

(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
2016年3月24日(24.03.2016)



(10) 国際公開番号

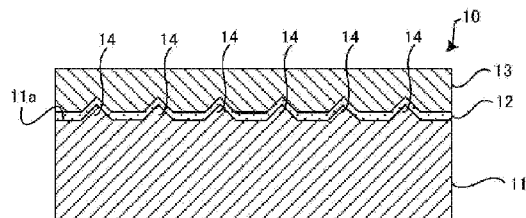
WO 2016/042891 A1

- (51) 国際特許分類:
C30B 29/38 (2006.01) H01L 33/22 (2010.01)
C23C 16/34 (2006.01) H01L 33/32 (2010.01)
H01L 21/205 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/069589
- (22) 国際出願日: 2015年7月8日(08.07.2015)
- (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 2014-188710 2014年9月17日(17.09.2014) JP
- (71) 出願人: 住友化学株式会社(SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒1048260 東京都中央区新川二丁目27番1号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 藤倉 序章(FUJIKURA Hajime); 〒3191418 茨城県日立市砂沢町880番地 株式会社サイオクス内 Ibaraki (JP).
- (74) 代理人: 福岡 昌浩(FUKUOKA Masahiro); 〒1020072 東京都千代田区飯田橋四丁目6番1号 21東和ビル3F 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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, KE, KG, KN, KP, KR, 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))

(54) Title: NITRIDE SEMICONDUCTOR TEMPLATE MANUFACTURING METHOD

(54) 発明の名称: 窒化物半導体テンプレートの製造方法

【図1】



(57) Abstract: This nitride semiconductor template manufacturing method involves: a step for growing a buffer layer on a sapphire substrate which has a lattice arrangement of conical or pyramidal protrusions formed on the surface thereof, the thickness of the buffer layer being 10-330nm and less than or equal to the protrusion top width; and a step for growing a nitride semiconductor layer on the buffer layer.

(57) 要約: 円錐状又は角錐状の凸部が表面に格子状に配置されて形成されたサファイア基板上に、前記凸部の頂上幅以下で且つ10nm以上330nm以下の厚さにバッファ層を成長させて形成する工程と、前記バッファ層上に窒化物半導体層を成長させて形成する工程と、を有する。

WO 2016/042891 A1

明 細 書

発明の名称：窒化物半導体テンプレートの製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、窒化物半導体テンプレートの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 例えば発光ダイオード（LED）等の窒化物半導体発光素子（以下、単に「発光素子」とも言う。）は、窒化物半導体テンプレート上に、発光素子構造として、例えば窒化ガリウム（GaN）等からなるn型半導体層、発光層、p型半導体層を順次成長させて形成されている。窒化物半導体テンプレートは、例えばサファイア基板上に、バッファ層、窒化物半導体層を順次成長させることで形成されている。このような発光素子では、発光層で生じた光をどれだけ効率よく取り出せるかが重要な課題となっている。すなわち、発光素子の光取り出し効率（発光出力）を向上させることが重要となっている。

[0003] そこで、発光素子の光取り出し効率を向上させるため、基板の上面に、円錐状や多角形錐状等の凸部を形成する凹凸加工を施したPSS基板（Patterned Sapphire Substrate）が提案されている（例えば特許文献1参照）。そして、PSS基板上に所定厚さのバッファ層を成長させて形成し、バッファ層上にGaN層等の窒化物半導体層を表面が平坦になるまで成長させて形成することで、窒化物半導体テンプレートが形成されている。このような凹凸加工が施されたPSS基板が用いられた窒化物半導体テンプレート上に、発光層等を成長させて形成された発光素子は、発光素子の内部への光の閉じ込めを低減でき、発光素子の光取り出し効率を向上させることができる。

[0004] また、窒化物半導体テンプレートの基板として、このような凹凸加工が施されたPSS基板が用いられると、基板上に例えばGaN層等の窒化物半導体層を成長させる際、窒化物半導体層の成長の初期段階において、窒化物半

導体層の島状成長が促進されることで、窒化物半導体層の結晶中での転位同士の会合を増加させることができ、転位の消滅を増加させることができる。従って、凹凸加工が施されていない平坦なサファイア基板（以下では、平坦基板とも言う。）を用いた場合と比較して、結晶中の転位が少ない窒化物半導体層を形成することができる。すなわち、凹凸加工が施されたサファイア基板が用いられると、窒化物半導体層の結晶性を向上させることができる。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：特開2002-280611号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0006] しかしながら、窒化物半導体テンプレートの基板として凹凸加工が施されたサファイア基板が用いられると、平坦基板が用いられた場合と比べて、デバイス動作の障害となる表面ピットが発生しやすくなる場合があった。

[0007] すなわち、サファイア基板の円錐状等の凸部の頂上付近では、凸部の他の箇所と比べて曲率半径が小さい。このため、凸部の頂上や頂上付近には、多数の原子ステップが存在する。凸部が形成された基板上にバッファ層を成長させる際、バッファ層の成長の初期段階においては、基板の凸部の頂上や頂上付近に成長されたバッファ層に多数の原子ステップが残留する。このため、バッファ層の成長が進んでバッファ層の表面が平滑になる（原子ステップがない結晶面となる）までは、凸部の頂上や頂上付近でのバッファ層の成長速度が、他の箇所よりも速くなる傾向にある。従って、バッファ層の成長が進んでバッファ層が厚くなるにつれて、例えば図6に示すように、バッファ層61は、サファイア基板の凸部62の頂上で尖ったような形状に形成されてしまう場合があった。バッファ層61が凸部62の頂上で尖ったような形状に形成されると、凸部62の頂上付近では、表面エネルギーが増大し、バッファ層61の成長条件に変調がきたされる。このため、凸部62の頂上付近

では、バッファ層 61 に極性の反転したインバージョンドメイン (ID: Inversion Domain) 63 が発生し易くなる。バッファ層 61 に ID 63 が存在すると、バッファ層 61 上に窒化物半導体層 64 が成長された場合、バッファ層 61 の ID 63 上に成長された窒化物半導体層 64 にも ID 65 が発生する。N 極性の ID 65 の成長速度は、ID のない III 族極性 (Ga 極性など) の窒化物半導体層 64 の成長速度よりも遅く、ID 65 上方にピット 67 が発生する。従って、窒化物半導体層 64 を厚く成長させても、窒化物半導体層 64 の表面上、すなわち窒化物半導体テンプレート 66 の表面上に、ピット 67 が残留してしまう。

[0008] そこで、本発明は、上記課題を解決し、表面ピットの発生を抑制できる窒化物半導体テンプレートの製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0009] 上記課題を解決するために、本発明は次のように構成されている。

本発明の第 1 の態様によれば、円錐状又は角錐状の凸部が表面に格子状に配置されて形成されたサファイア基板上に、前記凸部の頂上幅以下で且つ 10 nm 以上 330 nm 以下の厚さにバッファ層を成長させて形成する工程と、前記バッファ層上に窒化物半導体層を成長させて形成する工程と、を有する窒化物半導体テンプレートの製造方法が提供される。

[0010] 本発明の第 2 の態様によれば、前記バッファ層を形成する工程では、前記バッファ層として、Ga₂N 層又は AlN 層を 600℃ 以下の温度で成長させる第 1 の態様の窒化物半導体テンプレートの製造方法が提供される。

[0011] 本発明の第 3 の態様によれば、前記バッファ層を形成する工程では、前記バッファ層として、AlN 層を 1000℃ 以上の温度で成長させる第 1 の態様の窒化物半導体テンプレートの製造方法が提供される。

[0012] 本発明の第 4 の態様によれば、前記窒化物半導体層を形成する工程では、前記窒化物半導体層として、Ga₂N 層、AlGa₂N 層、InAlGa₂N 層のいずれかを成長させて形成する第 1 ないし第 3 の態様のいずれかの窒化物半導体テンプレートの製造方法が提供される。

[0013] 本発明の第5の態様によれば、前記バッファ層及び前記窒化物半導体層は、HVPE法又はMOVPE法によって成長される第1ないし第4の態様のいずれかの窒化物半導体テンプレートの製造方法が提供される。

