 2 の形成つまりは下地基板 1s の作製と、その上への半絶縁層 3 の形成とは、異なる製造装置によって行うことが望ましい。成長下地層 2 と半絶縁層 3 とを形成する際の条件が大きく異なる場合、例えば、それぞれの層を大きく異なる組成の物質で形成するような場合、同一の製造装置を用いてこれらを連続的に形成すると、製造装置のメモリー効果等が要因となって、それぞれの層の品質が大きく劣化することがあるからである。また、両層を異なる装置で形成する場合、下地層の形成後、製造装置より取り出した時点で、該下地層の結晶品質を評価することができるので、不良を取り除くことが可能となるという利点もある。なお、この場合、大気中においては成長下地層 2 の最表面には酸化層が形成されることになるが、係る酸化層は、後述する処理により効果的に除去される。図 5 は、本実施の形態に係る半絶縁層 3 の形成の流れを示す図である。

#### 【0063】

まず、基材台 28 の上に、下地基板 1s を載置する (ステップ S1)。その際には、下地基板 1s の成長下地層 2 の表面をアセトンおよび IPA (イソプロピルアルコール) を用いて超音波洗浄し、水洗乾燥させた状態で載置することが好ましい。

#### 【0064】

下地基板 1s を載置させた後、室温の状態の水素ガスの供給源 24c より水素ガスの供給を開始する (ステップ S2)。その際には、流速を  $0.01 \text{ m/s} \sim 100 \text{ m/s}$  の範囲の所定の値とするとともに、製造装置 100 の内部の圧力を  $50 \text{ mbar} \sim 300 \text{ mbar}$  の間の所定の値に設定する。たとえば、流速を  $4 \text{ m/s}$ 、圧力を  $200 \text{ mbar}$  とするのがその好適な一例である。

#### 【0065】

水素ガスの供給を開始後、ヒータ 30 により昇温を開始する (ステップ S3)。その際の昇温レートは、 $50 \text{ /分} \sim 400 \text{ /分}$  の間の所定の値に設定する。例えば  $150 \text{ /分}$  がその好適な一例である。

#### 【0066】

水素ガスの供給と昇温とは、下地基板 1s が所定の形成温度 (半絶縁層 3 を構成する III 族窒化物結晶の成膜温度) に達するまで継続される (ステップ S4)。ここで、形成温度は、 $1000 \sim 1200$  の温度範囲で適宜に設定される。例えば、 $1100$  がその好適な一例である。なお、形成温度に達するまでに処理容器中に十分な水素ガス雰囲気形成されるのであれば、昇温の途中で水素ガスの供給を終了するようにしてもよいが、制御パラメータを出来る限り少なくする観点から、温度が一定温度に安定した後に供給を終了することが好ましい。ただし、温度安定性の問題から、所定の形成温度からの  $\pm 10$  程度の温度ずれは、形成温度の範囲内として許容される。

#### 【0067】

すなわち、本実施の形態においては、遅くとも下地基板の温度が形成温度に達するまでに処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されているように、水素ガスが供給されているとい

える。また、水素ガス供給開始温度である室温以上の温度域で、処理容器中に水素ガス雰囲気形成されるように、水素ガスが供給されているともいえる。

【0068】

なお、水素ガス雰囲気とは、水素ガスを主成分とするガス雰囲気をいうが、例えばアンモニアや窒素といった他のガスを、意図的に微量含む場合や、不純物的に含む場合をも指し示しているものとする。水素ガス雰囲気での加熱は、下地基板1sの最表面に形成されている酸化層を除去する作用を有する処理であるが、酸化層を除去することが出来る限り、他のガスが含まれることも許容される。ただし、酸化膜除去の作用を最大限に活用するためには、水素ガスのみで雰囲気が形成されることが望ましい。また、この酸化層除去の効果が顕著となるのは、大気中で保管した場合に酸化されやすいAlN系III族窒化物によって成長下地層2が形成されている場合、特に、中でも特にAlNによって形成されている場合である。ただし、水素ガス雰囲気での加熱を長時間継続すると、下地基板1sの表面に欠陥を誘発し、半絶縁層3の結晶品質が劣化することがあるので、水素ガス雰囲気での加熱は、下地基板1の表面欠陥を誘発しない程度の時間とすることが望ましい。

10

【0069】

下地基板1sの温度が形成温度に達すると、(半絶縁層3の形成が終了するまで)下地基板1sの温度を維持しつつ、ガスの供給態様を、水素ガスのみから、アンモニア、窒素、および水素の混合ガスに切り替える(ステップS5)。係る混合ガスを供給する際の、それぞれの供給源24a~24cから供給される各ガスの流速は、それぞれ適宜に定められるが、例えば、順に2m/s、1m/s、および1m/sとするのが好適な一例である。

20

【0070】

このような混合ガスの供給を開始してから所定の時間(例えば30秒程度)が経過した後、混合ガスの供給を維持しつつ、さらにIII族原料ガスの供給を開始する(ステップS6)。ここで、所定の時間が経過するのを待つのは、供給ガスの切替は温度変動を生じさせる可能性が高いことから、この切替に起因して不具合が生じることを避けるべく、係る変動を収束させ、設定した形成温度に下地基板の温度を安定させるためである。

