



(19) 대한민국특허청(KR)
 (12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2009년06월17일
 (11) 등록번호 10-0903251
 (24) 등록일자 2009년06월09일

(51) Int. Cl.

C01G 15/00 (2006.01) C01B 21/06 (2006.01)

(21) 출원번호 10-2004-7006467
 (22) 출원일자 2004년04월29일
 심사청구일자 2007년10월30일
 번역문제출일자 2004년04월29일
 (65) 공개번호 10-2004-0053234
 (43) 공개일자 2004년06월23일
 (86) 국제출원번호 PCT/US2002/034792
 국제출원일자 2002년10월30일
 (87) 국제공개번호 WO 2003/041138
 국제공개일자 2003년05월15일

(30) 우선권주장
 10/001,575 2001년11월02일 미국(US)

(56) 선행기술조사문헌

US6113985 A
 US6270569 B1

전체 청구항 수 : 총 27 항

심사관 : 김수미

(54) 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드**(57) 요 약**

본 발명은 약 49 내지 55%의 갈륨 원자분율, 약 5.5 내지 6.1g/cm^3 의 결보기 밀도 및 약 1GPa 초과의 비커스 경도(Vickers hardness)를 가짐으로써 특징지워 지는 다결정질 갈륨 니트라이드(GaN)에 관한 것이다. 다결정질 GaN은 열간 등방향 프레싱(hot isostatic pressing; "하이핑(HIPing)"이라 함)에 의해 약 1150 내지 1300°C의 온도 및 약 1 내지 10Kbar의 압력에서 제조될 수 있다. 또한, 다결정질 GaN은 고압/고온(HP/HT) 소결에 의해 약 1200 내지 1800°C의 온도 및 약 5 내지 80Kbar의 압력에서 제조될 수 있다.

대 표 도 - 도2

(72) 발명자

바가랄리수레쉬에스

미국오하이오주43235컬럼버스린브룩불러버드6867

박동-실

미국뉴욕주12309니스카유나가든드라이브2040

특허청구의 범위

청구항 1

49 내지 55%의 갈륨 원자분율, 5.5 내지 6.1g/cm^3 의 밀도 및 1GPa 초과의 비커스 경도(Vickers hardness)를 갖는 다결정질 갈륨 니트라이드(GaN).

청구항 2

제 1 항에 있어서,

0.2mm 내지 1m의 두께 또는 최소 치수를 갖는 다결정질 갈륨 니트라이드.

청구항 3

제 1 항에 있어서,

1mm 내지 1m의 직경 또는 최소 치수를 갖는 다결정질 갈륨 니트라이드.

청구항 4

제 1 항에 있어서,

0.01 내지 $50\mu\text{m}$ 의 평균크기를 갖는 등축화된 결정립(equiaxed grain)을 갖는 다결정질 갈륨 니트라이드.

청구항 5

제 1 항에 있어서,

$100\mu\text{m}$ 미만의 제곱평균제곱근 조도(root-mean-square roughness)의 평활한 표면을 갖는 갈륨 니트라이드.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

$20\mu\text{m}$ 미만의 제곱평균제곱근 조도의 평활한 표면을 갖는 갈륨 니트라이드.

청구항 7

(a) 하나 이상의 분말 또는 냉간 압축된 펄(cold-pressed pill)인 GaN을 비금속 용기에 엔클로징(enclosing)시키고 밀봉시키는 단계;

(b) 상기 용기를 1150 내지 1300°C의 온도 및 1 내지 10Kbar의 압력에서 열간 동방향 프레싱(hot isostatic pressing; "하이핑(HIPing)"이라 함)을 적용시키는 단계; 및

(c) 상기 용기로부터 다결정질 GaN을 회수하는 단계를 포함하는,

소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

밀봉단계 이전에 상기 비금속 용기를 배기시키는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 9

제 7 항에 있어서,

상기 하이핑을 2분 내지 24시간동안 실행하는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 10