発明の効果

[0014] 本発明にかかる窒化物半導体テンプレートの製造方法によれば、表面ピットの発生を抑制できる。

図面の簡単な説明

[0015] [図1]本発明の一実施形態に係る窒化物半導体テンプレートの断面概略図である。

[図2]本発明の一実施形態に係るサファイア基板上に形成された凸部の頂上幅の算出方法を示す概略図である。

[図3]本発明の一実施形態に係るサファイア基板上に形成された凸部の形状をAFM測定により測定する様子を示す概略図である。

[図4]本発明の一実施形態で好適に用いられるハイドライド気相成長装置の概略構成図である。

[図5]本発明の一実施形態に係る発光素子の断面概略図である。

[図6]従来の窒化物半導体テンプレートの一部を拡大して示す断面概略図である。

[図7]従来のAFM測定による凸部の形状の測定方法を示す概略図である。

発明を実施するための形態

[0016] 以下に、本発明の一実施形態にかかる窒化物半導体テンプレート及びこの窒化物半導体テンプレートを用いた半導体発光素子について説明する。

[0017] (1) 窒化物半導体テンプレート

まず、本実施形態にかかる窒化物半導体テンプレートについて、主に図1及び図2を参照しながら説明する。

[0018] 図1に示すように、本実施形態にかかる窒化物半導体テンプレート10は、サファイア基板11上に、バッファ層12と、窒化物半導体層13とを順次成長させて構成されている。

- [0019] サファイア基板 11 は、窒化物半導体を成長させる成長面となる、その表面（主面）11a には、図1及び図2に示すように、円錐状又は角錐状（三角錐状、四角錐状、六角錐状など）の凸部14が形成されている。凸部14は、サファイア基板11の表面11aに格子状（三角格子状、正方格子状など）に配置されて形成されている。サファイア基板11の表面11aは、C面とするのが好ましい。凸部14は、例えば、平坦なサファイア基板の表面にフォトリソグラフィ及びドライエッチングにより形成される。
- [0020] 凸部14は、図2に示すように、表面11aから凸部14頂上までの高さ h を $0.3\mu\text{m}$ 以上 $3\mu\text{m}$ 以下、凸部14底部の幅 D を $0.3\mu\text{m}$ 以上 $4\mu\text{m}$ 以下、隣接する凸部14の底部間の距離 S を $0.1\mu\text{m}$ 以上 $2\mu\text{m}$ 以下、隣接する凸部14、14間のピッチ P を $0.4\mu\text{m}$ 以上 $6\mu\text{m}$ 以下とするのが好ましい。また、円錐状又は角錐状の凸部14の頂上幅 w は $0.01\mu\text{m}$ 以上 $0.33\mu\text{m}$ 以下とするのが好ましい。
- [0021] 凸部14が形成されたサファイア基板11として、市販のPSS基板（Patterned Sapphire Substrate）を用いてもよい。また、サファイア基板11は、上面視にて略円形の円形基板でも、あるいは矩形基板などでもよい。
- [0022] このように円錐状又は角錐状の凸部14が格子状に形成されたサファイア基板11を用いることにより、サファイア基板11上に窒化物半導体層13を成長させる際に、窒化物半導体層13の島状成長を促進でき、窒化物半導体層13の結晶中での転位同士の会合による消滅を増加させることができ、窒化物半導体層13の低転位化が図れる。また、窒化物半導体テンプレート10を用いて青色発光ダイオード（青色LED）等の発光素子が形成された場合、発光素子の光取り出し効率を向上させることができる。
- [0023] 凸部14が設けられたサファイア基板11上には、バッファ層12として、例えば窒化ガリウム（GaN）層、窒化アルミニウム（AlN）層等が例えば 600°C 以下の低温の成長温度で成長されて形成されている。バッファ層12は、例えば 1000°C 以上の高温の成長温度で成長させたAlN層等

であってもよい。

[0024] バッファ層 1 2 は、凸部 1 4 の頂上幅 w 以下で、且つ 10 nm 以上 330 nm 以下の厚さに形成されている。凸部 1 4 の頂上幅 w は、凸部 1 4 の頂部の曲率半径に関連・関係した長さであり、凸部 1 4 の頂部の上方に次第に成長していくバッファ層 1 2 の形状を規定するものである。バッファ層 1 2 の厚さとしては、凸部 1 4 の頂部の上方におけるバッファ層 1 2 の厚さ、あるいは凸部 1 4 が形成されていないサファイア基板 1 1 の表面 1 1 a 上におけるバッファ層 1 2 の厚さとするのがよい。

[0025] また、上記箇所などの実際のバッファ層 1 2 の厚さの測定・管理が難しい場合には、次に示す簡易な方法で、バッファ層 1 2 の厚さの形成・管理を行うようにしてもよい。すなわち、凸部 1 4 が形成されていない平坦なサファイア基板（以下では、「平坦基板」とも言う。）上に形成したバッファ層（以下では、「平坦バッファ層」とも言う。）の厚さが、凸部 1 4 の頂上幅 w 以下で、 10 nm 以上 330 nm 以下となる成長条件（例えば所定のガスの供給流量及び成長時間等）を求め、この成長条件と同一の成長条件で本実施形態の凸部 1 4 が形成されたサファイア基板 1 1 上にバッファ層 1 2 を成長させて形成する。この場合、平坦なサファイア基板上に成長する平坦バッファ層と、凸部 1 4 が形成されたサファイア基板 1 1 上に成長するバッファ層 1 2 との成長速度の違いを考慮して、上記成長条件を調整するようにしてもよい。

[0026] バッファ層 1 2 を上記の厚さとすることにより、窒化物半導体層 1 3 の表面ピットの発生を抑制でき、結晶性を向上させることができる。すなわち、バッファ層 1 2 の厚さを凸部 1 4 の頂上幅 w 以下とすることにより、あるいは平坦バッファ層の厚さが凸部 1 4 の頂上幅 w 以下となるような成長条件の下で、バッファ層 1 2 が成長されて形成されることにより、バッファ層 1 2 が、凸部 1 4 の頂上部で他の箇所よりも厚く形成され、バッファ層 1 2 が凸部 1 4 の頂上部で尖ったような形状に形成されてしまうことを抑制できる。これにより、凸部 1 4 の頂上や頂上付近に位置する箇所で、バッファ層 1 2

にインバージョンドメイン（ID）が発生することを抑制できる。従って、凸部14の頂上や頂上付近の上方の窒化物半導体層13にIDが発生することを抑制できる。その結果、デバイス動作の障害となる窒化物半導体テンプレート10の表面、すなわち窒化物半導体層13の表面にピットが発生することを抑制できる。

[0027] バッファ層12が、10nm未満の厚さに形成され、あるいは平坦バッファ層の厚さが10nm未満となるような成長条件の下で成長されて形成されると、バッファ層12によるサファイア基板11表面の被覆率が低くなるため、表面ピットの発生を抑制する効果が見られなくなる。一方、バッファ層12の厚さが凸部14の頂上幅 w 以下であっても、バッファ層12が330nmを超える厚さに形成され、あるいは平坦バッファ層の厚さが330nmを超えるような成長条件の下で成長されて形成されると、バッファ層12自体の結晶品質が低下するため、バッファ層12のIDの発生を抑制できず、窒化物半導体テンプレート10の表面ピットの発生を抑制できない。従って、バッファ層12の厚さは、10nm以上330nm以下の厚さとする。

[0028] ここで、凸部14の頂上幅 w は、次のように定義した。すなわち、図2に示すように、測定されたサファイア基板11表面の凸部14の外形線（凸部14の頂点を含む縦断面の輪郭線）16における凸部14の高さ h の半分の位置（ $h/2$ ）の点での2つの接線 L_1 、 L_2 （接線 L_1 、 L_2 は点 T_3 で交わる）と、凸部14の外形線16の頂点 T_0 と接し、サファイア基板11の凸部14が形成されていない表面11aと平行である平行線 L_3 とにより形成される三角形 $T_1T_2T_3$ の底辺 T_1T_2 の長さを凸部14の頂上幅 w と定義した。