【0071】

なお、供給されるガス種は、半絶縁層3として形成しようとする物質の組成に応じて定められる。GaNにて半絶縁層3を形成する場合にはTMGが、供給源24eから供給される。さらにAlあるいはInを含む組成の半絶縁層3を形成するような場合は、これらの元素の原料となるTMA、TMIについても、それぞれの供給源24dおよび24fよりそれぞれ供給されることになる。

30

【0072】

III族原料ガスの供給は、アンモニアガスとの供給比(III族原料ガス:アンモニアガス)が1:500~1:3000の所定の比率になるように供給される。例えば、1:1000が好適な一例である。

【0073】

係るガス供給によって、下地基板1s上において、具体的には成長下地層2上において、III族窒化物結晶膜がエピタキシャル成長する。すなわち、半絶縁層3が形成される。係るガス供給は、半絶縁層3が所望の厚みに形成されるまで行う。

40

【0074】

本実施の形態においては、このような方法を用いることにより、昇温時に混合ガスを供給する場合よりも安定的に、良好な結晶品質および高い比抵抗を有する半絶縁層3を形成することができる。これにより、こうした半絶縁層3を有するHEMT素子20を安定的に得ることが出来る。

【0075】

例えば、後述の実施例に示すように、単結晶基材1としてサファイアを用い、成長下地層2として、高結晶品質のAlN層1μmの厚みに形成してなる下地基板1sを用意し、上述の方法によって半絶縁層3を形成した場合、異なる複数の積層体10のいずれにおい

50

ても、(0002)面におけるX線ロックアップの半値幅はせいぜい110秒以下であること、 $1 \times 10^7$ ・cm以上の高い比抵抗が安定的に実現されること、および積層体における面内ばらつきも小さいことが確認されている。また、係る場合の積層体10の反りは、厚みが $3 \mu\text{m}$ の場合で $25 \sim 30 \mu\text{m}$ 程度であり、厚みが $1.5 \mu\text{m}$ の場合で $15 \mu\text{m}$ 程度であることも確認されている。

#### 【0076】

なお、上述の方法に用いる装置は、製造装置100に限られるものではなく、必要な構成要素を有する限りにおいて、他の装置を使用した半絶縁層の形成はもちろん可能である。

#### 【0077】

以上、説明したように、本実施の形態に係る作製方法を用いることにより、下地基板に対して安定的に、高結晶品質でかつ高比抵抗な、III族窒化物結晶からなる半絶縁層を形成することができる。さらには、該III族窒化物結晶を半絶縁層として有するHEMT素子において、半絶縁層を薄くしても、高結晶品質と高比抵抗が維持されるので、下地基板と半絶縁層との格子定数差に起因して生じるHEMT素子における反りの低減が実現される。

#### 【0078】

##### <第2の実施の形態>

次に、第1の実施の形態とは異なる態様により、半絶縁層3を形成する方法について説明する。具体的には、III族窒化物結晶の成膜に先立つ昇温過程における雰囲気、第1の実施の形態とは違った態様について説明する。なお、本実施の形態においても、あらかじめ所定の方法により作成されてなる下地基板1sの上に、製造装置100を用いて半絶縁層3を生成するものとする。図6は、本実施の形態に係る半絶縁層3の形成の流れを示す図である。

#### 【0079】

まず、第1の実施の形態のステップS1と同様に、基材台28の上に下地基板1sを載置する(ステップS101)。その後、室温の状態アンモニア、窒素、および水素の混合ガスの供給を開始する(ステップS102)。それぞれの供給源24a~24cから供給される各ガスの流速は、それぞれ適宜に定められるが、例えば、順に $2 \text{ m/s}$ 、 $1 \text{ m/s}$ 、および $1 \text{ m/s}$ とするのが好適な一例である。その際には、製造装置100の内部の圧力を $50 \text{ mbar} \sim 300 \text{ mbar}$ の間の所定の値に設定する。たとえば、圧力を $200 \text{ mbar}$ とするのがその好適な一例である。

#### 【0080】

混合ガスの供給を開始後、ヒータ30により昇温を開始する(ステップS103)。その際の昇温レートは、 $50$  /分 $\sim 400$  /分の間の所定の値に設定する。例えば $150$  /分がその好適な一例である。

#### 【0081】

昇温開始後、 $300$  に到達すると(ステップS104)、ガスの供給態様を、混合ガスから、水素ガスだけに切り替える(ステップS105)。その際には、流速を $0.01 \text{ m/s} \sim 100 \text{ m/s}$ の範囲の所定の値とするとともに、製造装置100の内部の圧力を $50 \text{ mbar} \sim 300 \text{ mbar}$ の間の所定の値に設定する。たとえば、流速を $4 \text{ m/s}$ 、圧力を $200 \text{ mbar}$ とするのがその好適な一例である。

#### 【0082】

水素ガスの供給と昇温とは、下地基板1sが所定の形成温度(半絶縁層を構成するIII族窒化物結晶の成膜温度)に達するまで継続される(ステップS106)。ここで、形成温度は、 $1000 \sim 1200$  の温度範囲で適宜に設定される。例えば、 $1100$  がその好適な一例である。

#### 【0083】

このように、本実施の形態における昇温過程における雰囲気との与え方は、第1の実施の形態とは異なっているが、遅くとも下地基板の温度が形成温度に達するまでに処理容器中

10

20

30

40

50

に水素ガス雰囲気形成されているように、水素ガスが供給されている点では共通しているといえる。また、水素ガス供給開始温度そのものは異なるが、水素ガス供給開始温度以上の温度域で処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されるように水素ガスが供給されている点においても、共通しているといえる。

