(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 116348631 A
(43)申请公布日 2023.06.27

(21)申请号 202180069232.0
(22)申请日 2021.07.12
(30)优先权数据
2020-173913 2020.10.15 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2023.04.10
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2021/026080 2021.07.12
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2022/079962 JA 2022.04.21
(71)申请人 日本碍子株式会社
地址 日本国爱知县
(72)发明人 仓冈义孝 野中健太朗
(74)专利代理机构 北京旭知行专利代理事务所(普通合伙) 11432
专利代理师 王轶 郑雪娜
(51)Int.Cl.
C23C 14/34(2006.01)

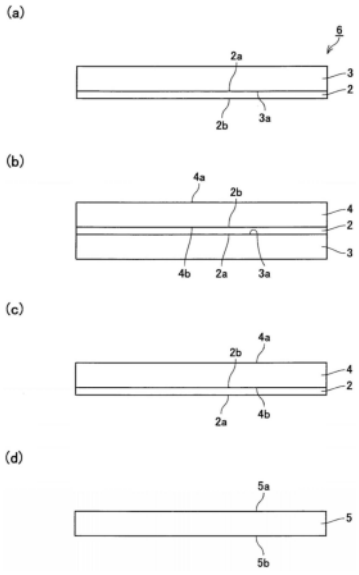
权利要求书1页 说明书10页 附图3页

(54)发明名称

13族元素氮化物结晶层的培养方法、氮化物半导体铸锭以及溅射靶

(57)摘要

通过使13族元素氮化物结晶层以高培养速度生长，得到厚度较大的结晶层。在至少包含晶种层的基底基板上来培养13族元素氮化物结晶层。将基底基板浸渍于包含助熔剂的熔液中，通过助熔剂法，在晶种层的氮极性面上二维地培养13族元素氮化物结晶层。



CN 116348631 A

1.一种13族元素氮化物结晶层的培养方法,其中,

在包含由13族元素氮化物形成的晶种层的基底基板上培养13族元素氮化物结晶层,

所述培养方法的特征在于,

将所述基底基板浸渍于包含助熔剂的熔液中,通过助熔剂法,在所述晶种层的氮极性面上二维地培养13族元素氮化物结晶层。

2.根据权利要求1所述的方法,其特征在于,

使所述13族元素氮化物结晶层生长至厚度5mm以上。

3.根据权利要求1或2所述的方法,其特征在于,包括:

在基体上形成所述晶种层的工序、

将所述晶种层的13族元素极性面接合于支撑基板的工序、以及使所述基体自所述晶种层剥离而得到所述基底基板的工序。

4.根据权利要求1～3中的任一项所述的方法,其特征在于,

通过将所述13族元素氮化物结晶层自所述基底基板分离开而得到由所述13族元素氮化物结晶层形成的氮化物半导体铸锭。

5.一种氮化物半导体铸锭,其特征在于,

所述氮化物半导体铸锭是通过权利要求4所述的方法得到的。

6.一种氮化物半导体铸锭,其特征在于,

所述氮化物半导体铸锭由13族元素氮化物形成,直径为75mm以上且200mm以下,厚度为5mm以上且50mm以下。

7.一种溅射靶,其特征在于,

所述溅射靶具备权利要求6所述的氮化物半导体铸锭。

8.根据权利要求7所述的溅射靶,其特征在于,

所述氮化物半导体铸锭的13族元素极性面的氧浓度为$0.8\times10^{17}cm^{-3}$以上且$2\times10^{17}cm^{-3}$以下,

所述氮化物半导体铸锭的氮极性面的氧浓度为$0.5\times10^{17}cm^{-3}$以上且$1.5\times10^{17}cm^{-3}$以下。

13族元素氮化物结晶层的培养方法、氮化物半导体铸锭以及溅射靶

技术领域

[0001] 本发明涉及13族元素氮化物结晶层的培养方法、氮化物半导体铸锭以及溅射靶。

背景技术

[0002] 氮化物半导体具有直接跃迁型的宽带隙，且具有高绝缘击穿电场、高饱和电子速度，因此，作为LED、LD等发光器件、高频/高功率的电子器件用半导体材料而备受关注。

[0003] 已知有：通过所谓的助熔剂法，使氮化镓结晶在坩埚内壁面上沿着-c轴方向生长(专利文献1：日本特开2005-206415)。该方法中，为了促进氮化镓结晶在坩埚内壁面上的N面生长，在熔液中添加了Mn、Fe、Cr、Co、Ni等元素，不过，在实施例中，仅得到长度1.5mm左右的柱状结晶的生长。

[0004] 另一方面，提出了使氮化镓结晶厚膜生长来制作铸锭。

[0005] 例如，专利文献2(日本特开2010-280562)中公开了如下方法，即，通过助熔剂法和气相法的组合，使氮化镓结晶生长得较厚，并加工成表面粗糙度Ra为5nm以下且翘曲的曲率半径为2m以上，制作铸锭。