[0029] 図3に示すように、凸部14の外形線16の測定は、原子間力顕微鏡（AFM）により、先鋭化した探針15を用い、探針15を凸部14に沿って移動させることで行われる。凸部14の形状（外形線16）の測定は、例えば、一の凸部14上の複数箇所で探針15の先端の位置情報を読み取り、各情報をそれぞれプロットして行う。凸部14の外形線16の測定には、探針15として、例えば、エッチングにより先端の曲率半径を10nm程度と先鋭

化したシリコン製等の探針や、直径が1 nm程度であるカーボンナノチューブにより形成された探針を用いるとよい。これにより、サファイア基板11上に形成された凸部14の曲率半径（凸部14の頂上幅w）が小さい場合であっても、凸部14の頂上部（先端）の外形を精密に測定できる。

[0030] これに対し、従来のAFM測定やSEM（走査型電子顕微鏡）測定では、nmレベルでの検出が困難な場合があるため、凸部14の頂上部の外形を精密に測定できない場合があった。例えばAFM測定では、探針の先端の曲率半径が通常数100 nmであることが多い。このため、図7に示すように、AFM測定では、例えば曲率半径が数100 nm程度かそれ以下である凸部14の頂上部を測定しようとする、図7に実線で示す実際の凸部14の外形よりも大きな、図7に一点鎖線で示すような探針15'の先端形状を反映した外形線16'が観察されてしまう。また、SEM測定では、そもそもサファイア基板11の凸部14の頂上を通る断面を得るのが困難である。

[0031] 図1に示すように、バッファ層12上には、所定厚さ（例えば4 μm）の窒化物半導体層13が成長されて形成されている。すなわち、窒化物半導体層13は、その表面が平坦になるまでバッファ層12上に成長されている。窒化物半導体層13として、例えば、窒化ガリウム（GaN）層、窒化ガリウムアルミニウム（AlGaN）層、窒化インジウムアルミニウムガリウム（InAlGaN）層等を成長させるとよい。

[0032] バッファ層12及び窒化物半導体層13は、気相成長法によってサファイア基板11上に成長されて形成されるとよい。気相成長法としては、例えば、ハイドライド気相成長（HVPE: Hydride Vapor Phase Epitaxy）法、有機金属気相成長（MOVPE: Metal-Organic Vapor Phase Epitaxy）法がある。あるいは、分子線エピタキシ（MBE: Molecular Beam Epitaxy）法を用いることができる。特に、HVPE法はサファイア基板11上に結晶を成長させる成長速度が速いため、HVPE法が用いられると、窒化物半導体テンプレート10の製造時間を短くすることができる。従っ

て、製造コストを低減できる。

[0033] ここで、サファイア基板 11 上にバッファ層 12 及び窒化物半導体層 13 を成長させて形成するハイドライド気相成長装置（HVPE 装置）30 について図 4 を用いて説明する。図 4 は、HVPE 装置 30 の概略構成図を示す。

[0034] 図 4 に示すように、HVPE 装置 30 は、例えば石英等により構成される反応炉 31 を備えている。反応炉 31 の外周には、反応炉 31 内を加熱する第 1 ヒータ 32 及び第 2 ヒータ 33 が設けられている。主に第 1 ヒータ 32 によって加熱される反応炉 31 内の領域は原料部 34 として機能し、主に第 2 ヒータ 33 によって加熱される反応炉 31 内の領域は成長部 35 として機能する。原料部 34 は、第 1 ヒータ 32 によって例えば 600℃～900℃に加熱され、後述する反応ガスとガリウム（Ga）又はアルミニウム（Al）とを反応させて原料ガスを生成する空間である。また、成長部 35 は、第 2 ヒータ 33 によって例えば 500℃～1200℃に加熱され、後述する第 1 の III 族原料ガス供給管 40 又は第 2 の III 族原料ガス供給管 41 から反応炉 31 内に供給される III 族原料ガスと、後述する V 族原料ガス供給管 39 から反応炉 31 内に供給される V 族原料ガスとを反応させ、サファイア基板 11 上に例えば窒化物半導体層 13 としての GaN 層を成長させる空間である。なお、第 2 ヒータ 33 による加熱温度が成長温度となる。

[0035] 反応炉 31 内の成長部 35 には、反応炉 31 内でサファイア基板 11 を支持する基板支持部としてのサセプタ 36 が設けられている。サファイア基板 11 は、成長面がガス供給口に対向するようにサセプタ 36 上に支持されている。サセプタ 36 は、例えばカーボンによって構成されており、表面が炭化シリコン（SiC）で覆われている。サセプタ 36 には、例えば高純度の石英で形成される回転軸 37 が設けられている。回転軸 37 が回転されることによって、サセプタ 36 と共にサファイア基板 11 が所定の速度（例えば 3 r/min～100 r/min）で回転するように構成されている。

[0036] 反応炉 31 には、ドーピングガス供給管 38、V 族原料ガス供給管 39、

第1のIII族原料ガス供給管40、第2のIII族原料ガス供給管41がそれぞれ設置されている。ドーピングガス供給管38、V族原料ガス供給管39、第1のIII族原料ガス供給管40、第2のIII族原料ガス供給管41はそれぞれ、例えば高純度の石英で形成されると共に、反応炉31へのガスの供給・停止を行う弁（図示せず）がそれぞれ設けられている。

[0037] ドーピングガス供給管38の上流側には、ドーピングガス供給源（図示せず）が接続されている。ドーピングガス供給管38からは、ドーピングガスとして、例えば窒素（ N_2 ）ガス、水素（ H_2 ）ガス、又は N_2 ガスと H_2 ガスとの混合ガス等によって所定濃度（例えば100ppm）に希釈されたジクロロシラン（ SiH_2Cl_2 ）ガスが反応炉31内の成長部35に供給される。Siドーピング原料ガスとしては、この他、例えば、 $SiHCl_3$ ガス、 SiH_3Cl ガス、 $SiCl_4$ ガスを用いてもよい。

[0038] なお、ドーピングを行わない場合、ドーピングガス供給管38からは、例えば H_2 ガスや、 N_2 ガス、又は H_2 ガスと N_2 ガスとの混合ガスを反応炉31内に供給してもよい。また、ドーピングガス供給管38からは、サファイア基板11に例えば窒化物半導体層13を成長させた後、反応炉31内に付着した付着物等の除去を行うクリーニングガスとして、例えば HCl ガスや、 H_2 ガス、 N_2 ガス等を反応炉31内に供給してもよい。

[0039] V族原料ガス供給管39の上流側には、V族原料ガス供給源（図示せず）が接続されている。V族原料ガス供給管39からは、V族原料ガスとして例えばアンモニア（ NH_3 ）ガス等が反応炉31内の成長部35に供給される。

[0040] V族原料ガス供給管39からは、例えばV族原料ガスと併行して、キャリアガスとしての例えば H_2 ガス、 N_2 ガス、あるいはこれらの混合ガスを供給してもよい。なお、V族原料ガス供給管39からは、キャリアガスのみを反応炉31内に供給してもよい。

[0041] 第1のIII族原料ガス供給管40の反応炉31内の原料部34には、Ga（融液）が貯留されるGaタンク42が設置されると共に、第1のIII族原料ガス供給管40の上流側には反応ガス供給源（図示せず）が接続されている。

G a タンク 4 2 は、例えば高純度の石英で形成されているとよい。第 1 の III 族原料ガス供給管 4 0 からは、まず、反応ガスとして例えば塩化水素 (H C l) ガスが G a タンク 4 2 内に供給される。反応ガスが G a タンク 4 2 内に供給されることで、III族原料ガスである G a C l ガスが生成される。そして、第 1 の III 族原料ガス供給管 4 0 から、反応炉 3 1 内の成長部 3 5 へ G a C l ガスが供給される。

[0042] なお、第 1 の III 族原料ガス供給管 4 0 からは、III族原料ガスと併行して、キャリアガスとしての例えば H₂ ガス、N₂ ガス、あるいはこれらの混合ガスを供給してもよい。