#### 【0084】

下地基板1sの温度が形成温度に達した以降は、第1の実施の形態と同様の処理を行う。すなわち、下地基板1sの温度を維持しつつ、ガスの供給態様を、水素ガスのみから、アンモニア、窒素、および水素の混合ガスに切り替える(ステップS107)。そして、混合ガスの供給を開始してから所定の時間(例えば30秒程度)が経過した後に、混合ガスの供給を維持しつつ、さらにIII族原料ガスの供給を開始する(ステップS108)。これにより、下地基板1s上において、具体的には成長下地層2上において、III族窒化物結晶の膜がエピタキシャル成長する。すなわち、半絶縁層3が形成される。係るガス供給は、半絶縁層3が所望の厚みに形成されるまで行う。

10

#### 【0085】

本実施の形態においても、後述の実施例にて例示するように、(0002)面におけるX線ロックアップの半値幅はせいぜい130秒以下であり表面平坦性も良好という高結晶品質と $1 \times 10^7$ ・cm以上という高い比抵抗の実現を両立させつつ、積層体における反りの低減をさせることができる、半絶縁層3を形成することができる。これにより、こうした半絶縁層3を有するHEMT素子20を安定的に得ることが出来る。また、昇温レートを第1の実施の形態と同じ、もしくはより速くする場合、本実施の形態の方が第1の実施の形態よりも水素雰囲気下での加熱時間は短くなるので、下地基板1sの表面への欠陥の誘発に起因する半絶縁層3の結晶品質の劣化がより生じにくくなるという点でも、本実施の形態における昇温時の雰囲気形成の態様は好適である。なお、本実施の形態においても、用いる装置は製造装置100に限られない。

20

#### 【0086】

以上、説明したように、本実施の形態に係る作製方法を用いることによっても、下地基板上に、高結晶品質でかつ高比抵抗であり、積層体における反りを低減してなる半絶縁層を形成することができる。

#### 【0087】

##### <第3の実施の形態>

図7は、第3の実施の形態に係る半絶縁層3の形成の流れを示す図である。図7には、図6のステップ104に代えてステップ204が設けられてなる以外は、図6と同様の処理を行う態様が示されている。すなわち、第3の実施の形態は、昇温時に処理容器に供給するガスを混合ガスから水素ガスへと切り替えるタイミングを500とする以外は、第2の実施の形態と同様の処理を行う態様である。

30

#### 【0088】

すなわち、本実施の形態においても、昇温過程において遅くとも下地基板の温度が形成温度に達するまでに処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されているように、水素ガスが供給されている点では、他の実施の形態と共通しているといえる。また、水素ガス供給開始温度そのものは異なるが、水素ガス供給開始温度以上の温度域で処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されるように水素ガスが供給されている点においても、他の実施の形態と共通しているといえる。

40

#### 【0089】

本実施の形態においても、後述の実施例にて例示するように、(0002)面におけるX線ロックアップの半値幅はせいぜい150秒以下であり表面平坦性も良好という高結晶品質と $5 \times 10^6$ ・cm以上という高い比抵抗の実現を両立させつつ、積層体における反りの低減をさせることができる、半絶縁層3を形成することができる。すなわち、本実施の形態に係る作製方法を用いることによっても、下地基板上に、高結晶品質でかつ高比抵抗であり、積層体における反りを低減してなる半絶縁層を形成することができる。また、昇温レートを第1もしくは第2の実施の形態と同じ、もしくはより速くする場合、

50

本実施の形態の方が第1もしくは第2の実施の形態よりも水素雰囲気下での加熱時間が短くなるので、下地基板1sの表面への欠陥の誘発に起因する半絶縁層3の結晶品質の劣化がより生じにくくなるという点でも、本実施の形態における昇温時の雰囲気形成の態様は好適である。

#### 【実施例】

##### 【0090】

###### (実施例1)

本実施例においては、第1の実施の形態に係る方法により積層体10を作製した。具体的には、まず、下地基板1sを作製すべく、単結晶基材1として2インチ径の厚さ630 $\mu\text{m}$ のC面サファイア基材を用意し、アセトン及びIPAで超音波洗浄し、さらに水洗乾燥した後に、製造装置100の中に設置した。処理容器内の圧力を50mbarに設定し、水素ガスを流速1m/secで流しながら、単結晶基材1を1200まで昇温した。その後、アンモニアガスを水素キャリアガスとともに5分間流し、単結晶基材1の主面を窒化させた。なお、XPS(X線光電子分光)による分析の結果、この表面窒化処理によって、基板主面には窒化層が形成されており、主面から深さ1nmにおける窒素含有量が7原子%であることが判明した。

10

##### 【0091】

次いで、TMA及びアンモニアガスを合計して流速5m/secで流して、成長下地層2としてのAlN層を厚さ1 $\mu\text{m}$ までエピタキシャル成長させた。これにより、下地基板1sが得られた。このAlN層の転位密度は $2 \times 10^{10} / \text{cm}^2$ であり、(0002)面におけるX線回折ロッキングカーブの半値幅は60秒であった。さらに、AFM(原子間力顕微鏡)によりAlN層の表面平坦性を確認したところ、5 $\mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ の範囲における平均粗さRaは0.15nmであった。

