

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2020年6月18日(18.06.2020)



(10) 国際公開番号

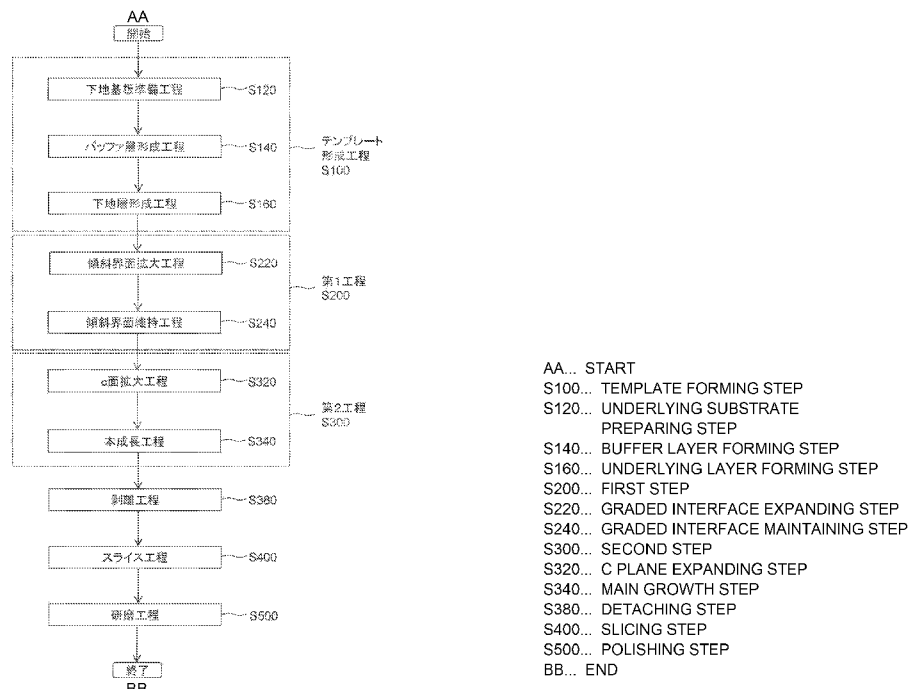
WO 2020/121837 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/38 (2006.01) C30B 25/02 (2006.01)
C23C 16/01 (2006.01) H01L 21/205 (2006.01)
C23C 16/34 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2019/046702
- (22) 国際出願日: 2019年11月29日(29.11.2019)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2018-234345 2018年12月14日(14.12.2018) JP
特願 2019-063184 2019年3月28日(28.03.2019) JP
- (71) 出願人: 株式会社サイオクス (SCIOCS COMPANY LIMITED) [JP/JP]; 〒3191418 茨城県日立市砂沢町 8 8 0 番地 Ibaraki (JP).
- (72) 発明者: 吉田 丈洋 (YOSHIDA Takehiro); 〒3191418 茨城県日立市砂沢町 8 8 0 番地 株式会社サイオクス内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 福岡 昌浩, 外 (FUKUOKA Masahiro et al.); 〒1020072 東京都千代田区飯田橋四丁目 6 番 1 号 2 1 東和ビル 3 階 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO,

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING NITRIDE SEMICONDUCTOR SUBSTRATE AND NITRIDE SEMICONDUCTOR SUBSTRATE

(54) 発明の名称: 窒化物半導体基板の製造方法、および窒化物半導体基板

[図1]



(57) Abstract: Provided is a method for manufacturing a nitride semiconductor substrate using a vapor deposition method, the method for manufacturing a nitride semiconductor substrate comprising: a step of preparing an underlying substrate which comprises a material that is different from a group III nitride semiconductor single crystal; a step of growing an underlying layer above the underlying substrate; a first step of epitaxially growing, directly on the underlying face of the underlying layer, a group III nitride semiconductor single crystal, which has a top face where a (0001) plane is exposed,

DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告 (条約第21条(3))

generating on the top face a plurality of recesses composed of graded interfaces other than the (0001) plane, causing the graded interfaces to gradually expand upward from the underlying face of the underlying layer and eliminating the (0001) plane from the top face, thereby growing a first layer which has a surface composed only of the graded interfaces; and a second step of epitaxially growing the group III nitride semiconductor single crystal on the first layer and eliminating the graded interfaces, thereby growing a second layer that has a mirrored surface. In the first step, the single crystal is grown to a predetermined thickness with the (0001) plane as the growth face, after which the plurality of recesses is generated on the top face of the single crystal.

(57) 要約: 気相成長法を用いた窒化物半導体基板の製造方法であって、Ⅲ族窒化物半導体の単結晶と異なる材料からなる下地基板を準備する工程と、下地基板の上方に下地層を成長させる工程と、(0001)面が露出した頂面を有するⅢ族窒化物半導体の単結晶を下地層の下地面上に直接的にエピタキシャル成長させ、(0001)面以外の傾斜界面で構成される複数の凹部を頂面に生じさせ、下地層の下地面の上方に行くにしたがって該傾斜界面を徐々に拡大させ、(0001)面を頂面から消失させ、表面が傾斜界面のみで構成される第1層を成長させる第1工程と、第1層上にⅢ族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、傾斜界面を消失させ、鏡面化された表面を有する第2層を成長させる第2工程と、を有し、第1工程では、(0001)面を成長面として所定の厚さで単結晶を成長させた後に、該単結晶の頂面に複数の凹部を生じさせる。

明 細 書

発明の名称：

窒化物半導体基板の製造方法、および窒化物半導体基板

技術分野

[0001] 本発明は、窒化物半導体基板の製造方法、および窒化物半導体基板に関する。

背景技術

[0002] III族窒化物半導体の単結晶からなる自立基板を得るために、様々な方法が開示されている。なかでも、簡易的なプロセスとして、サファイア基板上に窒化物半導体層を成長させる方法が開示されている（例えば特許文献1）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2017-226584号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 本発明の目的は、結晶品質が良好な窒化物半導体基板を容易に得ることができる技術を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明の一態様によれば、
気相成長法を用いた窒化物半導体基板の製造方法であって、
III族窒化物半導体の単結晶と異なる材料からなる下地基板を準備する工程と、
前記下地基板の上方にIII族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、鏡面化した下地面を有し、該下地面に対して最も近い低指数の結晶面が（0001）面である下地層を成長させる工程と、

(0001)面が露出した頂面を有するⅢ族窒化物半導体の単結晶を前記下地層の前記下地面上に直接的にエピタキシャル成長させ、前記(0001)面以外の傾斜界面で構成される複数の凹部を前記頂面に生じさせ、前記下地層の前記下地面の上方に行くにしたがって該傾斜界面を徐々に拡大させ、前記(0001)面を前記頂面から消失させ、表面が前記傾斜界面のみで構成される第1層を成長させる第1工程と、

前記第1層上にⅢ族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、前記傾斜界面を消失させ、鏡面化された表面を有する第2層を成長させる第2工程と、

を有し、

前記第1工程では、

前記(0001)面を成長面として所定の厚さで前記単結晶を成長させた後に、該単結晶の前記頂面に前記複数の凹部を生じさせる窒化物半導体基板の製造方法が提供される。

[0006] 本発明の他の態様によれば、

Ⅲ族窒化物半導体の結晶からなり、最も近い低指数の結晶面が(0001)面である主面を有する窒化物半導体基板であって、

多光子励起顕微鏡により視野250 μm 角で前記主面を観察して暗点から転位を検出したときに、

転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ を超える領域が前記主面に存在せず、

前記主面は、所定の方向に沿って1 μm 以下の間隔で3つ以上の転位が配列された複数の転位列を有し、

前記複数の転位列は、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向または $\langle 1-100 \rangle$ 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列を含み、

前記主面における前記複数の転位列の密度は、 $1 \times 10^6 \text{ 列} / \text{cm}^2$ 以下である

窒化物半導体基板が提供される。

[0007] 本発明の更に他の態様によれば、

ⅠⅠⅠ族窒化物半導体の結晶からなり、最も近い低指数の結晶面が（０００１）面である主面を有する窒化物半導体基板であって、

多光子励起顕微鏡により視野２５０μm角で前記主面を観察して暗点から転位を検出したときに、

転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ を超える領域が前記主面に存在せず、

前記主面は、所定の方角に沿って１μm以下の間隔で３つ以上の転位が配列された複数の転位列を有し、

前記複数の転位列は、＜１１－２０＞軸方角または＜１－１００＞軸方角のうちいずれかに対して１０°以内である方角に沿って配列された沿軸転位列を含み、

前記沿軸転位列の配列長さは、１００μm以下である窒化物半導体基板が提供される。

発明の効果

[0008] 本発明によれば、結晶品質が良好な窒化物半導体基板を容易に得ることができる。

図面の簡単な説明

[0009] [図１]本発明の第１実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法を示すフローチャートである。

[図２]気相成長装置を示す概略構成図である。

[図３]（ａ）～（ｃ）は、本発明の第１実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。

[図４]（ａ）～（ｃ）は、本発明の第１実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。

[図５]本発明の第１実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略斜視図である。

[図６]（ａ）～（ｂ）は、本発明の第１実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。

[図7] (a) ~ (b) は、本発明の第1実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。

[図8] (a) は、傾斜界面およびc面のそれぞれが拡大も縮小もしない基準成長条件下での成長過程を示す概略断面図であり、(b) は、傾斜界面が拡大しc面が縮小する第1成長条件下での成長過程を示す概略断面図である。

[図9] 傾斜界面が縮小しc面が拡大する第2成長条件下での成長過程を示す概略断面図である。

[図10] (a) は、本発明の第1実施形態に係る窒化物半導体基板を示す概略上面図であり、(b) は、本発明の第1実施形態に係る窒化物半導体基板のm軸に沿った概略断面図であり、(c) は、本発明の第1実施形態に係る窒化物半導体基板のa軸に沿った概略断面図である。

[図11] 本発明の第1実施形態に係る窒化物半導体基板の主面を多光子励起顕微鏡により観察した観察像を拡大した模式図である。

[図12] (a) ~ (b) は、本発明の第2実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。

[図13] (a) ~ (c) は、それぞれ、サンプル1~3において、剥離した第2層と、下地基板側に残存した積層構造体とのそれぞれの断面を蛍光顕微鏡により観察した観察像を示す図である。

[図14] (a) ~ (c) は、それぞれ、サンプル1~3に係る窒化物半導体基板の主面を多光子励起顕微鏡により観察した観察像を示す図である。

[図15] (a) は、サンプル2の窒化物半導体基板について、m軸方向に沿って(0002)面回折のX線ロックングカーブ測定を行った結果を示す図であり、(b) は、サンプル2の窒化物半導体基板について、a軸方向に沿って(0002)面回折のX線ロックングカーブ測定を行った結果を示す図であり、(c) は、サンプル2の残存層について、(0002)面回折のX線ロックングカーブ測定を行った結果を示す図である。

発明を実施するための形態

[0010] <発明者等の得た知見>

まず、発明者等の得た知見について説明する。

[0011] 特許文献 1 の方法によれば、サファイア基板上に窒化物半導体層を成長させ、降温時に該窒化物半導体層をサファイア基板から剥離させることで、剥離した窒化物半導体層から窒化物半導体基板を得ることができる。

[0012] しかしながら、特許文献 1 の方法では、窒化物半導体基板が安定的に得られる厚さの窒化物半導体層を成長させると、該窒化物半導体層の成長中に、サファイア基板および窒化物半導体層の両方が微細に割れてしまう。このように窒化物半導体層の成長中に割れが生じると、窒化物半導体層が割れた断面から、結晶が異常成長してしまう。この場合、窒化物半導体層の成長温度から降温しても、窒化物半導体層をサファイア基板から自発的に剥離することができず、窒化物半導体基板を安定的に得ることができない。

[0013] また、特許文献 1 の方法では、たとえ割れが生じない厚さで窒化物半導体層を成長させたとしても、窒化物半導体層には、サファイア基板と窒化物半導体との格子不整合に起因した歪みによって、多くの転位が形成される。このため、窒化物半導体層を剥離して割れない状態で得たとしても、発光ダイオード（LED）などの半導体装置に適用可能な結晶品質を有する窒化物半導体基板を得ることができない。

[0014] したがって、結晶品質が良好な窒化物半導体基板を容易に得ることができる技術が望まれていた。

[0015] 本発明は、発明者が見出した上記知見に基づくものである。

[0016] <本発明の第 1 実施形態>

以下、本発明の第 1 実施形態について図面を参照しながら説明する。

[0017] （１）窒化物半導体基板の製造方法

図 1 ～図 7 を用い、本実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法について説明する。

図 1 は、本実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法を示すフローチャートである。図 2 は、気相成長装置を示す概略構成図である。図 3（a）～（c）、図 4（a）～（c）、図 6（a）～図 7（b）は、本実施形態に係る

窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。図5は、本実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略斜視図である。なお、図3(a)～(c)において、下地基板1の下側を省略している。また、図3以外の図では、バッファ層2を省略している。また、図5は、図4(b)の時点での斜視図に相当し、下地層5上に成長する第1層30の一部を示している。また、図6(b)において、細実線は、成長途中の結晶面を示し、図4(c)～図7(b)において、点線は、転位を示している。

[0018] 図1に示すように、本実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法は、例えば、テンプレート形成工程S100と、第1工程S200と、第2工程S300と、剥離工程S380と、スライス工程S400と、研磨工程S500と、を有している。

[0019] なお、以下では、ウルツ鉱構造を有するIII族窒化物半導体の結晶において、 $\langle 0001 \rangle$ 軸（例えば $[0001]$ 軸）を「c軸」といい、 (0001) 面を「c面」という。なお、 (0001) 面を「+c面（III族元素極性面）」といい、 $(000-1)$ 面を「-c面（窒素（N）極性面）」ということがある。また、 $\langle 1-100 \rangle$ 軸（例えば $[1-100]$ 軸）を「m軸」といい、 $\{1-100\}$ 面を「m面」という。なお、m軸は $\langle 10-10 \rangle$ 軸と表記してもよい。また、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸（例えば $[11-20]$ 軸）を「a軸」といい、 $\{11-20\}$ 面を「a面」という。

[0020] (S100：テンプレート形成工程)

まず、テンプレート形成工程S100において、下地基板1および下地層5を有するテンプレート10を形成する。本実施形態のテンプレート形成工程S100は、例えば、下地基板準備工程S120と、バッファ層形成工程S140と、下地層形成工程S160と、を有している。

[0021] (S120：下地基板準備工程)

まず、図3(a)に示すように、III族窒化物半導体と異なる材料からなる下地基板1を準備する。下地基板1の線膨張係数は、例えば、III族窒化物半導体の線膨張係数と異なる。具体的には、下地基板1は、例えば、

サファイア (Al_2O_3) 基板である。

[0022] 下地基板 1 は、例えば、成長面となる主面 1 s を有している。主面 1 s に対して最も近い低指数の結晶面は、例えば、(0001) 面 (c 面) である。

[0023] 本実施形態では、下地基板 1 の主面 1 s を、例えば、鏡面とする。主面 1 s の表面粗さ RMS (二乗平均平方根粗さ) を、例えば、1 nm 以下とする。

[0024] また、本実施形態では、下地基板 1 の c 面が、主面 1 s に対して傾斜している。すなわち、下地基板 1 の c 軸は、主面 1 s の法線に対して所定のオフ角で傾斜している。下地基板 1 の主面 1 s 内でのオフ角は、主面 1 s 全体に亘って均一である。下地基板 1 の主面 1 s 内でのオフ角は、後述する下地層 5 の下地面 5 s におけるオフ角に影響する。

[0025] また、本実施形態では、下地基板 1 の直径を、例えば、1 インチ以上、好ましくは 2 インチ以上とする。

[0026] また、本実施形態では、下地基板 1 の厚さを、例えば、300 μm 以上 2 mm 以下とする。

[0027] (S140: バッファ層形成工程)

下地基板 1 を準備したら、図 3 (b) に示すように、下地基板 1 の主面 1 s 上に、III 族窒化物半導体からなるバッファ層 2 を形成する。本実施形態では、バッファ層 2 として、窒化アルミニウム (AlN) 層を形成する。

[0028] 本実施形態では、例えば、ハイドライド気相成長装置 (HVPE 装置) として構成される気相成長装置 200 を用い、バッファ層 2 を形成する。なお、本実施形態では、当該バッファ層形成工程 S140 から後述の剥離工程 S380 までを同一の気相成長装置 200 内で連続的に行う。

[0029] なお、以下において、「成膜ガス」とは、主に III 族窒化物半導体を成長させる原料ガスのことを意味し、III 族原料ガスを生成する反応ガスとしての塩化水素 (HCl) ガス、窒素原料ガスとしてのアンモニア (NH_3) ガス、水素 (H_2) ガス並びに窒素 (N_2) ガス等のキャリアガス、および n

型ドーパントガスとしてのジクロロシラン (SiH_2Cl_2) ガスを含むものとする。

[0030] 図2に示すように、気相成長装置200は、石英等の耐熱性材料からなり成膜室201が内部に構成された気密容器203を備えている。成膜室201内には、下地基板1を保持するサセプタ208が設けられている。サセプタ208は、回転機構216が有する回転軸215に接続されており、該サセプタ208の裏面に設けられたギアによって下地基板1を上方に保持したまま、該サセプタ208上に載置される下地基板1を周方向（主面に沿った方向）に回転可能に構成されている。気密容器203の一端には、成膜室201内へ HCl ガスを供給するガス供給管232a、成膜室201内へ HCl ガスを供給するガス供給管232b、成膜室201内へ NH_3 ガスを供給するガス供給管232c、および、成膜室201内へ H_2 ガス、 N_2 ガス、および SiH_2Cl_2 ガスを供給するガス供給管232dが接続されている。ガス供給管232a～232dには、上流側から順に、流量制御器241a～241d、バルブ243a～243dがそれぞれ設けられている。ガス供給管232aの下流には、原料としてのガリウム (Ga) 融液を収容するガス生成器233aが設けられている。ガス生成器233aには、 HCl ガスと Ga 融液との反応により生成された成膜ガスとしての塩化ガリウム (GaCl) ガスを、サセプタ208上に保持された下地基板1等に向けて供給するノズル249aが接続されている。また、ガス供給管232bの下流には、原料としての固体のアルミニウム (Al) を収容するガス生成器233bが設けられている。ガス生成器233bには、 HCl ガスと Al との反応により生成された成膜ガスとしての塩化アルミニウム (AlCl_3) ガスを、サセプタ208上に保持された下地基板1等に向けて供給するノズル249bが接続されている。なお、高温の Al は石英を溶かしてしまうため、ガス生成器233b、およびノズル249bの内側は、石英以外の材料により構成されていることが好ましい。具体的には、ガス生成器233bは例えばPBN (Pyrolytic Boron Nitride) からなることが好まし

く、また、ノズル 249b のうち金属の状態の Al が付着する部分には、例えば PBN からなるライナー管（不図示）が挿入されていることが好ましい。ガス供給管 232c, 232d の下流側には、これらのガス供給管から供給された成膜ガスをサセプタ 208 上に保持された下地基板 1 等に向けて供給するノズル 249c, 249d が接続されている。ノズル 249a~249d は、例えば、下地基板 1 の主面 1s に対して交差する方向（主面 1s に対して斜めの方向）に成膜ガスを流すよう配置されている。一方、気密容器 203 の他端には、成膜室 201 内を排気する排気管 230 が設けられている。排気管 230 にはポンプ 231（或いはブロワ）が設けられている。気密容器 203 の外周には、ガス生成器 233a, 233b 内と、サセプタ 208 上に保持された下地基板 1 等とを所望の温度に加熱するゾーンヒータ 207 が設けられ、気密容器 203 内には成膜室 201 内の温度を測定する温度センサ 209 が設けられている。なお、ゾーンヒータ 207 のガス生成器 233b 付近は、400~600℃に維持され、これにより、HCl ガスと Al との反応により AlCl₃ ガスが生成される。また、ゾーンヒータ 207 のガス生成器 233a 付近は、800~900℃に維持され、これにより、HCl ガスと Ga 融液との反応により GaCl ガスが生成される。また、ゾーンヒータ 207 のサセプタ 208 付近は、後述の成長温度に維持される。気相成長装置 200 が備える各部材は、コンピュータとして構成されたコントローラ 280 に接続されており、コントローラ 280 上で実行されるプログラムによって、後述する処理手順や処理条件が制御されるように構成されている。

[0031] バッファ層形成工程 S140 では、まず、下地基板 1 をサセプタ 208 上に載置する。また、ガス生成器 233a 内に原料として Ga 融液を収容し、ガス生成器 233b 内に原料として固体の Al を収容する。そして、サセプタ 208 を回転させるとともに、成膜室 201 内の加熱および排気を実施しながら、ガス供給管 232d から成膜室 201 内へ H₂ ガス（あるいは H₂ ガスと N₂ ガスとの混合ガス）を供給する。そして、成膜室 201 内が所望の成

長温度（例えば、 1000°C 以上 1100°C 以下）、成長圧力に到達し、また、成膜室201内の雰囲気が所望の雰囲気となった状態で、ガス供給管232b, 232cからガス供給を行い、下地基板1の主面1sに対して交差する方向に、成膜ガスとしてAlCl₃ガスとNH₃ガスとを供給する。

[0032] これにより、図3（b）に示すように、下地基板1の主面1s上に、AlNからなるバッファ層2が形成されることとなる。なお、このとき、バッファ層2の厚さを、例えば、10nm以上400nm以下とする。

[0033] 所定の厚さのバッファ層2の成長が完了したら、ガス供給管232bから成膜室201内へのHClガスの供給を停止する。一方、NH₃ガスの供給、ヒータ207による成膜室201内の加熱、およびポンプ231による成膜室201内の排気を継続させる。

[0034] (S160：下地層形成工程)

バッファ層2を形成したら、図3（c）に示すように、バッファ層2上に、III族窒化物半導体の単結晶からなる下地層5をエピタキシャル成長させる。本実施形態では、下地層5として、窒化ガリウム（GaN）層を形成する。