[0043] 第 2 の III 族原料ガス供給管 4 1 の反応炉 3 1 内の原料部 3 4 には、A l (固体) が収容される A l タンク 4 3 が設置されると共に、第 2 の III 族原料ガス供給管 4 1 の上流側には反応ガス供給源 (図示せず) が接続されている。A l タンク 4 3 は、例えば高純度の石英で形成されているとよい。第 2 の III 族原料ガス供給管 4 1 からは、まず、反応ガスとして例えば H C l ガスが A l タンク 4 3 内に供給される。反応ガスが A l タンク 4 3 内に供給されることで、III族原料ガスである A l C l ガスが生成される。そして、第 2 の III 族原料ガス供給管 4 1 から、反応炉 3 1 内の成長部 3 5 へ A l C l ガスが供給される。

[0044] なお、第 2 の III 族原料ガス供給管 4 1 からは、III族原料ガスと併行して、キャリアガスとしての例えば H₂ ガス、N₂ ガス、あるいはこれらの混合ガスを供給してもよい。

[0045] 反応炉 3 1 の成長部 3 5 の下流側には、排気管 4 4 が接続されている。排気管 4 4 は、反応炉 3 1 内のガスを反応炉 3 1 外へ排出するように構成されている。

[0046] このような H V P E 装置 3 0 を用いることで、サファイア基板 1 1 上にバッファ層 1 2 や窒化物半導体層 1 3 をハイドライド気相成長させて形成することができる。これにより、窒化物半導体の成長速度を上げることができる。

[0047] (2) 窒化物半導体テンプレートの製造方法

次に、本発明の一実施形態に係る上述の窒化物半導体テンプレート 10 の製造方法について説明する。なお、本実施形態では、例えば図 4 に示す H V P E 装置 30 を用いて窒化物半導体テンプレート 10 を製造する場合について説明する。

[0048] (凸部形成工程)

本実施形態に係る窒化物半導体テンプレート 10 の製造方法では、まず、例えば表面が平坦なサファイア基板 11 を準備する。そして、サファイア基板 11 に凹凸加工を施して、バッファ層 12 が成長されるサファイア基板 11 の成長面となる表面に所定の凸部 14 を格子状に配置させて形成する。

[0049] 凸部 14 は、例えば、フォトリソグラフィ及びドライエッチングにより形成される。すなわち、まず、サファイア基板 11 の表面にフォトレジストパターンを形成する。一例として、鏡面研磨された C 面サファイア基板の表面の全面に、フォトレジストを塗布した後、フォトリソグラフィによってパターン露光、現像を行い、表面上に円柱状のフォトレジストが格子状に配置されたフォトレジストパターンを形成する。次に、上記のフォトレジストパターンが形成されたサファイア基板 11 を、ホットプレートを用いてベークし、フォトレジストを加熱する。このベーク工程では、フォトレジスト中の余分な有機溶剤が蒸発すると共に、円柱状であったフォトレジストは、半球状のフォトレジストに変化する。次に、半球状のフォトレジストが形成されたサファイア基板 11 の表面をドライエッチングする。ドライエッチング工程は、一例として、プラズマエッチング装置を用い、プラズマエッチング装置の反応室内にサファイア基板 11 を設置し、反応室内に塩素を含む反応性ガスを供給し、反応室内に生成される反応性ガスプラズマを利用して、サファイア基板 11 の表面をドライエッチングする。このドライエッチングにより、サファイア基板 11 の表面には、円錐状の凸部 14 が格子状に配置して形成される。フォトリソグラフィ及びドライエッチングの条件、例えばエッチング時間を変えることで、サファイア基板 11 上に形成される凸部 14 の曲

率半径ないし頂上幅 w を変更することができる。

[0050] (凸部の頂上幅算出工程)

凸部形成工程が終了したら、凸部14の外形をAFM測定し、凸部14の外形の測定結果から凸部14の頂上幅 w を算出(測定)する。

[0051] すなわち、まず、図3に示すように、先端の曲率半径が小さい探針15を用い、少なくとも一の凸部14に沿って探針15を移動させる。そして、凸部14上の複数個所で探針15の位置情報を読み取ってプロットすることで、凸部14の頂上を含む断面の外形(外形線16)を測定する。探針15として、例えば、エッチングにより先端の曲率半径を10nm程度と先鋭化した探針や、直径が1nm程度であるカーボンナノチューブにより形成された探針を用いるとよい。これにより、サファイア基板11上に形成された凸部14の曲率半径が小さい場合であっても、凸部14の頂上部(先端)の形状を精密に測定できる。

[0052] 凸部14の外形(外形線16)を測定したら、図2に示すように、測定した外形(外形線16)から凸部14の高さ h を求める。そして、凸部14の高さ h の半分の位置($h/2$)を接点とする2本の接線 L_1 、 L_2 を求め、2本の接線 L_1 、 L_2 の交点 T_3 を求める。次いで、凸部14の外形線16の頂点 T_0 を検出し、頂点 T_0 と接し、サファイア基板11の凸部14が形成されていない表面11aと平行である平行線 L_3 を求める。そして、2本の接線 L_1 、 L_2 と平行線 L_3 とにより形成される三角形 $T_1T_2T_3$ の底辺 T_1T_2 の長さを求める。この底辺 T_1T_2 の長さを凸部14の頂上幅 w とする。

[0053] (基板搬入工程)

凸部の頂上幅算出工程が終了したら、凸部14を形成したサファイア基板11を反応炉31内に搬入し、サセプタ36上に載置する。

[0054] (バッファ層形成工程)

凸部14を形成したサファイア基板11の面上に、バッファ層12として、上述の凸部の頂上幅算出工程で算出した凸部14の頂上幅 w 以下で、10nm以上330nm以下である厚さのAlN層を成長させて形成する。この

とき、凸部14が形成されていない平坦なサファイア基板上に形成した場合の平坦バッファ層の厚さが凸部14の頂上幅 w 以下で、 10 nm 以上 330 nm 以下となるような成長条件で、バッファ層12を成長させて形成してもよい。

[0055] これにより、バッファ層12が、凸部14の頂上部で他の箇所よりも厚く形成され、バッファ層12が凸部14の頂上部で尖ったような形状に形成されることを抑制できる。従って、凸部14の頂上や頂上付近に位置する箇所の上方で、バッファ層12にインバージョンドメイン(ID)が発生することを抑制できる。これにより、凸部14の頂上や頂上付近の上方で、窒化物半導体層13にIDが発生することを抑制でき、その結果、窒化物半導体層13の表面、すなわち窒化物半導体テンプレート10の表面にピットが発生することを抑制できる。

[0056] すなわち、まず、第2ヒータ33によってサファイア基板11を所定の温度（例えば 600°C 以下、または 1000°C 以上）に加熱するとともに、第1ヒータ32によって反応炉31の原料部34を加熱する。サファイア基板11が所定の温度に達するとともに、反応炉31の原料部34が所定の温度に達したら、排気管44から排気しつつ、第2のIII族原料ガス供給管41内へ反応ガスであるHClガスの供給を開始し、A1タンク43内へHClガスを供給し、AlClガスの生成を開始する。そして、第2のIII族原料ガス供給管41から、AlClガスを反応炉31内に供給する。反応炉31内へのAlClガスの供給と併行して、V族原料ガス供給管39からV族原料ガスとして NH_3 ガスを反応炉31内に供給する。このとき、第2のIII族原料ガス供給管41、V族原料ガス供給管39に、キャリアガスとして例えば H_2 ガス、 N_2 ガスを流すとよい。そして、反応炉31内の成長部35でIII族原料ガスであるAlClガスと、V族原料ガスである NH_3 ガスとを反応させて、サファイア基板11上に所定の厚さのバッファ層12としてのAlN層を成長させて形成する。バッファ層12としてのAlN層の厚さが所定の厚さに達したら、反応炉31内へのAlClガス及び NH_3 ガスの供給を停止する。

。なお、第1ヒータ32及び第2ヒータ33による反応炉31内の加熱は継続したままとする。

[0057] (窒化物半導体層形成工程)

バッファ層形成工程が終了したら、バッファ層12としてのAlN層上に、窒化物半導体層13として所定の厚さ（例えば4 μ m以上50 μ m以下）のGaN層を成長させて形成する。