제 7 항에 있어서,

상기 회수단계가 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드로부터 용기를 연마하여 없애는(grinding off) 것을 포함하는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 11

제 7 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 0.2mm 내지 1m의 두께 또는 최소 치수를 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 12

제 7 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 1mm 내지 1m의 직경 또는 최대 치수를 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 13

제 7 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 0.01 내지 50 μm 의 평균크기를 갖는 등축화된 결정립을 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 14

제 7 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 100 μm 미만의 제곱평균제곱근 조도의 평활한 표면을 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 15

제 14 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 20 μm 미만의 제곱평균제곱근 조도의 평활한 표면을 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 16

제 7 항에 있어서,

상기 용기에서 엔클로징된 갈륨 니트라이드가 분말인 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 17

제 7 항에 있어서,

상기 용기에서 엔클로징된 갈륨 니트라이드가 냉간 압축된 필인 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 18

(a) 하나 이상의 분말 또는 냉간 압축된 필인 다결정질 갈륨 니트라이드를 고압/고온(HP/HT) 반응 셀에 위치시키는 단계;

(b) 상기 반응 셀을 HP/HT 장치에 위치시키는 단계;

(c) 상기 용기를 1200 내지 1800°C의 온도 및 5 내지 80Kbar의 압력에 적용시키는 단계; 및

(d) 상기 반응 셀로부터 다결정질 갈륨 니트라이드를 회수하는 단계를 포함하는,

소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 19

제 18 항에 있어서,

상기 (c)를 2분 내지 24시간동안 실행하는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 20

제 18 항에 있어서,

상기 회수단계가 연마하는 것을 포함하는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 21

제 18 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 0.2mm 내지 1m의 두께 또는 최소 치수를 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 22

제 18 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 1mm 내지 1m의 직경 또는 최대 치수를 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 23

제 18 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 0.01 내지 50 μm 의 평균크기를 갖는 등축화된 결정립을 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 24

제 18 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 100 μm 미만의 제곱평균제곱근 조도의 평활한 표면을 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 25

제 24 항에 있어서,

상기 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드가 20 μm 미만의 제곱평균제곱근 조도의 평활한 표면을 갖는, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 26

제 18 항에 있어서,

상기 용기에서 엔클로징된 갈륨 니트라이드가 분말인, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

청구항 27

제 18 항에 있어서,

상기 용기에서 엔클로징된 갈륨 니트라이드가 냉간 압축된 필인, 소결된 다결정질 갈륨 니트라이드의 제조방법.

명세서

배경기술

<1> 본 발명은 일반적으로 다결정질 갈륨 니트라이드(GaN), 보다 특히 소결된 다결정질 GaN 및 고온/고압(HP/HT) 기법에 의한 그의 제조방법에 관한 것이다.

