

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2020-8497

(P2020-8497A)

(43) 公開日 令和2年1月16日(2020.1.16)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
GO 1 N 23/207 (2018.01)	GO 1 N 23/207	2 G O O 1
C 3 O B 29/38 (2006.01)	C 3 O B 29/38	4 G O 7 7

審査請求 未請求 請求項の数 7 O L (全 35 頁)

(21) 出願番号	特願2018-131735 (P2018-131735)	(71) 出願人	000002130
(22) 出願日	平成30年7月11日 (2018.7.11)		住友電気工業株式会社
			大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号
		(71) 出願人	516088190
			大鉢 忠
			京都府京田辺市三山木七瀬川3-19
		(71) 出願人	517412398
			竹本 菊郎
			兵庫県宝塚市中筋7-77-406
		(71) 出願人	503027931
			学校法人同志社
			京都府京都市上京区今出川通烏丸東入玄武町601番地
		(74) 代理人	110001195
			特許業務法人深見特許事務所
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化ガリウム結晶基板およびその結晶評価方法

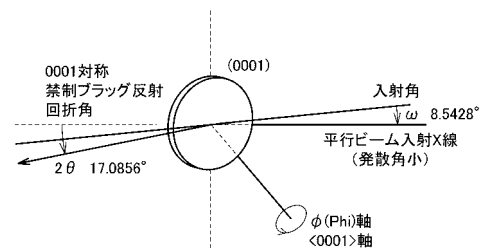
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 結晶品質の高い窒化ガリウム結晶基板およびその結晶品質を詳細に評価することができる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法を提供する。

【解決手段】 窒化ガリウム結晶基板は、少なくとも1つの主面を有し、主面が(0001)からのオフ角が0°以上2°以下の面であり、小発散角入射X線を用いたX線回折測定において、<0001>とφ軸とが一致するように調整し、0001対称禁制ブラッグ反射についての入射角ωおよび回折角2θにおけるφ軸を回転軸としたφスキャンパターン測定において、バックグランド強度に対する少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比が500以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比が0.18以上である。

【選択図】 図6

図6



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも 1 つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、

前記主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、

小発散角入射 X 線平行ビームを用いた X 線回折測定において、2 軸傾斜試料台上に前記主面が露出するように前記窒化ガリウム結晶基板を配置し、 (0001) 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi = 0^\circ$ の方向とするように調整し、

0001 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における前記 ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内における X 線の多重回折により現われる X 線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す 3 回回転対称性を有する 3 つの 120° 回転対称ピーク領域を備え、

各前記 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する $-$ 領域と $+$ 領域とを備え、

各前記 $-$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備え、

各前記 $+$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備え、

各前記 $-L$ 領域、各前記 $-R$ 領域、各前記 $+L$ 領域、および各前記 $+R$ 領域の少なくとも 1 領域において、バックグラウンド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第 1 基準 X 線多重回折ピークの強度の比である第 1 基準ピーク強度比が 500 以上であり、

前記第 1 基準 X 線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第 2 基準多重回折ピークの強度の比である第 2 基準ピーク強度比が 0.18 以上である、窒化ガリウム結晶基板。

【請求項 2】

少なくとも 1 つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、

前記主面が $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、

小発散角入射 X 線平行ビームを用いた X 線回折測定において、2 軸傾斜試料台上に前記主面が露出するように前記窒化ガリウム結晶基板を配置し、 $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi = 0^\circ$ の方向とするように調整し、

$000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における前記 ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内における X 線の多重回折により現われる X 線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す 3 回回転対称性を有する 3 つの 120° 回転対称ピーク領域を備え、

各前記 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する $-$ 領域と $+$ 領域とを備え、

各前記 $-$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備え、

各前記 $+$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備え、

各前記 $-L$ 領域、各前記 $-R$ 領域、各前記 $+L$ 領域、および各前記 $+R$ 領域の少なくとも 1 領域において、バックグラウンド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および $(-1$

10

20

30

40

50

101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が750以上であり、

前記第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18未満である、窒化ガリウム結晶基板。

【請求項3】

2つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、

1つの前記主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面であり、他の前記主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面であり、

各前記主面についての小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に各前記主面が露出するように前記窒化ガリウム結晶基板を配置し、(0001)面および(000-1)面の法線である<0001>軸とφ軸とが一致し、かつ、[1-100]方向をφ=0°の方向とするように調整し、

前記主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面のときは0001対称禁制ブラッグ反射について、前記主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面のときは000-1対称禁制ブラッグ反射についての入射角ωおよび回折角2θにおける前記φ軸を回転軸としたφスキャンパターン測定におけるφが-180°から180°までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、φが-180°から-60°まで、-60°から60°まで、および60°から180°までの120°毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの120°回転対称ピーク領域を備え、

各前記120°回転対称ピーク領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する-領域と+領域とを備え、

各前記-領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する-L領域と-R領域とを備え、

各前記+領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する+L領域と+R領域とを備え、

各前記-L領域、各前記-R領域、各前記+L領域、および各前記+R領域の少なくとも1領域において、2つの前記主面における少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比の値は互いに異なり、より大きな前記第2基準ピーク強度比を与える前記主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面である、窒化ガリウム結晶基板。

【請求項4】

少なくとも1つの主面を有し、前記主面が(0001)面および(000-1)面の少なくともいずれかからのオフ角が0°以上2°以下の面である窒化ガリウム結晶基板の結晶を、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定により評価する方法であって、

2軸傾斜試料台上に前記主面が露出するように前記窒化ガリウム結晶基板を配置し、(0001)面および(000-1)面の法線である<0001>軸とφ軸とが一致し、かつ、[1-100]方向をφ=0°の方向とするように調整する工程と、

前記主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面のときは0001対称禁制ブラッグ反射について、前記主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面のときは000-1対称禁制ブラッグ反射についての入射角ωおよび回折角2θにおいて、前記φ軸を回転軸としたφスキャンパターン測定を行なう工程と、を含み、

前記φスキャンパターン測定から得られるX線多重回折ピークの対称性の高さおよびバックグラウンド強度に対する少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比の大きさから、前記窒化ガリウム結晶基板の結晶の品質を評価する、窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法。

【請求項5】

前記主面における前記第 1 基準 X 線多重回折ピークの強度に対する少なくとも (0 2 - 2 1) および (0 - 2 2 0) に由来する第 2 基準多重回折ピークの強度の比である第 2 基準ピーク強度比の大きさから、前記窒化ガリウム結晶基板の結晶の極性を評価する、請求項 4 に記載の窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法。

【請求項 6】

前記主面における前記第 2 基準ピーク強度比が 0.18 以上となる時の前記主面を (0 0 0 1) 面からのオフ角が 0°以上 2°以下の面と評価し、前記主面における前記第 2 基準ピーク強度比が 0.18 未満となる時の前記主面を (0 0 0 - 1) 面からのオフ角が 0°以上 2°以下の面と評価する、請求項 5 に記載の窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法。

10

【請求項 7】

前記窒化ガリウム結晶基板は 2 つの前記主面を有し、

2 つの前記主面における前記第 1 基準 X 線多重回折ピークの強度に対する少なくとも (0 2 - 2 1) および (0 - 2 2 0) に由来する第 2 基準多重回折ピークの強度の比である第 2 基準ピーク強度比の値は互いに異なり、

より大きな前記第 2 基準ピーク強度比を与える前記主面を (0 0 0 1) 面からのオフ角が 0°以上 2°以下の面と評価する、請求項 5 に記載の窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

20

【0 0 0 1】

本発明は、窒化ガリウム結晶基板およびその結晶評価方法に関する。

【背景技術】

【0 0 0 2】

特開 2 0 1 3 - 2 0 3 6 5 3 号公報 (特許文献 1) は、反りが小さくクラックが抑えられている高品質な I I I 族窒化物結晶の製造方法として、I I I 族窒化物結晶からなる単結晶に 1 0 0 0 °C 以上で熱処理を行なうことにより I I I 族窒化物種基板を得る工程と、I I I 族窒化物種基板上に I I I 族窒化物結晶膜を形成して I I I 族窒化物結晶を得る工程とを含む I I I 族窒化物結晶の製造方法を開示する。

【0 0 0 3】

30

また、特開 2 0 0 6 - 0 7 1 3 5 4 号公報 (特許文献 2) は、I I I 族窒化物結晶の表面層における結晶品質の評価方法として、X 線回折法を用いて、結晶の表面から深さ方向への結晶性の変化を評価することにより、結晶表面層の結晶性を評価する方法であって、上記結晶の一つの結晶格子面に対する回折条件 (ブラッグ反射による回折条件) を満たすように、連続的に X 線侵入深さを変えて上記結晶に X 線を照射して、結晶格子面についての回折プロファイルにおける面間隔および回折ピークの半価幅ならびにロッキングカーブにおける半価幅のうち少なくともいずれかの変化量を評価する結晶表面層の結晶性評価方法を開示する。

【0 0 0 4】

また、稲葉克彦、「高分解能 X 線回折法による G a N 材料の評価」、リガクジャーナル、4 4 (2)、2 0 1 3 年、7 - 1 5 頁 (非特許文献 1) は、サファイア基板上に成長させた G a N 薄膜についての高分解能 X 線回折の $\omega - 2 \theta$ スキャンにおいて、表面に平行でない格子面の多重反射に由来すると思われる禁制反射が観測されることを開示する。さらに、J. Blasing and A. Krost, "X-ray multiple diffraction (Umweganregung) in wurtzite-type GaN and ZnO epitaxial layers", phys. stat. sol., (a)201, No.4, 2004, pp.R17-R20 (非特許文献 2) は、シリコン基板上に成長させた G a N 薄膜についての X 線回折の禁制 (0 0 0 1) 反射の $\omega - 2 \theta$ における ϕ スキャンにおいて、回折ピークが観測されることを開示する。

40

【先行技術文献】

【特許文献】

50

【0005】

【特許文献1】特開2013-203653号公報

【特許文献2】特開2006-071354号公報

【非特許文献】

【0006】

【非特許文献1】稲葉克彦、「高分解能X線回折法によるGaN材料の評価」、リガクジャーナル、44(2)、2013年、7-15頁

【非特許文献2】J. Blasing and A. Krost, "X-ray multiple diffraction (Umweganregung) in wurtzite-type GaN and ZnO epitaxial layers", phys. stat. sol., (a)201, No.4, 2004, pp.R17-R20

10

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

特開2013-203653号公報(特許文献1)に開示されたIII族窒化物結晶の製造方法により得られた窒化ガリウム結晶であっても、窒化ガリウム結晶基板に加工する際に、結晶品質を低下させる問題がある。また、業界では、さらに高特性の半導体デバイスを製造するために、さらに結晶品質の高い窒化ガリウム結晶基板の開発が求められている。

【0008】

また、特開2006-071354号公報(特許文献2)に開示された結晶表面層の結晶性評価方法は、窒化ガリウム結晶の表面層における均一歪み、不均一歪み、および面方位ずれなどの結晶品質を評価する指標として有用なものである。しかしながら、業界では、結晶品質の高い窒化ガリウム結晶基板の結晶品質をさらに詳細に評価するための評価方法の開発が望まれている。

20

【0009】

また、稲葉克彦、「高分解能X線回折法によるGaN材料の評価」、リガクジャーナル、44(2)、2013年、7-15頁(非特許文献1)およびJ. Blasing and A. Krost, "X-ray multiple diffraction (Umweganregung) in wurtzite-type GaN and ZnO epitaxial layers", phys. stat. sol., (a)201, No.4, 2004, pp.R17-R20(非特許文献2)に開示されたX線回折における ω - 2θ スキャンおよび ϕ スキャンに現われる回折ピークは、窒化ガリウム結晶基板の結晶品質の詳細な評価に結び付けられていない。

30

【0010】

そこで、上記の状況を鑑みて、結晶品質の高い窒化ガリウム結晶基板およびその結晶品質を詳細に評価することができる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価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】

【0011】

本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板は、少なくとも1つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、主面が(0001)面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、(0001)面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、0001対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの 120° 回転対称ピーク領域を備え、各 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する一領域と+領