[0058] すなわち、排気管44から排気しつつ、第1のIII族原料ガス供給管40内へ反応ガスであるHClガスの供給を開始し、Gaタンク42内へHClガスを供給し、III族原料ガスであるGaClガスの生成を開始する。そして、第1のIII族原料ガス供給管40から、GaClガスを反応炉31内に供給する。反応炉31内へのGaClガスの供給と併行して、V族原料ガス供給管39からV族原料ガスとしてのNH₃ガスを反応炉31内に供給する。このとき、第1のIII族原料ガス供給管40、V族原料ガス供給管39に、キャリアガスとして例えばH₂ガス、N₂ガスを流すとよい。そして、反応炉31内の成長部35でIII族原料ガスであるGaClガスと、V族原料ガスであるNH₃ガスとを反応させて、サファイア基板11上に、窒化物半導体層13として、添加物を添加（ドーピング）しないアンドープ層である所定の厚さのGaN層を成長させて形成する。GaN層の厚さが所定の厚さに達したら、反応炉31内へのGaClガスの供給を停止する。

[0059] なお、反応炉31内へのGaClガスの供給及びNH₃ガスの供給と併行して、ドーピングガス供給管38から、ドーピングガスとして例えばSiH₂Cl₂ガスを窒素（N₂）ガス等で希釈したガスを供給してもよい。すなわち、反応炉31内の成長部35でIII族原料ガスであるGaClガスと、V族原料ガスであるNH₃ガスとを反応させつつ、不純物としてSiを添加（ドーピング）してもよい。この場合、窒化物半導体層13としてSiドーピングのn型GaN層が形成される。n型GaN層の厚さが所定の厚さに達したら、反応炉31内へのGaClガス及びドーピングガスの供給を停止する。

[0060] (ページ工程)

反応炉 31 内への GaCl ガスの供給を停止した後、第 1 の III 族原料ガス供給管 40、第 2 の III 族原料ガス供給管 41 の少なくともいずれかから、例えば N_2 ガス等の不活性ガスの供給を開始する。これにより、反応炉 31 内を N_2 ガスによりパージし、反応炉 31 内に残留している残留ガスや反応生成物を除去する。また、反応炉 31 内への不活性ガス及び NH_3 ガスの供給を継続したまま、第 1 ヒータ 32 及び第 2 ヒータ 33 による反応炉 31 内の加熱を停止し、反応炉 31 内及びサファイア基板 11 を降温させる。反応炉 31 内の温度が、サファイア基板 11 上に形成した GaN 層が再蒸発しない温度（例えば $500^{\circ}C$ 程度）まで降温したら、反応炉 31 内への不活性ガスの供給を継続したまま、 NH_3 ガスの供給を停止する。そして、反応炉 31 内が室温付近まで降温したら、反応炉 31 内への不活性ガスの供給を停止する。

[0061] （基板搬出工程）

パージ工程が終了したら、サセプタ 36 からサファイア基板 11 を取り外し、サファイア基板 11 を反応炉 31 外へ搬出して、本実施形態に係る窒化物半導体テンプレート 10 の製造工程を終了する。

[0062] （3）発光素子

次に、上述の窒化物半導体テンプレート 10 を用いた発光素子 50 について、主に図 5 を用いて説明する。図 5 は、本実施形態にかかる発光素子 50 の断面概略図である。

[0063] 図 5 に示すように、発光素子 50 は、窒化物半導体テンプレート 10 上に発光部を備えて構成されている。すなわち、発光素子 50 は、窒化物半導体テンプレート 10 上に、発光部として、n 型半導体層 51 と、発光層 52 と、p 型半導体層 53 とがこの順に順次成長されて形成されている。

[0064] n 型半導体層 51 として、例えば n 型 GaN 層が成長されて形成されている。n 型半導体層 51 は、所定の n 型不純物を所定濃度含んでいるとよい。n 型不純物としては、例えばシリコン (Si)、セレン (Se)、テルル (Te) 等を用いることができる。n 型半導体層 51 の厚さは、例えば $0.2\ \mu m$ 以上 $15\ \mu m$ 以下程度であるとよい。

[0065] 発光層52は、バリア層と井戸層とからなる多重量子井戸（MQW：Multiple Quantum Well）層で構成されているとよい。すなわち、発光層52は、例えばInGaN層を井戸層とし、この井戸層よりもバンドギャップの大きい例えばGaN層をバリア層とし、井戸層とバリア層とを1層ずつ交互に積層した多重量子井戸（MQW）構造を有するとよい。なお、発光層52は、単一量子井戸（SQW）構造としていてもよい。また、発光層52は、不純物の添加を行わないアンドープの化合物半導体で構成されているとよい。発光層52の厚さは、数100nm程度であるとよい。

[0066] p型半導体層53として、例えばp型AlGaIn層やp型GaN層が、発光層52上に成長されて形成されている。なお、p型半導体層53として、例えばp型AlGaIn層とp型GaN層とが、発光層52の側から順に成長されて形成されていてもよい。p型半導体層53は、それぞれ所定のp型不純物を所定濃度含む。p型不純物としては、例えばマグネシウム（Mg）、亜鉛（Zn）、炭素（C）等を用いることができる。p型半導体層53の厚さは、例えば200nm以上500nm以下であるとよい。

[0067] なお、n型半導体層51、発光層52、p型半導体層53の成長方法としては、種々の気相成長法を用いることができる。例えば、有機金属化合物気相成長法（MOVPE法）、分子線エピタキシ法（MBE法）、ハイドライド気相成長法（HVPE法）を用いることができる。この中でも、MOVPE法が用いられると、より結晶性の良いものが得られる。

[0068] p型半導体層53の表面上には、第1電極54が設けられている。第1電極54は、p型半導体層53側から順に、例えばニッケル（Ni）層、金（Au）層が積層されて構成されているとよい。

[0069] 第1電極54上には、電極パッド55が形成されている。電極パッド55は、第1電極54より小さく形成されている。電極パッド55は、第1電極54と略同一形状に形成されていてもよい。電極パッド55は、第1電極54側から順に、例えばチタン（Ti）層、Au層が積層されて構成されてい

るとよい。電極パッド55は、例えばワイヤボンディング用電極パッドとして構成されている。

[0070] 発光部には、窒化物半導体テンプレート10の表面、すなわち窒化物半導体層13を露出させる露出領域56が形成されている。露出領域56には、第2電極57が設けられている。第2電極57は、n型の窒化物半導体層13側から順に、例えばTi層、アルミニウム(Al)層が積層されて構成されているとよい。第2電極57は、例えばダイボンディング用電極として構成されている。

[0071] (4) 発光素子の製造方法

次に、本実施形態に係る発光素子の製造方法について説明する。

[0072] (発光部形成工程)

窒化物半導体テンプレート10上に、発光部を成長させて形成する。すなわち、まず、窒化物半導体層13の表面上に、n型半導体層51として例えばn型Ga_{0.5}N_{0.5}層を、次いでn型半導体層51上に、発光層52として、井戸層のInGa_{0.5}N_{0.5}層とバリア層のGa_{0.5}N_{0.5}層とから成るMQW層を、そして、発光層52上に、発光層52の側から、p型半導体層53として例えばp型AlGa_{0.5}N_{0.5}層とp型Ga_{0.5}N_{0.5}層とを順に、例えばMOVPE法により成長させて形成する。

[0073] (露出領域形成工程)

次に、窒化物半導体テンプレート10上に形成した発光部に、窒化物半導体テンプレート10(窒化物半導体層13)を露出させる露出領域56を形成する。すなわち、例えば、発光部の上面、すなわちp型半導体層53の上面の所定位置に、レジストパターンを形成する。続いて、レジストパターンをマスクとして、p型半導体層53、発光層52及びn型半導体層51をエッチング(例えばRIE(Reactive Ion Etching))により部分的に除去する。なお、p型半導体層53、発光層52及びn型半導体層51のエッチングは、同時に行ってもよく、別々に行ってもよい。これにより、発光部の所定位置に、窒化物半導体テンプレート10が露出され

た露出領域 56 が形成される。また、例えば図 5 に示すように、露出領域 56 は、p 型半導体層 53、発光層 52 及び n 型半導体層 51 に加えて、窒化物半導体テンプレート 10 が備える窒化物半導体層 13 の所定位置にもエッチングを行い、所定深さの凹部を設けてもよい。