- <2> 다결정질 GaN은 주로 GaN계 광전자장치 및 전자장치의 급속한 성장에 의해 추동되는 다수의 용도에서 유용하다. 이러한 용도중에서 특히 스퍼터링 타겟 및 벌크 결정성장을 위한 원천 물질을 예시할 수 있다.
- <3> 당해 기술분야에는 다결정질 GaN을 생산하기 위한 두가지 방법이 보고되어 있다. 첫 번째 방법에서는 GaN 분말이 밀집체(compact)로 냉간 압축(cold pressing)된다. [참조: Balkas, et al., J. Cryst. Growth, 208, 100(2000)] 불행하게도, 겉보기 밀도가 이론적 밀도($6.1\text{g}/\text{cm}^3$)보다 낮은 대략 $2\text{g}/\text{cm}^3$ 에 불과하므로 GaN 결정립(grain)들 사이의 거의 또는 전혀 없는 것이 냉간 압축된 물질 중에 존재한다. 잔여 다공도 및 습기 민감성으로 인하여 스퍼터 타겟으로서 제한적 유용성이 있다. 갈륨 니트라이드 용매의 존재하에서는 분말로 신속하게 붕괴되기 때문에 결정 성장의 원천으로서도 유용하지 못하다. 두 번째 방법에서는 화학증착(CVD)를 이용하여 다결정질 GaN 필름을 형성한다. 몇가지 제안이 이러한 두 번째 방법에 대해 존재한다. 예를 들어 미국특허 제6,113,985호는 수산화암모늄이 Ga 금속 원천으로부터 Ga 원자를 수송하고 그것들을 다결정질 GaN으로서 기재상에 침착시킨다. 문헌[Appl. Phys. Lett., 70, 179(1977)]은 질소 함유 플라즈마에서 Ga 금속을 처리함으로써 다결정질 필름을 Ga 금속의 표면 위에 형성하는 방법을 교시하고 있다. 그러나, 이를 CVD형 방법은 고가이며, 두껍고 농후한 GaN 부분을 발생시키지 못한다. 또한 CVD 성장된 GaN 중의 결정립은 커다랗고 원주상이며 강도 및 균열인성을 감소시킨다. 결국, CVD 성장 다결정질 GaN 필름은 표면이 거칠어져 이것을 스퍼터 타겟으로서 사용하는 것이 바람직스럽지 않게 된다.
- <4> 따라서, 당해 기술분야에서는 각종 상업적 용도로 적합한 충분한 밀도 등의 다결정질 GaN 부분(part)들을 가공해야될 필요성이 존재한다.

- <5> 발명의 요약
- <6> 다결정질 갈륨 니트라이드(GaN)는 약 49 내지 55%의 갈륨 원자분율, 약 5.5 내지 $6.1\text{g}/\text{cm}^3$ 의 겉보기 밀도 및 약 1GPa 초과의 비커스 경도(Vickers hardness)를 가짐으로써 특징지워 진다. GaN 중에 예를 들어 산소와 같은 잔여 불순물이 존재하는 경우 50% 보다 다소 낮은 Ga 원자분율을 생성할 수 있다.
- <7> 다결정질 GaN 생성물의 한가지 제조방법은, 산개한(loose) 분말 또는 냉간 압축된 필(pi11)로서의 GaN을, 배기시킨 비금속 용기에 엔클로징(enclosing)시키는 것을 포함한다. 용기를 약 1150 내지 1300°C 의 온도 및 약 1 내지 10Kbar의 압력에서 열간 등방향 프레싱(hot isostatic pressing; "하이핑(HIPing)"이라 함)처리한다. 이어서 용기로부터 다결정질 GaN 생성물을 회수한다.
- <8> 다결정질 GaN 생성물의 또다른 제조방법은 산개한 분말 또는 냉간 압축된 필인 GaN을 비금속 용기에 위치시킨 다음, 고압/고온(HP/HT) 반응 셀에 위치시키는 것을 포함한다. 반응 셀을 HP/HT 장치에 위치시킨다. 이어서 용기를 1200 내지 1800°C 의 온도 및 약 5 내지 80Kbar의 압력에 적용시킨다. 이어서 다결정질 GaN 생성물을 용기로부터 수거한다.
- <9> 본 발명의 이점으로는 다결정질 GaN을 다양한 크기 및 형상으로 제조할 수 있다는 점이다. 또 다른 이점으로는 실질적으로 평활한 표면을 갖는 다결정질 GaN을 제조할 수 있다는 점이다. 추가적인 이점으로는 결정립들이 등축화된 다결정질 GaN을 제조할 수 있다는 점이다. 또 다른 이점으로는 경질(hard) 또는 강성(robust)인 다결정질 GaN을 제조할 수 있다는 점이다. 이러한 이점들 그리고 기타 이점들은 당업자라면 본원 명세서의 개시내용으로부터 용이하게 파악할 수 있을 것이다.