[0035] 下地層形成工程S160では、まず、成膜室201内の温度を、下地層5の所望の成長温度に変更する。なお、バッファ層2の成長温度と下地層5の成長温度とが等しい場合には、成膜室201内の温度を変更せずに以下の下地層5の成長を開始してもよい。そして、成膜室201内が所望の成長温度、成長圧力に到達し、また、成膜室201内の雰囲気が所望の雰囲気となった状態で、ガス供給管232a, 232cからガス供給を行い、下地基板1の主面1sに対して交差する方向に、成膜ガスとしてGaClガスとNH₃ガスとを供給する。

[0036] 下地層5の成長条件としては、例えば、以下のとおりである。

成長温度： 990°C 以上1, 120°C 以下、好ましくは1, 020°C 以上1, 100°C 以下

V／III比：1以上10以下、好ましくは、1以上5以下

成長圧力：90～105 kPa、好ましくは、90～95 kPa

GaC l ガスの分圧：1.5～15 kPa

N₂ ガスの流量／H₂ ガスの流量：1～20

なお、「V／lll比」とは、lll族原料ガスとしてのGaC l ガスの分圧に対するNH₃ ガスの流量の分圧の比率である。

[0037] これにより、図3（c）に示すように、バッファ層2上に、Ga Nの単結晶からなる下地層5が形成されることとなる。

[0038] このとき、下地層5の主面としての下地面5 sを鏡面化させる。なお、ここでいう「鏡面」とは、表面の凹凸の差が可視光の波長以下である面のことをいい、当該下地面5 sには、c面以外のファセットが露出したヒロックが生じていてもよい。このように鏡面化された下地面5 sを有する下地層5によって下地基板1の主面1 s全体に亘って覆うことで、後述の第1工程S 200において、第1層30における傾斜界面30 iの出現具合を面内で略均一にすることができる。

[0039] なお、下地基板1のc面からなる主面1 s上に下地層5をエピタキシャル成長させることで、下地層5の下地面5 sに対して最も近い低指数の結晶面は、+c面となる。

[0040] また、このとき、下地層5の厚さを、例えば、1 μm以上20 μm以下、好ましくは、1 μm以上10 μm以下とする。下地層5の厚さが1 μm未満であると、後述の第1工程S 200において、第1層30における傾斜界面30 iの出現具合を面内で略均一にすることが困難となる。これに対し、本実施形態では、下地層5の厚さを1 μm以上とすることで、後述の第1工程S 200において、第1層30における傾斜界面30 iの出現具合を安定的に面内で略均一にすることができる。一方で、下地層5の厚さが20 μm超であると、下地基板1と下地層5等のエピ層（エピタキシャル成長層）との格子不整合に起因した歪みが緩和されることなく、該エピ層が厚くなる。このため、下地層形成工程S 160またはそれ以降の工程で、下地層5等のエピ層にクラックが生じる可能性がある。これに対し、本実施形態では、下地

層5の厚さを $20\mu\text{m}$ 以下とすることで、下地層形成工程S160またはそれ以降の工程で、下地層5等のエピ層にクラックが生じることを抑制することができる。さらに、下地層5の厚さを $10\mu\text{m}$ 以下とすることで、下地層5等のエピ層にクラックが生じることを安定的に抑制することができる。

[0041] 以上のテンプレート形成工程S100により、テンプレート10が形成される。

[0042] なお、このとき、下地基板1と下地層5との格子不整合に起因した歪みによって、下地層5には、多くの転位が形成される。下地層5の下地面5sにおける転位密度は、例えば、 $5\times 10^6\text{cm}^{-2}$ 超 $1\times 10^9\text{cm}^{-2}$ 以下である。

[0043] テンプレート10の形成が完了したら、ガス供給管232aから成膜室201内へのHClガスの供給を停止する。一方、 NH_3 ガスの供給、ヒータ207による成膜室201内の加熱、およびポンプ231による成膜室201内の排気を継続させる。

[0044] (S200: 第1工程(第1層成長工程、3次元成長工程))

テンプレート10を形成したら、テンプレート10を気相成長装置200内に配置したまま、該気相成長装置200を用い、以下の第1工程S200を行う。

[0045] すなわち、図4(a)に示すように、下地面5s上へのマスク層の形成、および下地基板1または下地層5への凹凸パターンの形成のうち、いずれの加工を施さない状態のテンプレート10を用いて、以下の第1工程S200を行う。なお、ここでいう「マスク層」とは、例えば、いわゆるELO(Epitaxial Lateral Overgrowth)法において用いられ、酸化シリコンなどからなり所定の開口を有するマスク層のことを意味する。また、ここでいう「凹凸パターン」は、例えば、いわゆるペンデオエピタキシー法において用いられ、下地基板1または下地層5を直接パターンニングしたトレンチおよびリッジのうち少なくともいずれかのことを意味する。ここでいう凹凸パターンの高低差は、例えば、 100nm 以上である。

本実施形態のテンプレート10は、上述のような構造を有しない状態で、第1工程S200に用いられる。

[0046] 第1工程S200では、図4(b)、図4(c)、および図5に示すように、c面30cが露出した頂面30uを有するIII族窒化物半導体の単結晶を、下地層5の下地面5s上に直接的にエピタキシャル成長させる。これにより、第1層(3次元成長層)30を成長させる。

[0047] このとき、c面以外の傾斜界面30iで囲まれて構成される複数の凹部30pを単結晶の頂面30uに生じさせ、下地層5の下地面5sの上方に行くにしたがって、該傾斜界面30iを徐々に拡大させ、c面30cを徐々に縮小させる。これにより、c面30cを頂面30uから消失させる。その結果、表面が傾斜界面30iのみで構成される第1層30を成長させる。

[0048] すなわち、第1工程S200では、下地層5の下地面5sをあえて荒らすように、第1層30を3次元成長させる。なお、第1層30は、このような成長形態を形成したとしても、上述のように、単結晶で成長させる。

[0049] 本実施形態では、第1層30として、例えば、下地層5を構成するIII族窒化物半導体と同じIII族窒化物半導体からなる層をエピタキシャル成長させる。すなわち、例えば、第1層30としてGa₂N層をエピタキシャル成長させる。

[0050] 具体的には、テンプレート形成工程S100後の第1工程S200では、成膜室201内の温度を、第1層30の所望の成長温度に変更する。なお、下地層5の成長温度と第1層30の成長温度とが等しい場合には、成膜室201内の温度を変更せずに第1層30の成長を開始してもよい。そして、成膜室201内が所望の成長温度、成長圧力に到達し、また、成膜室201内の雰囲気 gas が所望の雰囲気 gas となった状態で、ガス供給管232a, 232cからガス供給を行い、下地基板1の主面1sに対して交差する方向に、成膜ガスとしてGaC₂H₃ガスとNH₃ガスとを供給する。

[0051] ここで、第1工程S200では、上述の成長過程を発現させるために、例えば、所定の第1成長条件下で、第1層30を成長させる。

[0052] まず、図8（a）を用い、傾斜界面30iおよびc面30cのそれぞれが拡大も縮小もしない基準成長条件について説明する。図8（a）は、傾斜界面およびc面のそれぞれが拡大も縮小もしない基準成長条件下での成長過程を示す概略断面図である。

[0053] 図8（a）において、太い実線は、単位時間ごとの第1層30の表面を示している。図8（a）で示されている傾斜界面30iは、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面とする。また、図8（a）において、第1層30のうちのc面30cの成長レートを G_{c0} とし、第1層30のうちの傾斜界面30iの成長レートを G_i とし、第1層30においてc面30cと傾斜界面30iとのなす角度を α とする。また、図8（a）において、c面30cと傾斜界面30iとのなす角度 α を維持したまま、第1層30が成長するものとする。なお、第1層30のc面30cのオフ角が、c面30cと傾斜界面30iとのなす角度 α に比べて無視できるものとする。

[0054] 図8（a）に示すように、傾斜界面30iおよびc面30cのそれぞれが拡大も縮小もしないとき、傾斜界面30iとc面30cとの交点の軌跡は、c面30cに対して垂直となる。このことから、傾斜界面30iおよびc面30cのそれぞれが拡大も縮小もしない基準成長条件は、以下の式（a）を満たす。

$$G_{c0} = G_i / \cos \alpha \quad \cdots (a)$$

[0055] 次に、図8（b）を用い、傾斜界面30iが拡大しc面30cが縮小する第1成長条件について説明する。図8（b）は、傾斜界面が拡大しc面が縮小する第1成長条件下での成長過程を示す概略断面図である。

[0056] 図8（b）においても、図8（a）と同様に、太い実線は、単位時間ごとの第1層30の表面を示している。また、図8（b）で示されている傾斜界面30iも、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面とする。また、図8（b）において、第1層30のうちのc面30cの成長レートを G_{c1} とし、第1層30のうちの傾斜界面30iとc面30cとの交点の軌跡の進行レートを R_1 とする。また、傾斜界面30iとc面30cとの交点の軌跡と、c面

30cとのなす角度のうち、狭いほうの角度を α_{R1} とする。 R_1 方向と G_i 方向とのなす角度を α' としたとき、 $\alpha' = \alpha + 90 - \alpha_{R1}$ である。なお、第1層30のc面30cのオフ角が、c面30cと傾斜界面30iとのなす角度 α に比べて無視できるものとする。

[0057] 図8(b)に示すように、傾斜界面30iとc面30cとの交点の軌跡の進行レート R_1 は、以下の式(b)で表される。

$$R_1 = G_i / \cos \alpha' \quad \dots (b)$$

[0058] また、第1層30のうちのc面30cの成長レート G_{c1} は、以下の式(c)で表される。

$$G_{c1} = R_1 \sin \alpha_{R1} \quad \dots (c)$$

[0059] 式(c)に式(b)を代入することで、 G_{c1} は、 G_i を用いて、以下の式(d)で表される。

$$G_{c1} = G_i \sin \alpha_{R1} / \cos (\alpha + 90 - \alpha_{R1}) \quad \dots (d)$$

[0060] 傾斜界面30iが拡大しc面30cが縮小するためには、 $\alpha_{R1} < 90^\circ$ となることが好ましい。したがって、傾斜界面30iが拡大しc面30cが縮小する第1成長条件は、式(d)と $\alpha_{R1} < 90^\circ$ とにより、以下の式(1)を満たすことが好ましい。

$$G_{c1} > G_i / \cos \alpha \quad \dots (1)$$

ただし、上述のように、 G_i は、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iの成長レートであり、 α は、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iと、c面30cとのなす角度である。

[0061] または、第1成長条件下での G_{c1} が、基準成長条件下での G_{c0} よりも大きいことが好ましいと考えることもできる。このことから、 $G_{c1} > G_{c0}$ に式(a)を代入することにより、式(1)が導出されうる。

[0062] なお、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iを拡大させる成長条件が最も厳しい条件となることから、第1成長条件が式(1)を満たせば、他の傾斜界面30iも拡大させることが可能となる。

[0063] 具体的には、例えば、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iが

{10-11} 面であるとき、 $\alpha = 61.95^\circ$ である。したがって、第1成長条件は、例えば、以下の式(1')を満たすことが好ましい。

$$G_{c1} > 2.13 G_i \quad \dots (1')$$

[0064] または、後述するように、例えば、傾斜界面30iが $m \geq 3$ の{11-2m}面である場合には、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iが{11-23}面であるため、 $\alpha = 47.3^\circ$ である。したがって、第1成長条件は、例えば、以下の式(1'')を満たすことが好ましい。

$$G_{c1} > 1.47 G_i \quad \dots (1'')$$

[0065] 本実施形態の第1成長条件としては、例えば、第1工程S200での成長温度を、後述の第2工程S300での成長温度よりも低くする。具体的には、第1工程S200での成長温度を、例えば、 980°C 以上 $1,020^\circ\text{C}$ 以下、好ましくは $1,000^\circ\text{C}$ 以上 $1,020^\circ\text{C}$ 以下とする。

[0066] また、本実施形態の第1成長条件として、例えば、第1工程S200での $V/I/I$ 比を、後述の第2工程S300での $V/I/I$ 比よりも大きくしてもよい。具体的には、第1工程S200での $V/I/I$ 比を、例えば、2以上20以下、好ましくは、2以上15以下とする。

[0067] 実際には、第1成長条件として、式(1)を満たすように、成長温度および $V/I/I$ 比のうち少なくともいずれかをそれぞれ上記範囲のなかで調整する。

[0068] なお、本実施形態の第1成長条件のうちの他の条件は、例えば、以下のとおりである。

成長圧力： $90 \sim 105 \text{ kPa}$ 、好ましくは、 $90 \sim 95 \text{ kPa}$

GaC I ガスの分圧： $1.5 \sim 15 \text{ kPa}$

N_2 ガスの流量/ H_2 ガスの流量： $0 \sim 1$

[0069] ここで、本実施形態の第1工程S200は、例えば、第1層30の成長中の形態に基づいて、2つの工程に分類される。具体的には、本実施形態の第1工程S200は、例えば、傾斜界面拡大工程S220と、傾斜界面維持工程S240と、を有している。これらの工程により、第1層30は、例えば

、傾斜界面拡大層 3 2 と、傾斜界面維持層 3 4 と、を有することとなる。

[0070] (S 2 2 0 : 傾斜界面拡大工程)

まず、図 4 (b) および図 5 に示すように、I I I 族窒化物半導体の単結晶からなる第 1 層 3 0 の傾斜界面拡大層 3 2 を、上述の第 1 成長条件下で、下地層 5 の下地面 5 s 上に直接エピタキシャル成長させる。

[0071] 傾斜界面拡大層 3 2 が成長する初期段階では、下地層 5 の下地面 5 s の法線方向 (c 軸に沿った方向) に、c 面 3 0 c を成長面として所定の厚さで傾斜界面拡大層 3 2 がステップフロー成長 (2 次元成長) する。ここで、c 面 3 0 c を成長面として成長した傾斜界面拡大層 3 2 のうちの一部の層を「初期層」ともいう。このとき、初期層を、例えば、下地層 5 の下地面 5 s の全体に亘って成長させる。これにより、鏡面化された表面を有する初期層が所定の厚さで形成される。また、このとき、初期層の厚さを、例えば、 $1\ \mu\text{m}$ 以上 $100\ \mu\text{m}$ 以下、好ましくは $1\ \mu\text{m}$ 以上 $20\ \mu\text{m}$ 以下とする。

[0072] その後、第 1 成長条件下で傾斜界面拡大層 3 2 を徐々に成長させることで、図 4 (b) および図 5 に示すように、傾斜界面拡大層 3 2 のうち c 面 3 0 c を露出させた頂面 3 0 u に、c 面以外の傾斜界面 3 0 i で構成される複数の凹部 3 0 p を生じさせる。c 面以外の傾斜界面 3 0 i で構成される複数の凹部 3 0 p は、当該頂面 3 0 u にランダムに形成される。これにより、c 面 3 0 c と c 面以外の傾斜界面 3 0 i とが表面に混在する傾斜界面拡大層 3 2 が形成される。

[0073] なお、ここでいう「傾斜界面 3 0 i」とは、c 面 3 0 c に対して傾斜した成長界面のことを意味し、c 面以外の低指数のファセット、c 面以外の高指数のファセット、または面指数で表すことができない傾斜面を含んでいる。なお、c 面以外のファセットは、例えば、 $\{11-2m\}$ 、 $\{1-10n\}$ などである。ただし、m および n は 0 以外の整数である。

[0074] 本実施形態では、上述のテンプレート 1 0 を用い、且つ、式 (1) を満たすように第 1 成長条件を調整したことで、傾斜界面 3 0 i として、例えば、 $m \geq 3$ である $\{11-2m\}$ 面を生じさせることができる。これにより、c

面 30c に対する {11-2m} 面の傾斜角度を緩やかにすることができる。具体的には、該傾斜角度を 47.3° 以下とすることができる。

[0075] 第1成長条件下で傾斜界面拡大層32をさらに成長させることで、図4(b)および(c)に示すように、下地層5の下地面5sの上方に行くにしたがって、傾斜界面拡大層32において、c面以外の傾斜界面30iを徐々に拡大させ、c面30cを徐々に縮小させる。なお、このとき、下地層5の下地面5sの上方に行くにしたがって、該下地層5の下地面5sに対する、傾斜界面30iがなす傾斜角度が徐々に小さくなっていく。これにより、最終的に、傾斜界面30iのほとんどが、上述した $m \geq 3$ の{11-2m}面となる。

[0076] さらに傾斜界面拡大層32を成長させていくと、傾斜界面拡大層32のc面30cは頂面30uから消失し、傾斜界面拡大層32の表面(最表面)は傾斜界面30iのみで構成される。

[0077] このように、傾斜界面拡大層32の頂面30uにc面以外の傾斜界面30iで構成される複数の凹部30pを生じさせ、c面30cを消失させることで、図4(c)に示すように、該傾斜界面拡大層32の表面に、複数の谷部30vおよび複数の頂部30tを形成する。複数の谷部30vのそれぞれは、傾斜界面拡大層32の表面のうち下に凸の変曲点であって、c面以外の傾斜界面30iのそれぞれが発生した位置の上方に形成される。一方で、複数の頂部30tのそれぞれは、傾斜界面拡大層32の表面のうち上に凸の変曲点であって、互いに相反する方向を向いて拡大した一対の傾斜界面30iを挟んでc面30cが(最後に)消失した位置またはその上方に形成される。谷部30vおよび頂部30tは、下地基板1の主面1s(下地層5の下地面5s)に沿った方向に交互に形成される。

[0078] なお、本実施形態では、上述のように、傾斜界面拡大層32が成長する初期段階において、下地層5の下地面5s上に、傾斜界面30iを生じさせずにc面30cを成長面として傾斜界面拡大層32を所定の厚さで成長させた後、傾斜界面拡大層32の表面に、c面以外の傾斜界面30iを生じさせる

。これにより、複数の谷部 30 v は、下地層 5 の下地面 5 s から上方に離れた位置に形成されることとなる。

[0079] 以上のような傾斜界面拡大層 32 の成長過程により、転位は、以下のように屈曲して伝播する。具体的には、図 4 (c) に示すように、下地層 5 内において c 軸に沿った方向に延在していた複数の転位は、下地層 5 の下地面 5 s から傾斜界面拡大層 32 の c 軸に沿った方向に向けて伝播する。傾斜界面拡大層 32 のうち c 面 30 c を成長面として成長した領域では、下地層 5 から傾斜界面拡大層 32 の c 軸に沿った方向に向けて転位が伝播する。しかしながら、傾斜界面拡大層 32 において、転位が露出した成長界面が c 面 30 c から傾斜界面 30 i に変化すると、当該転位は、傾斜界面 30 i が露出した位置で、該傾斜界面 30 i に対して略垂直な方向に向けて屈曲して伝播する。すなわち、転位は、c 軸に対して傾斜した方向に屈曲して伝播する。これにより、傾斜界面拡大工程 S220 以降の工程において、一对の頂部 30 t 間での略中央の上方において、局所的に転位が集められることとなる。その結果、後述の第 2 層 40 の表面における転位密度を低減させることができる。

[0080] このとき、本実施形態では、下地基板 1 の主面 1 s に垂直な任意の断面を見たときに、複数の谷部 30 v のうちの 1 つを挟んで複数の頂部 30 t のうちで最も接近する一对の頂部 30 t 同士が、下地基板 1 の主面 1 s に沿った方向に離間した平均距離（「最近接頂部間平均距離」ともいう）L を、例えば、1 μ m 以上、好ましくは 10 μ m 以上、より好ましくは 30 μ m 以上、さらに好ましくは 50 μ m 以上とする。なお、最近接頂部間平均距離 L は、結晶成長界面から c 面 30 c が消失したときの断面を見た場合における距離とする。なお、本実施形態での最近接頂部間平均距離 L は、GaN 自立基板を用いて同じ第 1 成長条件で第 1 工程を行った場合の最近接頂部間平均距離よりも短くなる傾向がある。

[0081] 傾斜界面拡大工程 S220 の初期段階から第 1 層を島状成長させる場合などのように、最近接頂部間平均距離 L が 1 μ m 未満であると、傾斜界面拡大

工程 S 2 2 0 以降の工程において、転位が屈曲して伝播する距離が短くなる。このため、傾斜界面拡大層 3 2 のうち一对の頂部 3 0 t 間の略中央の上方で十分に転位が集められない。その結果、後述の第 2 層 4 0 の表面における転位密度が十分に低減されない可能性がある。これに対し、本実施形態では、最近接頂部間平均距離 L を $1\ \mu\text{m}$ 以上とすることで、傾斜界面拡大工程 S 2 2 0 以降の工程において、転位が屈曲して伝播する距離を、少なくとも $0.5\ \mu\text{m}$ 以上、確保することができる。これにより、傾斜界面拡大層 3 2 のうち一对の頂部 3 0 t 間の略中央の上方に、十分に転位を集めることができる。その結果、後述の第 2 層 4 0 の表面での転位密度を十分に低減させることができる。さらに最近接頂部間平均距離 L を好ましくは $10\ \mu\text{m}$ 以上、より好ましくは $30\ \mu\text{m}$ 以上、さらに好ましくは $50\ \mu\text{m}$ 以上とすることで、転位が屈曲して伝播する距離をさらに長くし、後述の第 2 層 4 0 の表面における転位密度をより確実に低減させることができる。

[0082] 一方で、本実施形態では、最近接頂部間平均距離 L を $800\ \mu\text{m}$ 未満、好ましくは $200\ \mu\text{m}$ 以下とする。最近接頂部間平均距離 L が $800\ \mu\text{m}$ 以上であると、下地基板 1 の主面 1 s から傾斜界面拡大層 3 2 の谷部 3 0 v から頂部 3 0 t までの高さが過剰に高くなる。このため、後述の平坦化工程 S 3 0 0 において、第 2 層 4 0 が鏡面化するまでの厚さが厚くなる。これに対し、本実施形態では、最近接頂部間平均距離 L を $800\ \mu\text{m}$ 未満とすることで、下地基板 1 の主面 1 s から傾斜界面拡大層 3 2 の谷部 3 0 v から頂部 3 0 t までの高さを低くすることができる。これにより、第 2 層 4 0 を早く鏡面化させることができる。さらに最近接頂部間平均距離 L を $200\ \mu\text{m}$ 以下とすることで、第 2 層 4 0 をより早く鏡面化させることができる。