20

##### 【0092】

次いで、AlN層を速やかにアセトン及びIPAで超音波洗浄した後、水洗乾燥し、再び製造装置100の中に載置した。次いで、製造装置100の内部の圧力を200mbarに設定し、室温にて流速4m/secで水素ガスの供給を開始した後、昇温レート150/分にてヒータ30により昇温を開始した。温度が1100に達すると、雰囲気ガスを水素ガス、窒素ガス、アンモニアガスの混合ガスに切り替えた。それぞれの流速は、2m/sec、1m/sec、1m/secとした。この状態を30秒間保った後、さらにTMGの供給を開始して、半絶縁層としてのGaN層を3 $\mu\text{m}$ の厚みになるまでエピタキシャル成長させた。これにより、積層体10が得られた。

30

##### 【0093】

次いで、比抵抗測定を行うため、キャリア密度が $1 \times 10^{19} / \text{cm}^3$ となるようにシランガスを添加して、電極とのコンタクト層となるn-GaN層を半絶縁層3の上に10nm成長させた。成長終了後、n-GaN層の表面にTi/Al/Ti/Auからなる四端子測定用の電極を形成し、電極が被覆されていない部分のn-GaNの部分をエッチングにより除去した後、アニール炉に載置した。次いで、アニール炉に窒素ガスを流速0.1m/secで流し、基板温度を500以上に設定し、1分間保った後、室温になるまで冷却した。以上の処理の後、半絶縁層3としてのGaN層の比抵抗値を測定したところ、 $1 \times 10^8 \cdot \text{cm}$ であった。なお、以降においても、比抵抗測定のための処理は同様に行っているが、その説明は省略する。

40

##### 【0094】

また、基板の反りの量は28 $\mu\text{m}$ であった。GaN層の(0002)面におけるX線ロッキングカーブの半値幅は70秒であった。

##### 【0095】

###### (実施例2)

本実施例においては、第2の実施の形態に係る方法により積層体10を作製した。具体的には、実施例1と同様に作製した下地基板1sを製造装置100の中に載置し、室温にて製造装置100内の圧力を200mbarに設定したうえで、水素ガス、窒素ガス、お

50

よびアンモニアガスの混合ガスの供給を開始した。それぞれの流速は、 $2\text{ m/s}$ 、 $1\text{ m/s}$ 、 $1\text{ m/s}$ とした。その後、昇温レート $150$  /分にてヒータ $30$ により昇温を開始した。下地基板の温度が $300$  に到達した地点で後、供給ガスを水素ガスのみに切り替えた。その際の流速は $4\text{ m/s}$ とした。その後も昇温を続け、下地基板が $1100$  に到達した後は、実施例1と同様に半絶縁層としてのGaN層を $3\text{ }\mu\text{m}$ の厚さに成長させた。また、比抵抗測定のためのコンタクト層および電極の形成についても、実施例1と同様に行った。このようにして、 $10$ 個の積層体を作製した。

【0096】

得られた $10$ 個の積層体について、GaN層の比抵抗値を評価したところ、 $1\sim 5\times 10^7\cdot\text{cm}$ であった。また、基板の反りの量は $25\sim 30\text{ }\mu\text{m}$ であり、GaN層の(0002)面におけるX線ロックアップカーブの半値幅は $70\sim 90$ 秒であった。 10

【0097】

(実施例3)

本実施例においては、第3の実施の形態に係る方法により積層体 $10$ を作製した。具体的には、ガス供給の切替温度を $500$  とした以外は、実施例2と同様に、 $10$ 個の積層体を形成した。

【0098】

得られた $10$ 個の積層体について、GaN層の比抵抗値を評価したところ、 $5\sim 10\times 10^6\cdot\text{cm}$ であった。また、基板の反りの量は $25\sim 30\text{ }\mu\text{m}$ であり、GaN層の(0002)面におけるX線ロックアップカーブの半値幅は $80\sim 110$ 秒であった。 20

【0099】

(実施例1ないし実施例3の比較)

これらの実施例からは、小さくとも $5\times 10^6\cdot\text{cm}$ 以上という高い比抵抗が得られていること、および、良好な結晶品質の半絶縁層が形成されていることが確認される。

【0100】

これらの実施例においては、昇温過程における雰囲気との与え方は異なるが、遅くとも下地基板の温度が形成温度に達するまでに処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されているように、水素ガスを供給する態様、換言すれば、水素ガス供給開始温度以上の温度域で処理容器中に水素ガス雰囲気が形成されるように水素ガスを供給する態様である点は共通している。すなわち、係る態様にて半絶縁層の形成温度に至る雰囲気を形成することが、高結晶品質化と、高比抵抗化との両立に有効であるといえる。 30

【0101】

また、実施例1ないし実施例3よれば、昇温を開始した後、下地基板 $1\text{ s}$ の温度が遅くとも $500$  に至った時点で水素ガスの供給を開始すれば、比抵抗が $1\times 10^6\cdot\text{cm}$ 以上という高比抵抗の半絶縁層 $3$ を得ることができるといえる。なお、より高い比抵抗を得るという観点からは、 $300$  に至るまでに供給を開始することが、さらに好ましくは室温の状態を開始することが有効ということになるが、上述したような、水素雰囲気下での加熱時間が長くなるに伴う結晶品質の劣化が生じないように、昇温レートの設定も含めた条件設定を行うのがよいと考えられる。