발명의 상세한 설명

- <17> 액상 소결 조제로서 Ga 금속을 사용하여 미립자화된 GaN 분말을 소결시키는 경우 다결정질 GaN이 생산된다. 약 0.01 내지 10%의 부피분율을 갖는 Ga 금속은 GaN 분말 공급물의 부분 열분해에 의해 용이하게 생성된다. 다른 계는, Ga 금속이 GaN 분말에 간단하게 부가될 수 있다. 과잉의 N_2 가스가 방출되는 것을 방지하고 GaN 분말을 암밀(consolidation)하는 것은, 문헌[Karpinski, et al. [J. Cyrst. Growth, 66, 1(1984)]에 보고된 바대로, 비금속 용기에 GaN 분말을 엔클로징하고 용기를 GaN 위의 N_2 의 평형 증기압보다 높은 수준으로 가압함으로써 달성된다.
- <18> GaN 분말 공급물의 부분 분해에 의해 형성된 금속 Ga는 실질적으로 모든 금속과 합금화된다. 따라서 엔클로저

는 비금속으로 제조된다. 적당한 엔클로저 재료는 하나 이상의 Pyrex(등록상표) 브랜드 유리, Vycor(등록상표) 브랜드 유리, 실리카, 질화붕소, 산화마그네슘, 산화칼슘, 산화알루미늄, 산화지르코늄 및 산화니트륨을 포함한다.

<19> GaN의 분해는 약 900°C 미만에서는 무시할 정도이다. 따라서, 약 900°C 초과의 온도에서 압밀과 소결이 실시되어야 한다. 외부 압력은 열간 등방향 프레스(hot isostatic press; "HIP"라 함)에 적용될 수 있다. 하이핑(HIPing)은 열간 등방향 프레싱(hot isostatic pressing)을 나타낸다. 샘플을 밀봉된 용기에 위치시키고 압력 및 온도를 적용시킨다. 전형적인 HIP 장치에서의 최대 압력은 약 2Kbar 이지만 특수한 장치에서의 최대 압력은 5 또는 10Kbar 정도로 높을 수 있다. 또한, 외부 압력이 적절한 툴링(tooling)에 설치된 유압 프레스(hydraulic press), 예를 들어 피스톤 원통 프레스, 벨트형 프레스, 다중 앤빌 프레스(multi-anvil press) 또는 환형 프레스(toroid-type press)에 적용될 수 있다. 벨트형 또는 다이형의 통상적인 고압/고온(HP/HT) 장치는 예를 들어 미국특허 제2,941,241호; 제2,941,248호; 제2,947,617호; 제3,609,818호; 제3,767,371호; 제4,289,503호; 제4,409,193호; 제4,673,414호; 제4,810,479호; 및 제4,954,139호 및 프랑스특허 제2,597,087호에 기술되어 있다. 피스톤 실린더 프레스는 예를 들어 문헌[F. R. Boyd and J. L. England, J. Geophys. Res. 65, 741(1960)] 및 미국특허 제4,197,066호에 개시되어 있다. 다중 앤빌 프레스는 예를 들어 미국특허 제2,918,699호, 제2,947,034호, 및 문헌[M. Wakatsuki, Jpn. J. Appl. Physics 10, 357(1991)]에 기술되어 있다. 환형 프레스는 예를 들어 문헌[E. S. Itskevich, Instrum. Exper. Techniques 42, 6(1999)]에 기술되어 있다.

<20> 하이핑 방법에 의해 다결정질 GaN을 생산하는 경우 GaN 공급물 분말은 임의적으로 냉간 밀집되며(cold-compacted), 비금속 용기(예: Vycor(등록상표) 유리)에 배치되고, 압력이 약 20,000psi(1.4Kbar) 보다 높고 온도가 약 1150 내지 1300°C 범위인 등방향 프레스(isostatic press)에 배치된다. 프레싱 시간은 약 2분 내지 24시간의 범위이다. 이후, 온도를 강하시킨 다음 가압한다. 다결정질 GaN 생성물의 회수는 예를 들어 용기를 연마하여 없애는 것(grinding off)을 포함한다.