[0006] 另外，公开了如下技术，即，通过使氮化镓结晶粉末烧结，来制作溅射靶(专利文献3：WO2016/158651)。

[0007] 另外，作为利用表面活化处理实现的直接键合方法，公开了将GaN借助氧化层于常温接合于支撑基板的方法(专利文献4：日本特开2019-003090的(0060)～(0061))。

[0008] 另外，公开了如下方法，即，对GaN薄膜照射UV激光，在与基底基板之间的界面，将GaN分解，将GaN薄膜自基板剥离(专利文献5：日本特开2000-101139)。以下，将该方法称为激光剥离法。

[0009] 现有技术文献

[0010] 专利文献

[0011] 专利文献1：日本特开2005-206415

[0012] 专利文献2：日本特开2010-280562

[0013] 专利文献3：WO2016/158651

[0014] 专利文献4：日本特开2019-003090

[0015] 专利文献5：日本特开2000-101139

[0016] 专利文献6：日本特开2005-263622

发明内容

[0017] 由专利文献6(日本特开2005-263622)可知，利用助熔剂法使GaN结晶生长的生长速度的上限为100μm/h左右。

[0018] 另外，专利文献3中给出了：采用将氮化镓的粉末烧结并对其进行加工得到的溅射靶来形成氮化镓薄膜的情况下，氮化镓薄膜的氧浓度大于$1\times10^{20}cm^{-3}$。关于粉末状的氮化

镓，由于表面积较大，所以，在大气中表面容易被氧化，溅射处理开始时释放出氧，在基材上形成氮化镓薄膜的同时，内部容易混入氧。因此，认为很难形成出氧浓度低的均质氮化镓薄膜。

[0019] 如果利用例如HVPE法、助熔剂法在取向结晶上使GaN生长得较厚来形成GaN块状材料，而不是GaN粉末的烧结体，则理应能够形成杂质浓度、特别是氧浓度低的溅射靶，利用溅射处理能够形成氧浓度低的氮化镓薄膜。但是，可以认为：为了制成适合于溅射靶的厚度，生长时间较长，而且，容易发生翘曲、开裂，因此，以已有的制法很难制作出溅射靶。

[0020] 本发明的课题在于，通过使13族元素氮化物结晶层以高培养速度生长，得到较厚的13族元素氮化物结晶层。

[0021] 另外，本发明的课题在于，得到氧浓度低的均质溅射靶。

[0022] 本发明是在至少包含晶种层的基底基板上培养13族元素氮化物结晶层的方法，其特征在于，

[0023] 将所述基底基板浸渍于包含助熔剂的熔液中，通过助熔剂法在所述晶种层的氮极性面上二维地培养13族元素氮化物结晶层。

[0024] 另外，本发明涉及氮化物半导体铸锭，其特征在于，由13族元素氮化物形成，直径为75mm以上且200mm以下，厚度为5mm以上且50mm以下。

[0025] 此外，提供一种基底基板的制造方法，其制造用于培养13族元素氮化物结晶层的基底基板，所述制造方法的特征在于，包括：

[0026] 在基体上形成晶种层的工序、

[0027] 将所述晶种层的13族元素极性面接合于支撑基板的工序、以及

[0028] 使所述基体自所述晶种层剥离而得到包括所述晶种层及所述支撑基板的基底基板，此时，使所述晶种层的氮极性面露出的工序。

[0029] 发明效果

[0030] 本发明的发明人在通过助熔剂法来培养13族元素氮化物结晶层时，尝试了将晶种放入熔液中，并使13族元素氮化物结晶层在晶种的氮极性面上二维地生长，结果发现，与在13族元素极性面(例如镓极性面)上培养13族元素氮化物结晶层的情形相比，能够使13族元素氮化物结晶层以高培养速度生长。

[0031] 作为该结果，能够以实用的速度来培养厚膜、例如厚度5mm以上的13族元素氮化物结晶层，从而能够提供氮化物半导体铸锭。可知：该氮化物半导体铸锭作为例如溅射靶具有优异的性质，特别是能够提供氧浓度低的均质靶。

[0032] 此外，还可知：由上述得到的氮化物半导体铸锭，通过切片，能够制作出多个氮化物半导体晶片，其是极其优异的量产方法。

[0033] 另外，关于上述得到的氮化物半导体铸锭，可知：晶格在内部适度弯曲，晶格的取向性(特别是c面)在氮极性面与13族元素极性面之间适度变移。在该氮化物半导体铸锭中，随着结晶生长，生长面侧接近于单晶，因此，将氮化物半导体铸锭切片而得到的氮化物半导体晶片的面内的结晶应变变小。据此，得到面内的偏角分布较小的氮化物半导体晶片。