【0102】

(実施例4)

実施例1と同様の条件で下地基板 $1\text{ s}$ 上に半絶縁層 $3$ としてのGaN層を成長させるが、その厚みが $1.5\text{ }\mu\text{m}$ となるようにした。

【0103】

得られたGaN層の比抵抗は $1\times 10^8\cdot\text{cm}$ であった。GaN層の(0002)面におけるX線ロックアップカーブの半値幅は $70$ 秒であった。微分干渉顕微鏡像によって、GaN層の表面の $1\text{ }\mu\text{m}$ 径以上のピットの密度を評価したところ、 $0$ 個/ $\text{mm}^2$ であった。また、このときの基板の反りの量は $15\text{ }\mu\text{m}$ であった。

【0104】

(比較例1)

40

50

実施例 1 と同様の条件で下地基板 1 s を用意し、製造装置 1 0 0 の中に載置し、室温にて製造装置 1 0 0 内の圧力を 2 0 0 m b a r に設定したうえで、水素ガス、窒素ガス、およびアンモニアガスの混合ガスの供給を開始した。それぞれの流速は、2 m / s e c、1 m / s e c、1 m / s e c とした。その後、昇温レート 1 5 0 / 分にてヒータ 3 0 により昇温を開始した。下地基板の温度が 1 1 0 0 に達した以降は、実施例 1 と同様の手法により、半絶縁層としての G a N 層を成長するが、その厚みが 1 . 5 μ m となるようにした。

#### 【 0 1 0 5 】

得られた G a N 層の比抵抗は、 $2 \times 10^5 \cdot \text{cm}$  であった。このときの基板の反りの量は 1 5 μ m であり、G a N 層の ( 0 0 0 2 ) 面における X 線ロッキングカーブの半値幅は 1 3 0 秒であった。また、微分干渉顕微鏡像によって実施例 4 と同様に評価したピットの密度は、1 5 0 0 個 / m m <sup>2</sup> であった。図 1 1 は、本比較例についての微分干渉顕微鏡像を例示する図である。図 1 1 においては、矢印にて示すように、多数のピットが存在することが確認される。

10

#### 【 0 1 0 6 】

( 実施例 4 と比較例 1 との比較 )

実施例 4 においては、実施例 1 の場合とほぼ同等の比抵抗および結晶品質が実現されている。また、図 1 1 にて示したようなピットは、実施例 4 においては確認されなかった。比較例 1 においては比抵抗および結晶品質のいずれにおいても実施例 4 よりも劣っていた。また、反り量に関しては、実施例 4 では実施例 1 よりも小さい値が得られており、比較例 1 においても差異はなかったため、これは、半絶縁層の膜厚が薄いことがそのまま反映されたものと考えられる。しかしながら、結晶品質には実施例 4 と比較例 1 とで大きな差異があることから、上述の実施の形態に係る方法による場合は、さらに半絶縁層の厚みがさらに薄い場合でも良好な結晶品質と高比抵抗とが確保できるものと考えられる。結果として、反りがより低減された積層体 1 0 および H E M T 素子 2 0 の実現が可能になるといえる。

20

#### 【 0 1 0 7 】

( 実施例 5 )

単結晶基材 1 として用いるサファイアの厚みと、成長下地層 2 としての A l N 層の形成 ( M O C V D 法によるエピタキシャル形成 ) に使用する成長炉の種類を違えた、以下に示す異なる 3 つの条件で作製された下地基板 1 s を、それぞれに 1 0 個ずつ用意した。なお、A l N 層の厚みはいずれも 1 μ m とした。

30

#### 【 0 1 0 8 】

条件 1 : 厚さ 4 3 0 μ m、成長炉 1 ;

条件 2 : 厚さ 6 3 0 μ m、成長炉 1 ( 実施例 1 で使用した下地基板と同条件 ) ;

条件 3 : 厚さ 4 3 0 μ m、成長炉 2 。

#### 【 0 1 0 9 】

これらを用いて、実施例 1 と同様の手法により、半絶縁層 3 としての G a N 層を 3 μ m の厚みに形成することにより、積層体 1 0 を得た。

#### 【 0 1 1 0 】

( 比較例 2 )

実施例 5 と同様の 3 つの条件で下地基板 1 s を用意し、製造装置 1 0 0 の中に載置し、室温にて製造装置 1 0 0 内の圧力を 2 0 0 m b a r に設定したうえで、水素ガス、窒素ガス、およびアンモニアガスの混合ガスの供給を開始した。それぞれの流速は、2 m / s e c、1 m / s e c、1 m / s e c とした。その後、昇温レート 1 5 0 / 分にてヒータ 3 0 により昇温を開始した。下地基板の温度が 1 1 0 0 に達した以降は、実施例 1 と同様の手法により、半絶縁層としての G a N 層を 3 μ m の厚みに形成することにより、積層体を得た。

40

#### 【 0 1 1 1 】

( 実施例 5 と比較例 2 との比較 )

50

図 8、図 9、および図 10 は、実施例 5 および比較例 2 に係るそれぞれ 10 個の積層体についての GaN 層の比抵抗を示す図である。各図は順に、条件 1、条件 2、および条件 3 の下地基板を用いて作製した場合に対応し、(A) が実施例 5 の場合を示している。(B) が比較例 2 の場合を示している。また、各図に示されているエラーバーは、それぞれの積層体における比抵抗の面内ばらつきの程度を示している。