<21> 유압 프레스 방법에 의해 다결정질 GaN을 생산하는 경우 GaN 공급물 분말은 바람직하게는 압력수송매질로서도 기능하고 프레스 안에 위치되는 용기 내에서 하우징된다. 또한, 압력은 약 5 내지 80Kbar로 증가하며 온도는 약 1200 내지 1800°C로 된다. 프레싱 시간은 약 2분 내지 8시간의 범위이다. 이후, 온도를 강하시키고 가압한다. 다결정질 GaN 생성물의 회수는 예를 들어 용기/압력수송매질을 없애는 것을 포함한다.

<22> 다결정질 GaN 생성물은 약 0.2mm 내지 약 1m 범위의 최소 치수(두께) 및 약 1mm 내지 약 1m 범위의 최소 치수(직경)을 가질 수 있다. 다결정질 GaN 생성물의 겉보기 밀도는 약 5.5 내지 약 6.1g/cm³(이론적 밀도는 6.1g/cm³)이다. 다결정질 GaN 생성물은 약 1GPa 초과의 비커스 경도를 갖게 된다. 다결정질 GaN 생성물의 생성물 형상은 넓고 얇은 원판형에서 고형의 실린더 내지 평행육면체의 형상을 가질 수 있다. 다결정질 GaN의 모든 표면은 예를 들어 약 100μm 미만, 바람직하게는 약 20μm 미만의 제곱평균제곱근 조도(root-mean-square roughness)를 가져서 실질적으로 평활하다. 다결정질 GaN 중의 결정립들은 CVD 성장 필름에서와 같이 원주상이라기 보다는 약 0.01μm 내지 약 50μm의 평균크기를 갖도록 등축화되어 있다. 다결정질 GaN 생성물은 또한 그것들의 내균열성 및 내용해성으로 입증되듯이 경질이고 강성이다.

<23> 본 발명은 바람직한 양태들을 참조로 하여 기술되었지만, 당해 기술분야의 숙련가들이라면 여기에 다양한 변화가 행해질 수 있고 본 발명의 양태의 구성요소들이 본 발명의 범주를 벗어남이 없이 등가물로 대체될 수 있음을 이해할 수 있을 것이다. 또한, 특정한 상황 또는 재료에 순응시키기 위해 발명의 본질적인 범주를 벗어남이 없이 본 발명의 교시에 다수의 변형이 실행될 수 있다. 따라서, 본 발명이 발명을 실시하기 위한 최선의 방식으로서 개시된 특정한 양태로서 한정되어서는 아니 되며, 본 발명이 첨부된 청구의 범위의 범주에 속하는 모든 양태들을 포괄하는 것으로 이해되어야 한다. 별도의 언급이 없는 한 본원에서의 모든 단위는 미터법에 따른 단위이며 모든 양 및 비율은 중량기준이다. 또한 본원에서 인용되는 모든 문헌은 참고적으로 특별히 언급되었다.

실시 예

<24> 실시예 1

<25> 시판 GaN 분말(0.3g)을 필 형태로 압축시킨 다음, Vycor(등록상표) 브랜드 유리의 단일 말단화된 튜브에 위치시켰다. 튜브를 배기시키고 개방 말단을 토치 용접(torch welding)으로 밀봉시켰다. 밀봉된 튜브를 시판 열간 등방향 프레스 안쪽에 위치시키고 5°C/min의 가열속도로 1150°C로 가열시켰으며, 이때 압력은 30,000psi(2Kba

r)로 상승하였다. 이어서, 온도를 10°C/min의 속도로 강하시켰으며 압력을 대기압으로 감소시켰다. Vycor(등록상표) 튜브에서 밀봉된 GaN 필은 도 1에서 하이핑 전후에 나타내었다.