附图说明

[0034] 图1中，(a)表示在基体1上形成有晶种层2的状态，(b)表示对晶种层2的表面2a及

支撑基板3的表面3a照射活化束A、B的状态，(c)表示将晶种层2和支撑基板3直接键合的状态。

[0035] 图2中，(a)表示使基体1自晶种层2剥离后的状态，(b)表示在晶种层2的氮极性面2b上培养了13族元素氮化物结晶层4的状态，(c)表示使支撑基板3自13族元素氮化物结晶层4剥离后的状态，(d)表示由13族元素氮化物结晶层形成的铸锭5。

[0036] 图3是表示氮化物半导体铸锭5及将氮化物半导体铸锭切片得到的氮化物半导体晶片中的测定部位的平面图。

具体实施方式

[0037] 以下，适当参照附图，对本发明详细地进行说明。

[0038] 优选例中，如图1(a)所示，在基体1的表面1a上形成晶种层2。此时，将2b设为氮极性面，将生长面2a设为13族元素极性面。

[0039] 接下来，将该晶种层2接合于与其分体的支撑基板。优选的实施方式中，如图1(b)所示，对晶种层2的13族元素极性面2a照射活化束A，进行表面活化。另外，像箭头B那样，对支撑基板3的表面3a照射活化束，进行表面活化。

[0040] 接下来，如图1(c)所示，使晶种层2的13族元素极性面2a和支撑基板3的活化面3a接触，进行直接键合，由此能够得到接合体。

[0041] 接下来，如图2(a)所示，将基体1自晶种层2分离，得到基底基板6。在该时刻，晶种层2的氮极性面2b露出。接下来，如图2(b)所示，通过助熔剂法，使13族元素氮化物结晶层4在晶种层2的氮极性面2b上生长。

[0042] 接下来，自结晶层4除去支撑基板3，由此如图2(c)所示能够得到由结晶层4及晶种层2构成的层叠体。接下来，除去晶种层2，由此如图2(d)所示还能够得到氮化物半导体铸锭5。应予说明，4a、5a为氮极性面，4b、5b为13族元素极性面。

[0043] 此处，本发明中，在至少包含晶种层的基底基板上培养13族元素氮化物结晶层。此处，可以为基底基板的整体由晶种层构成，不过，优选为在支撑基板上形成晶种层。

[0044] 此时，通过助熔剂法，在晶种层的氮极性面上二维地培养13族元素氮化物结晶层。

[0045] 应予说明，二维地培养13族元素氮化物结晶层是指：结晶生长，以将晶种层的氮极性面被覆而生成结晶层。

[0046] 此处，本发明中，优选使13族元素氮化物结晶层在晶种层的氮极性面上生长至厚度5mm以上，更优选使其生长10mm以上。另外，13族元素氮化物结晶层的厚度的上限没有特别限制，实用上，50mm以下的情形较多。

[0047] 应予说明，在利用助熔剂法使13族元素氮化物结晶层生长时，如果使13族元素氮化物结晶层在基底基板的氮极性面上直接外延生长得较厚，则有可能结晶连同基底基板一起开裂。不过，前述的优选实施方式中，在基体上形成晶种层后，将该晶种层接合于与其分体的支撑基板，接下来，除去原来的基体，由此使支撑基板上的晶种层的氮极性面露出。在利用助熔剂法而使13族元素氮化物结晶层在该氮极性面上生长得较厚的情况下，由于在结晶与支撑基板一同开裂之前，在支撑基板与结晶的界面发生剥离，因此，能够防止结晶发生开裂，并且，得到较厚的结晶。据此，能够得到足够厚的氮化物半导体铸锭。

[0048] 优选在基体上设置低温缓冲层后再设置晶种层。该缓冲层的形成方法优选为气相

生长法，可例示：有机金属化学气相生长(MOCVD:Metal Organic Chemical Vapor Deposition)法、氢化物气相生长(HVPE)法、MBE法。

[0049] 关于晶种层的形成方法，可以举出气相生长法作为优选的一例，可例示：有机金属化学气相生长(MOCVD:Metal Organic Chemical Vapor Deposition)法、氢化物气相生长(HVPE)法、脉冲激发堆积(PXD)法、MBE法、升华法。特别优选有机金属化学气相生长法。

[0050] 另外，在构成晶种层的13族元素氮化物中，13族元素是：IUPAC制定的元素周期表中的第13族元素。具体而言，13族元素为硼、镓、铝、铟、铊等。

[0051] 从防止结晶培养时的回熔、消失的观点出发，晶种层的厚度优选为0.5μm以上，更优选为2μm以上。另外，从生产率的观点出发，晶种层的厚度优选为15μm以下。

[0052] 虽然基体的材质没有特别限定，但需要能够沿着晶种层的13族元素极性面露出的方向进行结晶培养。从该观点出发，基体的材质可例示：蓝宝石、结晶取向性氧化铝、13族元素氮化物单晶。