#### 【0112】

図 8 ないし図 10 の (A) と (B) とを比較すると、(A) の場合すなわち実施例 5 の積層体では、下地基板 1s の条件 (種類) によらず、 $1 \times 10^7 \cdot \text{cm}$  以上という高い比抵抗が安定して得られ、かつ、個体間ばらつきおよび面内ばらつきとも小さいことがわかる。すなわち、下地基板 1s の種類によらず、高い比抵抗が安定的に得られているといえる。実施例 5 と比較例 2 との相違は昇温過程における雰囲気との与え方のみであるので、この結果は、水素雰囲気による昇温が、高い比抵抗の安定的な実現に有効であることを示している。

10

#### 【0113】

(実施例 6)

図 2 に示す構造の HEMT 素子 20 を作製した。具体的には、実施例 1 と同様の条件で半絶縁層の厚みが  $1.5 \mu\text{m}$  である積層体を作製し、引き続いて、TMA、TMG を供給して、キャリア供給層 4 としての AlGaIn 層を、 $30 \text{nm}$  の厚さに形成した。その後、AlGaIn 層の表面に、Ti/Au/Ti/Au からなるソース電極 5 およびドレイン電極 6 と、Pt/Au からなるゲート電極 7 とを形成した。なお、HEMT 素子 20 の反りの量は  $15 \mu\text{m}$  であった。

20

#### 【0114】

得られた HEMT 素子 20 のドレイン電極 6 を接地し、ゲート電極 7 に  $-5 \text{V}$  を印加してオフ状態とし、ソース電極 5 に電圧  $+50 \text{V}$  を印加してソース電極 5 とドレイン電極 6 の間に流れるリーク電流を評価したところ、 $1 \text{nA/mm}$  であった。

#### 【0115】

(比較例 3)

比較例 1 と同様の条件で、半絶縁層の厚みが  $1.5 \mu\text{m}$  である積層体を作製し、引き続き、実施例 6 と同様の処理を行って HEMT 素子を作製した。得られた HEMT 素子の反りの量は  $15 \mu\text{m}$  であり、実施例 6 と同様に評価したリーク電流は、 $2 \text{mA/mm}$  であった。

30

#### 【0116】

(実施例 6 と比較例 3 との比較)

実施例 6 では、リーク電流の値がきわめて小さい良好な HEMT 素子が得られている。すなわち、上述の実施の形態に係る方法によれば、厚みが薄いにも関わらず、良好な結晶品質と高比抵抗との両立が実現された半絶縁層を含む HEMT 素子が実現されている。また、半絶縁層の厚みが薄くなっていることにより、反りがより低減されてなる HEMT 素子が実現できている。

#### 【図面の簡単な説明】

#### 【0117】

40

【図 1】積層体 10 の構成を示す概要図である。

【図 2】積層体 10 を用いて形成された HEMT 素子 20 の構成を示す概要図である。

【図 3】反りの規定方法を説明するための図である。

【図 4】製造装置 100 の構成の一例を、模式的に示す図である。

【図 5】第 1 の実施の形態に係る半絶縁層 3 の形成の流れを示す図である。

【図 6】第 2 の実施の形態に係る半絶縁層 3 の形成の流れを示す図である。

【図 7】第 3 の実施の形態に係る半絶縁層 3 の形成の流れを示す図である。

【図 8】実施例 5 および比較例 2 の条件 1 に係る GaN 層の比抵抗を示す図である。

【図 9】実施例 5 および比較例 2 の条件 2 に係る GaN 層の比抵抗を示す図である。

【図 10】実施例 5 および比較例 2 の条件 3 に係る GaN 層の比抵抗を示す図である。

50

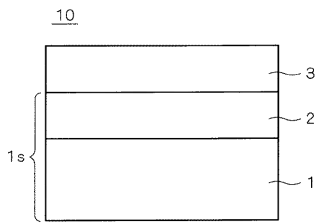
【図11】比較例1についての微分干渉顕微鏡像を例示する図である。

【符号の説明】

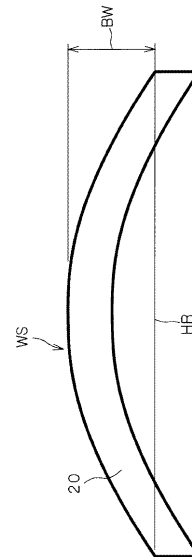
【0118】

- 1 単結晶基材
- 1s 下地基板
- 2 成長下地層
- 3 半絶縁層
- 4 キャリア供給層
- 5 ソース電極
- 6 ドレイン電極
- 7 ゲート電極
- 10 積層体
- 20 HEMT素子
- 21 処理容器
- 24a ~ 24g (各種の)ガス供給源
- 28 基材台
- 30 ヒータ
- 100 製造装置