40

50

域とを備え、各 $-$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備え、各 $+$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備え、各 $-L$ 領域、各 $-R$ 領域、各 $+L$ 領域、および各 $+R$ 領域の少なくとも1領域において、バックグランド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が500以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18以上である。

【0012】

本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板は、少なくとも1つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、主面が $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、 $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、 $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの 120° 回転対称ピーク領域を備え、各 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する $-$ 領域と $+$ 領域とを備え、各 $-$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備え、各 $+$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備え、各 $-L$ 領域、各 $-R$ 領域、各 $+L$ 領域、および各 $+R$ 領域の少なくとも1領域において、バックグランド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が750以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18未満である。

【0013】

本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板は、2つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、1つの主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、他の主面が $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、各主面についての小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に各主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、 (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面のときは 0001 対称禁制ブラッグ反射について、主面が $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面のときは $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの 120° 回転対称ピーク領域を備え、各 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する $-$ 領域と $+$ 領域とを備え、各 $-$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-$

L領域と-R領域とを備え、各+領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する+L領域と+R領域とを備え、各-L領域、各-R領域、各+L領域、および各+R領域の少なくとも1領域において、2つの主面における少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比の値は互いに異なり、より大きな第2基準ピーク強度比を与える主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面である。

【0014】

本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法は、少なくとも1つの主面を有し、主面が (0001) 面および $(000-1)$ 面の少なくともいずれかからのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面である窒化ガリウム結晶基板の結晶を、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定により評価する方法であって、2軸傾斜試料台上に主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、 (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整する工程と、主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面のときは 0001 対称禁制ブラッグ反射について、主面が $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面のときは $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ において、 ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定を行なう工程と、を含み、 ϕ スキャンパターン測定から得られるX線多重回折ピークの対称性の高さおよびバックグラウンド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比の大きさから、窒化ガリウム結晶基板の結晶の品質を評価する。

【発明の効果】

【0015】

上記によれば、結晶品質の高い窒化ガリウム結晶基板およびその結晶品質を詳細に評価することができる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】図1は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法に用いられるX線平行ビーム法の一例を示す概略図である。

【図2】図2は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法に用いられるX線回折装置の入射側設定の一例を示す概略図である。

【図3】図3は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法に用いられるX線回折装置の受光側設定の一例を示す概略図である。

【図4A】図4Aは、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法に用いられるX線回折装置の2軸傾斜試料台の一例を示す平面写真である。

【図4B】図4Bは、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法に用いられるX線回折装置の2軸傾斜試料台の一例を示す側面写真である。

【図5】図5は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法における 0002 対称ブラッグ反射の一例を示す概略図である。

【図6】図6は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法における 0001 対称禁制ブラッグ反射の一例を示す概略図である。

【図7】図7は、窒化ガリウム結晶基板の (0001) 面および $(000-1)$ 面の一例を示す概略図である。

【図8】図8は、窒化ガリウム結晶基板の (0002) 面および $(000-2)$ 面の一例を示す概略図である。

【図9】図9は、窒化ガリウム結晶基板のガリウム原子および窒素原子の配置を示す概略図である。

【図10】図10は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶品質の評価方

法における窒化ガリウム結晶の結晶方位と領域を示す概略平面図である。

【図 1 1】図 1 1 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の 0 0 0 2 対称ブラッグ反射および 0 0 0 - 2 対称ブラッグ反射のそれぞれの ϕ が -180° から 180° までの領域における ϕ スキャンの一例を示す概略図である。

【図 1 2】図 1 2 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 1) 面のときに ϕ が -180° から 180° までの領域における 360° X 線多重回折パターンの一例を、縦軸を対数目盛で示す概略図である。

【図 1 3】図 1 3 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 1) 面のときに ϕ が -180° から 180° までの領域における 360° X 線多重回折パターンの一例を、縦軸を平方根目盛で示す概略図である。

【図 1 4】図 1 4 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 - 1) 面のときに ϕ が -180° から 180° までの領域における 360° X 線多重回折パターンの一例を、縦軸を平方根目盛で示す概略図である。

【図 1 5】図 1 5 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 1) 面および略 (0 0 0 - 1) 面のそれぞれのときの A_{-L} 領域における X 線多重回折パターンの一例を示す概略図である。

【図 1 6】図 1 6 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 1) 面および略 (0 0 0 - 1) 面のそれぞれのときの A_{-R} 領域における X 線多重回折パターンの一例を示す概略図である。

【図 1 7】図 1 7 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 1) 面および略 (0 0 0 - 1) 面のそれぞれのときの A_{+L} 領域における X 線多重回折パターンの一例を示す概略図である。

【図 1 8】図 1 8 は、本発明の一態様にかかる窒化ガリウム結晶基板の ϕ スキャンパターン測定において、主面が略 (0 0 0 1) 面および略 (0 0 0 - 1) 面のそれぞれのときの A_{+R} 領域における X 線多重回折パターンの一例を示す概略図である。

【発明を実施するための形態】

【0 0 1 7】

[本発明の実施形態の説明]

最初に本発明の実施態様を列記して説明する。

【0 0 1 8】

[1] 本発明のある実施形態にかかる窒化ガリウム結晶基板は、少なくとも 1 つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、主面が (0 0 0 1) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面であり、小発散角入射 X 線平行ビームを用いた X 線回折測定において、2 軸傾斜試料台上に主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、(0 0 0 1) 面の法線である $\langle 0 0 0 1 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1 - 1 0 0]$ 方向を $\phi = 0^\circ$ の方向とするように調整し、0 0 0 1 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内における X 線の多重回折により現われる X 線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す 3 回回転対称性を有する 3 つの 120° 回転対称ピーク領域を備え、各 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0 0 0 1 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する一領域と + 領域とを備え、各 - 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0 0 0 1 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する - L 領域と - R 領域とを備え、各 + 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0 0 0 1 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する + L 領域と + R 領域とを備え、各 - L 領域、各 - R 領域、各 + L 領域、および各 + R 領域の少なくとも 1 領域において、バックグ

ランド強度に対する少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が500以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18以上である。本実施形態の窒化ガリウム結晶基板は、(0001)面(Ga面)からのオフ角が0°以上2°以下の面を主面とするX線多重回折パターンにおいて、従来の窒化ガリウム結晶基板に比べて、高い対称性と大きな第1基準ピーク強度比とを有しているため、結晶品質が高い。

【0019】

[2] 本発明の一実施形態にかかる窒化ガリウム結晶基板は、少なくとも1つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面であり、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、主面の法線である<0001>軸とφ軸とが一致し、かつ、[1-100]方向をφ=0°の方向とするように調整し、000-1対称禁制ブラッグ反射についての入射角ωおよび回折角2θにおけるφ軸を回転軸としたφスキャンパターン測定におけるφが-180°から180°までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、φが-180°から-60°まで、-60°から60°まで、および60°から180°までの120°毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの120°回転対称ピーク領域を備え、各120°回転対称ピーク領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する一領域と+領域とを備え、各一領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する-L領域と-R領域とを備え、各+領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する+L領域と+R領域とを備え、各-L領域、各-R領域、各+L領域、および各+R領域の少なくとも1領域において、バックグランド強度に対する少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が750以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18未満である。本実施形態の窒化ガリウム結晶基板は、(000-1)面(N面)からのオフ角が0°以上2°以下の面を主面とするX線多重回折パターンにおいて、従来の窒化ガリウム結晶基板に比べて、高い対称性と大きな第1基準ピーク強度比とを有しているため、結晶品質が高い。

【0020】

[3] 本発明の一実施形態にかかる窒化ガリウム結晶基板は、2つの主面を有する窒化ガリウム結晶基板であって、1つの主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面であり、他の主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面であり、各主面についての小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に各主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、(0001)面および(000-1)面の法線である<0001>軸とφ軸とが一致し、かつ、[1-100]方向をφ=0°の方向とするように調整し、主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面のときは0001対称禁制ブラッグ反射について、主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面のときは000-1対称禁制ブラッグ反射についての入射角ωおよび回折角2θにおける前記φ軸を回転軸としたφスキャンパターン測定におけるφが-180°から180°までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、φが-180°から-60°まで、-60°から60°まで、および60°から180°までの120°毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの120°回転対称ピーク領域を備え、各120°回転対称ピーク領域は、その領域のφの範囲の中央のφの角度を示す線および<0001>軸を含む面を鏡映

面として互いに鏡映対称性を有する $-L$ 領域と $+L$ 領域とを備え、各 $-L$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備え、各 $+L$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備え、各 $-L$ 領域、各 $-R$ 領域、各 $+L$ 領域、および各 $+R$ 領域の少なくとも1領域において、2つの主面における少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比の値は互いに異なり、より大きな第2基準ピーク強度比を与える主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面である。本実施形態の窒化ガリウム結晶基板は、 (0001) 面(Ga面)からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面を主面とするX線多重回折パターンおよび $(000-1)$ 面(N面)からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面を主面とするX線多重回折パターンのいずれにおいても、従来の窒化ガリウム結晶基板に比べて、高い対称性を有しているため、結晶品質が高い。また、本実施形態の窒化ガリウム結晶基板は、上記2つの主面についてのX線多重回折パターンからそれぞれ得られる2つの第2基準ピーク強度比の大小から (0001) 面(Ga面)からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面である主面が判別されるため、当該窒化ガリウム結晶基板を破壊しなくても極性が判別される。

【0021】

[4] 本発明の一実施形態にかかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法は、少なくとも1つの主面を有し、主面が (0001) 面および $(000-1)$ 面の少なくともいずれかからのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面である窒化ガリウム結晶基板の結晶を、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定により評価する方法であって、2軸傾斜試料台上に主面が露出するように窒化ガリウム結晶基板を配置し、 (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $[0001]$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整する工程と、主面が (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面のときは 0001 対称禁制ブラッグ反射について、主面が $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面のときは $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ において、 ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定を行なう工程と、を含み、 ϕ スキャンパターン測定から得られるX線多重回折ピークの対称性の高さおよびバックグランド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比の大きさから、窒化ガリウム結晶基板の結晶の品質を評価する。本実施形態の窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法は、小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、上記 ϕ スキャンパターン測定から得られるX線多重回折ピークの対称性が高いほど、また上記第1基準ピーク強度比が大きいほど、窒化ガリウム結晶基板の結晶品質が高く、窒化ガリウム結晶基板の結晶の品質を詳細に評価することができる。

【0022】

[5] 上記窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法において、主面における第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比の大きさから、窒化ガリウム結晶基板の結晶の極性を評価できる。かかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法は、上記主面についてのX線多重回折パターンから得られる第2基準ピーク強度比の大きさにより、当該窒化ガリウム結晶基板を破壊しなくてもその極性を判別できる。

【0023】

[6] 上記窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法において、主面における第2基準ピーク強度比が 0.18 以上となる時の主面を (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面と評価し、主面における第2基準ピーク強度比が 0.18 未満となる時の主面を $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面と評価できる。かかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法は、具体的には、上記主面についてのX線多重回折パターン

から得られる第2基準ピーク強度比が0.18以上のときその主面を(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面(極性面)と評価し、上記主面についてのX線多重回折パターンから得られる第2基準ピーク強度比が0.18未満のときその主面を(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面(極性面)と評価することにより、当該窒化ガリウム結晶基板を破壊しなくてもその極性を判別できる。

【0024】

[7] 上記窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法において、窒化ガリウム結晶基板は2つの主面を有し、2つの主面における第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比の値は互いに異なり、より大きな第2基準ピーク強度比を与える主面を(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面と評価することができる。かかる窒化ガリウム結晶基板の結晶評価方法は、上記2つの主面についてそれぞれ得られる2つの第2基準ピーク強度比の大小から(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面(極性面)である主面を判別できるため、当該窒化ガリウム結晶基板を破壊しなくても極性が判別できる。

【0025】

[本発明の実施形態の詳細]