[0053] 另外，虽然支撑基板的材质没有特别限定，但可例示出：蓝宝石、结晶取向性氧化铝、13族元素氮化物单晶。另外，从操作的观点出发，支撑基板的厚度优选为500μm以上，更优选为1000μm以上。

[0054] 将基体上的晶种层和支撑基板接合的接合法可例示：直接键合、利用粘接剂进行的粘接。

[0055] 例如，可以利用CBED(会聚电子衍射)法来确认13族元素氮化物结晶层的生长面是否为氮极性面。具体而言，使电子束会聚于样品进行入射，取得来自试样的圆形衍射光斑，与模拟计算出的衍射图像(CBED图像)进行比较，由此能够确认为氮极性面。

[0056] 在晶种层的氮极性面上培养13族元素氮化物结晶层时，利用助熔剂法，培养13族元素氮化物结晶层。该13族元素氮化物结晶层中，13族元素是：IUPAC制定的元素周期表中的第13族元素。另外，具体而言，13族元素氮化物优选为GaN、AlN、InN、AlGaN或它们的混晶。

[0057] 13族元素氮化物结晶层优选为单晶。预先叙述单晶的定义。所谓单晶，包括整个结晶中原子有规律地排列的教科书上的单晶，但不限于此，而是一般工业上流通的单晶。即，其含义为：结晶可以包含某种程度的缺陷、或内部存在有应变、或含有杂质，与多晶(陶瓷)进行区别，将它们称为单晶进行使用。

[0058] 在利用助熔剂法来培养13族元素氮化物结晶层的情况下，关于助熔剂的种类，只要能够生成氮化镓结晶即可，没有特别限定。优选的实施方式中，助熔剂包含碱金属和碱土金属中的至少一者，特别优选为包含金属钠的助熔剂。

[0059] 将金属原料物质混合于助熔剂中，进行使用。作为金属原料物质，可应用金属单质、合金、金属化合物，不过，从操作方面考虑，优选金属单质。

[0060] 助熔剂法中的13族元素氮化物结晶层的培养温度、培养时的保持时间没有特别限定，根据助熔剂的组成进行适当变更。一例中，采用含有钠或锂的助熔剂来培养氮化镓结晶的情况下，培养温度优选为800～950℃，更优选为850～900℃。

[0061] 根据助熔剂法，在包含含有氮原子的气体的气氛下，培养13族元素氮化物结晶层。该气体优选为氮气，可以为氨。气氛的压力没有特别限定，从防止助熔剂蒸发的观点出发，优选为10个大气压以上，更优选为30个大气压以上。不过，如果压力较高，则装置大规模化，因此，气氛的总压优选为2000个大气压以下，更优选为500个大气压以下。气氛中的除含有

氮原子的气体以外的气体没有限定，优选为非活性气体，特别优选为氩、氦、氖。

[0062] 为了利用助熔剂法使13族元素氮化物结晶层在晶种层的氮极性面上二维生长，优选将基底基板水平地配置于坩埚中，并优选由此促进向基底基板的晶种层的整面进行氮供给。此外，优选充分提高助熔剂液中的氮浓度。为了提高氮浓度，需要在使助熔剂液的温度为高温的基础上，充分搅拌助熔剂液等，使氮溶解，直至整个液体的氮浓度过饱和。

[0063] 虽然将基体和晶种层分离开的方法、以及、自13族元素氮化物结晶层将支撑基板分离开的方法没有特别限定，但可例示：磨削加工、激光消融加工、化学机械研磨加工等，特别优选为激光剥离法。

[0064] 激光剥离法的情况下，作为激光光源，可例示Nd:YAG激光的三次谐波、四次谐波、五次谐波、F2准分子激光、ArF准分子激光、KrF准分子激光、XeCl准分子激光、XeF准分子激光、YVO4激光的三次谐波、四次谐波、YLF激光的三次谐波、四次谐波。特别优选的激光光源有Nd:YAG激光的三次谐波、Nd:YAG激光的四次谐波、YVO4激光的三次谐波、四次谐波、KrF准分子激光。

[0065] 激光的照射形状可以为圆形、椭圆形、方形、线状。

[0066] 激光轮廓可以通过射束轮廓仪进行整形。激光轮廓可以为高斯分布、类高斯分布、圆环形、礼帽形。优选为高斯分布、礼帽形。

[0067] 为了调整激光的照射尺寸、能量密度，可以使其从透镜、狭缝、光圈通过后，将激光照射于基板。

[0068] 优选的实施方式中，优选通过使用脉冲激光来调节隆起部的形成。激光的脉冲宽度没有特别限制，但可以使用100fs至200ns的激光。激光的脉冲宽度优选为200ns以下，更优选为1ns以下。