[0083] また、このとき、傾斜界面拡大層 3 2 0 には、成長過程での成長面の違いに基づいて、第 1 c 面成長領域 6 0 と、傾斜界面成長領域（高酸素濃度領域）7 0（図中灰色部）とが形成される。

[0084] 第 1 c 面成長領域 6 0 は、c 面 3 0 c を成長面として成長した領域である。第 1 c 面成長領域 6 0 は、例えば、断面視で、複数の谷部 6 0 a および複

数の山部60bを有する。なお、ここでいう谷部60aおよび山部60bのそれぞれは、積層構造体90の断面を蛍光顕微鏡等で観察したときに発光強度差に基づいて観察される形状の一部分を意味し、第1層30の成長途中で生じる最表面の形状の一部分を意味するものではない。複数の谷部60aのそれぞれは、断面視で、第1c面成長領域60のうち下に凸の変曲点であって、傾斜界面30iが発生した位置に形成される。複数の谷部60aのうち少なくとも1つは、下地基板1の主面1sから上方に離れた位置に設けられている。一方で、複数の山部60bのそれぞれは、断面視で、第1c面成長領域60のうち上に凸の変曲点であって、互いに相反する方向を向いて拡大した一对の傾斜界面30iを挟んでc面30cが（最後に）消失して終端した位置に形成される。谷部60aおよび山部60bは、下地基板1の主面1sに沿った方向に交互に形成される。

[0085] なお、下地基板1の主面1sに垂直な任意の断面を見たときに、複数の谷部60aのうちの1つを挟んで複数の山部60bのうちで最も接近する一对の山部60b同士が、下地基板1の主面1sに沿った方向に離間した平均距離は、上述の第1層30の最近接頂部間平均距離Lに相当する。

[0086] 第1c面成長領域60は、断面視で、複数の山部60bのうちの1つを挟んだ両側に、c面30cと傾斜界面30iとの交点の軌跡として設けられる一对の傾斜部60iを有している。なお、ここでいう傾斜部60iは、積層構造体90の断面を蛍光顕微鏡等で観察したときに発光強度差に基づいて観察される形状の一部分を意味し、第1層30の成長途中で生じる最表面の傾斜界面30iを意味するものではない。

[0087] 一方で、傾斜界面成長領域70は、c面以外の傾斜界面30iを成長面として成長した領域である。傾斜界面成長領域70の下面は、例えば、第1c面成長領域60の形状に倣って形成される。

[0088] 傾斜界面成長領域70では、第1c面成長領域60と比較して、酸素を取り込みやすい。このため、傾斜界面成長領域70中の酸素濃度は、第1c面成長領域60中の酸素濃度よりも高くなる。なお、傾斜界面成長領域70中

に取り込まれる酸素は、例えば、気相成長装置 200 内に意図せずに混入する酸素、または気相成長装置 200 を構成する部材（気密容器 203 等）から放出される酸素等である。

[0089] なお、第 1 c 面成長領域 60 中の酸素濃度は、例えば、 $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下、好ましくは $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下である。一方で、傾斜界面成長領域 70 中の酸素濃度は、例えば、 $9 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ 以上 $5 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ 以下である。

[0090] (S 240 : 傾斜界面維持工程)

傾斜界面拡大層 32 の表面から c 面 30 c を消失させた後に、図 6 (a) に示すように、表面において傾斜界面 30 i が c 面 30 c よりも多く占める状態、好ましくは表面が傾斜界面 30 i のみで構成された状態を維持しつつ、所定の厚さに亘って第 1 層 30 の成長を継続させる。これにより、傾斜界面拡大層 32 上に、傾斜界面 30 i が c 面 30 c よりも多く占める表面、好ましくは c 面を有さず傾斜界面 30 i のみを表面に有する傾斜界面維持層 34 を形成する。傾斜界面維持層 34 を形成することで、第 1 層 30 の表面全体に亘って確実に c 面 30 c を消失させることができる。なお、傾斜界面維持層 34 の成長過程での一部に c 面 30 c が生じた部分が形成されていてもよい。

[0091] ここで、第 1 工程 S 200 において、上述のように転位の伝播方向を確実に曲げて転位密度を低減させるためには、第 1 層 30 の任意の位置で成長界面の履歴を見たときに、少なくとも一度は c 面 30 c が消失していることが重要となる。このため、第 1 工程 S 200 の早い段階（例えば上述の傾斜界面拡大工程 S 220）で、少なくとも一度は c 面 30 c が消失することが望ましい。

[0092] しかしながら、傾斜界面維持工程 S 240 では、c 面 30 c を少なくとも一度消失させた後であれば、傾斜界面維持層 34 の表面の一部において c 面 30 c が再度出現してもよい。ただし、下地基板 1 の主面 1 s に沿った沿面断面において傾斜界面成長領域 70 の占める面積割合が 80% 以上となるよ

うに、傾斜界面維持層 34 の表面において、主に傾斜界面 30 i を露出させることが好ましい。なお、沿面断面において傾斜界面成長領域 70 の占める面積割合は、高ければ高いほどよく、100%であることが好ましい。

[0093] このとき、傾斜界面維持工程 S240 での成長条件を、傾斜界面拡大工程 S220 と同様に、上述の第 1 成長条件で維持する。これにより、傾斜界面 30 i のみを成長面として傾斜界面維持層 34 を成長させることができる。

[0094] また、このとき、第 1 成長条件下で、傾斜界面 30 i を成長面として傾斜界面維持層 34 を成長させることで、上述のように、傾斜界面拡大層 32 において傾斜界面 30 i が露出した位置で、c 軸に対して傾斜した方向に向けて屈曲して伝播した転位は、傾斜界面維持層 34 においても同じ方向に伝播し続ける。

[0095] また、このとき、傾斜界面維持層 34 は、傾斜界面 30 i を成長面として成長することで、傾斜界面維持層 34 の全体が、傾斜界面成長領域 70 の一部となる。これにより、傾斜界面成長領域 70 は、下地基板 1 の主面 1 s に沿って連続して形成される。

[0096] 以上の第 1 工程 S200 により、傾斜界面拡大層 32 および傾斜界面維持層 34 を有する第 1 層 30 が形成される。

[0097] 本実施形態の第 1 工程 S200 では、下地基板 1 の主面 1 s から第 1 層 30 の頂部 30 t までの高さ（第 1 層 30 の厚さ方向の最大高さ、下地層 5 の厚さを含む）が、例えば、300 μ m 超 2 mm 以下、好ましくは 400 μ m 以上 1.5 mm 未満、より好ましくは 500 μ m 以上 1 mm 以下となる。

[0098] 第 1 層 30 の成長が完了したら、ガス供給管 232 a から成膜室 201 内への HCl ガスの供給を停止する。一方、NH₃ ガスの供給、ヒータ 207 による成膜室 201 内の加熱、およびポンプ 231 による成膜室 201 内の排気を継続させる。

[0099] (S300 : 第 2 工程 (第 2 層成長工程、平坦化工程))

c 面 30 c を消失させた第 1 層 30 を成長させたら、図 6 (b) および図 7 (a) に示すように、第 1 層 30 上に、III 族窒化物半導体の単結晶を

さらにエピタキシャル成長させる。

[0100] このとき、下地層5の下地面5sの上方に行くにしたがって、傾斜界面40iを徐々に縮小させ、c面40cを徐々に拡大させる。これにより、第1層30の表面に形成されていた傾斜界面30iを消失させる。その結果、鏡面化された表面40sを有する第2層（平坦化層）40を成長させる。なお、ここでいう「鏡面」とは、表面における隣り合う凹凸の高低差の最大値が可視光の波長以下である面のことをいう。

[0101] 本実施形態では、第2層40として、例えば、第1層30を構成するⅢⅢ族窒化物半導体と同じⅢⅢ族窒化物半導体を主成分とする層をエピタキシャル成長させる。すなわち、例えば、第2層40としてGa₂N層をエピタキシャル成長させる。なお、第2層40には、例えば、シリコン（Si）をドーピングする。

[0102] 具体的には、第1工程S200後の第2工程S300では、まず、成膜室201内の温度を、第2層40の所望の成長温度に変更する。そして、成膜室201内が所望の成長温度、成長圧力に到達し、また、成膜室201内の雰囲気 gas が所望の雰囲気 gas となった状態で、ガス供給管232a, 232c, 232dからガス供給を行い、下地基板1の主面1sに対して交差する方向に、成膜ガスとしてGaCl₃ガスとNH₃ガスとSiH₂Cl₂ガスとを供給する。なお、n型ドーパントガスとして、SiH₂Cl₂ガスの代わりに、GeCl₄ガスなどを供給してもよい。

[0103] ここで、第2工程S300では、上述の成長過程を発現させるために、例えば、所定の第2成長条件下で、第2層40を成長させる。

[0104] 図9を用い、傾斜界面40iが縮小しc面40cが拡大する第2成長条件について説明する。図9は、傾斜界面が縮小しc面が拡大する第2成長条件下での成長過程を示す概略断面図である。図9は、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iが露出した第1層30上に、第2層40が成長する過程を示している。

[0105] 図9においても、図8（a）と同様に、太い実線は、単位時間ごとの第2

層40の表面を示している。また、図9において、第2層40のうちのc面40cの成長レートを G_{c2} とし、第2層40のうちの傾斜界面40iの成長レートを G_i とし、第2層40のうちの傾斜界面40iとc面40cとの交点の軌跡の進行レートを R_2 とする。また、傾斜界面40iとc面40cとの交点の軌跡と、c面30cとのなす角度のうち、狭いほうの角度を α_{R2} とする。 R_2 方向と G_i 方向とのなす角度を α'' としたとき、 $\alpha'' = \alpha - (90 - \alpha_{R2})$ である。また、図9において、第1層30におけるc面30cと傾斜界面30iとのなす角度 α を維持したまま、第2層40が成長するものとする。なお、第2層40のc面40cのオフ角が、c面30cと傾斜界面30iとのなす角度 α に比べて無視できるものとする。

[0106] 図9に示すように、傾斜界面40iとc面40cとの交点の軌跡の進行レート R_2 は、以下の式(e)で表される。

$$R_2 = G_i / \cos \alpha'' \quad \dots (e)$$

[0107] また、第2層40のうちのc面40cの成長レート G_{c2} は、以下の式(f)で表される。

$$G_{c2} = R_2 \sin \alpha_{R2} \quad \dots (f)$$

[0108] 式(f)に式(e)を代入することで、 G_{c2} は、 G_i を用いて、以下の式(g)で表される。

$$G_{c2} = G_i \sin \alpha_{R2} / \cos (\alpha + \alpha_{R2} - 90) \quad \dots (g)$$

[0109] 傾斜界面40iが縮小しc面40cが拡大するためには、 $\alpha_{R2} < 90^\circ$ となることが好ましい。したがって、傾斜界面40iが縮小しc面40cが拡大する第2成長条件は、式(g)と $\alpha_{R2} < 90^\circ$ とにより、以下の式(2)を満たすことが好ましい。

$$G_{c2} < G_i / \cos \alpha \quad \dots (2)$$

ただし、上述のように、 G_i は、c面40cに対して最も傾斜した傾斜界面40iの成長レートであり、 α は、c面40cに対して最も傾斜した傾斜界面40iと、c面40cとのなす角度である。

[0110] または、基準成長条件下での第2層40のうちのc面30cの成長レート

を G_{c0} としたとき、第2成長条件下での G_{c2} が、基準成長条件下での G_{c0} よりも小さいことが好ましいと考えることもできる。このことから、 $G_{c2} < G_{c0}$ に式(a)を代入することにより、式(2)が導出されうる。

[0111] なお、c面40cに対して最も傾斜した傾斜界面40iを縮小させる成長条件が最も厳しい条件となることから、第2成長条件が式(2)を満たせば、他の傾斜界面40iも縮小させることが可能となる。

[0112] 具体的には、c面40cに対して最も傾斜した傾斜界面40iが{10-11}面であるとき、第2成長条件は、以下の式(2')を満たすことが好ましい。

$$G_{c2} < 2.13 G_i \quad \dots (2')$$

[0113] または、例えば、傾斜界面30iが $m \geq 3$ の{11-2m}面である場合には、c面30cに対して最も傾斜した傾斜界面30iが{11-23}面であるため、第2成長条件は、例えば、以下の式(2'')を満たすことが好ましい。

$$G_{c2} < 1.47 G_i \quad \dots (2'')$$

[0114] 本実施形態の第2成長条件としては、第2工程S300での成長温度を、例えば、第1工程S200での成長温度よりも高くする。具体的には、第2工程S300での成長温度を、例えば、990℃以上1,120℃以下、好ましくは1,020℃以上1,100℃以下とする。

[0115] また、本実施形態の第2成長条件として、第2工程S300での $V/I/I$ 比を調整してもよい。例えば、第2工程S300での $V/I/I$ 比を、第1工程S200での $V/I/I$ 比よりも小さくしてもよい。具体的には、第2工程S300での $V/I/I$ 比を、例えば、1以上10以下、好ましくは、1以上5以下とする。

[0116] 実際には、第2成長条件として、式(2)を満たすように、成長温度および $V/I/I$ 比のうち少なくともいずれかをそれぞれ上記範囲のなかで調整する。

[0117] なお、本実施形態の第2成長条件のうちの他の条件は、例えば、以下のと

おりである。

成長圧力：90～105 kPa、好ましくは、90～95 kPa

GaClガスの分圧：1.5～15 kPa

N₂ガスの流量／H₂ガスの流量：1～20

[0118] ここで、本実施形態の第2工程S300は、例えば、第2層40の成長中の形態に基づいて、2つの工程に分類される。具体的には、本実施形態の第2工程S300は、例えば、c面拡大工程S320と、本成長工程S340と、を有している。これらの工程により、第2層40は、例えば、c面拡大層42と、本成長層44と、を有することとなる。

[0119] (S320：c面拡大工程)

図6(b)に示すように、第1層30上に、上述の第2成長条件で、III族窒化物半導体の単結晶からなる第2層40のc面拡大層42をエピタキシャル成長させる。

[0120] このとき、第1層30の上方に行くにしたがって、c面40cを拡大させつつ、c面以外の傾斜界面40iを縮小させる。

[0121] 具体的には、第2成長条件下での成長により、c面拡大層42は、傾斜界面維持層34の傾斜界面30iから、傾斜界面40iを成長面としてc軸に垂直な方向に沿った方向（すなわち沿面方向または横方向）に成長する。c面拡大層42を横方向成長させていくと、傾斜界面維持層34の頂部30tの上方で、c面拡大層42のc面40cが再度露出し始める。これにより、c面40cとc面以外の傾斜界面40iとが表面40sに混在するc面拡大層42が形成される。

[0122] さらにc面拡大層42を横方向成長させていくと、c面40cが徐々に拡大し、c面拡大層42の傾斜界面40iが徐々に縮小する。これにより、第1層30の表面において複数の傾斜界面30iにより構成された凹部30pが徐々に埋め込まれる。

[0123] その後、さらにc面拡大層42を成長させると、c面拡大層42の傾斜界面40iが完全に消失し、第1層30の表面において複数の傾斜界面30i

により構成された凹部 30p が完全に埋め込まれる。これにより、c 面拡大層 42 の表面 40s が、c 面 40c のみにより構成される鏡面（平坦面）となる。

[0124] このとき、第 1 層 30 および c 面拡大層 42 の成長過程で、転位を局所的に集めることで、転位密度を低減させることができる。具体的には、第 1 層 30 において c 軸に対して傾斜した方向に向けて屈曲して伝播した転位は、c 面拡大層 42 においても同じ方向に伝播し続ける。これにより、c 面拡大層 42 のうち、一对の頂部 30t 間での略中央の上方において、隣接する傾斜界面 40i の会合部で、局所的に転位が集められる。c 面拡大層 42 において隣接する傾斜界面 40i の会合部に集められた複数の転位のうち、互いに相反するバーガースベクトルを有する転位同士は、会合時に消失する。また、隣接する傾斜界面 40i の会合部に集められた複数の転位の一部は、ループを形成し、c 軸に沿った方向（すなわち、c 面拡大層 42 の表面側）に伝播することが抑制される。なお、c 面拡大層 42 において隣接する傾斜界面 40i の会合部に集められた複数の転位のうちの他部は、その伝播方向を c 軸に対して傾斜した方向から c 軸に沿った方向に再度変化させ、第 2 層 40 の表面 40s 側まで伝播する。このように複数の転位の一部を消失させたり、複数の転位の一部を c 面拡大層 42 の表面側に伝播することを抑制したりすることで、第 2 層 40 の表面 40s における転位密度を、下地層 5 の下地面 5s における転位密度よりも低減することができる。また、転位を局所的に集めることで、第 2 層 40 のうち、転位が c 軸に対して傾斜した方向に向けて伝播した部分の上方に、低転位密度領域を形成することができる。

[0125] また、このとき、c 面拡大層 42 では、c 面 40c が徐々に拡大することで、c 面 40c を成長面として成長した後述の第 2 c 面成長領域 80 が、厚さ方向の上方に行くにしたがって徐々に拡大しながら形成される。

[0126] 第 2 c 面成長領域 80 は、c 面 40c を成長面として成長した領域である。第 2 c 面成長領域 80 では、傾斜界面成長領域 70 と比較して、酸素の取り込みが抑制される。このため、第 2 c 面成長領域 80 中の酸素濃度は、傾

斜界面成長領域 70 中の酸素濃度よりも低くなる。第 2 c 面成長領域 80 中の酸素濃度は、例えば、第 1 c 面成長領域 60 中の酸素濃度と同等となる。

[0127] 一方で、c 面拡大層 42 では、傾斜界面 40 i が徐々に縮小することで、傾斜界面成長領域 70 が厚さ方向の上方に行くにしたがって徐々に縮小し、厚さ方向の所定位置で終端する。このような c 面拡大層 42 の成長過程により、断面視で、c 面 40 c が再度発生した位置に、傾斜界面成長領域 70 の谷部 70 a が形成される。断面視で、傾斜界面成長領域 70 の複数の谷部 70 a は、それぞれ、第 1 c 面成長領域 60 の複数の山部 60 b の上方に形成される。また、傾斜界面 40 i により構成された凹部が徐々に埋め込まれる過程で、断面視で、傾斜界面 40 i が消失した位置に、傾斜界面成長領域 70 の山部 70 b が形成される。断面視で、傾斜界面成長領域 70 の複数の山部 70 b は、それぞれ、第 1 c 面成長領域 60 の複数の谷部 60 a の上方に形成される。

[0128] なお、下地基板 1 の主面 1 s に垂直な任意の断面を見たときに、複数の山部 70 b のうちの 1 つを挟んで複数の谷部 70 a のうちで最も接近する一対の谷部 70 a 同士が、下地基板 1 の主面 1 s に沿った方向に離間した平均距離は、上述の第 1 層 30 の最近接頂部間平均距離 L に相当する。

[0129] また、第 2 層 40 のうち傾斜界面成長領域 70 の上端で下地基板 1 の主面 1 s に略平行な面が、第 2 層 40 で傾斜界面 40 i が消失して終端した位置の境界面 40 b となる。

[0130] c 面拡大工程 S320 では、c 面拡大層 42 の表面が c 面 40 c のみにより構成される鏡面となるため、c 面拡大層 42 の厚さ方向の高さ（厚さ方向の最大高さ）は、例えば、傾斜界面維持層 34 の谷部 30 v から頂部 30 t までの高さ以上となる。

[0131] (S340 : 本成長工程 (c 面成長工程))

c 面拡大層 42 において傾斜界面 40 i が消失し、表面 40 s が鏡面化されたら、図 7 (a) に示すように、c 面拡大層 42 上に、c 面 40 c を成長面として所定の厚さに亘って本成長層 44 を形成する。これにより、傾斜界

面40iを有さずc面40cのみを表面40sに有する本成長層44を形成する。

[0132] このとき、本成長工程S340での成長条件を、c面拡大工程S320と同様に、上述の第2成長条件で維持する。これにより、c面40cを成長面として本成長層44をステップフロー成長させることができる。

[0133] また、このとき、傾斜界面40iを露出させることなく、c面40cのみを成長面として、本成長層44を成長させることで、本成長層44の全体が、後述の第2c面成長領域80となる。

[0134] 本成長工程S340では、本成長層44の厚さを、例えば、300 μ m以上10mm以下とする。本成長層44の厚さを300 μ m以上とすることで、後述のスライス工程S400において、本成長層44から少なくとも1枚以上の基板50をスライスすることができる。一方で、本成長層44の厚さを10mmとすることで、最終的な厚さを650 μ mとし、700 μ m厚の基板50を本成長層44からスライスする場合に、カーフロス200 μ m程度を考慮しても、少なくとも10枚の基板50を得ることができる。

[0135] 以上の第2工程S300により、c面拡大層42および本成長層44を有する第2層40が形成される。その結果、本実施形態の積層構造体90が形成される。

[0136] 当該積層構造体90では、第2層40の表面40s全体は+c面に配向して構成されており、第1層30および第2層40は、それぞれ、極性反転区（インバージョンドメイン）を含んでいない。この点において、第2工程S300での積層構造体90は、いわゆるDEEP（Dislocation Elimination by the Epitaxial-growth with inverse-pyramidal Pits）法により形成された積層構造体とは異なり、すなわち、ピットの中心に位置するコアに極性反転区を含む積層構造体とは異なっている。

[0137] （S380：剥離工程）

第2層40の成長が完了したら、ガス供給管232aから成膜室201内

へのHC I ガスの供給を停止する。一方、NH₃ガスの供給、およびポンプ231による成膜室201内の排気を継続させる。

[0138] その後、上述のように、NH₃ガスの供給および成膜室201内の排気を継続した状態で、ヒータ207による成膜室201内の加熱を停止する。成膜室201内の温度が低下し500℃以下となったら、NH₃ガスの供給を停止し、成膜室201内の雰囲気をN₂ガスへ置換して大気圧に復帰させる。

[0139] このとき、図7(b)に示すように、第2工程S300の後に第2層40の成長温度から降温する間に、下地基板1よりも上方の層の線膨張係数と下地基板1の線膨張係数との差に起因して、少なくとも第2層40を下地基板1から自発的に剥離させる。なお、ここでいう「下地基板1よりも上方の層」とは、バッファ層2、下地層5、第1層30および第2層40のことを意味する。少なくとも第2層40が下地基板1から剥離することにより、窒化物半導体結晶92が形成される。