図面に基づいて、以下に本発明の実施形態を詳細に説明する。まず、GaN(窒化ガリウム)結晶基板の結晶評価方法について説明し、次いで、かかる結晶評価方法により評価される結晶品質が高く極性を有するGaN結晶基板について説明する。本願の明細書、特許請求の範囲および図面において、六方晶系結晶であるGaN結晶について、ある特定の結晶面を(hk $\bar{l}$)で表し、結晶の対称性から等価な結晶面の組を{hk $\bar{l}$ }で表す。また、ある特定の方向を[hk $\bar{l}$]で表し、結晶の対称性から等価な方向の組を<hk $\bar{l}$ >で表す。ここで、h、k、 $\bar{l}$ 、および $\bar{l}$ は、ミラー指数である。ここで、 $\bar{l} = -(h+k)$ の関係が有る。通常、ミラー指数は、0、自然数、および自然数の上にバーを付した数で示すが、本明細書および図面においては、バーを付した自然数は、その自然数の前にマイナス符号をつけて表す。たとえば、(11-20)の表記は、「イチ・イチ・ニ／バー・ゼロ」の結晶面と読み、[1-100]の表記は、「イチ・イチ／バー・ゼロ」の方向と読む。

【0026】

<実施形態1：GaN結晶基板の結晶評価方法>

図1～図3を参照して、本実施形態のGaN結晶基板の結晶評価方法は、少なくとも1つの主面を有し、主面が(0001)面および(000-1)面の少なくともいずれかからのオフ角が0°以上2°以下の面(以下、「略(0001)面および略(000-1)面の少なくともいずれかの面」という)であるGaN結晶基板の結晶を、入射側にX線キャピラリーレンズ(発散角0.3°)を使用して0.5mm×0.5mm、0.8mm×0.8mm、1.5mm×0.8mm、および3.0mm×0.8mmのクロススリットにより照射面積を変えることによりX線強度を変化させたCuK α_1 単色X線の小発散角入射X線平行ビームを用い、受光側に反射率測定用の0.27°スリットを付けた0.27°のコリメータおよびグラフィート平板モノクロメータを用いたX線回折測定により評価する方法である。X線多重回折ピークの測定には、X線の強度を増すために、受光側の0.27°スリットを除いて行う場合もある。

【0027】

図4～図10、図12および図13を参照して、2軸傾斜試料台上に主面が露出するようにGaN結晶基板を配置し、(0001)面および(000-1)面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、[1-100]方向を $\phi = 0^\circ$ の方向とするように調整する工程と、主面が(0001)面からのオフ角が0°以上2°以下の面(以下、「略(0001)面」という)のときは0001対称禁制ブラッグ反射について、主面が(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面(以下、「略(000-1)面」という)のときは000-1対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ に

において、 ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定を行なう工程と、を含む。さらに、図 13～図 18 を参照して、 ϕ スキャンパターン測定から得られる X 線多重回折ピークの対称性の高さおよびバックグランド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第 1 基準 X 線多重回折ピークの強度の比である第 1 基準ピーク強度比の大きさから、GaN 結晶基板の結晶の品質を評価する。

【0028】

本実施形態の GaN 結晶基板の結晶評価方法は、本実施形態の GaN 結晶基板の結晶評価方法は、小発散角入射 X 線平行ビームを用いた X 線回折測定において、上記 ϕ スキャンパターン測定から得られる X 線多重回折ピークの対称性が高いほど、また上記第 1 基準ピーク強度比が大きいほど、GaN 結晶基板の結晶品質が高く、GaN 結晶基板の結晶の品質を詳細に評価することができる。

10

【0029】

本実施形態の GaN 結晶基板の結晶品質の評価方法は、少なくとも 1 つの主面を有し、主面が略 (0001) 面および略 $(000-1)$ 面の少なくともいずれかの面である GaN 結晶基板の X 線回折測定において、 0002 対称ブラッグ反射または $000-2$ 対称ブラッグ反射による大きな回折ピーク以外に、消滅則から示される構造因子から定められる 0001 対称禁制ブラッグ反射および $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射の少なくともいずれかの反射の位置に観測される回折ピークを利用するものである。かかる回折は、結晶表面に平行でない結晶内部 2 つ以上の回折強度の強い結晶面における多重回折であり、Umweganregung（遠回り）回折とも呼ばれる。かかる多重回折は、特に、単結晶が完全結晶に近づくほど、よく観察される。また、単結晶材料の結晶構造の原子が理論計算における剛体球モデルでなく、原子結合の方向に延びる形状の原子雲を有していることから、構造因子がゼロではないことが、バックグランドが観測される原因と考えられる。かかるバックグランドの領域は、上記の X 線の多重回折が生じていない領域である。かかる多重回折の測定においては、GaN 結晶基板の $\langle 0001 \rangle$ 軸と GaN 結晶基板の回転軸である ϕ 軸とを一致させるために、2 軸傾斜試料台を用いた GaN 結晶基板の軸立てが必要である。

20

【0030】

本発明者らは、小発散角入射 X 線平行ビームを用いた 0001 対称禁制ブラッグ反射または $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射の入射角 ω および回折角 2θ における $[0001]$ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定において、結晶表面近傍内部の結晶の表面に平行でない結晶面における X 線の多重回折により観察される X 線多重回折ピークを利用して、GaN 結晶基板の主面近傍内部の結晶品質を非破壊的に評価する本実施形態の GaN 結晶基板の結晶評価方法を完成させた。

30

【0031】

本実施形態の GaN 結晶基板の結晶評価方法は、 $\langle 0001 \rangle$ 軸を回転軸とした ϕ スキャンの回転角 ϕ に依存して結晶表面近傍の内部の結晶面での X 線の多重回折が生じるため、結晶基板表面近傍における結晶面内の均一性の評価に適している。

【0032】

従来の GaN 結晶基板の結晶品質の評価方法である、 $\omega-2\theta$ 測定における ω ロッキングカーブの 0002 対称ブラッグ反射による回折ピークの半値幅を利用した評価方法においては、主面からの深さ方向の結晶構造に注目した場合、 0002 対称ブラッグ反射の入射角 ω が 17.2833° である。これに対し、本実施形態の GaN 結晶基板の結晶評価方法においては、 0001 対称禁制ブラッグ反射の入射角 ω は 8.5428° であり、 0002 対称ブラッグ反射の入射角の略半分以下の入射角であることから、主面での X 線の試料透過厚さは略半分となり、主面（すなわち結晶表面）に近い結晶品質の評価が可能となり、電子・光デバイスのエピタキシャル結晶基板の評価として、より好ましいと考えられる。さらに、入射 X 線がポイントフォーカスの平行ビームで $0.5\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ 、 $0.8\text{ mm} \times 0.8\text{ mm}$ 、 $1.5\text{ mm} \times 0.8\text{ mm}$ 、または $3.0\text{ mm} \times 0.8\text{ mm}$ の点状であるため、測定場所を面内で動かすことにより、主面近傍面内の結晶構造の面内の均

40

50

一性などを非破壊で評価可能である。

【0033】

(X線回折装置の構造設定)

X線回折装置は、モノクロメータにより単色X線を検出することができ、発散角の小さい平行ビームを利用すること以外は特に制限はないが、操作性および作業性が高い観点から、4軸のゴニオメータ方式の採用が好ましい。X線の光軸は固定で、入射角 ω 、回折角(反射角) 2θ 、GaN結晶基板位置の座標 x 、 y 、 z 、GaN結晶基板の回転角 ϕ 、GaN結晶基板の傾り角 χ などが設定される。

【0034】

(小発散角入射X線平行ビームの使用)

本実施形態のGaN結晶基板の結晶評価方法においては、0001対称禁制ブラッグ反射および000-1対称禁制ブラッグ反射の少なくともいずれかの反射の[0001]軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定のために、X線回折装置の入射X線の発散角を小さくする必要があることから、図1に示すような平行ビーム法を用いる。

【0035】

(X線回折装置の入射側設定)

図1および図2を参照して、平行ビーム法において、X線の平行ビームを得るために、X線管球に加えて、X線キャピラリーレンズおよびモノキャピラリーの少なくともいずれかを用いる。X線キャピラリーレンズを用いた平行ビーム法では角 $0.3\text{ mm} \times 0.3\text{ mm}$ のビーム径が得られ、モノキャピラリーを用いた平行ビーム法では直径 0.1 mm のビーム径が得られる。X線キャピラリーレンズを用いてもモノキャピラリーを用いてもX線の発散角は同じであり、モノキャピラリーを用いるとX線の強度が低下するため、X線キャピラリーレンズを用いた平行ビーム法が好ましい。本実施形態においては、X線管球として、ポイントフォーカスCuX線管球を電圧45 kVおよび電流40 mAで作動させる。さらに、X線キャピラリーレンズを使用して $0.5\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ 、 $0.8\text{ mm} \times 0.8\text{ mm}$ 、 $1.5\text{ mm} \times 0.8\text{ mm}$ 、および $3.0\text{ mm} \times 0.8\text{ mm}$ のクロススリットにより照射面積を変えることによりX線強度を変化させた小発散角入射X線平行ビームを得る。ここで、クロススリットの開きには幅 W と高さ H とがあり、幅 W は試料表面横方向のX線の照射長さに対応し、高さ H は試料表面縦方向のX線の広がりを含意しX線の発散角の量に対応し、クロススリットの開き面積 $W \times H$ はX線の照射面積に対応する。X線キャピラリーレンズは、モノキャピラリーレンズを束ねて構成されているため、照射面積が変化してもX線の平行ビームの発散角が同一であり、多重回折には影響しない。なお、本実施形態においては、受光側にグラファイト平板モノクロメータ(CuK α_1 単色X線選択用の分光器)を配置してCuK α_1 単色X線としているが、入射側にCuK α_1 単色X線選択用の分光器を配置することも可能である。

【0036】

なお、多重回折ピークが生じる ϕ の値は、X線の波長と0001対称禁制ブラッグ反射または000-1対称禁制ブラッグ反射の反射面とに依存するため、X線の線源としては、本実施形態で用いるCuK α_1 (波長: $1.54\text{ \AA}$)以外に、Niフィルタを除いた場合のCuK β (波長: $1.39\text{ \AA}$)を用いることもできる。

【0037】

(X線回折装置の受光部側設定)

図1および図3を参照して、入射X線の発散角の小さい回折X線を検出するため、受光側においても 0.27° コリメータと反射率測定用の 0.27° スリットを利用する。GaN結晶基板の軸立てには上記スリットは必要であるが、X線多重回折ピークの測定にはX線強度を強くする目的で上記スリットは取り除いてもよい。また、CuK α_1 単色X線を選択する必要があることから、CuK α_1 単色X線選択用の平行板グラファイトモノクロメータを使用する。コリメータの後方に上記スリットを入れて、横方向に広がったX線をカットすることにより、受光部で検出されるX線の強度は小さくなる。上記スリットを入れることにより、検出されるX線は、強度が小さくなるが、散乱X線の混入が防止され

る。なお、入射側に $\text{Cu K}\alpha_1$ 単色 X 線選択用の分光器を配置する場合は、 $\text{Cu K}\alpha_1$ 単色 X 線選択用の平行板グラファイトモノクロメータを省略できる場合がある。

【0038】

なお、X 線の線源として $\text{Cu K}\beta$ を用いる場合には、受光側にはモノクロメータを使用しない電荷結合素子 (CCD) 型の高速半導体アレイ検出器 (X' C e l e r a t o r) が用いられる。

【0039】

(X 線回折装置の試料台設定)

試料台として、2 軸傾斜試料台を用いる。図 4 A および図 4 B を参照して、2 軸傾斜試料台とは、試料台の一部が 2 層構造になり、上層部下側の中央を支点にして x 軸と y 軸方向の傾斜角を調整できるように x 軸および y 軸の各負側に S_x 、 S_y なるネジを、x 軸および y 軸の各正側下部にバネ付き固定点を取り付けて、試料台の上層部表面の法線方向を調整できるようになっている試料台をいう。Ga N 結晶基板は、Ga N 結晶からの切り出しにより、主面 ((0001) 面または $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面) の法線方向と結晶面である (0001) 面または $(000-1)$ 面の法線方向とは必ずしも一致しておらず、試料台の回転軸である ϕ 軸と、試料台の上層部に貼り付けられた Ga N 結晶基板の (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸とが必ずしも一致していない。しかし、上記の S_x および S_y のネジを利用して x 軸方向と y 軸方向の上層部の 2 軸傾斜を調節すること (Ga N 結晶基板の軸立てともいう、以下同じ) により、2 軸傾斜試料台の ϕ 軸と、2 軸傾斜試料台の上層部に貼り付けられた Ga N 結晶基板の (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と、を一致させることができる。