[0069] 可以一边加热支撑基板一边照射激光。如果加热，则翘曲减少，因此，能够在基板面内进行均匀的加工。

[0070] 通过将氮化物半导体铸锭进行切片，能够制作出多个具有氮极性面、13族元素极性面的氮化物半导体晶片。据此，与按单片制造晶片相比，生产率明显提高。氮化物半导体晶片的材质与氮化物半导体铸锭的材质相同，可例示：GaN晶片、AlN晶片、AlGaN晶片等。

[0071] (氮化物半导体铸锭)

[0072] 根据本发明，能够提供直径75mm以上且200mm以下、厚度5mm以上的由13族元素氮化物形成的氮化物半导体铸锭。

[0073] 该氮化物半导体铸锭难以制造，之前并未提供。

[0074] (溅射靶)

[0075] 本发明的氮化物半导体铸锭中，作为杂质的氧浓度较低，另外，在厚度方向及面内，氧浓度不均较小。即，13族元素极性面的氧浓度可以为$0.8\times10^{17}cm^{-3}$以上且$2\times10^{17}cm^{-3}$以下，氮化物半导体铸锭的氮极性面的氧浓度可以为$0.5\times10^{17}cm^{-3}$以上且$1.5\times10^{17}cm^{-3}$以下。

[0076] 以往的由烧结体形成的氮化物半导体铸锭仅有氧等杂质浓度较高的铸锭。不过，本发明中，可以使用纯度较高的13族元素氮化物结晶层，特别是可以提供氧浓度足够低的溅射靶。

[0077] 在上述得到的13族元素氮化物结晶层上，可以形成出功能元件结构。或者，通过采

用得到的溅射靶利用溅射处理进行膜形成，也得到该功能元件结构。该功能元件结构可以用于高亮度、高彩色再现性的白色LED、高速高密度光存储器用蓝紫色激光盘、混合动力汽车用的变换器用的功率器件等。

[0078] 实施例

[0079] (实施例1)

[0080] (晶种层的成膜)

[0081] 按照图1及图2所示的制法，制作本发明的13族元素氮化物结晶层及氮化物半导体铸锭。

[0082] 具体而言，将偏角0.5度的3英寸蓝宝石基板(基体1)载放于MOCVD炉(有机金属化学气相生长炉)内基座，在氢气氛中，将基板温度提高到1200℃，进行清洁处理。接下来，使温度降低至520℃，将氢作为载气，以TMG(三甲基镓)和氨为原料，形成厚度20nm的氮化镓层(缓冲层)。之后，将氮和氢作为载气，并将基板温度提高到1100度，以TMG(三甲基镓)和氨为原料，使GaN晶种层2生成为3μm的厚度。之后，使生长有GaN结晶层的基体在氮气氛中降低至室温后，从MOCVD炉中取出(参照图1(a))。

[0083] (直接键合)

[0084] 取出形成有GaN晶种层2的基体1，将GaN晶种层2的表面、和由多晶氧化铝形成的支撑基板3于常温下以直接键合(表面活化法)进行接合。对于由多晶氧化铝形成的支撑基板3，通过表面的研磨，将表面粗糙度RMS设为1nm。照射氩束A、B，在真空中，使研磨面彼此接触，施加加重，由此实现直接键合。

[0085] (基体1的剥离)

[0086] 针对直接键合得到的接合体(图1(c))，自基体1侧脉冲照射短波长激光，由此将GaN晶种层2和基体1分离开，制作出在支撑基板3直接键合有GaN晶种层2的基底基板6(图2(a))。

[0087] 作为激光光源，使用了Nd:YAG激光的三次谐波(波长355nm)，且采用脉冲激光。重复频率设为10Hz，脉冲宽度设为10ns，以焦点距离700mm的透镜进行聚光，将透镜与基板表面之间的距离设为400mm，激光剥离时的光能量密度设为500mJ/cm^2，以脉冲激光的照射点重叠的方式对整个基板进行扫描。

[0088] (利用助熔剂法进行氮化物半导体铸锭的厚膜生长)

[0089] 采用接合有GaN晶种层2的3英寸多晶氧化铝支撑基板3，利用助熔剂法，使GaN结晶层4进行厚膜生长(图2(b))。

[0090] 具体而言，准备氧化铝坩埚，将接合有GaN晶种层2的3英寸多晶氧化铝支撑基板3配置于氧化铝坩埚内之后，将400g的金属Ga和800g的金属Na填充于氧化铝坩埚中，由此将接合有GaN晶种层2的3英寸多晶氧化铝支撑基板3浸渍于包含助熔剂的熔液中。进而，将该氧化铝坩埚放入到耐热金属制的培养容器中，进行密闭。将炉内温度设为850℃，导入氮气，使炉内压力达到4MPa。在耐热耐压的结晶培养炉内，将该培养容器以水平旋转的状态保持35小时，由此使GaN结晶层在接合有GaN晶种层2的多晶氧化铝支撑基板3之上生长。冷却至室温后，从氧化铝坩埚内取出生长有GaN结晶层的基板，GaN晶种层2和支撑基板3自然剥离，得到直径3英寸且厚度约5.5mm的厚膜GaN结晶层4。