[0140] また、このとき、少なくとも第2層40が下地基板1から剥離する剥離面の位置は、例えば、下地基板1の厚さなどにより調整することができる。

[0141] 本実施形態では、例えば、第1層30のうちの傾斜界面成長領域70を含む剥離面によって、少なくとも第2層40を剥離させる。これにより、第2層40の本成長層44を欠けさせることなく剥離させることができる。本成長層44を欠けさせないことで、後述のスライス工程S400において、所望の厚さを有する少なくとも1枚以上の基板50を第2層40から安定的にスライスすることができる。

[0142] なお、このとき、剥離面は、剥離態様に依存して、必ずしも下地基板1の主面1sまたは本成長層44の表面40sに平行とならない可能性がある。

[0143] また、このとき、例えば、剥離された第2層40のうち少なくとも一部が割れてもよい。ただし、剥離時に割れた第2層40の欠片のそれぞれの面積は、例えば、25mm²以上、好ましくは100mm²以上であることが好ましい。高出力LED等の半導体装置のチップサイズが600μm以上1mm以下であることから、例えば、第2層40の欠片から25個以上、好ましく

は100個以上の半導体装置を得ることができる。

[0144] また、このとき、下地基板1側に残存した積層構造体90、すなわち、第1層30および下地層5のうち少なくともいずれかの残存層と、下地基板1と、を有する積層構造体90は、これらの線膨張係数差に起因して、残存層側に凸に反っている。これに対し、当該剥離工程S380により剥離された第2層40は、応力が解放されることで、反っていない。これにより、当該剥離工程S380により剥離された第2層40のc面40cの曲率半径を、例えば、第1層30および下地層5のうち少なくともいずれかの残存層の、c面の曲率半径よりも大きくすることができる。

[0145] 具体的には、当該剥離工程S380により剥離された第2層40のc面40cの曲率半径を、例えば、5m以上、好ましくは10m以上とすることができる。

[0146] 上述の第2層40の剥離後、成膜室201内の温度が積層構造体90等を搬出可能な温度にまで低下したら、剥離した第2層40と、下地基板1側に残存した積層構造体90とを、成膜室201内から搬出する。

[0147] 本実施形態では、以上のテンプレート形成工程S100から剥離工程S380までの工程を、テンプレート10を大気暴露することなく、同一の気相成長装置200内で連続的に行う。これにより、バッファ層2と下地層5との界面、下地層5と第1層30との界面、および第1層30と第2層40との間の界面に、意図しない高酸素濃度領域（傾斜界面成長領域70よりも過剰に高い酸素濃度を有する領域）が形成されることを抑制することができる。

[0148] (S400：スライス工程)

次に、図7(b)に示すように、例えば、本成長層44の表面と略平行な切断面（一点鎖線）に沿ってワイヤーソーにより本成長層44をスライスする。これにより、アズスライス基板としての窒化物半導体基板50（基板50ともいう）を少なくとも1つ形成する。このとき、基板50の厚さを、例えば、300 μ m以上700 μ m以下とする。

[0149] (S 5 0 0 : 研磨工程)

次に、研磨装置により基板 5 0 の両面を研磨する。なお、このとき、最終的な基板 5 0 の厚さを、例えば、 $250\mu\text{m}$ 以上 $650\mu\text{m}$ 以下とする。

[0150] なお、第 2 層 4 0 の剥離時に第 2 層 4 0 が割れた場合には、基板 5 0 を研磨する前または後に、基板 5 0 (の外形) を整形する工程をおこなってもよい。

[0151] 以上の工程 S 1 0 0 ~ S 5 0 0 により、本実施形態に係る基板 5 0 が製造される。

[0152] (半導体積層物の作製工程および半導体装置の作製工程)

基板 5 0 が製造されたら、例えば、基板 5 0 上に I I I 族窒化物半導体からなる半導体機能層をエピタキシャル成長させ、半導体積層物を作製する。半導体積層物を作製したら、半導体積層物を用いて電極等を形成し、半導体積層物をダイシングし、所定の大きさのチップを切り出す。これにより、半導体装置を作製する。

[0153] (2) 窒化物半導体結晶

次に、図 7 (b) を用い、本実施形態に係る窒化物半導体結晶 9 2 について説明する。

[0154] 本実施形態において、上述の製造方法によって得られる窒化物半導体結晶 9 2 は、例えば、下地基板 1 から剥離された少なくとも第 2 層 4 0 により構成されている。

[0155] 本実施形態の窒化物半導体結晶 9 2 は、例えば、少なくとも第 2 層 4 0 が下地基板 1 から剥離したときの痕跡 (以下、「剥離時の痕跡」という) を有している。

[0156] 窒化物半導体結晶 9 2 は、例えば、剥離時の痕跡として、本成長層 4 4 の表面 4 0 s と反対側に剥離面を有している。窒化物半導体結晶 9 2 の剥離面は、上述のように、剥離態様に依存して、本成長層 4 4 の表面 4 0 s に平行とならない可能性がある。この場合、当該剥離面は、第 2 層 4 0 に過剰に入り込んでいなければ、例えば、本成長層 4 4 の表面 4 0 s に対して傾斜して

いたり、湾曲していたり、波打っていたりしてもよい。また、当該剥離面は、例えば、平面視で、下地基板 1 の中心に対して同心円状の縞を有していてもよい。

[0157] また、窒化物半導体結晶 9 2 は、例えば、剥離時の痕跡として、剥離された第 2 層 4 0 のうち少なくとも一部が割れたことで形成される分割面を有していてもよい。分割面は、a 軸方向または m 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内、好ましくは 5° 以内である方向に沿って形成されていてもよいし、必ずしもこの方向に沿って形成されていなくてもよい。

[0158] また、窒化物半導体結晶 9 2 は、例えば、剥離時の痕跡として、本成長層 4 4 の表面 4 0 s と反対側に、バッファ層 2、下地層 5 および第 1 層 3 0 のうちの少なくとも一部を有していてもよい。

[0159] 本実施形態では、第 1 層 3 0 のうちの傾斜界面成長領域 7 0 を含む剥離面によって、少なくとも第 2 層 4 0 を剥離させたことで、窒化物半導体結晶 9 2 は、本成長層 4 4 の表面 4 0 s と反対側に、傾斜界面成長領域 7 0 の少なくとも一部を有している。この場合、窒化物半導体結晶 9 2 が有する傾斜界面成長領域 7 0 は、例えば、本成長層 4 4 の表面 4 0 s に沿って離散的に分布していてもよい。

[0160] (3) 窒化物半導体基板（窒化物半導体自立基板、窒化物結晶基板）

次に、図 1 0 (a) ~ (c) を用いて、本実施形態に係る窒化物半導体基板 5 0 について説明する。図 1 0 (a) は、本実施形態に係る窒化物半導体基板を示す概略上面図であり、(b) は、本実施形態に係る窒化物半導体基板の m 軸に沿った概略断面図であり、(c) は、本実施形態に係る窒化物半導体基板の a 軸に沿った概略断面図である。

[0161] 本実施形態において、上述の製造方法によって下地基板 1 から剥離された第 2 層 4 0 から得られる基板 5 0 は、例えば、III 族窒化物半導体の単結晶からなる自立基板である。本実施形態では、基板 5 0 は、例えば、Ga N 自立基板である。

[0162] 基板 5 0 の厚さは、例えば、 $300\mu\text{m}$ 以上 1mm 以下である。

- [0163] 基板50は、例えば、エピタキシャル成長面となる主面50sを有している。本実施形態において、主面50sに対して最も近い低指数の結晶面は、例えば、c面50c（+c面）である。
- [0164] 基板50の主面50sは、例えば、鏡面化されており、基板50の主面50sの二乗平均粗さRMSは、例えば、1nm未満である。
- [0165] 基板50は、例えば、上述の剥離工程S380において割れた第2層40の欠片から得られるものである。基板50の外形は、任意の形状に整形可能であり、例えば、多角形または円形などにすることができる。
- [0166] 基板50の主面50sの面積は、例えば、25mm²以上、好ましくは100mm²以上である。なお、基板50の主面50sの面積の上限値は、上述の剥離工程S380において第2層40が割れなかったのであれば、下地基板1の主面1sの面積と同等である。
- [0167] 基板50の導電性は特に限定されるものではないが、基板50を用いて縦型のショットキーバリアダイオード（SBD）としての半導体装置を製造する場合には、基板50は例えばn型であり、基板50中のn型不純物は例えばSiまたはゲルマニウム（Ge）であり、基板50中のn型不純物濃度は例えば $1.0 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上 $1.0 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ 以下である。
- [0168] また、本実施形態において、上述の製造方法によって得られる基板50中の他の不純物濃度は、フラックス法またはアモノサーマル法などによって得られる基板よりも低くなっている。
- [0169] 具体的には、基板50中の水素濃度は、例えば、 $1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ 未満、好ましくは $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下である。
- [0170] また、本実施形態では、基板50は、c面40cを成長面として成長した本成長層44をスライスすることで形成されるため、傾斜界面30iまたは傾斜界面40iを成長面として成長した傾斜界面成長領域70を含んでいない。すなわち、基板50の全体は、低酸素濃度領域により構成されている。
- [0171] 具体的には、基板50中の酸素濃度は、例えば、 $5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下、好ましくは $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ 以下である。

[0172] また、本実施形態では、基板50は、例えば、上述のように、極性反転区（インバージョンドメイン）を含んでいない。

[0173] （c面の湾曲）

図10（b）および（c）に示すように、本実施形態では、基板50の主面50sに対して最も近い低指数の結晶面としてのc面50cは、例えば、主面50sに対して凸または凹の球面状に湾曲している。

[0174] 本実施形態では、基板50のc面50cは、例えば、m軸に沿った断面およびa軸に沿った断面のそれぞれにおいて球面近似される曲面状となっている。

[0175] 本実施形態では、基板50のc面50fが上述のように凸または凹の球面状に湾曲していることから、少なくとも一部のc軸50caは、主面50sの法線に対して傾斜している。主面50sの法線に対してc軸50caがなす角度であるオフ角 θ は、主面50s内で所定の分布を有している。

[0176] なお、主面50sの法線に対するc軸50caのオフ角 θ のうち、m軸に沿った方向成分を「 θ_m 」とし、a軸に沿った方向成分を「 θ_a 」とする。なお、 $\theta^2 = \theta_m^2 + \theta_a^2$ である。

[0177] 本実施形態では、基板50のc面50cが上述のように凸または凹の球面状に湾曲していることから、オフ角m軸成分 θ_m およびオフ角a軸成分 θ_a は、それぞれ、xの1次関数およびyの1次関数で近似的に表すことができる。

[0178] 本実施形態では、上述した剥離工程S380において第2層40が下地基板1から剥離することで、当該第2層40から得られる基板50には、下地基板1との格子不整合による歪み、および下地基板1との線膨張係数差による圧縮応力が印加されていない。これにより、基板50のc面50cの曲率半径（の絶対値）は、上述のように、例えば、上述した剥離工程S380で下地基板1側に残存した残存層の曲率半径よりも大きくなっている。

[0179] 具体的には、基板50のc面50cの曲率半径（の絶対値）は、例えば、5m以上、好ましくは、10m以上である。

[0180] 本実施形態では、基板50のc面50cの曲率半径の上限値は、大きければ大きいほどよい。特に限定されるものではない。基板50のc面50cが略平坦となる場合は、該c面50cの曲率半径が無限大であると考えればよい。

[0181] また、本実施形態では、基板50の主面50sに対して等方的にc面50cの湾曲が小さくなるため、c面50cの曲率半径の絶対値について方向依存性が小さい。

[0182] 具体的には、a軸に沿った方向におけるc面50cの曲率半径の絶対値と、m軸に沿った方向におけるc面50cの曲率半径の絶対値との差は、例えば、これらのうち大きいほうの曲率半径の絶対値の90%以下、好ましくは50%以下、より好ましくは20%以下、さらに好ましくは10%以下である。

[0183] (暗点)

次に、本実施形態の基板50の主面50sにおける暗点について説明する。なお、ここでいう「暗点」とは、多光子励起顕微鏡における主面50sの観察像や、主面50sのカソードルミネッセンス像などにおいて観察される発光強度が低い点のことを意味し、転位だけでなく、異物または点欠陥を起因とした非発光中心も含んでいる。なお、「多光子励起顕微鏡」とは、二光子励起蛍光顕微鏡と呼ばれることもある。

[0184] 本実施形態では、気相成長装置200内で一貫した工程により形成された第2層40から基板50が製造されているため、基板50中に、異物または点欠陥を起因とした非発光中心が少ない。したがって、多光子励起顕微鏡等により基板50の主面を観察したときの暗点の95%以上、好ましくは99%以上は、異物または点欠陥を起因とした非発光中心ではなく、転位となる。

[0185] また、本実施形態では、上述の製造方法により、第2層40の表面における転位密度が、下地層5の下地面5sにおける転位密度よりも低減されている。これにより、第2層40をスライスして形成される基板50の主面50

sにおいても、転位が低減されている。

[0186] また、本実施形態では、上述の製造方法により、加工を施さない状態のテンプレート10を用いて、第1工程S200および第2工程S300を行ったことで、第2層40をスライスして形成される基板50の主面50sにおいて、加工による転位の集中に起因した転位密度が高い領域が形成されておらず、転位密度が低い領域がランダムに形成されている。

[0187] 具体的には、本実施形態では、例えば、多光子励起顕微鏡により視野250 μm 角で基板50の主面50sを観察して暗点密度から転位密度を求めたときに、転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ を超える領域が存在しない。

[0188] 言い換えれば、本実施形態では、基板50の主面50s全体を平均した転位密度は、例えば、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であり、好ましくは、 $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 未満である。

[0189] ここで、図11を用い、本実施形態の基板50の主面50sにおける転位分布について説明する。図11は、本実施形態に係る窒化物半導体基板の主面を多光子励起顕微鏡により観察した観察像を拡大した模式図である。

[0190] 図11に示すように、本実施形態の基板50の主面50sは、例えば、複数の転位列50daを有している。ここでいう「転位列50da」とは、例えば、所定方向に沿って1 μm 以下の間隔で3つ以上配列されている転位の集合（群）のことを意味している。なお、ここでは、転位列50daにおいて配列した転位50dの数および配列長さによらず、上記定義を満たす転位列50daを1列と数えるものとする。

[0191] 本実施形態の基板50の主面50sにおける複数の転位列50daは、例えば、a軸方向またはm軸方向のうちいずれかに対して10°以内、好ましくは5°以内である方向に沿って配列された沿軸転位列を含んでいる。沿軸転位列が配列した方向は、例えば、平面視で、凹部30pの稜線方向、または凹部30pを構成する傾斜界面30iの法線方向のうちいずれかとほぼ一致している。

[0192] なお、基板50の主面50s内において、a軸方向またはm軸方向のうち

いずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列されていない転位列が存在していてもよい。なお、この場合であっても、全転位列のうちの 80% 以上、好ましくは 90% 以上の転位列が、 a 軸方向または m 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内、好ましくは 5° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列である。

[0193] また、本実施形態では、上述の製造方法により、転位を局所的に集めることで、互いに相反するバーガスベクトルを有する転位同士を消失させたり、局所的に集められた転位がループを形成したりすることができる。これにより、第2層40から得られる基板50の主面50sでは、転位50dの数を少なくすることができる。その結果、たとえ基板50の主面50sにおいて転位列50daが存在するとしても、転位列50daの数は少なくなっている。

[0194] 具体的には、本実施形態の基板50の主面50sにおける転位列50daの密度は、例えば、 1×10^6 列/ cm^2 以下、好ましくは 1×10^5 列/ cm^2 以下、より好ましくは 8×10^4 列/ cm^2 以下である。転位列50daの密度が 1×10^6 列/ cm^2 超であると、基板50を用いて半導体装置を製造した際に、転位列50daに起因した電流リークが生じたり、転位列50daに起因した非発光中心が形成されたりする可能性がある。これに対し、本実施形態では、転位列50daの密度を 1×10^6 列/ cm^2 以下とすることで、基板50を用いて半導体装置を製造した際に、転位列50daに起因した電流リークの発生を抑制し、転位列50daに起因した非発光中心の形成を抑制することができる。さらに、転位列50daの密度を 1×10^5 列/ cm^2 以下とすることで、上述の欠陥の発生を安定的に抑制することができる。さらに、転位列50daの密度を 8×10^4 列/ cm^2 以下とすることで、上述の欠陥の発生をより安定的に抑制することができる。

[0195] なお、転位列50daの密度の下限値は、小さければ小さいほどよい、限定されるものではない。ただし、異種基板としての下地基板1を用いた製造方法では、転位列50daを完全に無くすことは困難であるため、転位

列50daの密度の下限值は、例えば、 1×10^2 列/cm²となる。

[0196] また、本実施形態の基板50の主面50sにおける沿軸転位列の配列長さlaは、例えば、ELO法における転位列の配列長さよりも短く、 $100\mu\text{m}$ 以下である。沿軸転位列の配列長さlaが $100\mu\text{m}$ 超であると、半導体装置を基板50から切り出した際に、半導体装置内で沿軸転位列が占める割合が高くなり易い。これに対し、本実施形態では、沿軸転位列の配列長さlaを $100\mu\text{m}$ 以下とすることで、半導体装置を基板50から切り出した際に、半導体装置内で沿軸転位列が占める割合が高くなることを抑制することができる。

[0197] なお、沿軸転位列の配列長さlaの下限值は、短ければ短いほどよい、ため、限定されるものではない。ただし、転位列50daの上記定義から考えて、沿軸転位列の配列長さlaの下限值は、例えば、 $2\mu\text{m}$ となる。

[0198] (X線ロッキングカーブ測定における半値幅)

本実施形態の基板50の主面10sでは、上述のように、転位が少なく、結晶品質要素が良好である。

[0199] その結果、本実施形態では、基板50に対して(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行ったときの半値幅(FWHM)は、例えば、 100arcsec 以下、好ましくは 80arcsec 以下である。なお、入射側のスリットの ω 方向の幅は 0.1mm とする。

[0200] さらに、本実施形態では、転位が少なく且つ結晶品質要素が良好である領域が、基板50の主面50sの広い範囲に亘っている。

[0201] その結果、本実施形態の基板50の主面50s内に 5mm 間隔で設定した複数の測定点において、(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行ったときに、例えば、全測定点の90%以上において、(0002)面回折の半値幅は、 100arcsec 以下、好ましくは 80arcsec 以下となる。

[0202] (4) 本実施形態により得られる効果

本実施形態によれば、以下に示す1つまたは複数の効果が得られる。

- [0203] (a) テンプレート形成工程S100後に、第1工程S200においてテンプレート10上に第1層30を3次元成長させることで、第1層30上に、基板50が安定的に得られる厚さまで第2層40を成長させたとしても、第2層40の成長中に、下地基板1よりも上方の層（エピ層）にクラックが発生することを抑制することができる。第1層30が3次元成長した構造が、応力（歪み）緩和効果を有していると考えられる。
- [0204] (b) 第1工程S200において、第1層30を構成する単結晶の表面にc面以外の傾斜界面30iを生じさせることで、傾斜界面30iが露出した位置で、該傾斜界面30iに対して略垂直な方向に向けて、転位を屈曲させて伝播させることができる。これにより、転位を局所的に集めることができる。転位を局所的に集めることで、互いに相反するバーガスベクトルを有する転位同士を消失させることができる。または、局所的に集められた転位がループを形成することで、転位が第2層40の表面側に伝播することを抑制することができる。このようにして、第2層40の表面における転位密度を低減することができる。その結果、テンプレート10の下地層5よりも転位密度を低減させた基板50を得ることができる。
- [0205] (c) 第2工程S300の後の剥離工程S380において、第2層40の成長温度から降温する間に、下地基板1よりも上方の層の線膨張係数と下地基板1の線膨張係数との差に起因して、少なくとも第2層40を下地基板1から自発的に剥離させる。これにより、下地基板1とエピ層との線膨張係数差に起因した圧縮応力が加わらない状態（すなわち反っていない状態）で、少なくとも第2層40を自立させることができる。その結果、剥離された第2層40から基板50を容易に得ることができる。
- [0206] 以上の(a)～(c)により、転位密度が低減され且つ結晶品質が良好な基板50を容易に得ることができる。
- [0207] なお、参考までに、高品質な窒化物半導体基板を製造する方法として、いわゆるVAS (Void-Assisted Separation) 法が知られている。VAS法による窒化物半導体基板の製造工程は、例えば、第

1 結晶層形成工程と、金属層形成工程と、ボイド化アニール工程と、第2結晶層形成工程と、剥離工程と、スライス工程と、を有する。つまり、VAS法では、製造工程数が多かった。

[0208] これに対し、本実施形態では、別装置で第1結晶層形成工程を行う必要がない。また、金属層形成工程およびボイド化アニール工程が不要となる。これにより、製造工程を簡略化することができる。その一方で、本実施形態で得られる基板50の主面50sにおける転位密度を、VAS法とほぼ同等とすることができる。つまり、本実施形態では、製造工程の簡略化と、基板50の高品質化とを両立することが可能となる。

[0209] (d) 第1工程S200の前に、テンプレート形成工程S100において、鏡面化された下地面5sを有する下地層5を下地基板1の主面1s全体に亘って形成することで、第1工程S200において、第1層30における傾斜界面30iの出現具合を面内で均一にすることができる。具体的には、例えば、第1層30の最近接頂部間距離を面内で均等にすることができる。その結果、第2層40の表面全体に亘って転位密度を低減することができる。

[0210] (e) 第1工程S200のうち、傾斜界面拡大層32が成長する初期段階に、c面30cを成長面として所定の厚さで傾斜界面拡大層32を2次元成長させた後に、該傾斜界面拡大層32の頂面30uに複数の凹部30pを生じさせる。言い換えれば、傾斜界面拡大層32が3次元成長し始める前に、鏡面化された表面を有する傾斜界面拡大層32（初期層）を所定の厚さで形成する。これにより、第1工程S200において、第1層30における傾斜界面30iの出現具合を、安定的に面内で均一にすることができる。その結果、第2層40の表面全体に亘って転位密度を低減することができる。