<26> 소결된 다결정질 GaN 부분은 2.3GPa의 측정된 비커스 경도를 갖는 고형 및 경질로 되었다. 하이핑된 GaN 부분의 미세구조가 도 2에서 도시되었다. 직경 약 10-20 μm 의 다수의 결정립들이 직경 약 1 μm 이하의 다수의 결정립들과 함께 관측된다.

<27> 실시예 2

<28> 시판 GaN 분말(0.85g)을 0.440"(11.2mm)의 직경 및 0.615"(4.2mm)의 두께를 가지며 2.07g/cm³의 밀도를 갖는 것으로 측정된 원통형 필의 형태로 압축시켰다. 필을 육방정계 질화붕소(hBN)으로 제조된 용기의 안쪽에 위치시키고 그 전체적인 어셈블리(assembly)를 벨트형 장치의 고압/고온(HP/HTO) 셀에 위치시켰다. hBN은 압력수송매질로서 작용하며 GaN 필의 오염을 방지한다.

<29> 셀 압력을 점차적으로 3분 20초 이내에 58Kbar로 상승시킨 다음, 전력을 공급하여 셀을 가열시켰다. 전력을 25분동안 정상상태(steady state)로 유지시켜서 1500°C에서 15분동안 GaN 필을 소결시켰다. 전력을 1.5분 이내에 0으로 감소시킴으로써 소결된 GaN 필을 냉각시켰다. 또다른 4분동안 압력을 정상상태로 유지시키고 압력을 3분 20초 이내에 영점(ni1)으로 강하시켰다. 셀로부터 소결된 GaN 밀집체를 회수하였다. 이러한 밀집체는 5.9g/cm³의 밀도(침지법으로 측정한 밀도)를 가졌다. GaN의 이론적 밀도는 6.1g/cm³이었다. 따라서, HP/HT 소결에 의해 제조된 밀집체는 12.8GPa의 비커스 경도를 보유하였으며, 이것은 단결정 GaN의 c 평면에서의 경도와 본질적으로 동일한 것이다[참조: Drory, et al., Appl. Phys. Lett., 69, 404491996)]. 소결된 다결정질 GaN 부분의 미세구조가 표 3에 도시되어 있다. GaN은 등축화되었으며 실질적으로 모든 결정립의 직경은 약 1 내지 3 μm 이다. 소결된 GaN 부분의 자유 표면이 도 4에 도시되어 있다. 직경 1 내지 3 μm 의 수많은 결정립들이, 다소 큰 평활한 특징부(아마도 소결도중 용기에 대해 형성된 결정립들)와 함께 명확하게 나타났다. 표면조도의 제곱평균제곱근은 약 5 내지 20 μm 인 것으로 보인다.

<30> 실시예 3(종래기술)

<31> 다결정질 GaN을 서스케이비지(Suscavage) 등의 교시에 따라 형성하였다. 1.0g의 Ga 금속을 알루미나 보트(alumina boat) 속에 위치시키고 알루미나 플레이트로 부분적으로 피복시켰다. 또한, 2.0g의 NH₄Cl을 한 말단 근처의 관형로에 위치시켰다. 하우스 진공을 사용하여 챔버를 배기시킨 다음, 아르곤으로 재충전시켰다. 이를 단계를 1회 이상 반복하였다. 이어서, 챔버를 1SCFH의 속도에서 아르곤 유동 및 0.5SCFH에서 NH₃ 유동하에 놓았다. 10분 경과후 노의 온도가 800°C로 상승하였다. 그 온도에 이른후 NH₄Cl을 함유하는 알루미나 도가니를 제 2 가열기를 이용하여 250°C까지 가열시켰다. 시스템을 상기 조건하에서 4시간동안 유지시킨 다음, 가열기의 전원을 껐다. 이러한 수행의 결과로 다결정질 GaN의 필름이 알루미나 도가니 및 뚜껑으로부터 제거되었다. 필름의 미세구조가 도 5에 도시되어 있다. 필름은 소결에 의해 형성된 다결정질 GaN과는 대조적으로 원주형 미세구조 및 거친 표면을 가지며, 100 μm 보다 큰 다수의 결정립이 존재하였다.