[0091] 采用金刚石磨粒，对拆下的厚膜GaN结晶层4的表面及背面(剥离面)进行研磨，使

其平坦化，且厚度达到5mm，得到直径3英寸的氮化物半导体铸锭5(图2(d))。

[0092] (实施例2)

[0093] 将实施例1中使用的3英寸蓝宝石基体的偏角变更为0.0度、0.3度、1度、2度、3度，准备5种基体，利用与实施例1相同的方法，尝试制作氮化物半导体铸锭，结果，偏角为0.0度及3度的情况下，无法确认到厚膜GaN结晶层4的生长，不过，偏角为0.3度、1度、2度的3种基体与实施例1同样地得到直径3英寸、厚度5mm的氮化物半导体铸锭。将这3种氮化物铸锭按偏角自小到大的顺序设为#A(0.3度)、#B(1度)、#C(2度)，在镓极性面、氮极性面各自的面内9点，进行SIMS分析。面内9点是指：如图3示意性所示，针对氮化物铸锭5的表面5a，绕着中心O，设定半径30mm的虚拟圆C1和半径60mm的虚拟圆C2。另外，设定：从中心O通过且相互正交的虚拟线P、H。测定点为：中心O、虚拟圆C1与虚拟线P、H的交点A1、A2、A3、A4、以及虚拟圆C2与虚拟线P、H的交点B1、B2、B3、B4。在该面内9点分别计算出深度5μm～25μm的氧浓度的平均值，求出最大值、最小值，结果如表1所示。

[0094] 表1

[0095]

	镓极性面的面内9点的氧浓度的最大值（×10¹⁷ cm⁻³）	镓极性面的面内9点的氧浓度的最小值（×10¹⁷ cm⁻³）	氮极性面的面内9点的氧浓度的最大值（×10¹⁷ cm⁻³）	氮极性面的面内9点的氧浓度的最小值（×10¹⁷ cm⁻³）
#A	2.0	1.8	1.5	1.3
#B	1.7	1.5	1.1	0.9
#C	0.9	0.8	0.6	0.5

[0096] (实施例3:溅射靶)

[0097] 采用实施例2的氮化物半导体铸锭,并对铜板(背板)进行加热,使用金属铟,将氮化物半导体铸锭接合,制成溅射靶。

[0098] 采用该溅射靶,以Ar 20sccm、N_2 100sccm、压力1Pa、RF功率电力400W,作为基材,使用2英寸蓝宝石基板,将基板的温度设定为250℃,利用溅射形成GaN膜。溅射处理后,取出蓝宝石基板,结果,均匀地形成有厚度1μm的GaN膜。反复进行该溅射处理,制作20块蓝宝石基板上GaN膜,进行SIMS分析,结果,氧浓度均为$1\times10^{17}cm^{-3}$。

[0099] 这样,使用本发明的溅射靶进行成膜的情况下,即便溅射靶有所消耗,也能够稳定地形成相同材质的GaN膜。

[0100] (实施例4)

[0101] 与实施例1同样地,采用接合有GaN晶种层的3英寸多晶氧化铝支撑基板,利用助熔剂法,使GaN结晶层厚膜生长。

[0102] 助熔剂法中,将2000g的金属Ga和4000g的金属Na填充于氧化铝坩埚中。进而,将该氧化铝坩埚放入到耐热金属制的培养容器中,进行密闭。将炉内温度设为850℃,导入氮气,使炉内压力达到4MPa。在耐热耐压的结晶培养炉内,将该培养容器以水平旋转的状态保持300小时,由此使GaN结晶层在接合有GaN晶种层的3英寸多晶氧化铝支撑基板之上生长。在冷却至室温后,从氧化铝坩埚内取出生长有GaN结晶层的基板,GaN结晶层和多晶氧化铝支撑基板自然剥离,得到3英寸且约52mm厚的厚膜GaN结晶层。

[0103] 采用金刚石磨粒,对拆下的厚膜GaN结晶层的表面及背面进行研磨,使其平坦化,得到50mm厚的氮化物半导体铸锭。将该氮化物半导体铸锭进行切片,得到50块3英寸且厚度0.5mm的GaN晶片(氮化物半导体晶片)。

[0104] 从得到的GaN晶片中选出3块,对GaN晶片的偏角及其分布、翘曲形状进行测定。将在切片前的铸锭中最接近镓极性面的晶片设为#D,将最接近氮极性面晶片设为#F,将#D和#F的中间的晶片设为#E。关于偏角,在GaN晶片的镓极性面的面内9点,进行测定。面内9点的测定位置设为:图3所示的O、A1、A2、A3、A4、B1、B2、B3以及B4。偏角的测定采用bruker AXS制D2Cryso,将在面内9点测定得到的偏角的最大值与最小值之差设为偏角的幅度。翘曲值的测定采用Nidec制平坦度测定器FT-17。将该结果示于表2。由表2可知,越接近氮极性面,越得到偏角的幅度小的基板。