[0211] また、第1工程S200の初期段階に、c面30cを成長面として所定の厚さで傾斜界面拡大層32を2次元成長させた後に、該傾斜界面拡大層32の頂面30uに複数の凹部30pを生じさせることで、下地層5の下地面5sの全体に亘って、結晶軸を揃えることができる。これにより、結晶軸のずれに起因した新たな転位の発生を抑制することができる。その結果、転位密

度および転位列の密度を低くし、転位列の長さを短くすることが可能となる。

[0212] なお、参考までに、下地層上にアモルファスのバッファ層を低温で成長させ、その後、昇温してエピ層を3次元成長させる場合について考える。この場合、エピ層の成長温度まで昇温させる過程で、バッファ層がアモルファスから多結晶へと変化する。その後のエピ層の成長では、多結晶化したバッファ層上にエピ層が島状成長する。多結晶上に島状成長した結晶のそれぞれでは、結晶軸がばらつく。このため、さらに島状結晶が成長し、島状結晶同士が会合したときに、結晶軸のずれに起因して、新たな転位が発生する。このため、エピ層では、転位密度および転位列の密度が高くなったり、長い転位列が出現したりする可能性がある。

[0213] (f) 第1工程S200では、第1層30の頂面30uからc面30cを消失させる。これにより、第1層30の表面に、複数の谷部30vおよび複数の頂部30tを形成することができる。その結果、テンプレート10の下地層5から伝播する転位を、第1層30における傾斜界面30iが露出した位置で、確実に屈曲させることができる。

[0214] ここで、第1工程において、c面が残存した場合について考える。この場合、c面が残存した部分では、下地基板から伝播した転位が、屈曲されずに略鉛直上方向に伝播し、第2層の表面にまで到達する。このため、c面が残存した部分の上方では、転位が低減されず、高転位密度領域が形成されてしまう。

[0215] これに対し、本実施形態によれば、第1工程S200において、第1層30の頂面30uからc面30cを消失させることで、第1層30の表面をc面以外の傾斜界面30iのみにより構成することができ、第1層30の表面に、複数の谷部30vおよび複数の頂部30tを形成することができる。これにより、テンプレート10の下地層5から伝播する転位を、第1層30の表面全体に亘って、確実に屈曲させることができる。転位を確実に屈曲させることで、複数の転位の一部を消失させ易くし、または、複数の転位の一部

を第2層40の表面側に伝播し難くすることができる。その結果、第2層40から得られる基板50の主面1s全体に亘って転位密度を低減することが可能となる。

[0216] (g) 第1工程S200では、第1層30の表面からc面30cを消失させた後に、該表面が傾斜界面30iのみで構成された状態を維持しつつ、所定の厚さに亘って第1層30の成長を継続させる。これにより、第1層30の表面全体に亘って確実にc面30cを消失させることができる。例えば、たとえ傾斜界面拡大工程S220において第1層30の表面でc面30cが消失するタイミングがずれ、傾斜界面拡大層32の一部にc面30cが残存していたとしても、確実にc面30cを消失させることができる。

[0217] また、c面30cが消失した後に、第1層30の傾斜界面30iによる成長を継続することで、傾斜界面30iが露出した位置で転位を屈曲させる時間を十分に確保することができる。ここで、c面が消失してから直ぐにc面成長をさせると、転位が十分に屈曲されずに、第2層の表面に向けて略鉛直方向に伝播してしまう可能性がある。これに対し、本実施形態では、c面以外の傾斜界面30iが露出した位置で転位を屈曲させる時間を十分に確保することで、特に第1層30の頂部30t付近の転位を確実に屈曲させることができ、テンプレート10の下地層5から第2層40の表面に向けて略鉛直方向に転位が伝播することを抑制することができる。これにより、第1層30の頂部30tの上方における転位の集中を抑制することができる。

[0218] (h) 剥離工程S380において、少なくとも第2層40を下地基板1から自発的に剥離させることで、剥離された第2層40の応力を解放し、該第2層40の反りを抑制することができる。これにより、当該剥離工程S380により剥離された第2層40のc面40cの曲率半径を、例えば、第1層30および下地層5のうち少なくともいずれかの残存層の、c面の曲率半径よりも大きくすることができる。具体的には、剥離された第2層40のc面40cの曲率半径を、例えば、5m以上とすることができる。

[0219] <本発明の第2実施形態>

次に、本発明の第2実施形態について説明する。

[0220] 上述の第1実施形態では、下地基板1として、サファイア基板を用いる場合について説明したが、本発明はこの場合に限られない。以下の本実施形態のように、下地基板1を変更してもよい。本実施形態では、下地基板1と、それに関わる各工程等と、が上述の第1実施形態と異なる。

[0221] 以下、上述の実施形態と異なる要素についてのみ説明し、上述の実施形態で説明した要素と実質的に同一の要素には、同一の符号を付してその説明を省略する。

[0222] (1) 窒化物半導体基板の製造方法

上述の第1実施形態における図7を図12に置き換えて、本実施形態の窒化物半導体基板の製造方法について説明する。図12(a)～(b)は、本実施形態に係る窒化物半導体基板の製造方法の一部を示す概略断面図である。

[0223] (S120：下地基板準備工程)

本実施形態では、例えば、 $\text{RAO}_3(\text{MO})_n$ の組成式で表される単結晶からなる基板（以下、「 $\text{RAO}_3(\text{MO})_n$ 基板」ともいう）を、下地基板1として準備する。ただし、組成式において、Rを、Sc、In、Y、およびランタノイド系元素のうち少なくともいずれか1つの3価の元素とし、Aを、 $\text{Fe}(\text{III})$ 、Ga、およびAlのうち少なくともいずれか1つの3価の元素とし、Mを、Mg、Mn、 $\text{Fe}(\text{II})$ 、Co、Cu、Zn、およびCdのうち少なくともいずれか1つの2価の元素とし、nを1以上の整数とする。

[0224] RAMO_4 ($n=1$) は、 YbFe_2O_4 構造を有している。また、 $\text{RAO}_3(\text{MO})_n$ ($n \geq 2$) は、 $\text{InFeO}_3(\text{ZnO})_n$ 構造を有している。これらの単結晶は、雲母状に構成されている。これにより、これらの単結晶を(001)面で劈開することができる。

[0225] 本実施形態では、下地基板1の主面1sに対して最も近い低指数の結晶面を、例えば、(0001)面とする。これにより、下地基板1を主面1sに

沿った劈開面で劈開することが可能となる。なお、下地基板 1 の $\langle 0001 \rangle$ 軸は、主面 1 s の法線に対して所定のオフ角で傾斜していてもよい。

[0226] また、本実施形態では、下地基板 1 を、例えば、 ScAlMgO_4 の単結晶からなる基板とすることが好ましい。

[0227] ScAlMgO_4 と GaN との格子不整合率 $\{ (\text{GaN の格子定数} - \text{ScAlMgO}_4 \text{ の格子定数}) / \text{GaN の格子定数} \} \times 100$ の絶対値は、サファイアと GaN とのそれよりも小さく、約 1.9% である。これにより、下地基板 1 と窒化物半導体層との格子不整合に起因した結晶歪みの発生を抑制することができる。

[0228] また、 ScAlMgO_4 と GaN との線膨張係数の不整合率 $\{ (\text{GaN の熱膨張係数} - \text{ScAlMgO}_4 \text{ の熱膨張係数}) / \text{GaN の熱膨張係数} \} \times 100$ の絶対値は、サファイアと GaN とのそれよりも小さく、約 10.9% である。これにより、窒化物半導体の結晶成長温度からの降温時に、過剰な熱応力の発生を抑制することができる。

[0229] (S140～S300)

下地基板 1 を準備したら、上述の第 1 実施形態と同様に、バッファ層形成工程 S140～第 2 工程 S300 までの工程を行う。

[0230] その結果、図 12 (a) に示すように、本実施形態の積層構造体 90 が形成される。

[0231] (S380：剥離工程)

積層構造体 90 の形成が完了したら、図 12 (b) に示すように、雲母状の下地基板 1 の劈開性を利用し、下地基板 1 の (0001) 面を下地基板 1 の主面 1 s に沿った劈開面 1 c s として、下地基板 1 を劈開する。

[0232] このとき、本実施形態では、第 2 工程 S300 の後に第 2 層 40 の成長温度から降温する間に、下地基板 1 よりも上方の層の線膨張係数と下地基板 1 の線膨張係数との差に起因して、下地基板 1 を自発的に劈開させる。

[0233] なお、上述のように、下地基板 1 としての ScAlMgO_4 と GaN との線膨張係数の不整合率が小さい。このため、第 2 層 40 の成長温度から常温ま

で降温したとしても、下地基板 1 よりも上方の層と下地基板 1 の間に、劈開に必要な熱応力が生じない可能性がある。その結果、下地基板 1 を自発的に劈開させることができない可能性がある。しかしながら、この場合には、常温まで降温した後に、下地基板 1 の側部に形成した切欠部を始点として、下地基板 1 を劈開してもよい。なお、下地基板 1 に形成する切欠部は、下地基板準備工程 S 1 2 0 で形成してもよいし、或いは、第 2 工程 S 3 0 0 後に常温まで降温した後に形成してもよい。

[0234] 上述のように、下地基板 1 の (0 0 0 1) 面を劈開面 1 c s として、下地基板 1 を劈開することで、下地基板 1 の劈開面 1 c s よりも上側を犠牲層として、下地基板 1 の劈開面 1 c s よりも下側から分離する。これにより、下地基板 1 の劈開面 1 c s よりも上側（すなわち犠牲層）、下地層 5、第 1 層 3 0 および第 2 層 4 0 を有する積層構造体 9 0 を、下地基板 1 の劈開面 1 c s よりも下側から剥離させることができる。

[0235] (S 4 0 0 : スライス工程)

次に、図 1 2 (b) に示すように、剥離させた積層構造体 9 0 において、例えば、本成長層 4 4 の表面と略平行な切断面（一点鎖線）に沿ってワイヤーソーにより本成長層 4 4 をスライスする。これにより、アズスライス基板としての基板 5 0 を少なくとも 1 つ形成する。

[0236] このとき、下地基板 1 の劈開面 1 c s よりも上側、下地層 5、第 1 層 3 0 および第 2 層 4 0 を有する積層構造体 9 0 には、これらの線膨張係数差に起因した応力が加わっている。これに対し、本成長層 4 4 をスライスすることで形成された基板 5 0 では、応力が解放される。これにより、当該スライス工程 S 4 0 0 により形成された基板 5 0 の c 面 5 0 c の曲率半径を、例えば、第 1 層 3 0 および下地層 5 のうち少なくともいずれかの残存層の、c 面の曲率半径よりも大きくすることができる。

[0237] 具体的には、基板 5 0 の c 面 5 0 c の曲率半径を、例えば、5 m 以上、好ましくは 1 0 m 以上とすることができる。

[0238] (S 5 0 0 : 研磨工程)

次に、研磨装置により基板50の両面を研磨する。

[0239] 以上の工程S100～S500により、本実施形態に係る基板50が製造される。

[0240] なお、本実施形態の基板50の特性としては、上述の第1実施形態と同様の特性を得ることができる。

[0241] (2) 本実施形態により得られる効果

(a) 雲母状に構成される RAO_3 (MO)_n基板を下地基板1として用いる。これにより、雲母状の下地基板1の劈開性を利用し、下地基板1の(0001)面を下地基板1の主面1sに沿った劈開面1csとして、下地基板1を劈開することができる。

[0242] (b) 剥離工程S380において下地基板1を主面1sに沿って劈開することで、基板50を得るための第2層40に対して複雑な応力が加わることを抑制することができる。これにより、少なくとも第2層40におけるクラック(割れ)の発生を抑制することができる。

[0243] (c) 剥離工程S380において下地基板1を主面1sに沿った劈開面1csで劈開することで、基板50を得るための第2層40に剥離面が入り込むことを抑制することができる。これにより、第2層40の本成長層44を欠けさせることなく、安定的に剥離させることができる。本成長層44を欠けさせないことで、スライス工程S400において、所望の厚さを有する少なくとも1枚以上の基板50を第2層40から安定的にスライスすることができる。

[0244] <他の実施形態>

以上、本発明の実施形態を具体的に説明した。しかしながら、本発明は上述の実施形態に限定されるものではなく、その要旨を逸脱しない範囲で種々変更可能である。

[0245] 上述の実施形態では、下地基板1としてサファイア基板を用いる場合について説明したが、下地基板1は、III族窒化物半導体と異なる材料からなっていれば、サファイア基板でなくてもよい。具体的には、下地基板1は、

炭化ケイ素（SiC）からなってもよい。

[0246] 上述の実施形態では、下地基板1上にバッファ層2としてAlN層を形成する場合について説明したが、バッファ層2は、AlNに限らず、例えば、GaN、窒化インジウム（InN）、窒化インジウムガリウム（InGa_N）、窒化アルミニウムインジウムガリウム（AlInGa_N）等のIII族窒化物半導体、すなわち、 $Al_xIn_yGa_{1-x-y}N$ （ $0 \leq x \leq 1$ 、 $0 \leq y \leq 1$ 、 $0 \leq x + y \leq 1$ ）の組成式で表されるIII族窒化物半導体からなってもよい。

[0247] 上述の実施形態では、テンプレート10の下地層5としてGaN層を形成する場合について説明したが、テンプレート10の下地層5は、GaNに限らず、例えば、AlN、AlGa_N、InN、InGa_N、AlInGa_N等のIII族窒化物半導体、すなわち、 $Al_xIn_yGa_{1-x-y}N$ （ $0 \leq x \leq 1$ 、 $0 \leq y \leq 1$ 、 $0 \leq x + y \leq 1$ ）の組成式で表されるIII族窒化物半導体からなってもよい。

[0248] 上述の実施形態では、基板50がGaN自立基板である場合について説明したが、基板50は、GaN自立基板に限らず、例えば、AlN、AlGa_N、InN、InGa_N、AlInGa_N等のIII族窒化物半導体、すなわち、 $Al_xIn_yGa_{1-x-y}N$ （ $0 \leq x \leq 1$ 、 $0 \leq y \leq 1$ 、 $0 \leq x + y \leq 1$ ）の組成式で表されるIII族窒化物半導体からなる自立基板であってもよい。

[0249] 上述の実施形態では、基板50がn型である場合について説明したが、基板50はp型であったり、または半絶縁性を有していたりしてもよい。例えば、基板50を用いて高電子移動度トランジスタ（HEMT）としての半導体装置を製造する場合には、基板50は、半絶縁性を有していることが好ましい。

[0250] 上述の実施形態では、テンプレート形成工程S100から剥離工程S380までの工程を、同一の気相成長装置200内で連続的に行う場合について説明したが、この場合に限られない。例えば、以下の（i）または（ii）

を適用してもよい。

[0251] (i) 例えば、テンプレート形成工程 S 1 0 0 と、第 1 工程 S 2 0 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程と、を異なる気相成長装置で行ってもよい。この場合、テンプレート形成工程 S 1 0 0 と、第 1 工程 S 2 0 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程と、をそれぞれ異なる H V P E 装置で行うことができる。これにより、各工程に適するように各装置を構成することができる。なお、(i) の場合、テンプレート形成工程 S 1 0 0 を有機金属気相成長装置 (M O V P E 装置) で行い、第 1 工程 S 2 0 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程を上記の H V P E 装置としての気相成長装置 2 0 0 で行ってもよい。

[0252] (i i) 例えば、テンプレート形成工程 S 1 0 0 のうちのバッファ層形成工程 S 1 4 0 と、下地層形成工程 S 1 6 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程と、を異なる気相成長装置で行ってもよい。この場合、バッファ層形成工程 S 1 4 0 と、下地層形成工程 S 1 6 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程と、をそれぞれ異なる H V P E 装置で行うことができる。これにより、バッファ層形成工程 S 1 4 0 を行う H V P E 装置には、A l を収容するガス生成器のみを設け、下地層形成工程 S 1 6 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程を行う H V P E 装置には、G a 融液のみを収容するガス生成器のみを設けることができる。つまり、各装置の構成を簡略化することができる。なお、(i i) の場合、バッファ層形成工程 S 1 4 0 をスパッタ装置で行い、下地層形成工程 S 1 6 0 から剥離工程 S 3 8 0 までの工程を上記の H V P E 装置としての気相成長装置 2 0 0 で行ってもよい。

[0253] 上述の実施形態では、第 1 工程 S 2 0 0 において、第 1 成長条件として主に成長温度を調整する場合について説明したが、第 1 成長条件が式 (1) を満たせば、当該第 1 成長条件として、成長温度以外の成長条件を調整したり、成長温度と成長温度以外の成長条件とを組み合わせで調整したりしてもよい。

[0254] 上述の実施形態では、第 2 工程 S 3 0 0 において、第 2 成長条件として主に成長温度を調整する場合について説明したが、第 2 成長条件が式 (2) を

満たせば、当該第2成長条件として、成長温度以外の成長条件を調整したり、成長温度と成長温度以外の成長条件とを組み合わせ調整したりしてもよい。

[0255] 上述の実施形態では、傾斜界面維持工程S240での成長条件を、傾斜界面拡大工程S220と同様に、上述の第1成長条件で維持する場合について説明したが、傾斜界面維持工程S240での成長条件が第1成長条件を満たせば、該傾斜界面維持工程S240での成長条件を、傾斜界面拡大工程S220での成長条件と異ならせてもよい。

[0256] 上述の実施形態では、本成長工程S340での成長条件を、c面拡大工程S320と同様に、上述の第2成長条件で維持する場合について説明したが、本成長工程S340での成長条件が第2成長条件を満たせば、該本成長工程S340での成長条件を、c面拡大工程S320での成長条件と異ならせてもよい。

[0257] 上述の実施形態では、スライス工程S170およびスライス工程S400において、ワイヤーソーを用い、第2結晶層6または本成長層44をスライスする場合について説明したが、例えば、外周刃スライサー、内周刃スライサー、放電加工機等を用いてもよい。

実施例

[0258] 以下、本発明の効果を裏付ける各種実験結果について説明する。なお、以下において、「窒化物半導体基板」を単に「基板」と略することがある。

[0259] (1) 窒化物半導体基板の作製

以下の条件で、サンプル1～4の基板を作製した。なお、サンプル1～3については、テンプレート形成工程から剥離工程までの工程を同一の気相成長装置内で連続的に行った。なお、バッファ層、下地層、第1層および第2層の成長方法はHVPE法とした。

[0260] [サンプル1の窒化物半導体基板の作製条件]

(下地基板)

材質：サファイア

直径：2インチ

厚さ：400 μm

主面に対して最も近い低指数の結晶面：c面

主面に対するマスク層等の加工なし。

(バッファ層)

材質：AlN

成長温度：1,050°C

厚さ：100 nm

(下地層)

材質：GaN

成長温度：1,050°C

V／III比：2

厚さ：5 μm

(第1層)

材質：GaN

成長温度：1,008°C

V／III比：10

なお、上記第1成長条件は、式(1)を満たす。

厚さ：約800 μm

(第2層)

材質：GaN

成長温度：1,050°C

V／III比：2

なお、上記第2成長条件は、式(2)を満たす。

厚さ：800 μm

(スライス条件)

基板の厚さ：400 μm

カーフロス：200 μm

[0261] [サンプル 2 の窒化物半導体基板の作製条件]

第 1 層の成長温度以外の条件はサンプル 1 と同じ。

第 1 層の成長温度：1, 012℃

[0262] [サンプル 3 の窒化物半導体基板の作製条件]

第 1 層の成長温度以外の条件はサンプル 1 と同じ。

第 1 層の成長温度：1, 017℃

[0263] [サンプル 4 の窒化物半導体基板の作製条件]

(下地基板)

サンプル 1 と同じ。

(バッファ層)

サンプル 1 と同じ。

(結晶層)

第 1 層なし。

成長条件は、サンプル 1 の第 2 層と同じ。

厚さ：1, 600 μm

[0264] (2) 評価

(蛍光顕微鏡による観察)

サンプル 1～3 において、剥離した第 2 層と、残存した下地基板および残存層とのそれぞれの断面を、蛍光顕微鏡により観察した。

[0265] (多光子励起顕微鏡による観察)

多光子励起顕微鏡を用い、サンプル 1～3 のそれぞれの基板の主面を観察した。このとき、視野 250 μm ごとに主面全体に亘って暗点密度を測定することで、転位密度を測定した。なお、これらの基板における暗点の全てが転位であることは、厚さ方向に焦点をずらして測定することにより確認している。

[0266] (X線ロックインカーブ測定)

サンプル 2 の基板の、(0002) 面の X 線ロックインカーブ測定を行った。このとき、それぞれの基板の主面内のうち m 軸方向および a 軸方向のそ

れぞれに5 mm間隔で設定した複数の測定点において、該測定を行った。測定の結果、各測定点における(0002)面の回折ピーク角度に基づいて、c面の曲率半径を求めた。また、各測定点において、(0002)面回折の半値幅を求めた。

[0267] なお、測定には、スペクトリス社製「X'Pert-PRO MRD」を用い、入射側のモノクロメータとしては、同社製「ハイブリッドモノクロメータ」を用いた。ハイブリッドモノクロメータは、X線光源側から順に、X線ミラーと、Ge(220)面の2結晶と、を有する。なお、当該ハイブリッドモノクロメータを用いて完全結晶のGaNの(0002)面のロックングカーブを測定した場合の半値幅をシミュレーションにより求めると25.7 arcsecとなる。すなわち、当該半値幅が上述の光学系で測定する場合の理論上の測定限界である。

[0268] 測定条件としては、入射側スリットの ω 方向の幅を0.1 mmとした。一方で、受光側は、openとした。受光側の検出器の窓幅を14.025 mmとした。上述の光学系では、ゴニオ半径が420 mmであるので、 $\pm 0.95^\circ$ のブラッグ角の変動を測定可能である。

[0269] (3) 結果

(サンプル4について)

サンプル4では、結晶層成長後に室温まで降温させた状態を確認したところ、下地基板および結晶層の両方が微細に割れていた。また、結晶層の割れた断面から、結晶が異常成長していた。このことから、結晶層の成長中に、下地基板および結晶層が割れていたものと考えられる。サンプル4では、結晶層を下地基板から剥離することが出来なかったため、基板の作製を行わなかった。