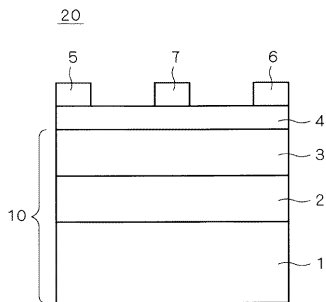
【図1】



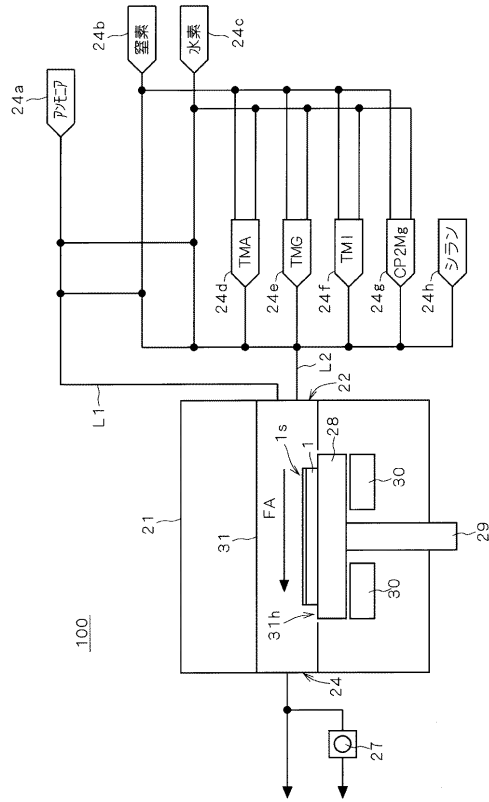
【図3】



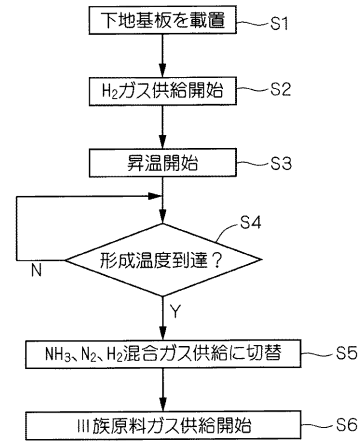
【図2】



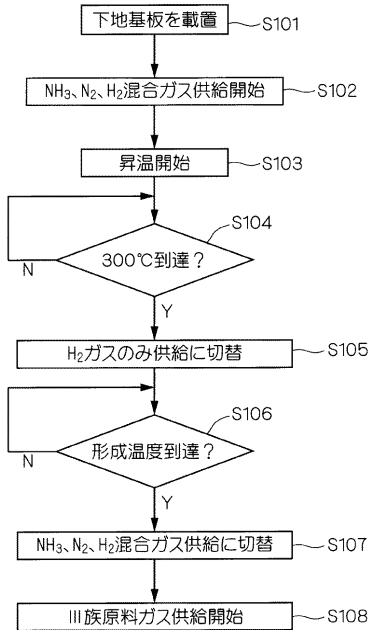
【 図 4 】



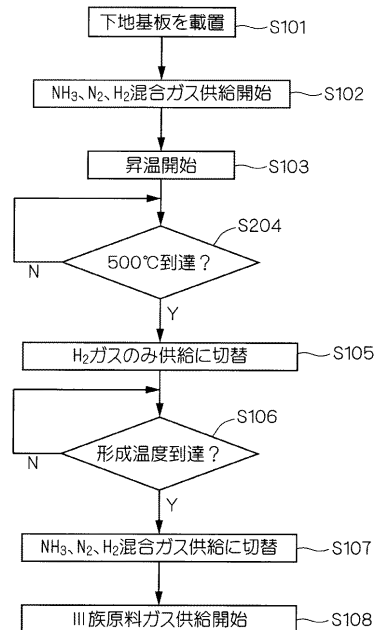
【 図 5 】



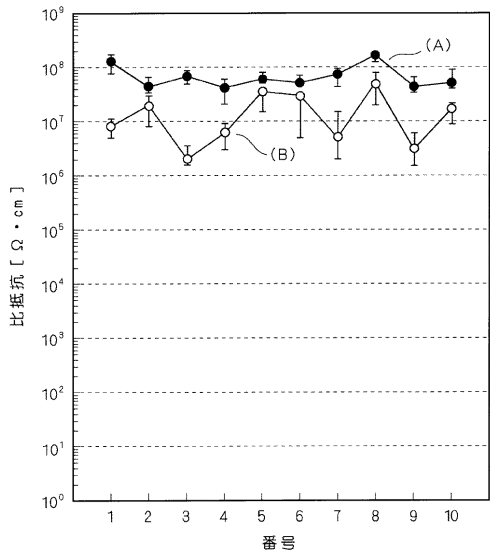
【 図 6 】



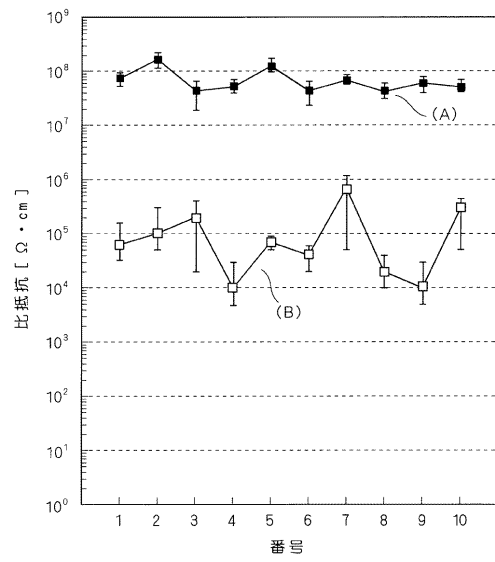
【 図 7 】



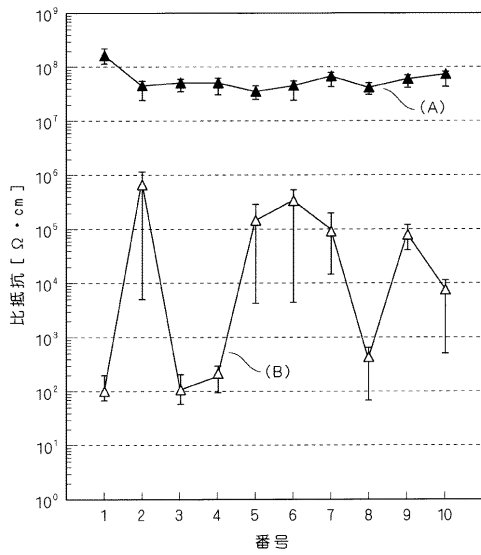