【0040】

(2 軸傾斜試料台に Ga N 結晶基板を配置して調整する工程)

まず、2 軸傾斜試料台に Ga N 結晶基板を配置する工程は、2 軸傾斜試料台の上層部上に、Ga N 結晶基板を、その主面が露出するように、配置する。

【0041】

2 軸傾斜試料台の上層部上に主面が露出するように配置された Ga N 結晶基板を、 (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi = 0^\circ$ の方向とするように調整する工程は、特に制限はないが、効率的に調整する観点から、以下の工程が好ましい。

【0042】

まず、少なくとも 1 つの主面を有し、主面が略 (0001) 面および略 $(000-1)$ 面の少なくともいずれかの面である Ga N 結晶基板の 0002 対称ブラッグ反射および $000-2$ 対称ブラッグ反射の少なくともいずれかの反射の回折位置 (入射角 ω が 17.2833° 、回折角 2θ が 34.5666° 、Ga N 結晶基板の煽り角 χ が 0.0°) に検出器を設置して、z 軸の値をあらかじめ定め、x 軸方向調整のために $\phi = 0^\circ$ において 0002 対称ブラッグ反射または $000-2$ 対称ブラッグ反射の入射角 ω を変化させる ω ロッキングカーブを測定し、その最大ピークの位置 $\omega_{\max 0}$ を記録する。

【0043】

次いで、 $\phi = 180^\circ$ において、上記と同様に 0002 対称ブラッグ反射または $000-2$ 対称ブラッグ反射の ω ロッキングカーブを測定し、その最大ピークの位置 $\omega_{\max 180}$ を記録する。両者の差 $\Delta\omega_x = \omega_{\max 0} - \omega_{\max 180}$ が 0.001° 以下の値になるように S_x を調整する (x 軸の調整)。z 軸スキャンを行いピーク位置で正確な z 軸の値を決める (z 軸の調整)。

【0044】

次いで、y 軸方向調整のために、上記と同様に、 $\phi = 90^\circ$ と $\phi = 270^\circ$ とにおいて、 0002 対称ブラッグ反射または $000-2$ 対称ブラッグ反射の ω ロッキングカーブを測定し、最大ピークの位置 $\omega_{\max 90}$ と $\omega_{\max 270}$ との差 $\Delta\omega_y = \omega_{\max 90} - \omega_{\max 270}$ が 0.001° 以下の値になるように S_y を調整する (y 軸の調整)。z 軸スキャンを行いピーク

位置で正確な z 軸の値を決める (z 軸の調整: z 値の変更)。

【0045】

上記のように、x 軸および z 軸の調整と、y 軸および z 軸の調整とを数回繰り返して行い、2 軸傾斜試料台上層部に貼り付けられた GaN 結晶基板の結晶面 (たとえば、(0001) 面または (000-1) 面) の法線方向と ϕ 軸とを一致させる。このときに ω の値が 0002 対称ブラッグ反射または 000-2 対称ブラッグ反射の 2θ 角に対応するように ω のオフセット値を求める。この状態で、2 軸傾斜試料台の煽り角 χ (Chi) の最適化を行うために χ スキャンを行い、 χ のオフセット値を定める。

【0046】

次いで ϕ 軸の回転角 ϕ と $\langle 0001 \rangle$ 軸の方位角とを一致させるために、10-11 非対称ブラッグ反射の回折位置 (入射角 ω が 18.4370° 、回折角 2θ が 36.8740° 、煽り角 χ が 61.96°) に検出器を設置して ϕ スキャンを行い、 $[1-100]$ 方向のときに生じるピークの位置を $\phi = 0^\circ$ として ϕ のオフセット値を定める。

【0047】

上記のようにして調整される $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸との一致は、以下のようにして確認できる。すなわち、図 11 を参照して、GaN 結晶基板の 0002 対称ブラッグ反射の回折角 2θ のピーク位置で、 -180° から 180° までの 360° に亘って ϕ スキャンを行う。また、GaN 結晶基板の 000-2 対称ブラッグ反射の回折角 2θ のピーク位置で、 -180° から 180° までの 360° に亘って ϕ スキャンを行う。これらの ϕ スキャンの理想の結果は、ピーク強度が ϕ に対して一様であることである。しかし、実際には、 $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸との一致の調整の精度により脈動が生じる。かかる脈動の幅 (最大値に対する最小値の幅) は、GaN 結晶基板の上記軸立てを行った後でも、主面近傍の結晶構造により生じるため、この脈動幅が小さいこと (たとえば、最大値に対して、25% 以下、好ましくは 20% 以下、より好ましくは 15% 以下) は、GaN 結晶基板の結晶の一様性を示すものとなる。

【0048】

(禁制ブラッグ反射の測定)

図 6 を参照して、0001 対称禁制ブラッグ反射の $\langle 0001 \rangle$ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定を行なう工程において、GaN 結晶基板の回転角 ϕ を -180° から 180° までスキャンさせると、対称性の高い回折パターンが現れる (図 12 および図 13 を参照)。図 5 および図 6 を対比すると、0002 対称ブラッグ反射測定における入射角 ω が 17.2833° であるのに対して、0001 対称禁制ブラッグ反射測定における入射角 ω は 8.5428° と略半分となっているため、結晶表面近傍の結晶品質を詳細に知ることができる。

【0049】

なお、図 5 は (0002) 面における 0002 対称ブラッグ反射についての入射角 ω 、回折角 2θ 、および ϕ 軸の関係を記述するが、(0002) 面の反対側の (000-2) 面における 000-2 対称ブラッグ反射についての入射角 ω 、回折角 2θ 、および ϕ 軸も同様の関係が有る。GaN 結晶基板の結晶が一様で均一の場合は、図 11 に示す様に、000-2 対称ブラッグ反射は 0002 対称ブラッグ反射に比べて大きく、前者の最大強度は 37344 cps であり後者の最大強度 35714 cps に比べて大きい。

【0050】

図 6 は (0001) 面における 0001 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω 、回折角 2θ 、および ϕ 軸の関係を記述するが、(0001) 面の反対側の (000-1) 面における 000-1 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω 、回折角 2θ 、および ϕ 軸も同様の関係が有る。

【0051】

(GaN 結晶基板の結晶品質の評価)

結晶表面である主面の近傍の結晶品質は、 ϕ スキャンパターン測定から得られる X 線多重回折ピークの対称性およびバックグラウンド強度に対する少なくとも (1-100) およ

10

20

30

40

50

び(−1100)に由来する第1基準多重回折ピーク強度の比である第1基準ピーク強度比の大きさから評価する。ここで、結晶品質の高いGaN結晶基板ほど、X線多重回折ピークの対称性が高くかつ第1基準ピーク強度比が高くなることから、X線多重回折ピークの対称性が高くかつ第1基準ピーク強度比が高いほどGaN結晶基板の結晶品質が高いと評価する。

【0052】

(禁制ブラッグ反射の測定とGaN結晶基板の結晶構造との関係)

0001対称禁制ブラッグ反射または000−1対称禁制ブラッグ反射の[0001]軸を回転軸としたφスキャンパターン測定とGaN結晶基板の結晶構造との関係について、以下に説明する。

10

【0053】

(1) GaN結晶基板の結晶構造

GaN結晶基板を形成するGaN結晶は、六方晶系のウルツ鉱型の結晶構造を有する。格子定数は、 a ($a_1 = a_2 = a_3$) が0.31891nm、 c が0.51855nmである。結晶面として、図7に示す(0001)面および(000−1)面(両者を合わせて{0001}面(c 面)という)、図8に示す(0002)面および(000−2)面(両者を合わせて{0002}面($c/2$)面という)などがある。図8は、結晶格子におけるGa原子およびN原子の配置を示す。図6〜図8を参照して、GaN結晶基板は、その結晶構造とGa原子およびN原子の配置とから、 $\langle 0001 \rangle$ 軸(c 軸)方向に極性を有する。(0001)面はGa原子により構成されるGa面であり、(000−1)面はN原子により構成されるN面である。

20

【0054】

(2) GaN結晶基板におけるX線の入射方位と結晶方位との関係

GaN結晶基板を形成するGaN結晶は、六方晶系のウルツ鉱型の結晶構造を有し、空間群No. 186の $P6_3mc$ の6回回反対称性を有するが、 c 軸に垂直な平面においては3回回転対称性を有する。そこで、GaN結晶基板は、その[1−100]方向を $\phi = 0^\circ$ の方向と一致させるとき、図10に示す結晶方位を有し、 c 軸に垂直な結晶面を、3回回転対称であるA領域(ϕ が -60° から 60° までの領域)、B領域(ϕ が 60° から 180° までの領域)およびC領域(ϕ が -180° から -60° までの領域)の3領域に分ける。

30

【0055】

A領域は、 $\phi = 0^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する A_- 領域(ϕ が -60° から 0° までの領域)と A_+ 領域(ϕ が 0° から 60° までの領域)に分ける。B領域は、 $\phi = 120^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する B_- 領域(ϕ が 60° から 120° までの領域)と B_+ 領域(ϕ が 120° から 180° までの領域)に分ける。C領域は、 $\phi = -120^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する C_- 領域(ϕ が -180° から -120° までの領域)と C_+ 領域(ϕ が -120° から -60° までの領域)に分ける。

【0056】

A_- 領域は、さらに、 $\phi = -30^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反対称性を有する A_{-L} 領域(ϕ が -60° から -30° までの領域)と A_{-R} 領域(ϕ が -30° から 0° まで)とに分ける。 A_+ 領域は、 $\phi = 30^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反対称性を有する A_{+L} 領域(ϕ が 0° から 30° までの領域)と A_{+R} 領域(ϕ が 30° から 60° まで)とに分ける。 B_- 領域は、さらに、 $\phi = 90^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反対称性を有する B_{-L} 領域(ϕ が 60° から 90° までの領域)と B_{-R} 領域(ϕ が 90° から 120° まで)とに分ける。 B_+ 領域は、さらに、 $\phi = 150^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反対称性を有する B_{+L} 領域(ϕ が 120° から 150° までの領域)と B_{+R} 領域(ϕ が 150° から 180° まで)とに分ける。 C_- 領域は、さらに、 ϕ

40

50

$= -150^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する C_{-L} 領域 (ϕ が -180° から -150° までの領域) と C_{-R} 領域 (ϕ が -150° から -120° まで) とに分ける。 C_{+} 領域は、さらに、 $\phi = -90^\circ$ を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する C_{+L} 領域 (ϕ が -120° から -90° までの領域) と C_{+R} 領域 (ϕ が -90° から -30° まで) とに分ける。このようにして、 c 軸に垂直な結晶面は、 ϕ が -180° から 180° まで、 C_{-L} 領域、 C_{-R} 領域、 C_{+L} 領域、 C_{+R} 領域、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域、 A_{+R} 領域、 B_{-L} 領域、 B_{-R} 領域、 B_{+L} 領域、および B_{+R} 領域の 12 の区分領域に分ける。