도면의 간단한 설명

<10> 본 발명의 성질 및 이점을 더욱 완벽하게 이해하기 위해서는 첨부되는 도면과 관련하여 기술된 하기 상세한 설명을 참조해야 한다.

<11> 도 1은 밀봉된 Vycor(등록상표) 유리 앰풀에서의 냉간 압축된 GaN 필(좌측)과 납작해진 Vycor(등록상표) 유리 엔클로저(enclosure)에서의 하이프된(HIPed) GaN 부분(우측)를 나타낸 사진이다.

<12> 도 2는 본 발명에 따라 하이핑(HIPing)시킴으로써 생산된 소결된 다결정질 GaN의 미세구조체(파열부)를 나타낸 주사전자현미경사진(5,000×확대)이다.

<13> 도 3은 본 발명에 따라 1500°C 및 58Kbar에서 소결시킴으로써 생산된 소결된 다결정질 GaN의 미세구조체(파열부)를 나타낸 주사전자현미경사진(5,000×확대)이다.

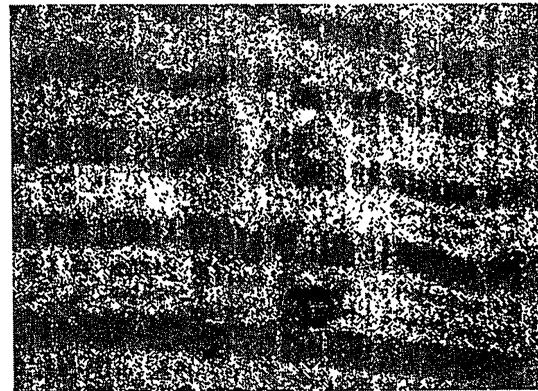
<14> 도 4는 본 발명에 따라 1500°C 및 58Kbar에서 소결시킴으로써 생산된 소결된 다결정질 GaN의 표면을 나타낸 주사전자현미경사진(5,000×확대)이다.

<15> 도 5는 종래기술의 CVD 방법에 의해 생산된 다결정질 GaN의 미세구조체를 나타낸 주사전자현미경사진(282×확대)이다.

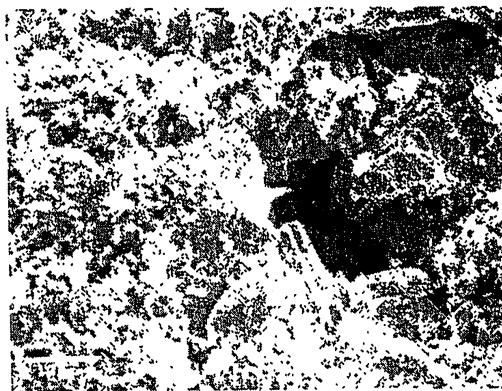
<16> 도 1 및 2는 실시예 1에 상응하고, 도 3 및 4는 실시예 2에 상응하며, 도 5는 실시예 3에 상응한다. 이들 도면은 실시예와 관련하여 상세하게 기술될 것이다.

도면

도면1



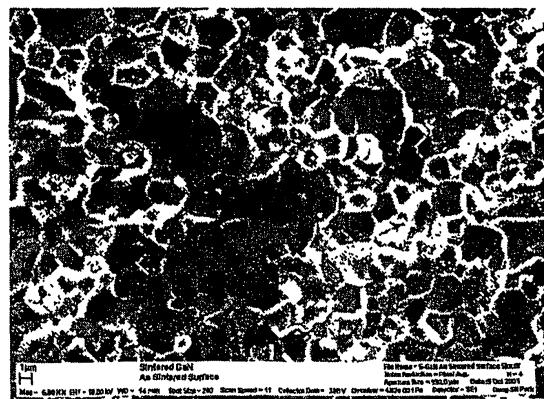
도면2



도면3



도면4



도면5