[0074] (第 1 電極形成工程)

次に、p 型半導体層 53 の上面の一部に、第 1 電極 54 を形成する。具体的には、例えばフォトリソグラフィ法を用いて所定形状のレジストパターンを p 型半導体層 53 上に形成する。続いて、真空蒸着法やスパッタ法等により、例えば Ni、Au をこの順に蒸着した後、リフトオフ法によりレジストパターンを除去する。これにより、所定形状の第 1 電極 54 が p 型半導体層 53 の上面の一部に形成される。

[0075] 続いて、例えばフォトリソグラフィ法及び真空蒸着法やスパッタ法等を用いたリフトオフ法により、第 1 電極 54 上に、例えば Ti と Au とをこの順に蒸着して、電極パッド 55 を形成する。

[0076] (第 2 電極形成工程)

次に、露出領域 56 から露出する窒化物半導体テンプレート 10 (すなわち窒化物半導体層 13) 上の一部に、第 2 電極 57 を形成する。具体的には、例えばフォトリソグラフィ法を用いて所定形状のレジストパターンを露出領域 56 から露出する窒化物半導体層 13 上に形成する。続いて、真空蒸着法やスパッタ法等により、例えば Ti、Al をこの順に蒸着した後、リフトオフ法によりレジストパターンを除去する。これにより、所定形状の第 2 電極 56 が、露出領域 56 から露出する窒化物半導体層 13 上の一部に形成される。

[0077] その後、チップ化等を行うことにより、本実施形態に係る発光素子 50 が得られる。

[0078] (5) 本実施形態にかかる効果

本実施形態によれば、以下に示す 1 つまたは複数の効果を奏する。

[0079] 本実施形態によれば、窒化物半導体テンプレート 10 は、円錐状又は角錐

状の凸部 1 4 が表面に格子状に配置されて形成されたサファイア基板 1 1 と、バッファ層 1 2 と、窒化物半導体層 1 3 とを備えている。バッファ層 1 2 は、凸部 1 4 の頂上幅 w 以下で、且つ 10 nm 以上 330 nm 以下の厚さに形成されている。あるいは、バッファ層 1 2 は、平坦バッファ層の厚さが凸部 1 4 の頂上幅 w 以下となるような成長条件の下で成長されて形成されている。これにより、窒化物半導体テンプレート 1 0 の窒化物半導体層 1 3 の I D 及び表面ピットの発生を抑制できる。

[0080] バッファ層 1 2 が凸部 1 4 の頂上幅 w 以下の厚さに形成されている、あるいは平坦バッファ層の厚さが凸部 1 4 の頂上幅 w 以下の厚さとなるような成長条件の下でバッファ層 1 2 が成長されて形成されていると、バッファ層 1 2 が凸部 1 4 の頂上部で先が尖ったような形状に形成されることを回避できる。これにより、凸部 1 4 の頂上や頂上付近に位置する箇所の上方の窒化物半導体層 1 3 に I D が発生することを抑制でき、表面ピットの発生を抑制できる。

[0081] また、バッファ層 1 2 が 10 nm 以上 330 nm 以下の厚さに形成される、あるいはバッファ層 1 2 が平坦バッファ層の厚さが 10 nm 以上 330 nm 以下となるような成長条件の下で成長されて形成されることで、バッファ層 1 2 の被覆率の低下や結晶品質の低下を抑制でき、 I D や表面ピットの発生を抑制する効果が得られる。

[0082] (他の実施形態)

以上、本発明の一実施形態を具体的に説明したが、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。

[0083] 上述の実施形態では、HVPE 法によりサファイア基板 1 1 上にバッファ層 1 2 と窒化物半導体層 1 3 とを順次成長させて窒化物半導体テンプレート 1 0 を形成したが、これに限定されるものではない。この他、MOVPE 法によりサファイア基板 1 1 上にバッファ層 1 2 と窒化物半導体層 1 3 とを成長させてもよい。これにより、バッファ層 1 2、窒化物半導体層 1 3 の結晶

性をより向上させることができる。

実施例

[0084] 次に、本発明の実施例について説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

[0085] (試料の作製)

本実施例では、厚さが $900\mu\text{m}$ 、直径が 100mm (4インチ)の鏡面研磨されたC面サファイア基板の表面に、フォトリソグラフィ及びドライエッチングにより、円錐状の凸部14を三角格子状に配置させて形成した。フォトリソグラフィ及びドライエッチングの条件を変えることにより、凸部14の形状、大きさを調整した。また、特にドライエッチングのエッチング時間を変えることで、凸部14の頂上幅 w を調整し、凸部14の頂上幅 w が $5\text{nm}\sim 870\text{nm}$ の範囲の種々のサファイア基板11を作製した。

[0086] 次に、図4に示すHVPE装置30を用いて、種々の頂上幅 w を有する上記サファイア基板11上に、平坦バッファ層の厚さが $2\text{nm}\sim 600\text{nm}$ となるような成長条件で、AlNのバッファ層12を形成した。平坦バッファ層の厚さとは、凸部14が形成されていない平坦なサファイア基板に形成したバッファ層の厚さである。そして、AlNのバッファ層12上に所定厚さ($4\mu\text{m}$)のGaNの窒化物半導体層13を成長させて形成し、種々の窒化物半導体テンプレート10を作製した。

[0087] すなわち、まず、サセプタ36上にサファイア基板11を載置する。そして、回転軸37を回転させて、サセプタ36の回転を開始する。続いて、ドーピングガス供給管38、V族原料ガス供給管39、第1のIII族原料ガス供給管40、又は第2のIII族原料ガス供給管41のいずれかから、 3sl の水素(H_2)ガスと 7sl の窒素(N_2)ガスとの混合ガスを反応炉31内に供給しつつ、第1ヒータ32によって、反応炉31内の原料部34を約 850°C に加熱し、第2ヒータ33によって、サファイア基板11 (反応炉31内の成長部35)を約 1000°C に加熱し、10分間保持した。このとき、反応炉31内の圧力は常圧(1気圧)とした。

[0088] サファイア基板 11 の温度が所定の温度（例えば 1000℃）に達したら、第 2 の III 族原料ガス供給管 41 から、50 sccm の塩化水素（HCl）ガスを A1 タンク 43 内に供給し、III 族原料ガスである AlCl ガスを生成した。そして、AlCl ガスを反応炉 31 内に供給した。なお、第 2 の III 族原料ガス供給管 41 には、HCl ガスと共に、キャリアガスとして、2 slm の H₂ ガスと、1 slm の N₂ ガスとを流した。第 2 の III 族原料ガス供給管 41 から反応炉 31 内への AlCl ガスの供給と併行して、V 族原料ガス供給管 39 から、V 族原料ガスとして、50 sccm のアンモニア（NH₃）ガスを反応炉 31 内へ供給した。なお、V 族原料ガス供給管 39 には、NH₃ ガスと共に、キャリアガスとして、1 slm の H₂ ガスを流した。そして、反応炉 31 内の成長部 35 で III 族原料ガスである AlCl ガスと、V 族原料ガスである NH₃ ガスとを反応させて、サファイア基板 11 上に AlN 層を成長させる。なお、AlN 層の成長時間は、1 秒～300 秒とした。これにより、平坦バッファ層の厚さが 2 nm～600 nm となる成長条件で、サファイア基板 11 上に種々の厚さを有する AlN のバッファ層 12 を成長させて形成した。

[0089] 続いて、バッファ層 12 としての AlN 層上に、GaN の窒化物半導体層 13 を成長させて形成した。第 1 の III 族原料ガス供給管 40 から、50 sccm の HCl ガスを Ga タンク 42 内に供給し、III 族原料ガスである GaCl ガスを生成した。そして、GaCl ガスを反応炉 31 内に供給した。なお、第 1 の III 族原料ガス供給管 40 には、HCl ガスと共に、キャリアガスとして、2 slm の H₂ ガスと、1 slm の N₂ ガスを流した。第 1 の III 族原料ガス供給管 40 から反応炉 31 内への GaCl ガスの供給と併行して、V 族原料ガス供給管 39 から、V 族原料ガスとして、2 slm のアンモニア（NH₃）ガスを反応炉 31 内へ供給した。なお、V 族原料ガス供給管 39 には、NH₃ ガスと共に、キャリアガスとして、1 slm の H₂ ガスを流した。そして、反応炉 31 内の成長部 35 で III 族原料ガスである GaCl ガスと、V 族原料ガスである NH₃ ガスとを反応させて、AlN 層上に窒化物半導体層 13