【0057】

ϕ スキャンパターン測定において、 ϕ が -180° から -150° までの C_{-L} 領域、 -150° から -120° までの C_{-R} 領域、 -120° から -90° までの C_{+L} 領域、 -90° から -60° までの C_{+R} 領域、 -60° から -30° までの A_{-L} 領域、 -30° から 0° までの A_{-R} 領域、 0° から 30° までの A_{+L} 領域、 30° から 60° までの A_{+R} 領域、 60° から 90° までの B_{-L} 領域、 90° から 120° までの B_{-R} 領域、 120° から 150° までの B_{+L} 領域、および 150° から 180° までの B_{+R} 領域の 30° 毎の 12 の区分領域に分けると、各区分領域の少なくとも 2 つの領域において、任意に特定される所定の複数の結晶面に由来する基準 X 線多重回折ピーク (たとえば、少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第 1 基準 X 線多重回折ピーク) のピーク強度に対する基準ピーク以外に任意に特定される別の所定の複数の結晶面に由来する対比 X 線多重回折ピーク (たとえば、第 1 基準 X 線多重回折ピーク以外の X 線多重回折ピーク) のピーク強度の比である対比ピーク強度比のばらつきの小ささから、Ga N 結晶基板の結晶品質を評価することが好ましい。ここで、対比ピーク強度比のばらつきとは、各区分領域の少なくとも 2 つの領域において対応する対比ピーク強度比の分散、標準偏差、および範囲 (最大値と最小値との差) のいずれかの統計値とすることができる。かかる Ga N 結晶基板の結晶評価方法は、対比ピーク強度比のばらつきが小さいほど Ga N 結晶基板の結晶品質がより高く、Ga N 結晶基板の結晶品質をより詳細に評価することができる。

【0058】

図 12 ~ 図 14 を参照して、主面が略 (0001) 面または略 $(000-1)$ 面の Ga N 結晶基板について X 線入射方向の ϕ が -180° から 180° までの測定において現われる具体的な X 線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す 3 回回転対称性を有する 3 つの 120° 回転対称ピーク領域 (A 領域、B 領域、および C 領域) を備える。各 120° 回転対称ピーク領域 (A 領域、B 領域、または C 領域) は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度 ($\phi = 0^\circ$ 、 $\phi = 120^\circ$ 、または $\phi = -120^\circ$) を示す線および $[0001]$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する $-$ 領域 (A_{-} 領域、 B_{-} 領域、または C_{-} 領域) と $+$ 領域 (A_{+} 領域、 B_{+} 領域、または C_{+} 領域) とを備える。各 $-$ 領域 (A_{-} 領域、 B_{-} 領域、または C_{-} 領域) は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度 ($\phi = -30^\circ$ 、 $\phi = 90^\circ$ 、または $\phi = -150^\circ$) を示す線および $[0001]$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域 (A_{-L} 領域、 B_{-L} 領域、または C_{-L} 領域) と $-R$ 領域 (A_{-R} 領域、 B_{-R} 領域、または C_{-R} 領域) とを備える。各 $+$ 領域 (A_{+} 領域、 B_{+} 領域、または C_{+} 領域) は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度 ($\phi = 30^\circ$ 、 $\phi = 150^\circ$ 、または $\phi = -90^\circ$) を示す線および $[0001]$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域 (A_{+L} 領域、 B_{+L} 領域、または C_{+L} 領域) と $+R$ 領域 (A_{+R} 領域、 B_{+R} 領域、または C_{+R} 領域) とを備える。ここで、X 線多重回折パターンの対称性および鏡映対称関係における「対称」とは、バックグラウンド領域 (X 線の多重回折が生じない領域) および X 線多重回折ピーク領域の位置が対称の位置にあることを意味するものであり、X 線多重回折ピーク領域における各 X 線多重回折ピークの本数および強度が対称であることを意味するものではない。

【0059】

図 12 および図 13 は、主面が略 (0001) 面の Ga N 結晶基板の 0001 対称禁制

ブラッグ反射についての ϕ が -180° から 180° までの ϕ スキャンにおけるX線多重回折パターンを示す。ここで、図12は、縦軸の強度を対数目盛で表示し、図13は縦軸の強度を平方根目盛で表示したものである。図14は、主面が略 $(000-1)$ 面のGaN結晶基板の $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての ϕ が -180° から 180° までの ϕ スキャンにおけるX線多重回折パターンを、縦軸の強度を平方根目盛で示す。図12～図14を参照して、GaN結晶基板の主面が略 (0001) 面および略 $(000-1)$ 面のいずれの場合であっても、 ϕ が -180° から 180° までの ϕ スキャンにおけるX線多重回折パターンのバックグラウンドの強度は一樣である。このことから、2軸傾斜試料台を用いることにより、GaN結晶基板の $\langle 0001 \rangle$ 軸とGaN結晶基板の回転軸である ϕ 軸とを高い精度で一致させることができ、GaN結晶基板の精密な結晶評価が可能となっていることがわかる。

10

【0060】

図13～図18を参照して、図18に示す A_{+R} 領域を基本区分領域とすると、図17に示す A_{+L} 領域は A_{+R} 領域と回反对称の関係にある回反基本区分領域であり、図16に示す A_{-R} 領域は A_{+L} 領域と鏡映対称の関係にある回反鏡映基本区分領域であり、図15に示す A_{-L} 領域は A_{+R} 領域と鏡映対称の関係にある鏡映基本区分領域である。このような対称性を考慮して、 A_{+R} 領域（図18）に存在する2つのX線多重回折ピーク群を $mp1$ および $mp2$ と表すと、 A_{+L} 領域（図17）に存在する2つのX線多重回折ピーク群は、 $mp1$ および $mp2$ に回反对称を示す「'」記号を付して、 $mp1'$ および $mp2'$ と表すことができる。 A_{-R} 領域（図16）に存在する2つの多重ピーク群は、 $mp1'$ および $mp2'$ に鏡映対称を示す「()m」記号を付して、 $(mp1')_m$ および $(mp2')_m$ と表すことができる。 A_{-L} 領域（図15）に存在する2つのX線多重回折ピーク群は、 $mp1$ および $mp2$ に鏡映対称を示す「()m」記号を付して、 $(mp1)_m$ および $(mp2)_m$ と表すことができる。

20

【0061】

図15～図18を参照して、主面が略 (0001) 面のGaN結晶基板および主面が略 $(000-1)$ 面のGa結晶基板についての上記の各区分領域について、 $mp1$ およびそれに上記対称関係において対応するX線多重回折ピーク群に最大6本のX線多重回折ピーク、 $mp2$ およびそれに上記対称関係において対応するX線多重回折ピーク群に最大8本のX線多重回折ピーク、合計で最大14つのX線多重回折ピークが見られる。このことから、現実のGaN結晶基板のX線多重回折測定においては、一部のX線多重回折ピークの重なりまたは欠損により、X線多重回折ピークの本数の減少が考えられるが、完全結晶（結晶構造により理論的に導かれる欠陥のない結晶）においては、14本のX線多重回折ピークが存在するものと考えられる。

30

【0062】

図15～図18を参照して、主面が略 (0001) 面のGaN結晶基板および主面が略 $(000-1)$ 面のGa結晶基板について、上記の基本区分領域のそれぞれのX線多重回折ピーク群の位置がよく一致している。ここで、それぞれのX線多重回折ピーク群の位置がよく一致するとは、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの本数の差異が2本以下であること、および、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの位置の差異が 2° を超えるものが2本以下であることをいう。ここで、それぞれのX線多重回折ピーク群の位置がよく一致することは、GaN結晶基板の対称性が高いことを意味する。すなわち、GaN結晶基板の対称性は、GaN結晶基板のそれぞれのX線多重回折ピーク群の位置の一致の程度で評価され、GaN結晶基板のそれぞれのX線多重回折ピーク群の一致の程度が大きい程、GaN結晶基板の対称性が高く結晶品質が高いと評価される。

40

【0063】

主面が略 (0001) 面のGaN結晶基板の A_{+R} 領域における $mp1$ および $mp2$ のX線多重回折ピークの指数付け、位置、ピーク強度比、および多重回折タイプ（多重回折に関与する少なくとも2つの回折面）を表1に示す。なお、X線多重回折ピークの指数付けおよび多重回折タイプの特定には、J. Blasing and A. Krost, “X-ray multiple

50

diffraction (Umweganregung) in wurtzite-type GaN and ZnO epitaxial layers”, phys. stat. sol., (a)201, No.4, 2004, pp.R17-R20（非特許文献2）を参照した。表1における指数付けピーク欄のP1～P3およびP5～P10は、上記文献に示された指数付けピークを示す。上記文献において、指数付けピークには、それぞれX線多重回折に關与する少なくとも2つの回折面を示す多重回折タイプが帰属されている。

【0064】

【表1】

ピーク No.	指数付け ピーク No.	基準 ピーク No.	A _{HR} 領域[略(0001)面]		多重回折タイプ [多重回折由来面]
			ピーク位置 φ(°)	ピーク強度比 [各ピーク/S1]	
1	P1		30.94	0.158	(3-2-10)/(-3211)
2			32.64	0.052	
3	P2		33.08	0.075	(3-1-2-2)/(-3123)
4	P3		33.88	0.553	(1-10-1)/(-1102)
5			34.48	0.365	
6			34.96	0.097	
7	P5	S2	40.36	0.222	(02-21)/(0-220)
8	P6	S1	43.80	1.000	(1-100)/(-1101)
9			47.28	0.095	
10	P7		49.24	0.037	(12-33)/(-1-23-2)
11			49.40	0.035	
12	P8		49.96	0.398	(01-13)/(0-11-2)
13	P9		52.76	0.163	(3-1-20)/(-3121)
14	P10		53.8	0.156	(02-23)/(0-22-2)

【0065】

なお、上記文献においては、本実施形態のGaN結晶基板において、360°スキャンの範囲において多くの場合に最大ピーク強度を有する少なくとも(1-100)および(-1101)に由来するピークNo. 8のX線多重回折ピークはP6と指数付けされている。また、本実施形態のGaN結晶基板においては現在のところ見い出せていない指数付けピークP4も記載されている。かかる指数付けピークP4は、φが指数付けピークP5とほぼ同じであり(P5に比べてφが0.002°小さく)、多重回折タイプは(02-22)/(0-22-1)とされている。ここで、φが30°の範囲において、上記文献においては10本のX線多重回折ピークが得られているに過ぎないが、本実施形態においては14本のX線多重回折ピークを見い出している。上記文献においては、多重反射が生じる2つの結晶面からのブラッグ反射により計算されたが、実際の多重反射は2つ以上の結晶面により生じる場合があり、新しいピークは2つ以上の結晶面により生じる場合と考えられる。

【0066】

表1に示す上記の少なくとも(1-100)および(-1101)に由来するピークNo. 8のX線多重回折ピークは、多くの場合に最大ピーク強度となるため、GaN結晶基板の結晶品質の評価に最も有効なピークと考えて、第1基準X線多重回折ピーク(S1)と呼ぶ。GaN結晶基板の結晶品質はバックグランド(BG)強度に対する第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度の比である第1基準ピーク強度比(S1/BG比)の大きさによりGaN結晶基板の結晶品質が評価され、第1基準ピーク強度比が大きい程結晶品

質が高いと評価される。

【0067】

ここで、X線多重回折ピークの強度は当該ピークの頂点の強度値を読み取る。すなわち、第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度は当該ピークの頂点の強度値であり、後述の第2標準X線多重回折ピーク(S2)の強度は当該ピークの頂点の強度値である。X線多重回折ピークの強度は、 ϕ が 0.02° のステップ毎の計測時間が1秒から50秒の範囲ではほとんど変わらないため、X線多重回折ピークの測定は測定時間を短縮する目的でたとえば3秒とする。

【0068】

バックグラウンド強度は、第1基準X線多重回折ピーク(S1)と第2基準X線多重回折ピーク(S2)との間の平坦な部分のステップ毎の計測時間を増して2ケタ以上の精度のある強度の値を読み取る(具体的には、複数の点の平均値をとる)。バックグラウンド強度の測定の精度を2ケタ以上とするために、第1基準X線多重回折ピーク(S1)と第2基準X線多重回折ピーク(S2)との間の範囲をステップ毎の測定時間を10秒以上(好ましくは15秒から50秒の範囲)として、バックグラウンド(BG)強度の測定を行うことが好適である。

【0069】

(GaN結晶基板の極性の評価)