[0270] (サンプル1～3について)

サンプル1～3のそれぞれでは、第2層成長後に室温まで降温させた状態を確認したところ、下地基板からエピ層が剥離していた。また、残存した下地基板と、剥離したエピ層とのそれぞれが割れていた。剥離したエピ層の割

れた断面を観察したところ、該断面からの結晶の異常成長が見られなかった。このことから、第2層の成長終了（高温時）までは、下地基板からのエピ層の剥離と、下地基板およびエピ層の割れとが生じていなかったことを確認した。また、第2工程の後に第2層の成長温度から降温する間に、エピ層が下地基板から自発的に剥離したことを確認した。

[0271] なお、割れた欠片から得られた基板の主面の面積は、 100 mm^2 以上であった。

[0272] 次に、図13を用い、サンプル1～3のそれぞれの積層構造体の断面について説明する。図13(a)～(c)は、それぞれ、サンプル1～3において、剥離した第2層と、下地基板側に残存した積層構造体とのそれぞれの断面を蛍光顕微鏡により観察した観察像を示す図である。

[0273] 図13(a)～(c)に示すように、サンプル1～3のそれぞれでは、第1層は、成長過程での成長面の違い（すなわち、酸素濃度の違い）に基づいて、c面を成長面として成長した第1c面成長領域と、傾斜界面を成長面として成長した傾斜界面成長領域と、を有していた。なお、第1c面成長領域は明るく見える領域であり、傾斜界面成長領域は暗く見える領域である。

[0274] 第1c面成長領域は、第1層の成長初期段階に下地基板上にc面を成長面として成長した初期層に相当する部分を有していた。初期層は、下地基板の主面全体に亘って、所定の厚さで形成されていた。

[0275] サンプル1～3では、第1層の成長温度が高くなるにつれて、初期層の厚さが厚くなっていた。第1層の3次元成長の開始タイミングは、成長温度に依存していることを確認した。なお、いずれのサンプルにおいても、初期層の厚さは $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下であった。

[0276] また、傾斜界面成長領域は、下地基板の主面に沿って連続して形成されていた。

[0277] また、サンプル1～3において、傾斜界面成長領域の上側の最近接谷部間平均距離に基づいて見積もった第1層の最近接頂部間平均距離は、それぞれ、 $66.3\text{ }\mu\text{m}$ 、 $76.9\text{ }\mu\text{m}$ 、 $77.8\text{ }\mu\text{m}$ であった。

[0278] また、サンプル1～3のそれぞれでは、傾斜界面成長領域を含む剥離面によって、第2層が剥離していた。これにより、第2層の本成長層を欠けさせることなく剥離させることができたことを確認した。

[0279] 次に、図14を用い、サンプル1～3のそれぞれの基板の主面における転位について説明する。図14(a)～(c)は、それぞれ、サンプル1～3に係る窒化物半導体基板の主面を多光子励起顕微鏡により観察した観察像を示す図である。

[0280] 図14(a)～(c)に示すように、多光子励起顕微鏡により視野250 μm 角でサンプル1～3のそれぞれの基板の主面を観察して暗点密度から転位密度を求めたときに、転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 以下であった。サンプル1～3のそれぞれの基板の主面全体を視野250 μm 角ごとに観察したところ、サンプル1～3では、転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ を超える領域が存在しなかった。

[0281] 参考までに、従来のテンプレートのエピ層の主面における転位密度は、 $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 超であった。このことから、サンプル1～3のそれぞれの基板の主面における転位密度が、従来のテンプレートのエピ層の主面における転位密度よりも低かったことを確認した。また、VAS法により製造された基板の主面における転位密度は、典型的には $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ 程度となる。このことから、サンプル1～3のそれぞれの基板の主面における転位密度が、VAS法により製造された基板の主面における転位密度と同等程度であったことを確認した。

[0282] また、図14(a)～(c)に示すように、サンプル1～3のそれぞれの基板の主面は、所定方向に沿って1 μm 以下の間隔で3つ以上配列されている複数の転位列を有していた。サンプル1～3のそれぞれでは、割れる前における下地基板のオリフラの結晶方位に基づいて確認したところ、全転位列のうちの90%以上の転位列が、a軸方向またはm軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列であることを確認した。

[0283] また、サンプル1～3のうち、転位列が最も多かったのはサンプル3であった。サンプル3であっても、該基板の主面における転位列の密度は、 7.8×10^4 列/cm²であった。すなわち、サンプル1～3では、該基板の主面における転位列の密度が 1×10^5 列/cm²以下であったことを確認した。

[0284] また、サンプル1～3において、最も長い沿軸転位列の配列長さは、約31 μmであった。すなわち、サンプル1～3のそれぞれの窒化物半導体基板の主面における沿軸転位列の配列長さが100 μm以下であったことを確認した。

[0285] 次に、図15を用い、サンプル2の基板に対してX線ロッキングカーブ測定を行ったときの結果について説明する。図15(a)は、サンプル2の窒化物半導体基板について、m軸方向に沿って(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行った結果を示す図であり、図15(b)は、サンプル2の窒化物半導体基板について、a軸方向に沿って(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行った結果を示す図であり、図15(c)は、サンプル2の残存層について、(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行った結果を示す図である。なお、シンボルマークが黒色であるものがピーク角度 ω を示し、シンボルマークが白抜きであるものがFWHMを示している。図中の曲率半径Rは、表面に対して凹の場合を+（プラス）とし、表面に対して凸の場合を-（マイナス）としている。

[0286] サンプル2において、下地基板側に残存した積層構造体は、これらの線膨張係数差に起因して、残存層側に凸に反っていた。このため、図15(c)に示すように、サンプル2の残存層のc面の曲率半径は、1 m未満であった。

[0287] また、サンプル2の残存層に対して(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行ったときの半値幅(FWHM)は、150 arc sec超であった。

[0288] これに対し、サンプル2で剥離した第2層から得られた基板は、反ってい

なかった。これにより、図15 (a) および (b) に示すように、サンプル2の窒化物半導体基板のc面の曲率半径の絶対値は、サンプル2の残存層のc面の曲率半径の絶対値よりも大きく、19 m以上であった。

[0289] また、サンプル2の基板に対して(0002)面回折のX線ロックングカーブ測定を行ったときの半値幅(FWHM)は、80 arc sec以下であった。

[0290] なお、サンプル1および3については図示しなかったが、サンプル1および3のそれぞれについても、サンプル2と同様のX線ロックングカーブ測定の結果が得られることを確認した。

[0291] (まとめ)

以上のサンプル1～3によれば、テンプレート形成工程後に、第1工程においてテンプレート上に第1層を3次元成長させることで、第1層上に、基板が安定的に得られる厚さまで第2層を成長させたとしても、第2層の成長中に、エピ層にクラックが発生することを抑制することができたことを確認した。つまり、第1層が3次元成長した構造が、応力(歪み)緩和効果を有していることを確認した。

[0292] また、サンプル1～3によれば、第1工程において、第1層の表面にc面以外の傾斜界面を生じさせることで、傾斜界面が露出した位置で、転位を屈曲させて伝播させることができた。これにより、剥離した第2層から得られる基板の主面において、転位密度を低減することができたことを確認した。

[0293] また、サンプル1～3によれば、第2層の成長温度から降温する間に、第2層を下地基板1から自発的に剥離させることができた。これにより、転位密度が低減され且つ結晶品質が良好な基板を容易に得ることができたことを確認した。

[0294] また、サンプル1～3によれば、テンプレート形成工程において、鏡面化された下地面を有する下地層を、下地基板の主面全体に亘って形成した。また、第1工程では、第1層が3次元成長し始める前に、鏡面化された表面を有する初期層を所定の厚さで形成した。これらにより、第1工程において、

第1層における傾斜界面の出現具合を面内で均一にすることができた。その結果、第2層から得られる基板の主面全体に亘って、転位密度を低減することができたことを確認した。

[0295] また、サンプル1～3によれば、第1工程の初期段階にc面を成長面として所定の厚さで初期層を2次元成長させた後に、該第1層を3次元成長させることができた。これにより、下地基板の主面の全体に亘って結晶軸を揃えることができ、結晶軸のずれに起因した新たな転位の発生を抑制することができた。その結果、転位密度および転位列の密度を低くし、転位列の長さを短くすることができたことを確認した。

[0296] また、サンプル1～3では、傾斜界面成長領域は、所定の厚さで、下地基板の主面に沿って連続して形成されていた。つまり、第1工程において、第1層の頂面からc面を消失させたことを確認した。これにより、第2層から得られる基板の主面において高転位密度領域が形成されることを抑制し、該主面全体に亘って転位密度を低減することができたことを確認した。

[0297] また、サンプル1～3では、第2層を下地基板から自発的に剥離させることで、剥離された第2層の応力を解放し、該第2層の反りを抑制することができた。これにより、剥離された第2層のc面の曲率半径を、残存層のc面の曲率半径の絶対値よりも大きく、5 m以上とすることができたことを確認した。

[0298] また、サンプル1～3によれば、上述のように、基板の主面の広い範囲に亘って、転位が少なく、該基板における結晶品質要素が良好であった。これにより、サンプル1～3のそれぞれの基板では、主面の広い範囲に亘って、 (0002) 面回折のX線ロックングカーブ測定を行ったときの半値幅が 100 arcsec 以下となっていたことを確認した。

[0299] <本発明の好ましい態様>

以下、本発明の好ましい態様について付記する。

[0300] (付記1)

気相成長法を用いた窒化物半導体基板の製造方法であって、

ⅠⅠⅠ族窒化物半導体の単結晶と異なる材料からなる下地基板を準備する工程と、

前記下地基板の上方にⅠⅠⅠ族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、鏡面化した下地面を有し、該下地面に対して最も近い低指数の結晶面が（０００１）面である下地層を成長させる工程と、

（０００１）面が露出した頂面を有するⅠⅠⅠ族窒化物半導体の単結晶を前記下地層の前記下地面上に直接的にエピタキシャル成長させ、前記（０００１）面以外の傾斜界面で構成される複数の凹部を前記頂面に生じさせ、前記下地層の前記下地面の上方に行くにしたがって該傾斜界面を徐々に拡大させ、前記（０００１）面を前記頂面から消失させ、表面が前記傾斜界面のみで構成される第１層を成長させる第１工程と、

前記第１層上にⅠⅠⅠ族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、前記傾斜界面を消失させ、鏡面化された表面を有する第２層を成長させる第２工程と、

を有し、

前記第１工程では、

前記（０００１）面を成長面として所定の厚さで前記単結晶を成長させた後に、該単結晶の前記頂面に前記複数の凹部を生じさせる窒化物半導体基板の製造方法。

[0301]（付記２）

前記下地基板を準備する工程では、

Rを、Sc、In、Y、およびランタノイド系元素のうち少なくともいずれか１つの３価の元素とし、Aを、Fe（ⅠⅠⅠ）、Ga、およびAlのうち少なくともいずれか１つの３価の元素とし、Mを、Mg、Mn、Fe（ⅠⅠ）、Co、Cu、Zn、およびCdのうち少なくともいずれか１つの２価の元素とし、nを１以上の整数としたときに、 $RAO_3(MO)_n$ の組成式で表される単結晶からなる基板を、前記下地基板として準備する付記１に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0302] (付記3)

前記第2工程の後に、前記下地基板の(0001)面を前記下地基板の主面に沿った劈開面として前記下地基板を劈開し、前記下地基板の前記劈開面よりも上側、前記下地層、前記第1層および前記第2層を有する積層構造体を、前記下地基板の前記劈開面よりも下側から剥離させる剥離工程をさらに有する

付記2に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0303] (付記4)

前記剥離工程により剥離された前記第2層をスライスし、窒化物半導体基板を少なくとも1つ形成する工程を有し、

前記第2層をスライスする工程では、

前記窒化物半導体基板の前記(0001)面の曲率半径を、5m以上とする

付記3に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0304] (付記5)

前記第2工程の後に前記第2層の成長温度から降温する間に、前記下地基板よりも上方の層の線膨張係数と前記下地基板の線膨張係数との差に起因して、少なくとも前記第2層を前記下地基板から自発的に剥離させる剥離工程をさらに有する

付記1に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0305] (付記6)

前記剥離工程により剥離された前記第2層の前記(0001)面の曲率半径を、5m以上とする

付記5に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0306] (付記7)

前記剥離工程では、

前記第1層のうち前記傾斜界面を成長面として成長した領域を含む剥離面によって、少なくとも前記第2層を剥離させる

付記 5 又は 6 に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0307] (付記 8)

前記第 1 工程では、

前記 (0001) 面を前記表面から消失させた後に、前記表面が前記傾斜界面のみで構成された状態を維持しつつ、所定の厚さに亘って前記第 1 層の成長を継続させる

付記 1 ～ 7 のいずれか 1 つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0308] (付記 9)

前記第 1 工程では、

前記下地基板および前記下地層を有し、前記下地面上へのマスク層の形成、および前記下地基板または前記下地面への凹凸パターンの形成のうち、いずれのパターン加工も施されていない状態のテンプレートを用いる

付記 1 ～ 8 のいずれか 1 つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0309] (付記 10)

前記第 1 工程では、

前記傾斜界面として、 $m \geq 3$ である $\{11-2m\}$ 面を生じさせる

付記 1 ～ 9 のいずれか 1 つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0310] (付記 11)

前記第 1 工程では、式 (1) を満たす第 1 成長条件下で、前記第 1 層を成長させ、

前記第 2 工程では、式 (2) を満たす第 2 成長条件下で、前記第 2 層を成長させる

付記 1 ～ 10 のいずれか 1 つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

$$G_{c1} > G_i / \cos \alpha \quad \cdots (1)$$

$$G_{c2} < G_i / \cos \alpha \quad \cdots (2)$$

(ただし、前記第 1 層のうちの前記 (0001) 面の成長レートを G_{c1} とし、前記第 2 層のうちの前記 (0001) 面の成長レートを G_{c2} とし、前記第 1 層および前記第 2 層のそれぞれのうち前記 (0001) 面に対して最も傾

斜した前記傾斜界面の成長レートを G_1 とし、前記第1層および前記第2層のそれぞれにおいて前記(0001)面に対して最も傾斜した前記傾斜界面と前記(0001)面とのなす角度を α とする。)

[0311] (付記12)

前記第1工程では、
成長温度を980℃以上とする
付記1～11のいずれか1つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0312] (付記12)

前記第1工程では、
同一の成長条件下で、前記(0001)面を成長面とした2次元成長から、前記傾斜界面を成長面とした3次元成長に移行させる
付記1～11のいずれか1つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0313] (付記13)

前記第1工程では、
前記単結晶の前記頂面に前記複数の凹部を生じさせ、前記(0001)面を消失させることで、前記第1層の表面に、複数の谷部および複数の頂部を形成し、
前記下地基板の主面に垂直な任意の断面を見たときに、前記複数の谷部のうちの1つを挟んで前記複数の頂部のうちで最も接近する一対の頂部同士が前記主面に沿った方向に離間した平均距離を、1 μ m以上とする
付記1～12のいずれか1つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0314] (付記14)

前記下地層を成長させる工程から前記第2工程までの工程を同一の気相成長装置内で連続的に行う
付記1～13のいずれか1つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0315] (付記15)

前記下地基板を準備する工程と前記下地層を形成する工程との間に、前記下地基板上にIII族窒化物半導体からなるバッファ層を形成する工程をさ

らに有し、

前記バッファ層を形成する工程から前記剥離工程までを同一の気相成長装置内で連続的に行う

付記 1 4 に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0316] (付記 1 6)

前記下地基板を準備する工程と前記下地層を形成する工程との間に、前記下地基板上にⅢ族窒化物半導体からなるバッファ層を形成する工程をさらに有し、

前記バッファ層を形成する工程では、

スパッタにより前記バッファ層を形成する

付記 1 ～ 1 3 のいずれか 1 つに記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[0317] (付記 1 7)

Ⅲ族窒化物半導体の結晶からなり、最も近い低指数の結晶面が(0 0 0 1)面である主面を有する窒化物半導体基板であって、

多光子励起顕微鏡により視野 2 5 0 μm 角で前記主面を観察して暗点から転位を検出したときに、

転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ を超える領域が前記主面に存在せず、

前記主面は、所定方向に沿って 1 μm 以下の間隔で 3 つ以上の転位が配列された複数の転位列を有し、

前記複数の転位列は、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向または $\langle 1-100 \rangle$ 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列を含み、

前記主面における前記複数の転位列の密度は、 $1 \times 10^6 \text{ 列} / \text{cm}^2$ 以下である

窒化物半導体基板。

[0318] (付記 1 8)

前記沿軸転位列の配列長さは、1 0 0 μm 以下である

付記 1 7 に記載の窒化物半導体基板。

[0319] (付記 19)

III族窒化物半導体の結晶からなり、最も近い低指数の結晶面が(0001)面である主面を有する窒化物半導体基板であって、

多光子励起顕微鏡により視野250 μ m角で前記主面を観察して暗点から転位を検出したときに、

転位密度が $5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ を超える領域が前記主面に存在せず、

前記主面は、所定の方向に沿って1 μ m以下の間隔で3つ以上の転位が配列された複数の転位列を有し、

前記複数の転位列は、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向または $\langle 1-100 \rangle$ 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列を含み、

前記沿軸転位列の配列長さは、100 μ m以下である窒化物半導体基板。

[0320] (付記 20)

前記(0001)面の曲率半径は、5m以上である

付記17～19のいずれか1つに記載の窒化物半導体基板。

[0321] (付記 21)

(0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行ったときの半値幅は、100arcsec以下である

付記17～20のいずれか1つに記載の窒化物半導体基板。

符号の説明

[0322] 1 下地基板

2 バッファ層

5 下地層

10 テンプレート

30 第1層

40 第2層

50 窒化物半導体基板(基板)

請求の範囲

[請求項1]

気相成長法を用いた窒化物半導体基板の製造方法であって、

Ⅲ族窒化物半導体の単結晶と異なる材料からなる下地基板を準備する工程と、

前記下地基板の上方にⅢ族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、鏡面化した下地面を有し、該下地面に対して最も近い低指数の結晶面が(0001)面である下地層を成長させる工程と、

(0001)面が露出した頂面を有するⅢ族窒化物半導体の単結晶を前記下地層の前記下地面上に直接的にエピタキシャル成長させ、前記(0001)面以外の傾斜界面で構成される複数の凹部を前記頂面に生じさせ、前記下地層の前記下地面の上方に行くにしたがって該傾斜界面を徐々に拡大させ、前記(0001)面を前記頂面から消失させ、表面が前記傾斜界面のみで構成される第1層を成長させる第1工程と、

前記第1層上にⅢ族窒化物半導体の単結晶をエピタキシャル成長させ、前記傾斜界面を消失させ、鏡面化された表面を有する第2層を成長させる第2工程と、

を有し、

前記第1工程では、

前記(0001)面を成長面として所定の厚さで前記単結晶を成長させた後に、該単結晶の前記頂面に前記複数の凹部を生じさせる窒化物半導体基板の製造方法。

[請求項2]

前記下地基板を準備する工程では、

Rを、Sc、In、Y、およびランタノイド系元素のうち少なくともいずれか1つの3価の元素とし、Aを、Fe(Ⅲ)、Ga、およびAlのうち少なくともいずれか1つの3価の元素とし、Mを、Mg、Mn、Fe(Ⅱ)、Co、Cu、Zn、およびCdのうち少なくともいずれか1つの2価の元素とし、nを1以上の整数としたとき

に、 $\text{RAO}_3(\text{MO})_n$ の組成式で表される単結晶からなる基板を、
前記下地基板として準備する

請求項1に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[請求項3] 前記第2工程の後に、前記下地基板の(0001)面を前記下地基板の主面に沿った劈開面として前記下地基板を劈開し、前記下地基板の前記劈開面よりも上側、前記下地層、前記第1層および前記第2層を有する積層構造体を、前記下地基板の前記劈開面よりも下側から剥離させる剥離工程をさらに有する

請求項2に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[請求項4] 前記第2工程の後に前記第2層の成長温度から降温する間に、前記下地基板よりも上方の層の線膨張係数と前記下地基板の線膨張係数との差に起因して、少なくとも前記第2層を前記下地基板から自発的に剥離させる剥離工程をさらに有する

請求項1に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[請求項5] 前記第1工程では、

前記(0001)面を前記表面から消失させた後に、前記表面が前記傾斜界面のみで構成された状態を維持しつつ、所定の厚さに亘って前記第1層の成長を継続させる

請求項1～4のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[請求項6] 前記第1工程では、

前記下地基板および前記下地層を有し、前記下地面上へのマスク層の形成、および前記下地基板または前記下地面への凹凸パターンの形成のうち、いずれのパターン加工も施されていない状態のテンプレートを用いる

請求項1～5のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

[請求項7] 前記第1工程では、

成長温度を 980°C 以上とする

請求項1～6のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板の製造方法。

- [請求項8] 前記第1工程では、
同一の成長条件下で、前記（0001）面を成長面とした2次元成長から、前記傾斜界面を成長面とした3次元成長に移行させる
請求項1～7のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板の製造方法。
- [請求項9] 前記第1工程では、
前記単結晶の前記頂面に前記複数の凹部を生じさせ、前記（0001）面を消失させることで、前記第1層の表面に、複数の谷部および複数の頂部を形成し、
前記下地基板の主面に垂直な任意の断面を見たときに、前記複数の谷部のうちの1つを挟んで前記複数の頂部のうちで最も接近する一対の頂部同士が前記主面に沿った方向に離間した平均距離を、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 以上とする
請求項1～8のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板の製造方法。
- [請求項10] 前記下地層を成長させる工程から前記第2工程までの工程を同一の気相成長装置内で連続的に行う
請求項1～9のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板の製造方法。
- [請求項11] III族窒化物半導体の結晶からなり、最も近い低指数の結晶面が（0001）面である主面を有する窒化物半導体基板であって、
多光子励起顕微鏡により視野 $250\text{ }\mu\text{m}$ 角で前記主面を観察して暗点から転位を検出したときに、
転位密度が $5 \times 10^6\text{ cm}^{-2}$ を超える領域が前記主面に存在せず、
前記主面は、所定の方向に沿って $1\text{ }\mu\text{m}$ 以下の間隔で3つ以上の転位が配列された複数の転位列を有し、
前記複数の転位列は、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向または $\langle 1-100 \rangle$ 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列を含み、
前記主面における前記複数の転位列の密度は、 $1 \times 10^6\text{ 列}/\text{cm}^2$ 以下である