として所定厚さ（ $4\ \mu\text{m}$ ）のGa₂N層を成長させた。なお、Ga₂N層の成長時間は6分間とした。

[0090] その後、第1ヒータ32及び第2ヒータ33による反応炉31内の加熱を停止する。そして、例えばV族原料ガス供給管39から、2slmのNH₃ガスと8slmのN₂ガスとを反応炉31内へ供給しつつ、サファイア基板11の温度を室温付近まで冷却して、種々の窒化物半導体テンプレート10を作製した。これを各種試料とした。

[0091] すなわち、表1に示すように、各種試料を、凸部14の頂上幅wと平坦バッファ層の厚さとを種々に変更して作製した。

[0092] （試料の評価）

これらの各種試料について、表面ピットが発生しているか否かを評価した。そして、任意の10mm四方の領域内で確認できたピットの数か0個である試料を「◎」、任意の10mm四方の領域内で確認できたピットの数か1～2個である試料を「○」、任意の10mm四方の領域内で確認できたピットの数か3個以上である試料を「×」とし、各試料の評価結果を表1に示す。

[0093] [表1]

		平坦バッファ層の厚さ(nm)														
		2	4	10	45	65	105	120	144	150	180	200	330	430	520	600
凸部の頂上幅 (nm)	5	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	10	×	×	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	45	×	×	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	72	×	×	○	◎	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	120	×	×	○	◎	◎	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×
	150	×	×	○	◎	◎	◎	◎	○	×	×	×	×	×	×	×
	168	×	×	○	○	◎	◎	◎	○	○	×	×	×	×	×	×
	211	×	×	○	○	◎	◎	◎	◎	◎	○	○	×	×	×	×
	346	×	×	○	○	○	○	○	○	◎	◎	◎	○	×	×	×
	520	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×
870	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	×	

[0094] 表1から、凸部14が形成されたサファイア基板11上に、平坦基板に形成する平坦バッファ層の厚さが凸部14の頂上幅w以下で、且つ10nm以上330nm以下の成長条件の下で、バッファ層12が成長されて形成され

た試料である窒化物半導体テンプレート 10 は、表面ピットの発生が抑制されていることを確認した。

[0095] また、上述のように作製した各種試料である窒化物半導体テンプレート 10 上に発光部を形成して、種々の LED を作製した。そして、種々の LED に 20 mA の電流を通电して LED の発光出力を測定して評価した。その結果、表面ピットの発生が抑制された窒化物半導体テンプレート、すなわち表 1 中の評価が「◎」及び「○」である窒化物半導体テンプレートを用いて作製した LED の発光出力は、MOVPE 法により形成した LED の発光出力と同程度であった。すなわち、HVPE 法によりサファイア基板 11 上にバッファ層 12 と窒化物半導体層 13 とを成長させて形成した窒化物半導体テンプレート 10 を用いて作製した LED であっても、MOVPE 法により作製した LED と同程度の発光出力を得られることを確認した。なお、MOVPE 法により作製した LED とは、MOVPE 法によりサファイア基板 11 上にバッファ層 12 と窒化物半導体層 13 とを成長させて形成した窒化物半導体テンプレート 10 を作製した後、連続して窒化物半導体テンプレート 10 上に発光部を形成して作製した LED である。これに対し、表面ピットが発生していた窒化物半導体テンプレート、すなわち表 1 中の評価が「×」である窒化物半導体テンプレートを用いて作製した LED の発光出力は、MOVPE 法により作製した LED の発光出力の半分以上となることを確認した。

[0096] また、HVPE 法により作製した窒化物半導体テンプレート 10 を用いて作製した各種 LED、及び MOVPE 法により作製した LED についてそれぞれ、発光出力の低下率を算出して評価した。すなわち、各種 LED 及び MOVPE 法により作製した LED についてそれぞれ、60 mA の電流を通电し、通电開始時の発光出力と、1000 時間通电した後の発光出力とを測定し、1000 時間通电後の発光出力の低下率を算出した。その結果、表 1 中の評価が「○」であった窒化物半導体テンプレート 10 を用いて作製した LED の発光出力の低下率は約 10 % であり、MOVPE 法により作製した L

ＥＤの発光出力の低下率と同程度であることを確認した。また、表１中の評価が「◎」であった窒化物半導体テンプレート１０を用いて作製したＬＥＤの発光出力の低下率は５％以下であり、ＭＯＶＰＥ法により作製したＬＥＤの発光出力の低下率よりも低いことを確認した。

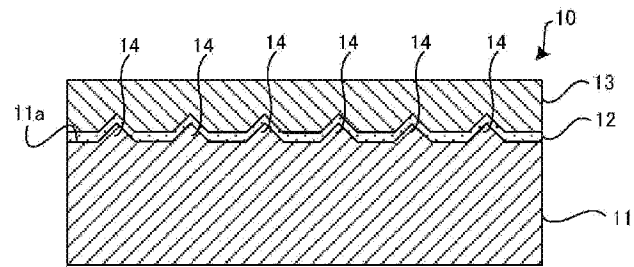
符号の説明

[0097]	１０	窒化物半導体テンプレート
	１１	サファイア基板
	１１ａ	サファイア基板の表面
	１３	窒化物半導体層
	１４	凸部
	w	凸部の頂上幅

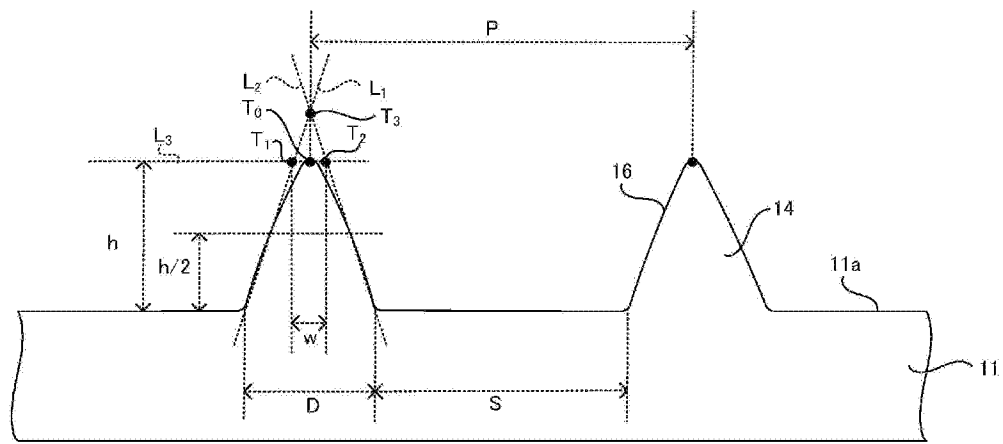
請求の範囲

- [請求項1] 円錐状又は角錐状の凸部が表面に格子状に配置されて形成されたサファイア基板上に、前記凸部の頂上幅以下で且つ10nm以上330nm以下の厚さにバッファ層を成長させて形成する工程と、
前記バッファ層上に窒化物半導体層を成長させて形成する工程と、
を有する
ことを特徴とする窒化物半導体テンプレートの製造方法。
- [請求項2] 前記バッファ層を形成する工程では、
前記バッファ層として、GaN層又はAlN層を600℃以下の温度で成長させる
ことを特徴とする請求項1に記載の窒化物半導体テンプレートの製造方法。
- [請求項3] 前記バッファ層を形成する工程では、
前記バッファ層として、AlN層を1000℃以上の温度で成長させる
ことを特徴とする請求項1に記載の窒化物半導体テンプレートの製造方法。
- [請求項4] 前記窒化物半導体層を形成する工程では、
前記窒化物半導体層として、GaN層、AlGaN層、InAlGaN層のいずれかを成長させて形成する
ことを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の窒化物半導体テンプレートの製造方法。
- [請求項5] 前記バッファ層及び前記窒化物半導体層は、HVPE法又はMOVPE法によって成長される
ことを特徴とする請求項1ないし4のいずれかに記載の窒化物半導体テンプレートの製造方法。