図15～図18を参照して、各基本区分領域において、GaN結晶基板の略(0001)の主面における14本のX線多重回折ピークの強度と、同じGaN結晶基板の略(000-1)の主面における14本のX線多重回折ピークの強度との差は、対応する対称関係を有するX線多重回折ピークの間で異なる。たとえば、比較的強度の高いX線多重回折ピークのうち、ピークNo. 8の第1基準X線多重回折ピーク(S1)では略(0001)面(すなわち略Ga面; Ga面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面、以下同じ)に比べて略(000-1)面(すなわち略N面; N面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面、以下同じ)のピーク強度が極めて高くなるのに対して、ピークNo. 7のX線多重回折ピークは略(0001)面におけるピーク強度と略(000-1)面におけるピーク強度とが略同じである。このため、表1に示す少なくとも(02-21)および(0-220)に由来するピークNo. 7のX線多重回折ピークを第2基準X線多重回折ピーク(S2)とすると、GaN結晶基板の極性は、第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度に対する第2基準X線多重回折ピーク(S2)の強度の比である第2基準ピーク強度比(S2/S1比)の大きさにより評価される。具体的には、第2基準ピーク強度比が0.18以上となる時、好ましくは0.20以上になると、そのときの主面は略(0001)面(すなわち略Ga面)と評価される。第2基準ピーク強度比が0.18未満となると、好ましくは0.16以下となると、そのときの主面は略(000-1)面(すなわち略N面)と評価される。

【0070】

また、略(0001)面の主面と略(000-1)の主面との2つの主面を有するGaN結晶基板について、一方の主面および他方の主面についてのX線多重回折ピークから得られる第2基準ピーク強度比の値が互いに異なる時、より大きな第2基準ピーク強度比を与える主面が略(0001)(すなわち略Ga面)と評価される。

【0071】

(GaN結晶基板の極性を考慮した結晶品質の評価)

上述のように、GaN結晶基板の結晶品質は、第1基準ピーク強度比(バックグラウンド強度に対する第1基準X線多重回折ピークの強度比)の大きさにより評価される。また、GaN結晶基板においては、結晶品質が同程度であっても、その極性により、略(0001)面(略Ga面)の主面における第1基準X線多重回折ピークの強度と略(000-1)面(略N面)の主面における第1基準X線多重回折ピークの強度とが異なる。したがって、GaN結晶基板は、その極性を考慮して、主面が略(0001)面(略Ga面)のときの第1基準ピーク強度比が500以上および/または主面が略(000-1)面(略N

面)のときの第1基準ピーク強度比が750以上のとき結晶品質が高く、主面が略(0001)面(略Ga面)のときの第1基準ピーク強度比が650以上および/または主面が略(000-1)面(略N面)のときの第1基準ピーク強度比が950以上のとき結晶品質がより高く、主面が略(0001)面(略Ga面)のときの第1基準ピーク強度比が800以上および/または主面が略(000-1)面(略N面)のときの第1基準ピーク強度比が1150以上のとき結晶品質がさらに高い、と評価される。ここで、上記の第1基準ピーク強度比および第2基準ピーク強度比は、入射側にX線キャピラリーレンズ(発散角 0.3°)を使用して $0.5\text{ mm} \times 0.5\text{ mm}$ のクロススリットにより得られるCuK α_1 単色X線の小発散角入射X線平行ビームを用い、受光側に反射率測定用の 0.27° のコリメータ(0.27° スリットは設けない)およびグラフアイト平板モノクロメータを用いたX線回折測定において得られたものとする。

【0072】

GaN結晶基板のように極性を有する結晶の場合、X線のブラッグ反射の強度を定める構造因子に関して、一方の極性面(たとえばGa面である(0001)面)に対する構造因子 $F(h, k, l)$ と、他方の極性面(たとえばN面である(000-1)面)に対する $F(-h, -k, -l)$ とは等しくない。結晶の品質および極性の評価にあたっては、X線多重回折ピークの強度をバックグラウンド強度で除した比を用いるが、X線多重回折ピークの強度には上記の構造因子の差による強度の差が現れる。GaN結晶基板の場合、(0001)面がGa面(極性面)であり、(000-1)面がN面(極性面)である。かかる極性面に対応したX線多重回折ピークの強度が定まるため、結晶評価は極性面を特定して行う必要がある。すなわち、同じ種類の同じ品質の結晶であっても、評価する極性面が異なれば評価するX線多重回折ピークの強度が異なるため、評価する極性面毎に基準の数値を定める必要がある。

【0073】

結晶品質は、X線回折ピークの強度の大きさが大きいほど、X線回折ピークの半値幅が小さいほど高品質と判定できるため、対称ブラッグ反射におけるX線回折ピーク強度、対称禁制ブラッグ反射におけるX線多重回折ピーク強度などを用いることが可能である。対称ブラッグ反射におけるX線回折ピーク強度の場合にも、2軸傾斜試料台を用いて結晶面(たとえば、(0001)面、(000-1)面)の法線(たとえば、 $\langle 0001 \rangle$ 軸)と結晶の回転軸(ϕ 軸)とを一致をさせた場合には、極性に対応した強度を測定できるために、極性判定に利用できる。しかしながら、対称ブラッグ反射におけるX線回折ピークは、主面の表面状態の影響を受けやすく、一方の主面と他方の主面とにおける結晶状態が異なっているとピークの強度が異なる。

【0074】

X線多重回折ピークの強度を用いる場合には、上記のように、極性に依存しているピークNo. 8のピーク(少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピーク(S1))と、極性に依存しないピークNo. 7のピーク(少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピーク(S2))とが有り、第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度に対する第2基準多重回折ピーク(S2)の強度の比である第2基準ピーク強度比(S2/S1比)から極性の判別ができる。この場合は、一方の主面と他方の主面とにおける結晶状態が異なっているとしても、X線多重回折が結晶内部の現象であるために、問題なく極性を判別できる利点がある。したがって、X線多重回折ピークの強度を用いる評価方法は、GaN結晶基板以外の極性結晶についても広く応用できることが期待される。

【0075】

<実施形態2：GaN結晶基板>

[実施形態2-1]

図13および図15～図18を参照して、本実施形態のGaN結晶基板は、少なくとも1つの主面を有するGaN結晶基板であって、主面が略(0001)面(すなわち、(0001)面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面)である。小発散角入射X線平行ビーム

を用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に主面が露出するようにGaN結晶基板を配置し、(0001)面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、[1-100]方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、0001対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの 120° 回転対称ピーク領域を備える。各 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および<0001>軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する-領域と+領域とを備える。各-領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および<0001>軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する-L領域と-R領域とを備える。各+領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および<0001>軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する+L領域と+R領域とを備える。各-L領域、各-R領域、各+L領域、および各+R領域の少なくとも1領域において、バックグラウンド強度に対する少なくとも(1-100)および(-1101)に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が500以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも(02-21)および(0-220)に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18以上である。本実施形態のGaN結晶基板は、略(0001)面(略Ga面)を主面とするX線多重回折パターンにおいて、従来のGaN結晶基板に比べて、高い対称性と大きな第1基準ピーク強度比とを有しているため、結晶品質が高い。

【0076】

ここで、上記の第1基準ピーク強度比および第2基準ピーク強度比は、入射側にX線キャピラリーレンズ(発散角 0.3°)を使用して $0.5\text{mm}\times 0.5\text{mm}$ のクロススリットにより得られるCuK α_1 単色X線の小発散角入射X線平行ビームを用い、受光側に反射率測定用の 0.27° のコリメータ(0.27° スリットは設けない)およびグラファイト平板モノクロメータを用いたX線回折測定において得られたものとする。

【0077】

ここで、X線多重回折パターンの回転対称性および鏡映対称性における「対称」とは、多重ピーク領域の位置が対称の位置にあることを意味するものであり、多重回折ピーク領域における各X線多重回折ピークの位置および強度が対称であることを意味するものではない。すなわち、GaN結晶基板の対称性が高いとは、対称関係にあるX線多重回折ピーク群の位置がよく一致することをいい、具体的には、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの本数の差異が2本以下であること、および、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの位置の差異が 2° を超えるものが2本以下であることをいう。

【0078】

本実施形態の主面が略(0001)面(すなわち略Ga面)であるGaN結晶基板において、結晶の品質が高い観点から、第1基準ピーク強度比は、500以上であり、好ましくは650以上であり、より好ましくは800以上である。また、結晶の極性の判別が明確な観点から、第2基準ピーク強度比は、0.18以上であり、好ましくは0.20以上である。

【0079】

本実施形態のGaN結晶基板の結晶評価は、主面が略{0001}面(略Ga面)であり、入射側にX線キャピラリーレンズを使用して $W0.5\text{mm}\times H0.5\text{mm}$ のクロススリットによりポイントフォーカスしたCuK α_1 単色X線の小発散角入射X線平行ビームを用い、2軸傾斜試料台上に主面が露出するようにGaN結晶基板を配置し、(0001)面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、[1-100]方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、受光側に反射率測定用の 0.27° のコリメータ(0.2

7°スリットは設けない) およびグラファイト平板モノクロメータを用いたX線回折測定において、0001対称禁制ブラッグ反射の入射角 ω および回折角 2θ (すなわち入射角 ω : 8.5428°および回折角 2θ : 17.0856°) における<0001>軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定は、詳細で正確なX線多重回折パターンを得る観点から、測定 ϕ 角度ステップ0.02°、測定する ϕ の角度範囲に応じて、各ステップでの計測時間が1秒から50秒の範囲の測定条件で行なう。

【0080】

本実施形態の主面が略(0001)面(略Ga面)であるGaN結晶基板は、自立基板であることが好ましい。かかるGaN結晶基板は、結晶品質の高い自立基板であるため、半導体デバイスの製造に好適に用いられる。ここで、GaN結晶基板は、自立基板となるためには、その厚さが250 μ m以上であることが好ましい。

本実施形態の主面が略(0001)面(略Ga面)であるGaN結晶基板は、その厚さが250 μ m以上が好ましく、300 μ m以上がより好ましく、400 μ m以上がさらに好ましい。かかるGaN結晶基板は、結晶品質が高い厚さが250 μ m以上の基板であるため、半導体デバイスの製造に好適に用いられる。また、本実施形態のGaN結晶基板は、その直径が50mm以上が好ましく、75mm以上がより好ましく、100mm以上がさらに好ましい。かかるGaN結晶基板は、結晶品質が高い直径が50mm以上の基板であるため、半導体デバイスの製造に好適に用いられる。なお、2インチとは正確には50.8mmであるが、当業界においては直径50mmの基板を2インチ基板とよぶ場合もある。

【0081】

(GaN結晶基板の製造方法)

本実施形態の主面が略(0001)面(略Ga面)であるGaN結晶基板の製造方法は、下地基板上にGaN結晶を成長させる工程と、成長させたGaN結晶を窒素ガス雰囲気中900℃以上かつ1800気圧以上の高温高压条件下で2回以上熱処理する工程と、熱処理したGaN結晶をGaN結晶基板に加工する工程と、を備える。本実施形態のGaN結晶基板の製造方法は、900℃以上かつ1800気圧以上の高温高压条件下で2回以上熱処理されたGaN結晶を加工することにより結晶品質の高いGaN結晶基板が得られる。

【0082】

成長させたGaN結晶の上記の2回以上の熱処理は、熱処理後のGaN結晶を加工して得られるGaN結晶基板の結晶品質を高める観点から、処理雰囲気が窒素雰囲気、処理温度が900℃以上であり、好ましくは1000℃以上であり、処理圧力が1800気圧以上であり、好ましくは2000気圧以上である。また、製造装置の仕様から、処理温度は1200℃以下が好ましく、処理圧力は2000気圧以下が好ましい。

【0083】

[実施形態2-2]

図14～図18を参照して、本実施形態のGaN結晶基板は、少なくとも1つの主面を有するGaN結晶基板であって、主面が略(000-1)面(すなわち、(000-1)面からのオフ角が0°以上2°以下の面)である。小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に主面が露出するようにGaN結晶基板を配置し、(000-1)面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、[1-100]方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、000-1対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が-180°から180°までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX線多重回折パターンは、 ϕ が-180°から-60°まで、-60°から60°まで、および60°から180°までの120°毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの120°回転対称ピーク領域を備える。各120°回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および<0001>軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する-領域と+領域とを備える。各-領域は、その領域の ϕ の範

囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備える。各 $+$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備える。各 $-L$ 領域、各 $-R$ 領域、各 $+L$ 領域、および各 $+R$ 領域の少なくとも1領域において、バックグランド強度に対する少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度の比である第1基準ピーク強度比が750以上であり、第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比が0.18未満である。本実施形態のGaN結晶基板は、 (0001) 面(Ga面)を主面とするX線多重回折パターンにおいて、従来のGaN結晶基板に比べて、高い対称性と大きな第1基準ピーク強度比とを有しているため、結晶品質が高い。

10

【0084】

ここで、上記の第1基準ピーク強度比および第2基準ピーク強度比は、入射側にX線キャピラリーレンズ(発散角 0.3°)を使用して $0.5\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ のクロススリットにより得られるCuK α_1 単色X線の小発散角入射X線平行ビームを用い、受光側に反射率測定用の 0.27° のコリメータ(0.27° スリットは設けない)およびグラファイト平板モノクロメータを用いたX線回折測定において得られたものとする。

【0085】

ここで、本実施形態の主面が略 $(000-1)$ 面(すなわち略N面)であるGaN結晶基板におけるX線多重回折パターンの回転対称性および鏡映対称性における「対称」および「GaN結晶基板の対称性が高い」の意味は、実施形態2-1の主面が略 (0001) 面(略Ga面)であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。

20

【0086】

本実施形態の主面が略 $(000-1)$ 面(略N面)であるGaN結晶基板において、結晶の品質が高い観点から、第1基準ピーク強度比は、750以上であり、好ましくは950以上であり、より好ましくは1100以上である。また、結晶の極性が明確な観点から、第2基準ピーク強度比は、0.18未満であり、好ましくは0.16以下である。

【0087】

本実施形態の主面が略 $(000-1)$ 面(略N面)であるGaN結晶基板の結晶評価は、実施形態2-1の主面が略 (0001) 面(略Ga面)であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。また、本実施形態の主面が略 $(000-1)$ 面(略N面)であるGaN結晶基板が自立基板であることの利点、その厚さおよびその直径についても、実施形態2-1の主面が略 (0001) 面(略Ga面)であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。本実施形態の主面が略 $(000-1)$ 面(略N面)であるGaN結晶基板の製造方法は、実施形態2-1の主面が略 (0001) 面(略Ga面)であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。

30

【0088】

[実施形態2-3]

図13~図18を参照して、本実施形態のGaN結晶基板は、2つの主面を有するGaN結晶基板であって、1つの主面が略 (0001) 面(すなわち (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面)であり、他の主面が略 $(000-1)$ 面(すなわち $(000-1)$ 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面)である。各主面について的小発散角入射X線平行ビームを用いたX線回折測定において、2軸傾斜試料台上に各主面が露出するようにGaN結晶基板を配置し、 (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向とするように調整し、主面が略 (0001) 面のときは 0001 対称禁制ブラッグ反射について、主面が略 $(000-1)$ 面のときは $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射についての入射角 ω および回折角 2θ における ϕ 軸を回転軸とした ϕ スキャンパターン測定における ϕ が -180° から 180° までの測定において、結晶内におけるX線の多重回折により現われるX

40

50

線多重回折パターンは、 ϕ が -180° から -60° まで、 -60° から 60° まで、および 60° から 180° までの 120° 毎に繰り返す3回回転対称性を有する3つの 120° 回転対称ピーク領域を備える。各 120° 回転対称ピーク領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸を含む面を鏡映面として互いに鏡映対称性を有する $-$ 領域と $+$ 領域とを備える。各 $-$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $-L$ 領域と $-R$ 領域とを備える。各 $+$ 領域は、その領域の ϕ の範囲の中央の ϕ の角度を示す線および $\langle 0001 \rangle$ 軸の交点を中心として互いに回反对称性を有する $+L$ 領域と $+R$ 領域とを備える。各 $-L$ 領域、各 $-R$ 領域、各 $+L$ 領域、および各 $+R$ 領域の少なくとも1領域において、2つの主面における少なくとも $(1-100)$ および (-1101) に由来する第1基準X線多重回折ピークの強度に対する少なくとも $(02-21)$ および $(0-220)$ に由来する第2基準多重回折ピークの強度の比である第2基準ピーク強度比の値は互いに異なり、より大きな第2基準ピーク強度比を与える主面が略 (0001) 面である。本実施形態のGaN結晶基板は、略 (0001) 面を主面とするX線多重回折パターンおよび略 $(000-1)$ 面を主面とするX線多重回折パターンのいずれにおいても、従来のGaN結晶基板に比べて、高い対称性を有しているため、結晶品質が高い。また、本実施形態のGaN結晶基板は、上記2つの主面についてのX線多重回折パターンからそれぞれ得られる2つの第2基準ピーク強度比の大小から略 (0001) 面（略Ga面）（極性面）である主面が判別されるため、当該GaN結晶基板を破壊しなくても極性が判別される。

10

20

【0089】

本実施形態のGaN結晶基板におけるX線多重回折パターンの回転対称性および鏡映対称性における「対称」および「GaN結晶基板の対称性が高い」の意味、結晶評価に関しては、略 (0001) 面の主面については実施形態2-1の主面が略 (0001) 面（略Ga面）であるGaN結晶基板の場合と同様であり、略 $(000-1)$ 面の主面については実施形態2-2の主面が略 $(000-1)$ 面（略N面）であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。また、本実施形態のGaN結晶基板の厚さおよび直径については、実施形態2-1の主面が略 (0001) 面（略Ga面）であるGaN結晶基板および実施形態2-2の主面が略 $(000-1)$ 面（略N面）であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。本実施形態のGaN結晶基板の製造方法は、実施形態2-1の主面が略 (0001) 面（略Ga面）であるGaN結晶基板の場合と同様であるため、ここでは繰り返さない。

30

【実施例】

【0090】

（実施例1）

1. GaN結晶基板の作製

直径76mmのサファイア基板上にMOCVD（有機金属化学気相堆積）法によりGaNを成長した (0001) 面からのオフ角が 0° 以上 2° 以下の面を主面とするテンプレート基板を準備し、これを下地基板として、直径85mmで厚さ20mmのSiCコーティングしたカーボン製の基板ホルダー上に置いてHVPE（ハイドライド気相成長）装置のリアクター内に配置した。リアクター内を 1020°C まで加熱後、HClガスをGaと反応して発生したGaClガスと、 NH_3 ガスと、をリアクター内へ供給した。このような下地基板の上でのGaN層成長工程において、リアクター温度 1020°C を29時間保持し、また、成長圧力を $1.01 \times 10^5 \text{ Pa}$ とし、GaClガスの分圧を $6.52 \times 10^2 \text{ Pa}$ とし、 NH_3 ガスの分圧を $7.54 \times 10^3 \text{ Pa}$ とし、HClガスの分圧を $3.55 \times 10^1 \text{ Pa}$ とした。GaN層成長工程終了後、リアクター内を室温まで降温し、GaN結晶を得た。得られたGaN結晶は、 (0001) 面を結晶成長面として結晶成長しており、触針式の膜厚計で測定した厚さは3.5mmであった。

40

【0091】

得られたGaN結晶を、その外周ならびに表（おもて）面（結晶成長面側の面）と裏面

50

(結晶成長面と反対側の面)の両面を加工(具体的には、両面を平行かつ平坦に加工)して、加工変質層(加工歪み層)を除去した後、2回熱処理した。熱処理には神戸製鋼製の熱間静水圧プレス(HIP)装置を用いた。2回の熱処理条件は、いずれも2000気圧の窒素雰囲気中1200℃で20時間とした。上記2回の熱処理後に、HIP装置よりGaN結晶を回収し、表(おもて)面および裏面の両面を研磨して鏡面に仕上げ、両面共に加工変質層(加工歪み層)を除去して、直径2インチ(50.8mm)で厚さ400μmのGaN結晶基板に加工した。

【0092】

2. GaN結晶基板のX線回折

(1) 2軸傾斜試料台へのGaN結晶基板の配置と調整

X線回折装置(スペクトリス株式会社製PANalytical X'Pert MRD)の2軸傾斜試料台に、上記GaN結晶基板をその結晶成長面側の主面が露出するように配置した。配置したGaN結晶基板を、x軸、y軸およびz軸を調整して、入射角 ω のオフセット値、煽り角 χ のオフセット値、および回転角 ϕ のオフセット値を定めることにより、(0001)面および(000-1)面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、[1-100]方向を $\phi=0^\circ$ の方向となるように調整した。かかる調整には、小発散角入射X線平行ビーム(入射側:ポイントフォーカスCuX線管球を電圧45kVおよび電流40mAで作動させて発生するCuK α_1 線について、発散角0.3°のX線キャピラリーレンズおよび幅W0.5mm×高さH0.5mmのクロススリットを用いて得られるX線平行ビーム、受光側:0.27°コリメータ(0.27°スリットは設けない)およびグラフィイト平板モノクロメータを通して、Xe比例計数管により検出)を用いた。

【0093】

(2) GaN結晶基板のX線多重回折ピークの測定

上記の小発散角入射X線平行ビームを用いて、測定 ϕ 角度ステップ0.02°、測定 ϕ の角度範囲に応じて、各ステップでの計測時間が1秒から50秒の範囲の測定条件で、0001対称禁制ブラッグ反射または000-1対称禁制ブラッグ反射の位置(入射角 ω :8.5428°、回折角 2θ :17.0856°)にて ϕ スキャンを測定した。図13および図15~図18と同様のX線多重回折ピークが測定された。A領域(ϕ が-60°から60°までの領域、すなわちA_{-L}領域、A_{-R}領域、A_{+L}領域およびA_{+R}領域の4つの区分領域で構成される領域)の主なX線多重回折ピークについての結果を表2および表3にまとめた。

【0094】

【表 2】

主面：略(0001)面(略 Ga 面)、BG 強度：8.02(cps)

領域	ψ° - χ No. (S-No.)	ϕ°	ψ° - χ 強度(cps)	S1/BG 比	S2/S1 比
A_{-L}	12	-49.52	3893		
	8(S1)	-43.28	9313	1161	
	7(S2)	-39.92	1926		0.207
	5	-34.12	3091		
	4	-33.79	5856		
	1	-30.52	1618		
A_{-R}	1	-29.00	1636		
	4	-26.00	5857		
	5	-25.38	3235		
	7(S2)	-19.64	1976		0.215
	8(S1)	-16.17	9212	1149	
	12	-10.04	3117		

【0095】

【表 3】

主面：略(0001)面(略 Ga 面)、BG 強度：8.02(cps)

領域	ψ° - χ No. (S-No.)	ϕ°	ψ° - χ 強度(cps)	S1/BG 比	S2/S1 比
A_{+L}	12	10.48	2436		
	8(S1)	16.56	6147	766	
	7(S2)	20.04	1428		0.232
	5	25.88	2376		
	4	26.48	4369		
	1	29.44	1214		
A_{+R}	1	30.92	1147		
	4	33.91	3658		
	5	34.54	2442		
	7(S2)	40.36	1504		0.217
	8(S1)	43.81	6946	866	
	12	49.96	2711		

【0096】

A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの本数の差異が2本以下であり、かつ、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの位置の差異が 2° を超えるものが2本以下であったため、それぞれのX線多重回折ピーク群の位置がよく一致しており、Ga₂N結晶基板の対称性が高かった。また、表2および表3を参照して、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、バックグラウンド(BG)強度に対する第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度の比である第1基準ピーク強度比(S1/BG比)は766~1161と極めて高く、結晶品質は極めて高いと評価された。さらに、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度に対する第2基準X線多重回折ピーク(S2)の