[0105] 表2

[0106]

	偏角的平均值(度)	偏角的幅度(度)	翘曲值SORI(μm)
#D	0.42	0.80	<±10
#E	0.37	0.30	<±10
#F	0.35	0.10	<±10

[0107] (实施例5)

[0108] 以利用溅射处理在基材进行薄膜生长得到的GaN膜为晶种,进而,制作大径的GaN晶片。

[0109] 具体而言,以直径200mm的蓝宝石基板作为基材,采用实施例3中得到的溅射靶,进行溅射处理,结果,均匀地形成有厚度1μm的GaN膜。

[0110] 利用CBED法进行极性判定,结果,GaN膜的表面为镓极性面。

[0111] 采用该GaN膜,利用助熔剂法,使GaN结晶层进行厚膜生长。将2000g的金属Ga和4000g的金属Na填充于氧化铝坩埚中。进而,将该氧化铝坩埚放入到耐热金属制的培养容器中,进行密闭。将炉内温度设为850℃,导入氮气,使炉内压力达到4MPa。在耐热耐压的结晶培养炉内,将该培养容器以水平旋转的状态保持200小时,由此使GaN结晶层在形成有GaN膜的蓝宝石基板之上生长。在冷却至室温后,从氧化铝坩埚内取出生长有GaN结晶的基板,由GaN结晶层和多晶氧化铝构成的支撑基板自然剥离,得到直径200mm且约6mm厚的厚膜GaN结晶层。

[0112] 采用金刚石磨粒，对拆下的厚膜GaN结晶层的表面及背面进行研磨，使其平坦化，得到直径200mm且5mm厚的氮化物半导体铸锭。将该氮化物半导体铸锭进行切片，采用金刚石磨粒对表面及背面进行研磨，使其平坦化，由此得到3块直径200mm且1mm厚的GaN晶片。