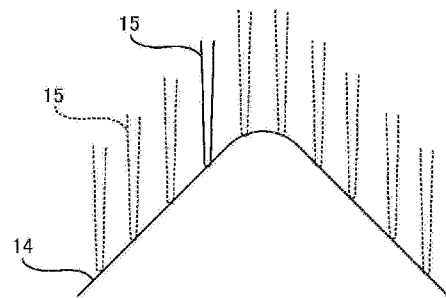
[図1]



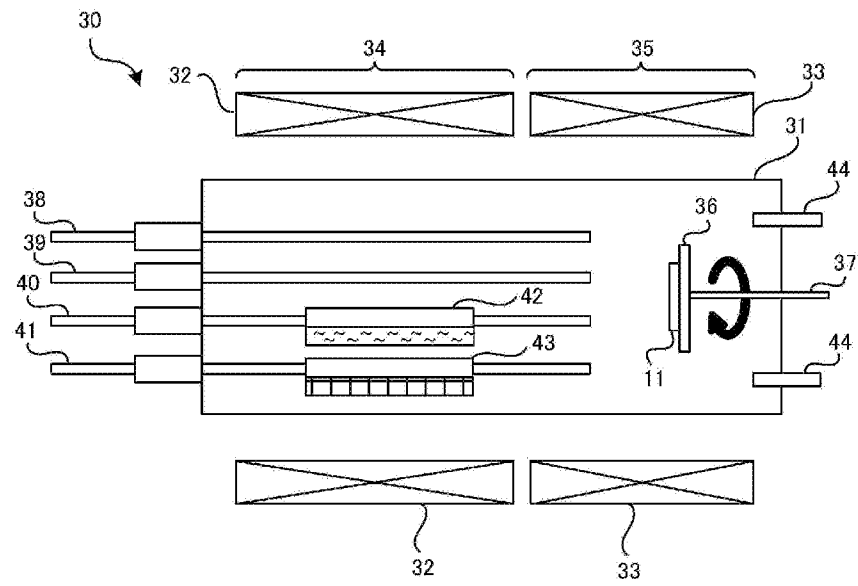
[図2]



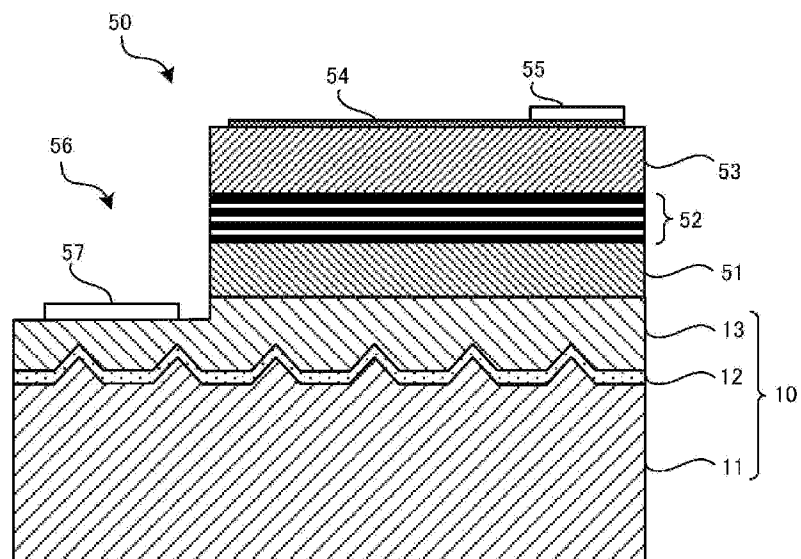
[図3]



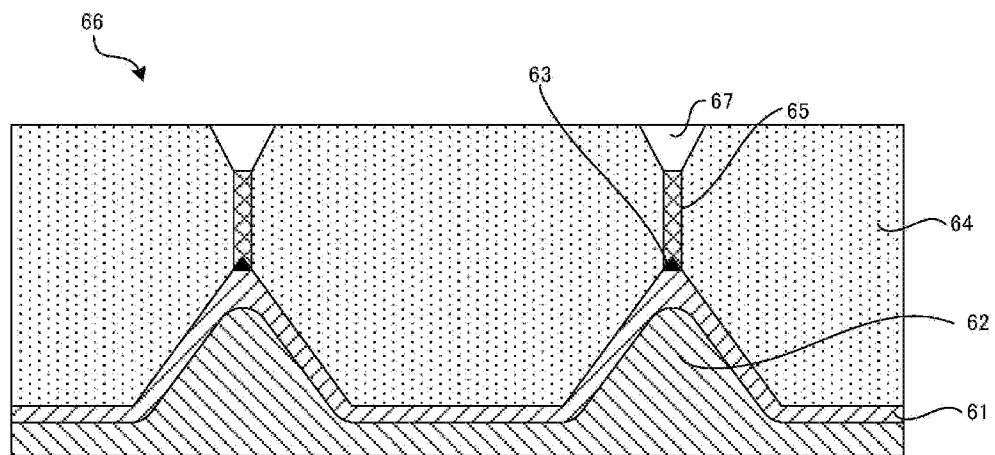
[図4]



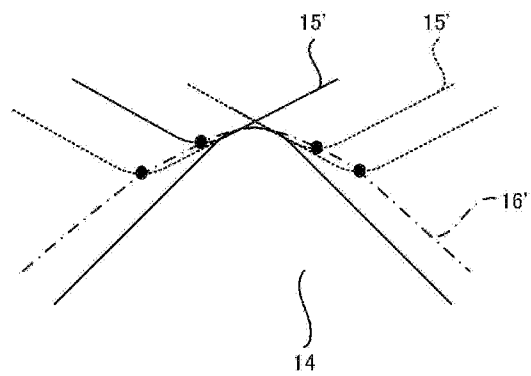
[図5]



[図6]



[図7]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/069589

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C30B29/38(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, H01L21/205(2006.01)i, H01L33/22(2010.01)i, H01L33/32(2010.01)i

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, C23C16/34, H01L21/205, H01L33/22, H01L33/32

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

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 2012-244092 A (Toshiba Corp.), 10 December 2012 (10.12.2012), fig. 1 to 5 & US 2012/0298952 A1 & EP 2528115 A2 & CN 102800770 A & KR 10-2012-0131090 A	1-5
A	JP 2010-161354 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 22 July 2010 (22.07.2010), fig. 1 to 4 & TW 201031032 A	1-5
A	JP 2012-104564 A (Showa Denko Kabushiki Kaisha), 31 May 2012 (31.05.2012), fig. 1 to 3 & US 2012/0112188 A1	1-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
 "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
 "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)
 "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

"T" 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
 "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
 "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
 "&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
07 September 2015 (07.09.15)

Date of mailing of the international search report
15 September 2015 (15.09.15)

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

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C30B29/38(2006.01)i, C23C16/34(2006.01)i, H01L21/205(2006.01)i, H01L33/22(2010.01)i, H01L33/32(2010.01)i

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（I P C））

Int.Cl. C30B29/38, C23C16/34, H01L21/205, H01L33/22, H01L33/32

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 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 2012-244092 A（株式会社東芝）2012.12.10, 図 1-5 & US 2012/0298952 A1 & EP 2528115 A2 & CN 102800770 A & KR 10-2012-0131090 A	1-5
A	JP 2010-161354 A（昭和電工株式会社）2010.07.22, 図 1-4 & TW 201031032 A	1-5
A	JP 2012-104564 A（昭和電工株式会社）2012.05.31, 図 1-3 & US 2012/0112188 A1	1-5

☐ 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矛盾するものではなく、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

0 7 . 0 9 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

1 5 . 0 9 . 2 0 1 5

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5
東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号

特許庁審査官（権限のある職員）

村岡 一磨

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 1 6

4 G

3 4 4 8