【 図 8 】



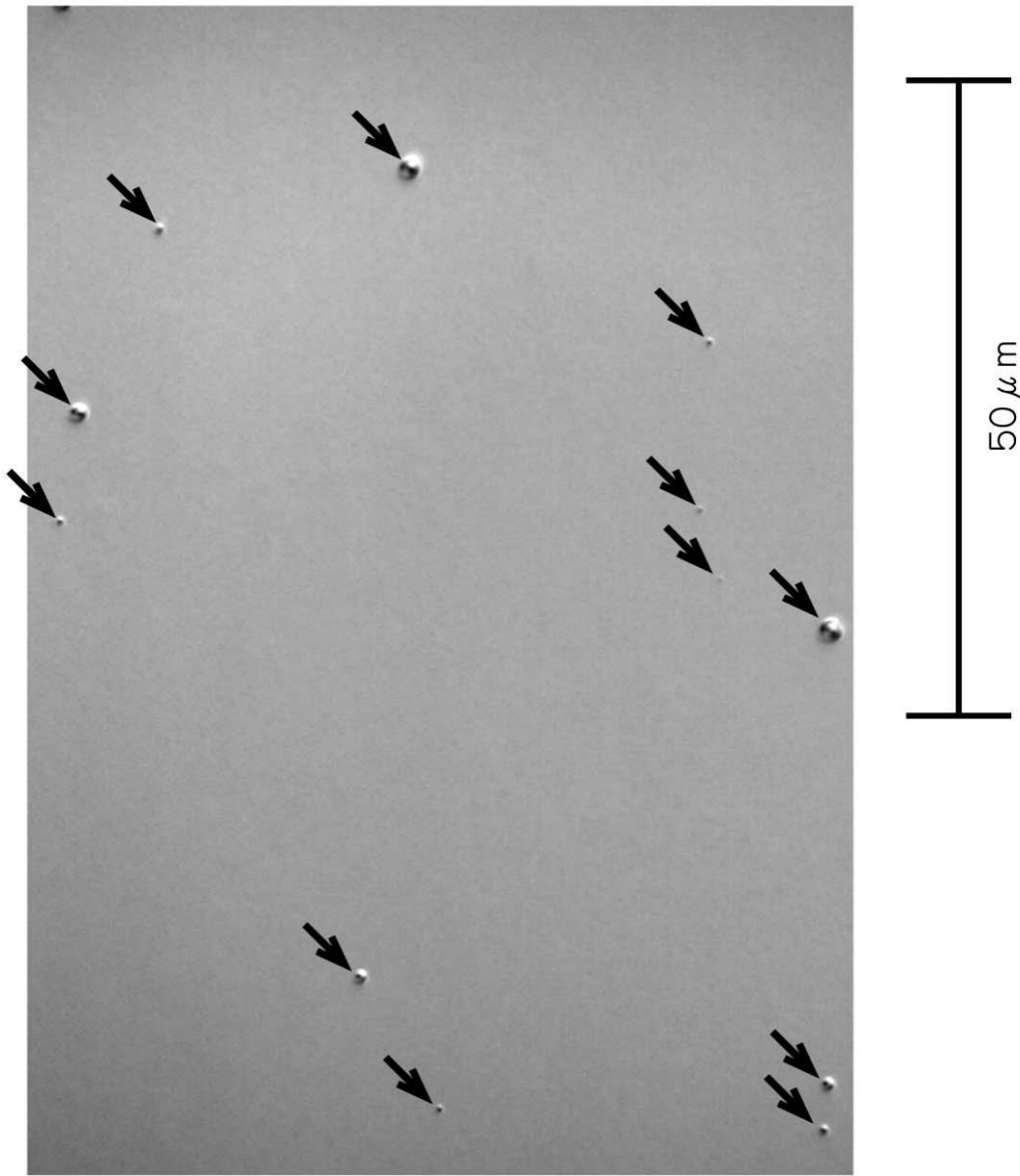
【 図 9 】



【 図 10 】



【 図 1 1 】



---

フロントページの続き

(72)発明者 三好 実人

愛知県名古屋市瑞穂区須田町2番56号 日本碍子株式会社内

Fターム(参考) 4K030 AA11 AA13 AA17 BA02 BA08 BA38 BB13 CA05 DA02 FA10  
HA01 JA10 LA14  
5F045 AA04 AB09 AB14 AB17 AC07 AC12 BB11 CA07 EB15  
5F102 GB01 GC01 GD01 GJ02 GJ04 GJ10 GK04 GL04 GM04 GQ01  
GR01 GT03 HC01