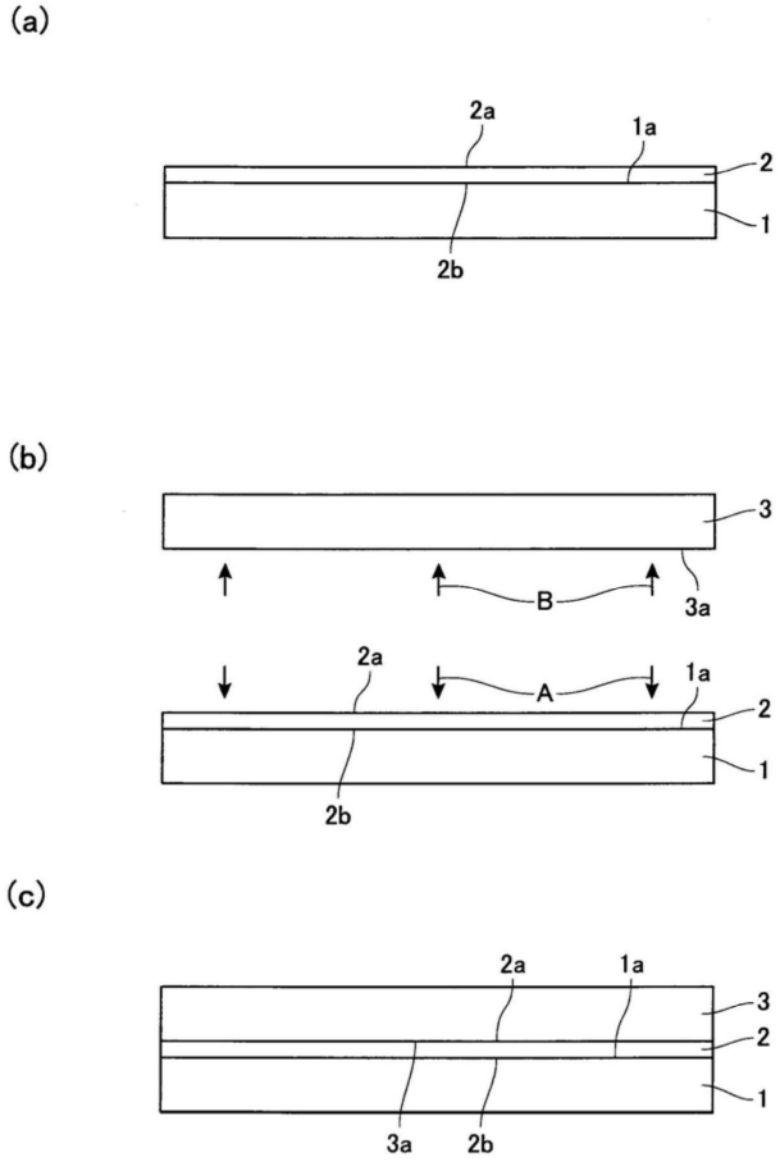


图1

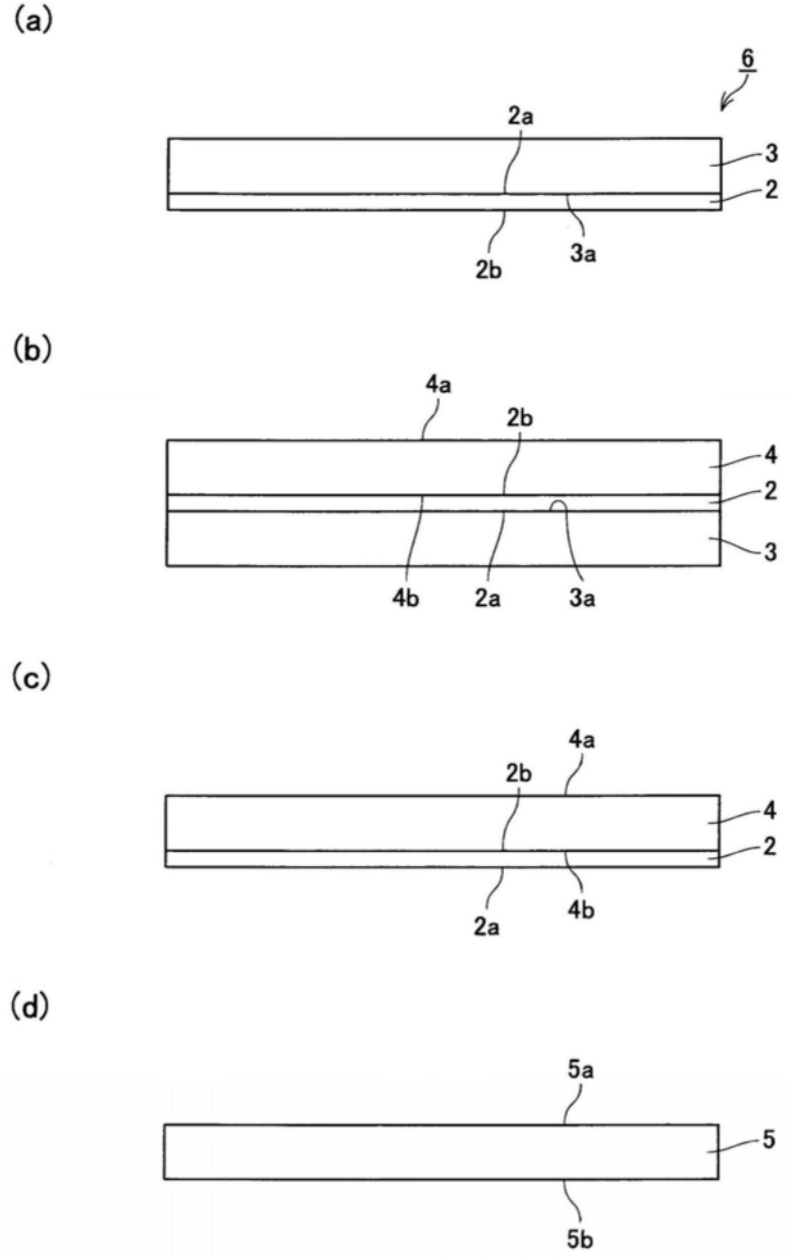


图2

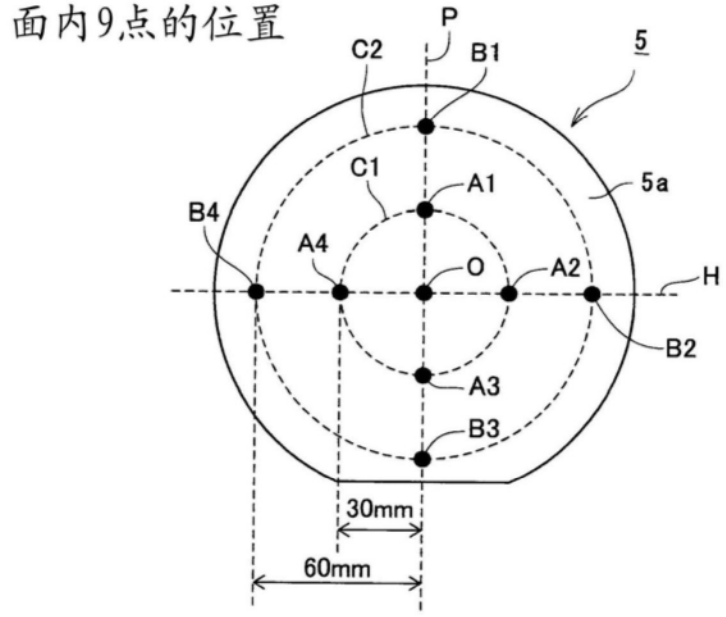


图3