窒化物半導体基板。

[請求項12] 前記沿軸転位列の配列長さは、 $100\mu\text{m}$ 以下である

請求項11に記載の窒化物半導体基板。

[請求項13] III族窒化物半導体の結晶からなり、最も近い低指数の結晶面が(0001)面である主面を有する窒化物半導体基板であって、

多光子励起顕微鏡により視野 $250\mu\text{m}$ 角で前記主面を観察して暗点から転位を検出したときに、

転位密度が $5 \times 10^6\text{cm}^{-2}$ を超える領域が前記主面に存在せず、

前記主面は、所定方向に沿って $1\mu\text{m}$ 以下の間隔で3つ以上の転位が配列された複数の転位列を有し、

前記複数の転位列は、 $\langle 11-20 \rangle$ 軸方向または $\langle 1-100 \rangle$ 軸方向のうちいずれかに対して 10° 以内である方向に沿って配列された沿軸転位列を含み、

前記沿軸転位列の配列長さは、 $100\mu\text{m}$ 以下である窒化物半導体基板。

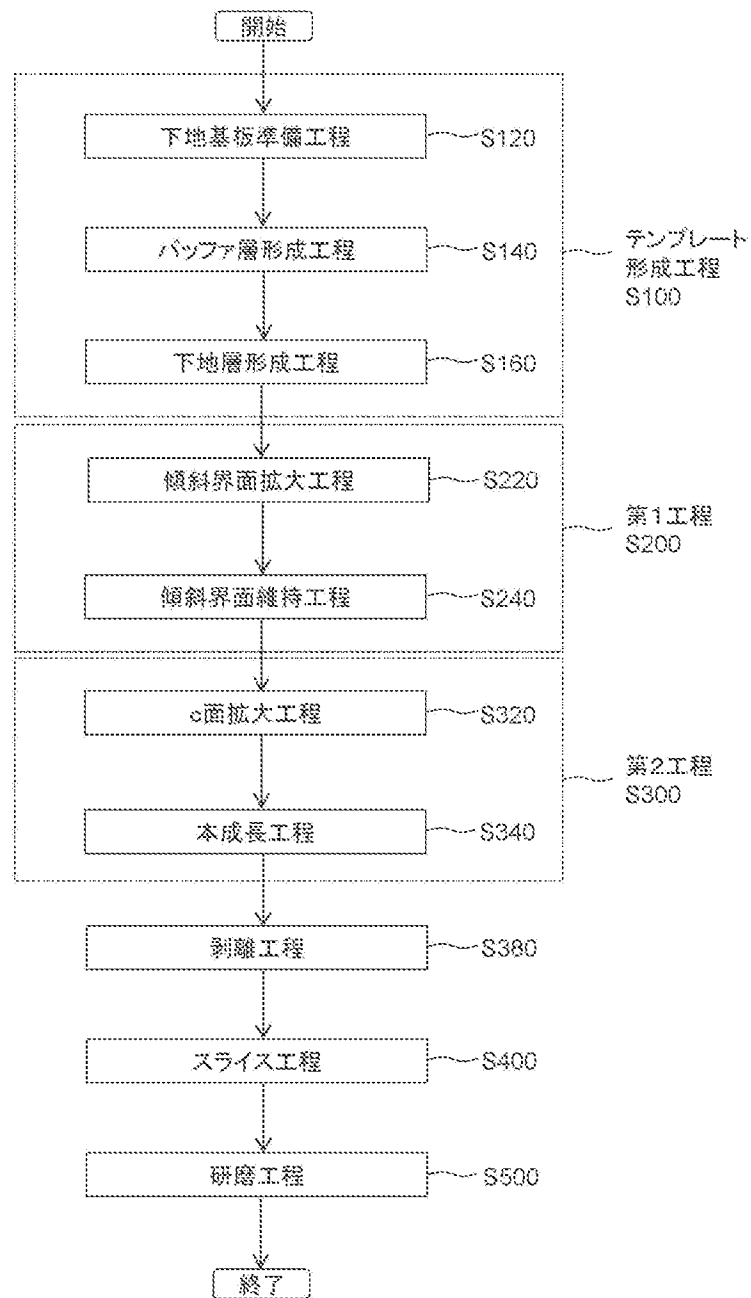
[請求項14] 前記(0001)面の曲率半径は、 5m 以上である

請求項11～13のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板。

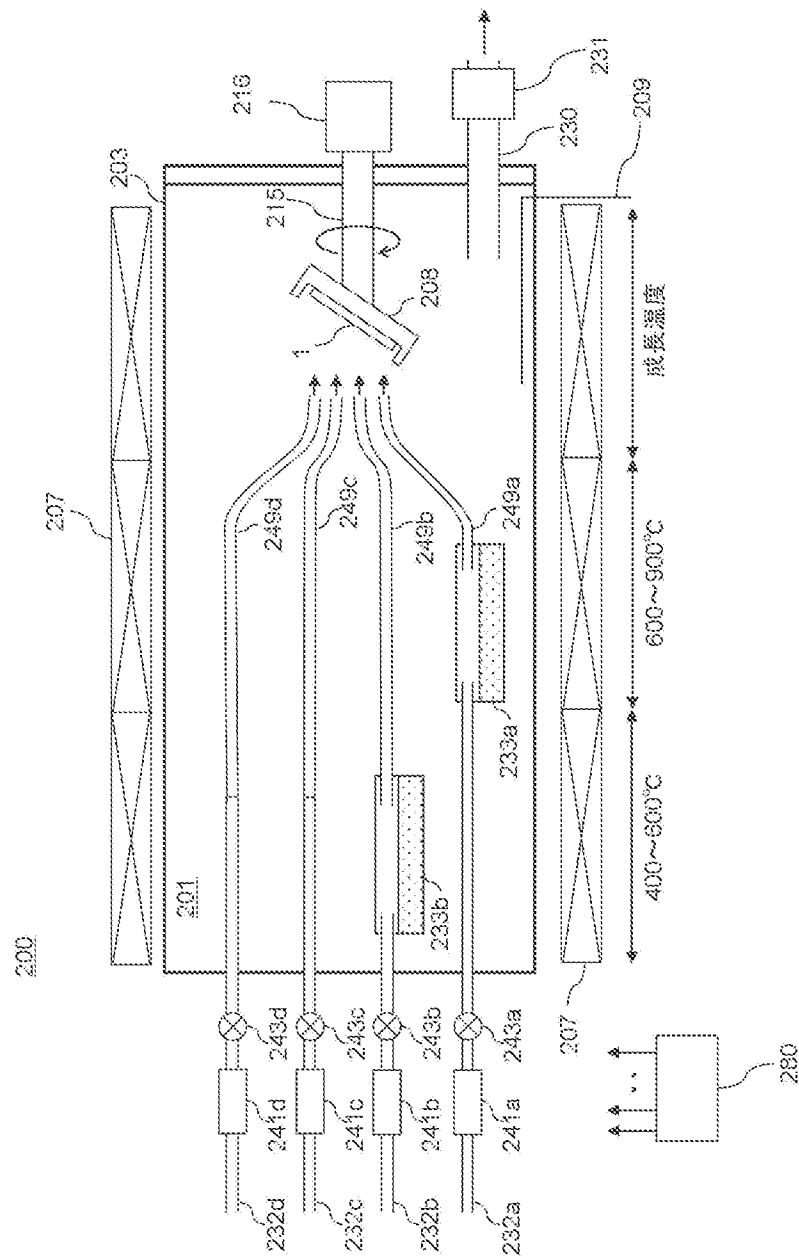
[請求項15] (0002)面回折のX線ロッキングカーブ測定を行ったときの半値幅は、 100arcsec 以下である

請求項11～14のいずれか1項に記載の窒化物半導体基板。

[図1]

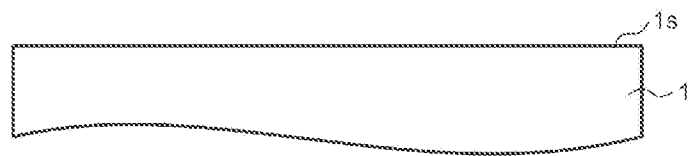


[図2]

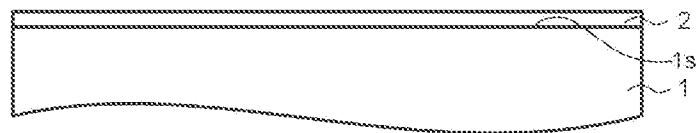


[図3]

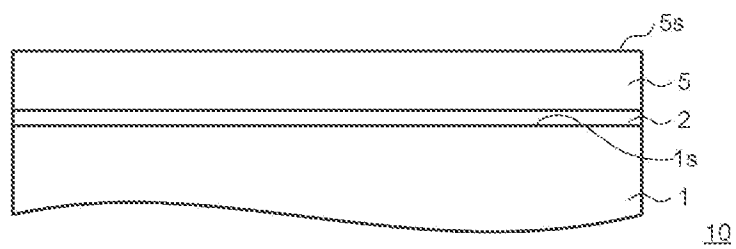
(a)



(b)

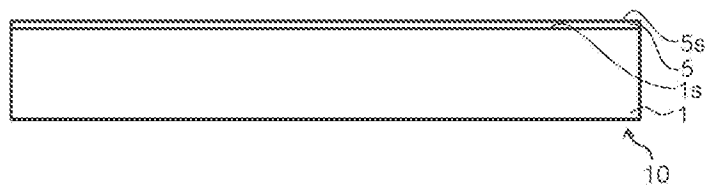


(c)

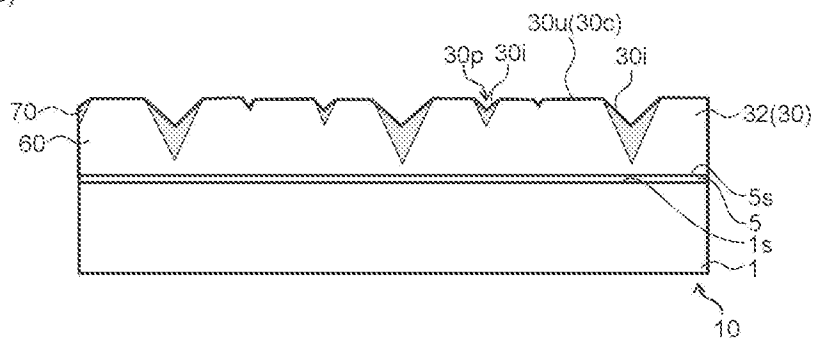


[図4]

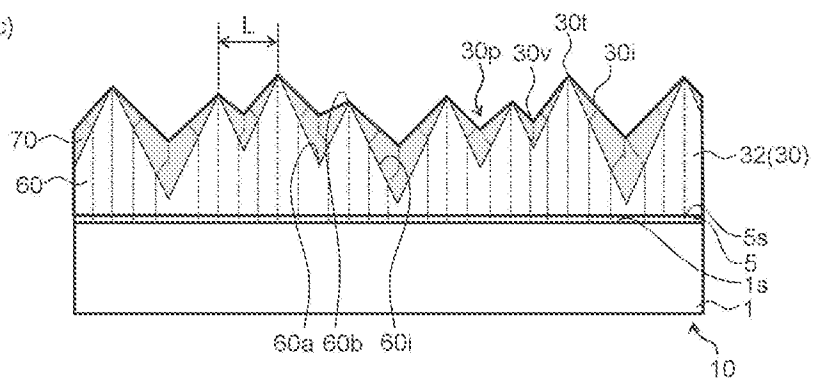
(a)



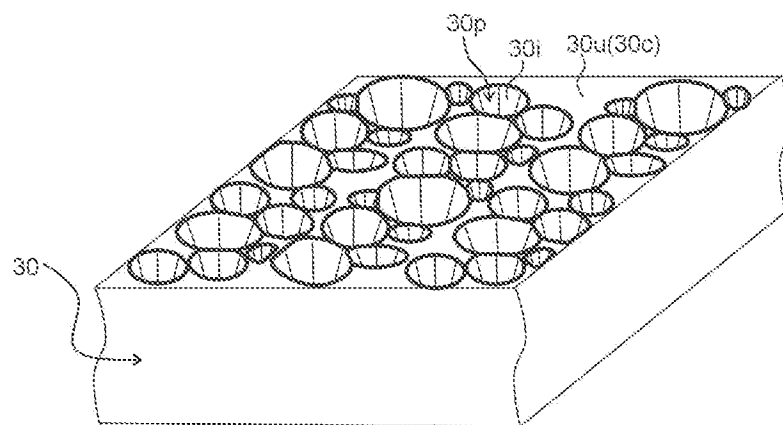
(b)



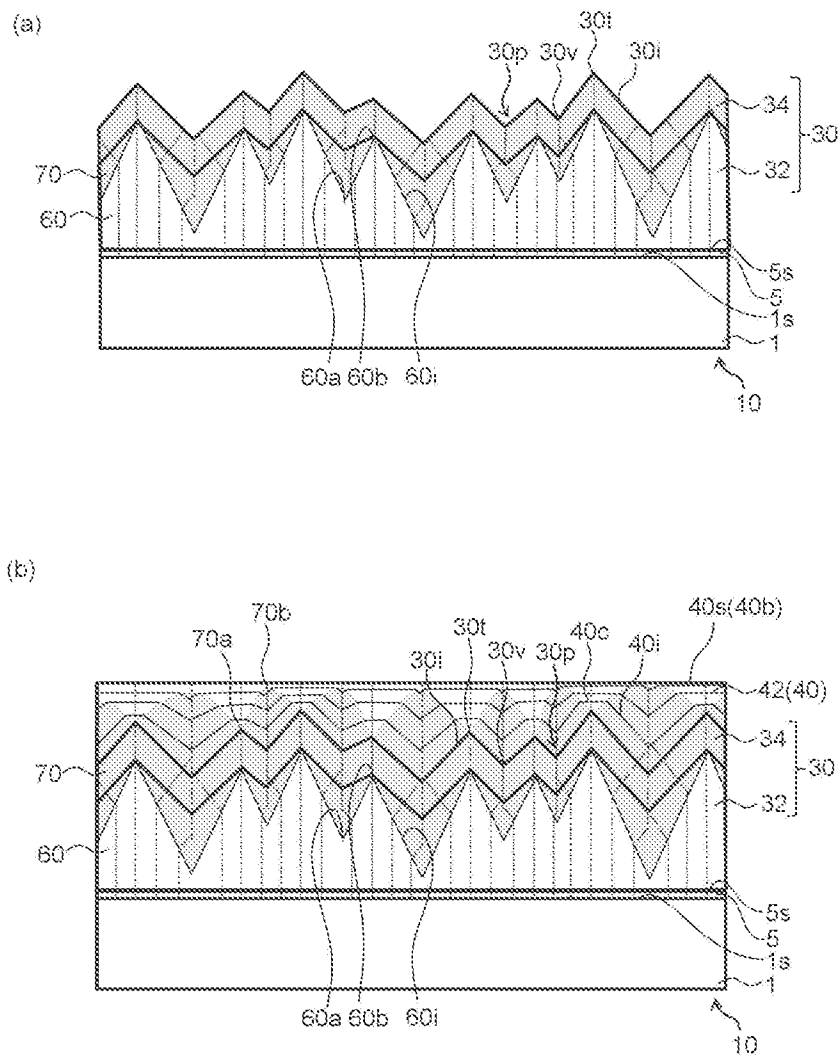
(c)



[図5]



[図6]



[図7]

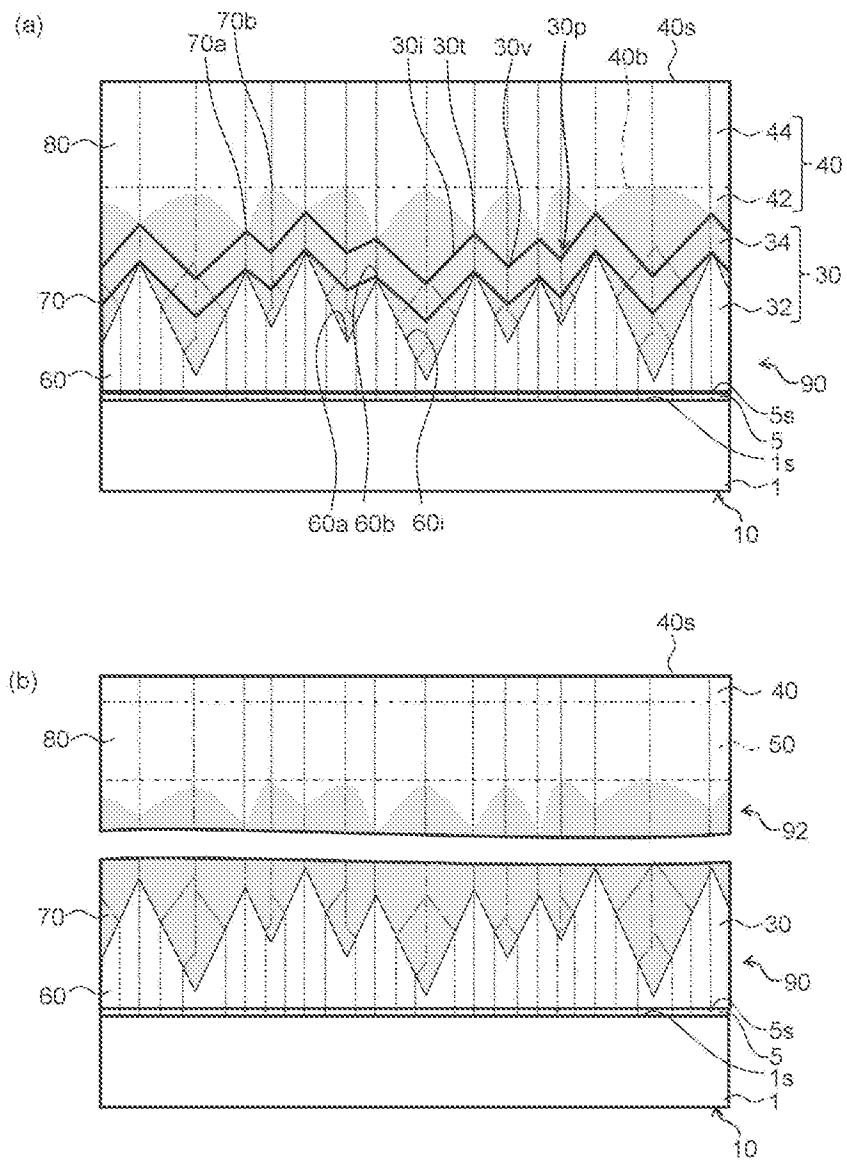
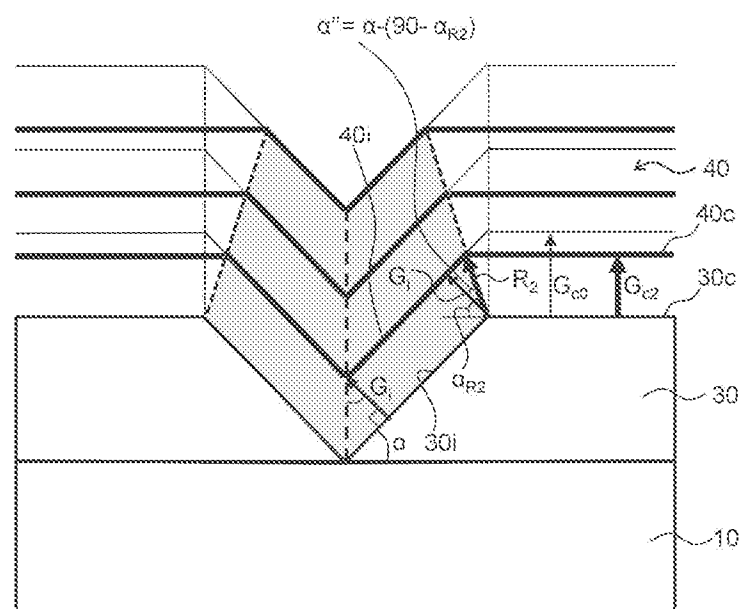
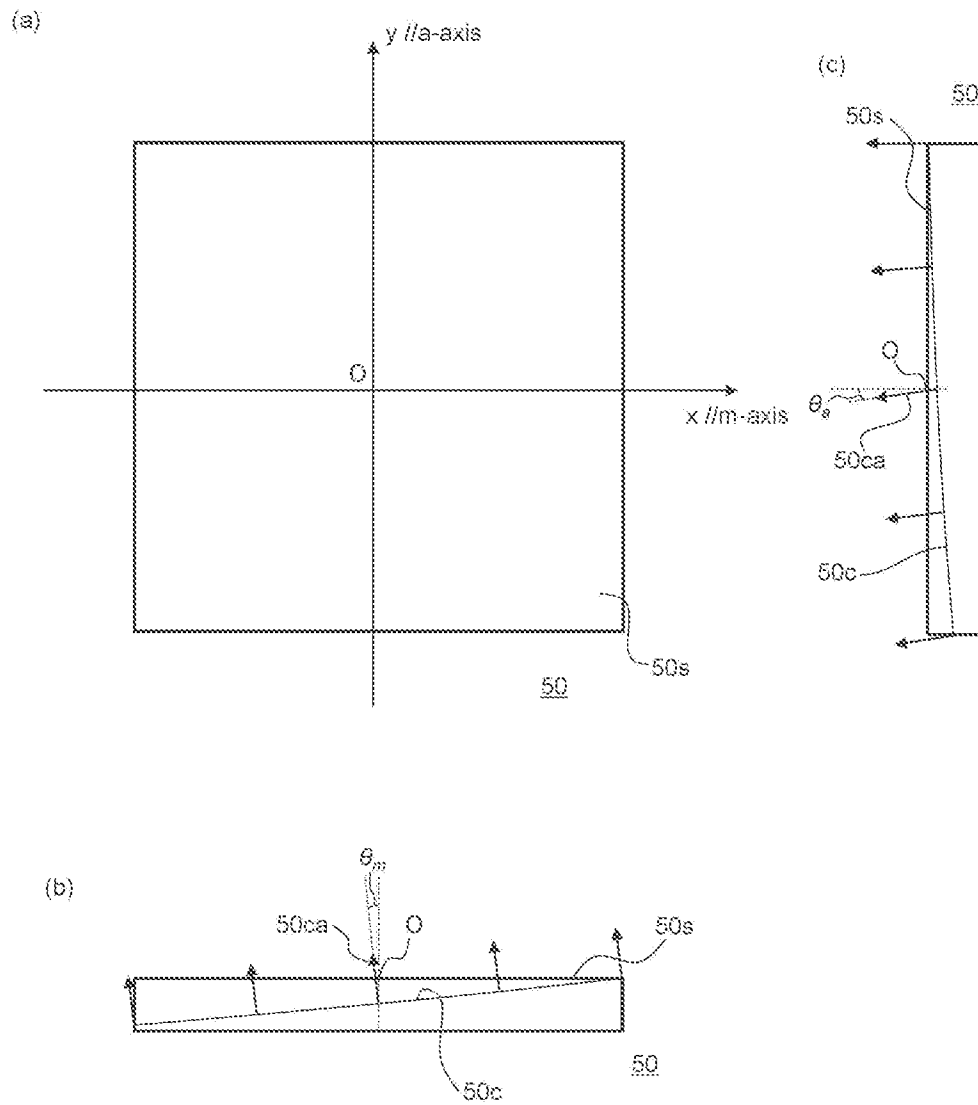


Figure 1 consists of two schematic diagrams, (a) and (b), illustrating a V-shaped groove structure. Both diagrams show a cross-section of a substrate 10 with a V-shaped groove 30. The groove has a bottom surface 30c and side walls 30i. The side walls are inclined at an angle α to the vertical. In diagram (a), a vertical force G_{cd} is applied to the bottom surface 30c. In diagram (b), an additional force R_1 is applied to the side wall 30i at an angle α_{R1} to the vertical. The resulting vertical force on the bottom surface is G_{cd1} . The angle α' is defined as $\alpha' = \alpha + 90 - \alpha_{R1}$.

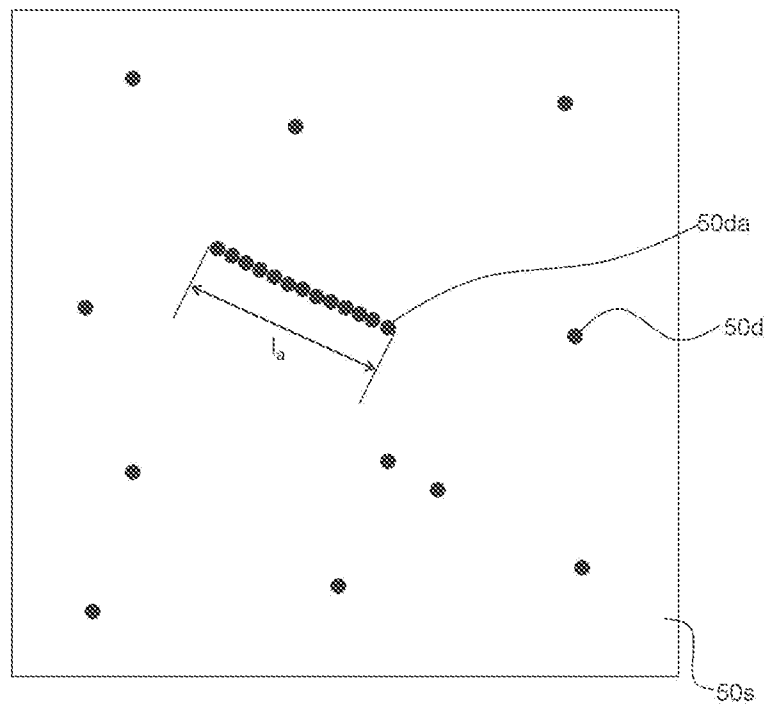
[図9]



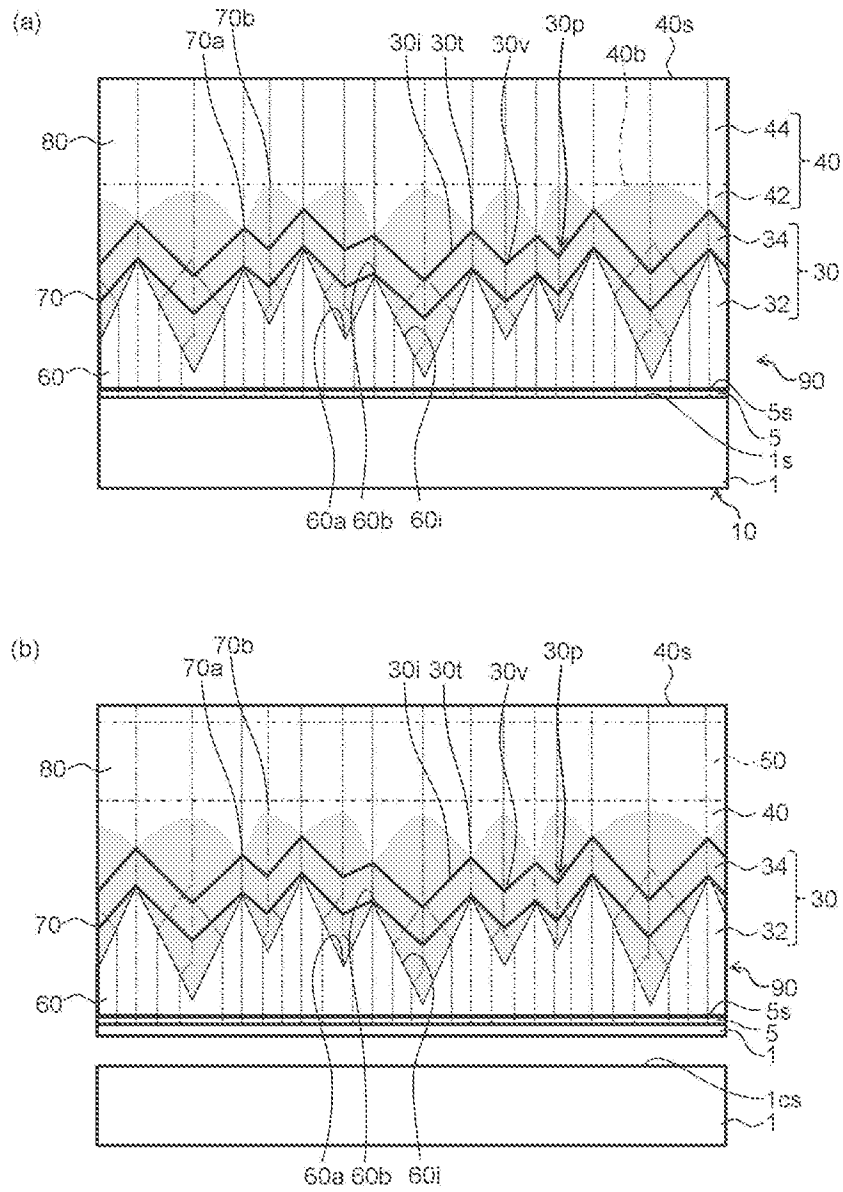
[図10]



[図11]

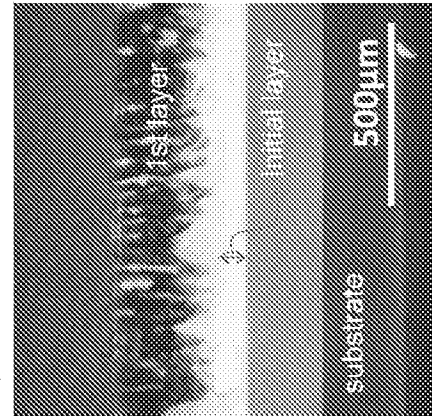
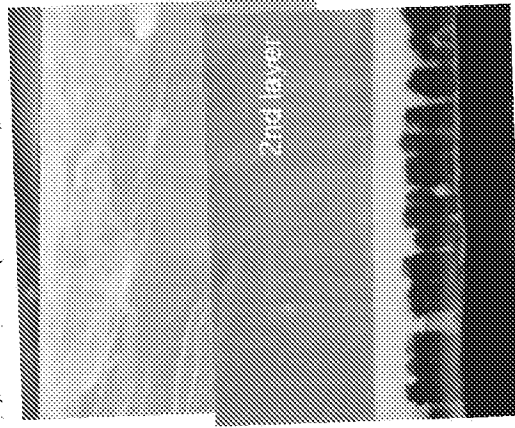


[図12]

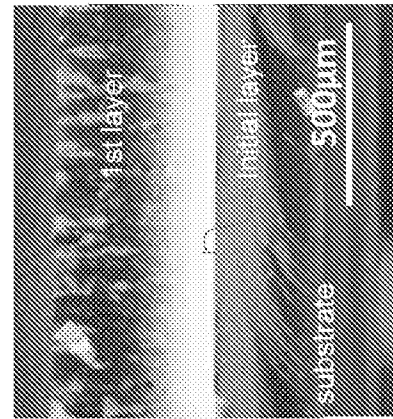
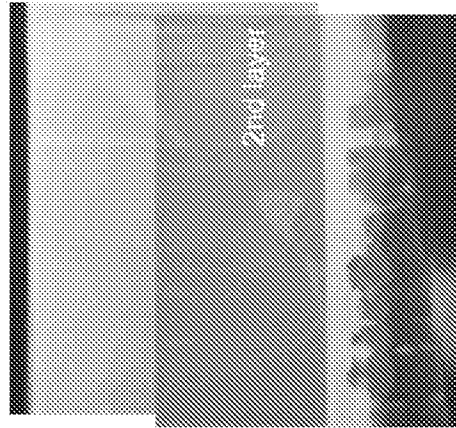


[図13]

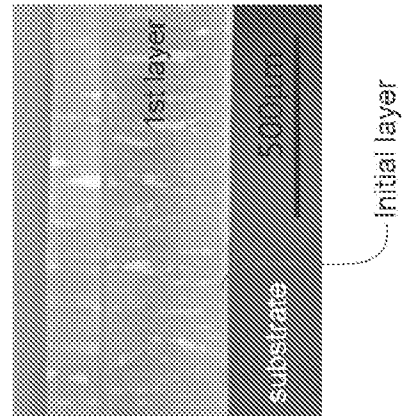
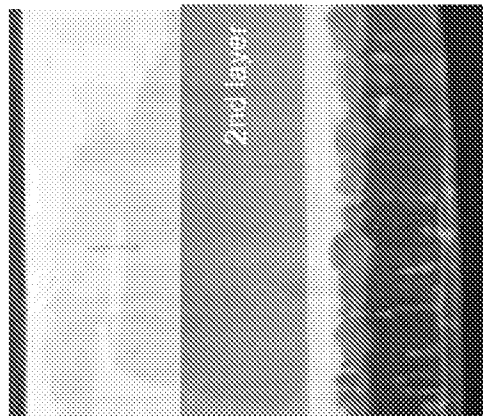
(c) Sample 3 (1st: 1017°C)



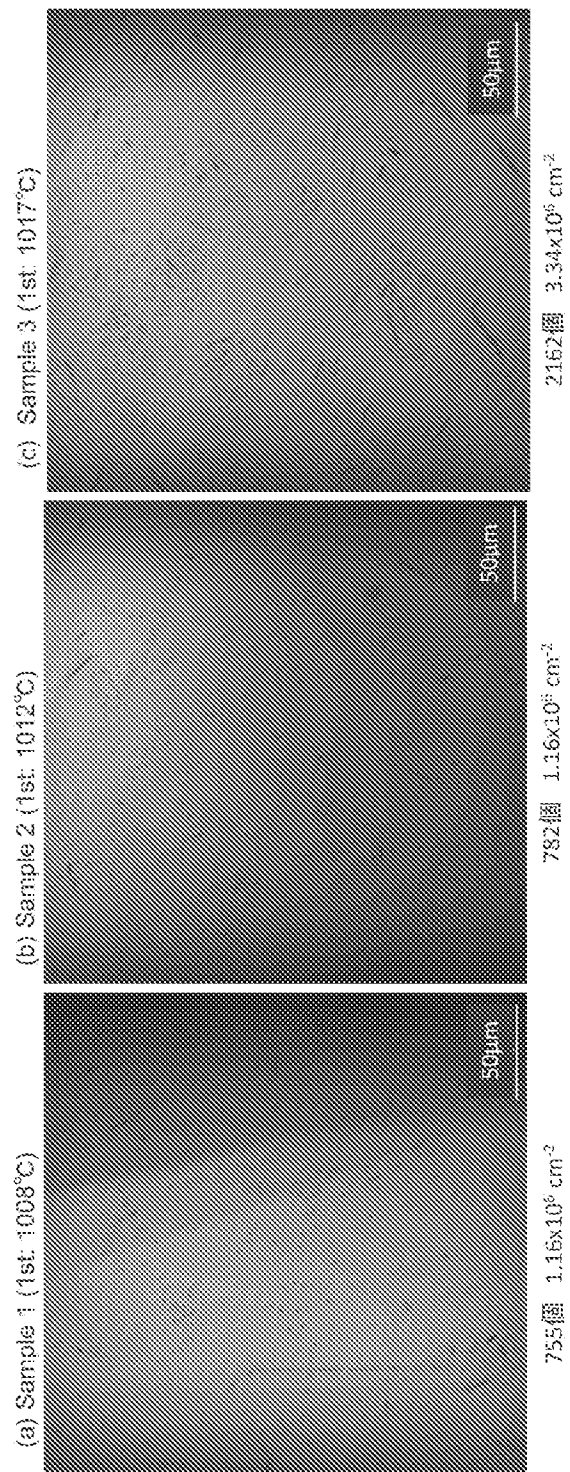
(b) Sample 2 (1st: 1012°C)



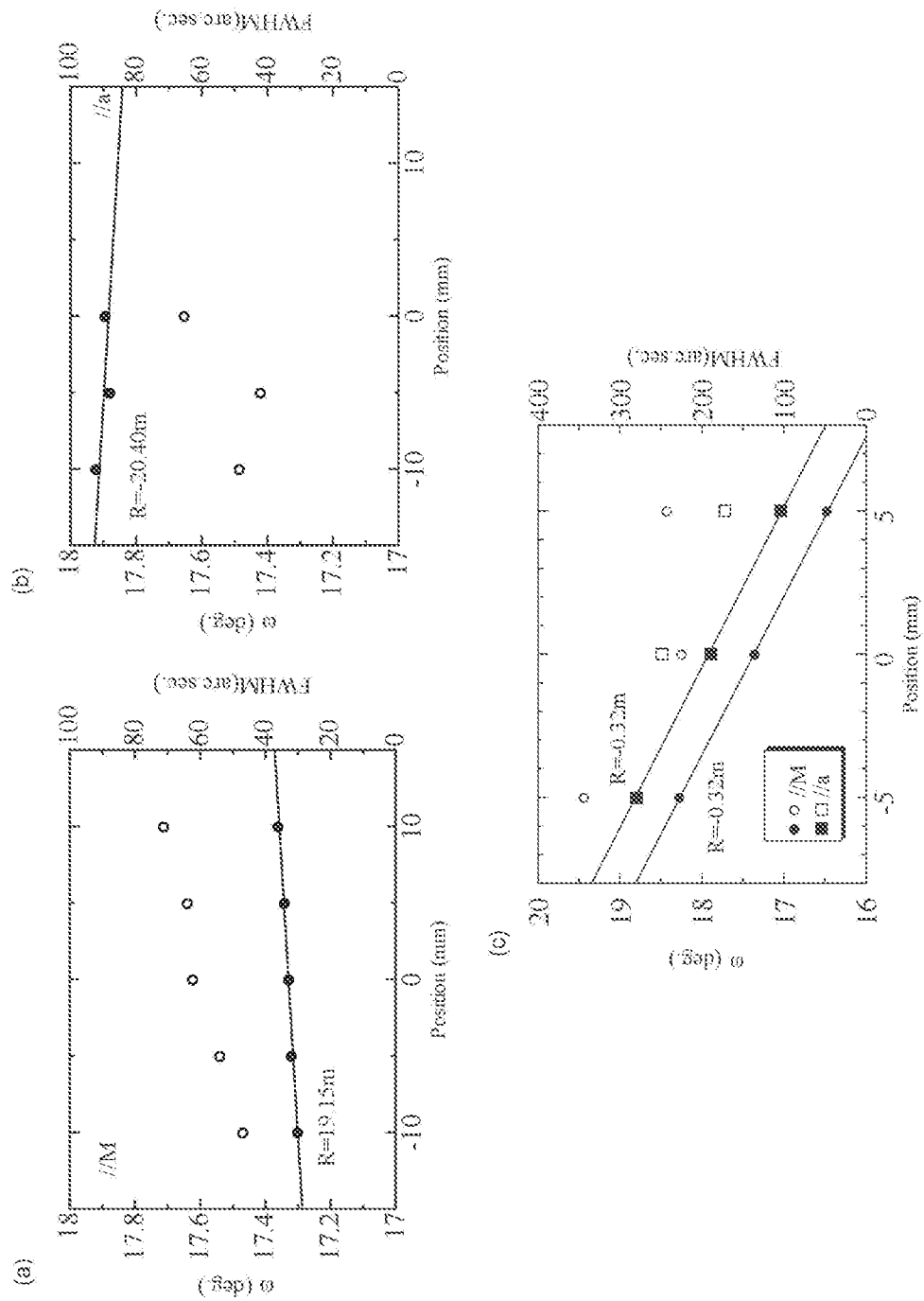
(a) Sample 1 (1st: 1008°C)



[図14]



[図15]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2019/046702

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B 29/38 (2006.01)i; C23C 16/01 (2006.01)i; C23C 16/34 (2006.01)i; C30B 25/02 (2006.01)i; H01L 21/205 (2006.01)i
FI: C30B29/38 D; C30B25/02 Z; C23C16/34; C23C16/01; H01L21/205
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C30B29/38; C23C16/01; C23C16/34; C30B25/02; H01L21/205

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2020
Registered utility model specifications of Japan	1996-2020
Published registered utility model applications of Japan	1994-2020

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-102307 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 13.04.2001 (2001-04-13)	1-15
A	JP 2018-095545 A (PANASONIC IP MANAGEMENT CO., LTD.) 21.06.2018 (2018-06-21)	1-15
A	JP 2003-183100 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 03.07.2003 (2003-07-03)	1-15
A	JP 2013-214686 A (FURUKAWA CO., LTD.) 17.10.2013 (2013-10-17)	1-15
A	JP 2005-072310 A (TOYODA GOSEI CO., LTD.) 17.03.2005 (2005-03-17)	1-15
A	JP 2009-167053 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) 30.07.2009 (2009-07-30)	1-15

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C. ☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
07 January 2020 (07.01.2020)

Date of mailing of the international search report
04 February 2020 (04.02.2020)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.
PCT/JP2019/046702

Patent Documents referred in the Report	Publication Date	Patent Family	Publication Date
JP 2001-102307 A	13 Apr. 2001	US 6468347 B1 EP 1088914 A1 TW 508836 B KR 10-2001-0050558 A CN 1289865 A HK 1094484 A	
JP 2018-095545 A	21 Jun. 2018	US 2018/0174911 A1 CN 108221046 A	
JP 2003-183100 A	03 Jul. 2003	US 2003/0145783 A1 EP 1304749 A1 CA 2406347 A TW 234293 B KR 10-2003-0030917 A CN 1411035 A (Family: none)	
JP 2013-214686 A	17 Oct. 2013	US 2005/0076828 A1	
JP 2005-072310 A	17 Mar. 2005	US 2010/0275836 A1 WO 2009/090904 A1	
JP 2009-167053 A	30 Jul. 2009	KR 10-2010-0113529 A CN 101910477 A TW 200949026 A	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C30B 29/38(2006.01)i; C23C 16/01(2006.01)i; C23C 16/34(2006.01)i; C30B 25/02(2006.01)i; H01L 21/205(2006.01)i FI: C30B29/38 D; C30B25/02 Z; C23C16/34; C23C16/01; H01L21/205		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C30B29/38; C23C16/01; C23C16/34; C30B25/02; H01L21/205 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2020年 日本国実用新案登録公報 1996-2020年 日本国登録実用新案公報 1994-2020年 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2001-102307 A（住友電気工業株式会社）13.04.2001（2001-04-13）	1-15
A	JP 2018-095545 A（パナソニックIPマネジメント株式会社）21.06.2018（2018-06-21）	1-15
A	JP 2003-183100 A（住友電気工業株式会社）03.07.2003（2003-07-03）	1-15
A	JP 2013-214686 A（古河機械金属株式会社）17.10.2013（2013-10-17）	1-15
A	JP 2005-072310 A（豊田合成株式会社）17.03.2005（2005-03-17）	1-15
A	JP 2009-167053 A（住友電気工業株式会社）30.07.2009（2009-07-30）	1-15
☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 07.01.2020		国際調査報告の発送日 04.02.2020
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 村岡 一磨 4G 3448 電話番号 03-3581-1101 内線 3416

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2019/046702

引用文献			公表日	パテントファミリー文献			公表日
JP	2001-102307	A	13.04.2001	US	6468347	B1	
				EP	1088914	A1	
				TW	508836	B	
				KR	10-2001-0050558	A	
				CN	1289865	A	
				HK	1094484	A	
JP	2018-095545	A	21.06.2018	US	2018/0174911	A1	
				CN	108221046	A	
JP	2003-183100	A	03.07.2003	US	2003/0145783	A1	
				EP	1304749	A1	
				CA	2406347	A	
				TW	234293	B	
				KR	10-2003-0030917	A	
				CN	1411035	A	
JP	2013-214686	A	17.10.2013	(ファミリーなし)			
JP	2005-072310	A	17.03.2005	US	2005/0076828	A1	
JP	2009-167053	A	30.07.2009	US	2010/0275836	A1	
				WO	2009/090904	A1	
				KR	10-2010-0113529	A	
				CN	101910477	A	
				TW	200949026	A	