強度の比である第2基準ピーク強度比（ S_2/S_1 比）は0.207～0.232と0.18以上であり、本実施例の結晶成長面側の主面が略（0001）面（すなわち略Ga面）（極性面）であると評価された。

【0097】

3. GaN結晶基板上的エピタキシャル層の形成とフォトルミネッセンス測定

上記GaN結晶基板の上記主面上に、MOCVD法により、エピタキシャル層として、厚さ3 μ mのGaN層を成長させた。成長させたエピタキシャル層のフォトルミネッセンスの発光強度を測定し、その結果を表6にまとめた。

【0098】

（実施例2）

実施例1と同様のGaN結晶基板を作製した。得られたGaN結晶基板を、結晶成長面と反対側の面側の主面を露出させて、2軸傾斜試料台に配置したこと以外は、実施例1と同様にして、（0001）面および（000-1）面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi=0^\circ$ の方向となるように調整し、実施例1と同様の条件でX線多重回折ピークを測定した。図14～図18と同様のX線多重回折ピークが測定された。A領域（ ϕ が -60° から 60° までの領域、すなわち A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域で構成される領域）の主なX線多重回折ピークについての結果を表4および表5にまとめた。

【0099】

【表4】

主面：略(000-1)面(略N面)、BG強度：8.15(cps)

領域	$h^\circ-k$ No. (S-No.)	$\phi(^\circ)$	$h^\circ-k$ 強度(cps)	S1/BG比	S2/S1比
A_{-L}	12	-49.64	3730		
	8(S1)	-43.52	9682	1188	
	7(S2)	-40.12	1541		0.159
	5	-34.31	2240		
	4	-33.68	5857		
	1	-30.76	1151		
A_{-R}	1	-29.20	1240		
	4	-26.24	5935		
	5	-25.60	2473		
	7(S2)	-19.84	1504		0.152
	8(S1)	-16.36	9904	1215	
	12	-10.24	4032		

【0100】

10

20

30

【表 5】

主面：略(000-1)面(略N面)、BG強度：8.15(cps)

領域	h°-k No. (S-No.)	ϕ (°)	h°-k強度(cps)	S1/BG比	S2/S1比
A_{+L}	12	10.32	4178		
	8(S1)	16.44	10491	1287	
	7(S2)	19.92	1600		0.153
	5	25.71	2398		
	4	26.32	6013		
	1	29.25	1156		
A_{+R}	1	30.84	1262		
	4	33.81	6104		
	5	34.44	2248		
	7(S2)	40.18	1467		0.144
	8(S1)	43.64	10197	1251	
	12	49.80	3587		

10

【0101】

20

A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの本数の差異が2本以下であり、かつ、対称関係にあるそれぞれのX線多重回折ピーク群のピークの位置の差異が 2° を超えるものが2本以下であったため、それぞれのX線多重回折ピーク群の位置がよく一致しており、Ga₂N結晶基板の対称性が高かった。また、表4および表5を参照して、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、バックグランド(BG)強度に対する第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度の比である第1基準ピーク強度比($S1/BG$ 比)は1188~1287と極めて高く、結晶品質は極めて高いと評価された。さらに、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度に対する第2基準X線多重回折ピーク(S2)の強度の比である第2基準ピーク強度比($S2/S1$ 比)は0.144~0.159と0.18未満であり、本実施例の結晶成長面と反対側の側の主面が略(000-1)面(すなわち略N面)であると評価された。

30

【0102】

(参考例1)

結晶成長後の2回の熱処理を行わなかったこと以外は、実施例1と同様にしてGa₂N結晶基板を作製した。得られたGa₂N結晶基板について、結晶成長面と反対側の面側の主面を露出させて、2軸傾斜試料台に配置したこと以外は、実施例1と同様にして、(0001)面および(000-1)面の法線である<0001>軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、[1-100]方向を $\phi=0^\circ$ の方向となるように調整し、実施例1と同様の条件でX線多重回折ピークを測定した。 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、バックグランド(BG)強度に対する第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度の比である第1基準ピーク強度比($S1/BG$ 比)は320~400と500未満であり、結晶品質は高くないと評価された。さらに、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の4つの区分領域において、第1基準X線多重回折ピーク(S1)の強度に対する第2基準X線多重回折ピーク(S2)の強度の比である第2基準ピーク強度比($S2/S1$ 比)は0.34~0.41と0.18以上であり、本実施例の結晶成長面側の主面が略(0001)面(すなわち略Ga面)であると評価された。

40

【0103】

さらに、上記Ga₂N結晶基板の上記主面上に、MOCVD法により、エピタキシャル層

50

として、厚さ $3\ \mu\text{m}$ の GaN 層を成長させた。成長させたエピタキシャル層のフォトルミネッセンスの発光強度を測定し、その結果を表 6 にまとめた。

【0104】

(参考例 2)

参考例 1 と同様の GaN 結晶基板を作製した。得られた GaN 結晶基板を、結晶成長面と反対側の面側の主面を露出させて、2 軸傾斜試料台に配置したこと以外は、実施例 1 と同様にして、 (0001) 面および $(000-1)$ 面の法線である $\langle 0001 \rangle$ 軸と ϕ 軸とが一致し、かつ、 $[1-100]$ 方向を $\phi = 0^\circ$ の方向となるように調整し、実施例 1 と同様の条件で X 線多重回折ピークを測定した。 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の 4 つの区分領域において、バックグランド (BG) 強度に対する第 1 基準 X 線多重回折ピーク (S1) の強度の比である第 1 基準ピーク強度比 (S1/BG 比) は 375 ~ 550 と 750 未満であり、結晶品質は高くないと評価された。さらに、 A_{-L} 領域、 A_{-R} 領域、 A_{+L} 領域および A_{+R} 領域の 4 つの基本区分領域において、第 1 基準 X 線多重回折ピーク (S1) の強度に対する第 2 基準 X 線多重回折ピーク (S2) の強度の比である第 2 基準ピーク強度比 (S2/S1 比) は 0.15 ~ 0.16 と 0.18 未満であり、本実施例の結晶成長面と反対側の側の主面が略 $(000-1)$ 面 (すなわち略 N 面) であると評価された。

【0105】

【表 6】

	フォトルミネッセンス発光強度 (A.U.)
実施例 1	2.2
参考例 1	1.0

【0106】

表 6 を参照して、結晶品質が高くないことが確認された参考例 1 の GaN 結晶基板の主面 (すなわち略 (0001) 面 (略 Ga 面)) 上に成長されたエピタキシャル層は、フォトルミネッセンスの発光強度が低く、結晶品質の低いエピタキシャル層であることが分かった。これに対して、結晶品質が極めて高いことが確認された実施例 1 の GaN 結晶基板の主面 (すなわち略 (0001) 面 (略 Ga 面)) 上に成長されたエピタキシャル層は、フォトルミネッセンスの発光強度が高く、結晶品質の高いエピタキシャル層であることが分かった。

【0107】

上記のように、 0001 対称禁制ブラッグ反射または $000-1$ 対称禁制ブラッグ反射における X 線多重回折ピークを用いた結晶評価 (すなわち、X 線多重回折ピークの対称性、バックグランド (BG) 強度に対する第 1 基準 X 線多重回折ピーク (S1) の強度の比 (S1/BG 比)、および第 1 基準 X 線多重回折ピーク (S1) の強度に対する第 2 基準 X 線多重回折ピーク (S2) の強度の比 (S2/S1 比) など) により、結晶品質の高い GaN 結晶基板について、その結晶品質および極性について詳細に評価することができた。

【0108】

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって、制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した実施の形態および実施例ではなく特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味、および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

【符号の説明】

【0109】

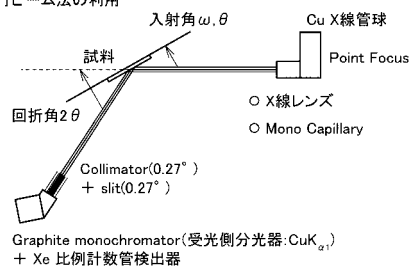
1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14 ピーク No.、S1 第 1 基準 X 線多重回折ピーク、S2 第 2 基準 X 線多重回折ピーク、A, A₋, A₊, A_{-L}, A_{-R}, A_{+L}, A_{+R}, B, B₋, B₊, B_{-L}, B_{-R}, B_{+L}, B_{+R}, C, C₋, C₊

, C_{-L} , C_{-R} , C_{+L} , C_{+R} 領域、 ω 入射角、 2θ 回折角、 χ 煽り角、 ϕ 回転角
 。

【図 1】

図1

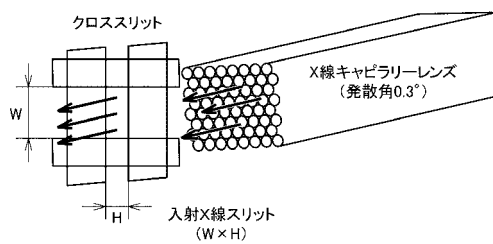
X線平行ビーム法の利用



【図 2】

図2

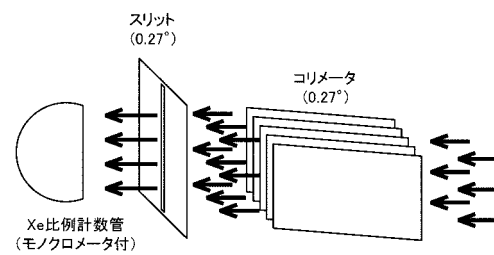
X線回折装置の入射側設定



【図 3】

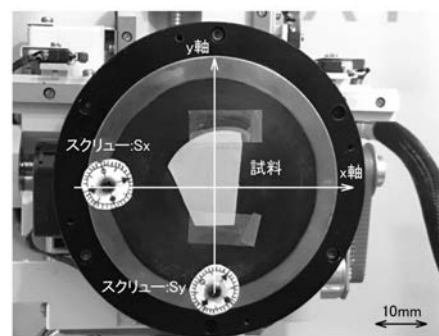
図3

X線回折装置の受光側設定



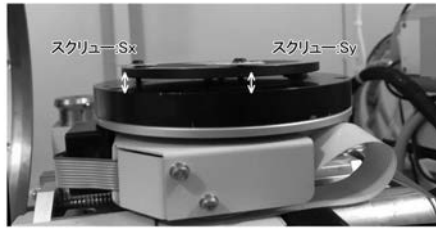
【図 4 A】

図4A



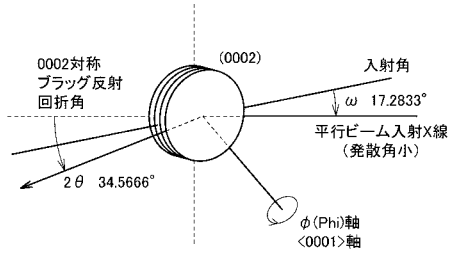
【図 4 B】

図4B



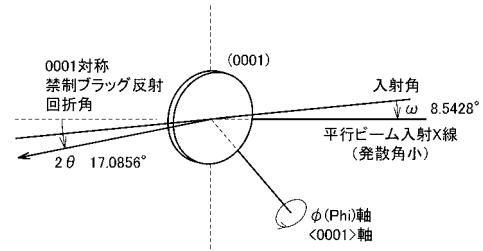
【図 5】

図5



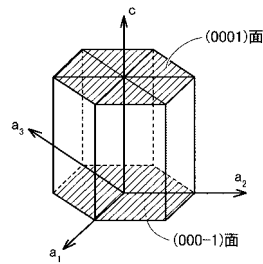
【図 6】

図6



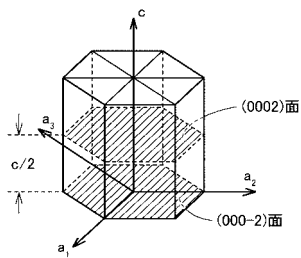
【図 7】

図7



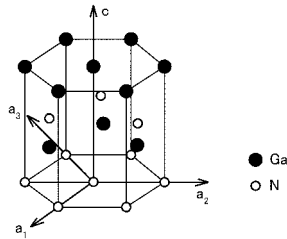
【図 8】

図8



【図 9】

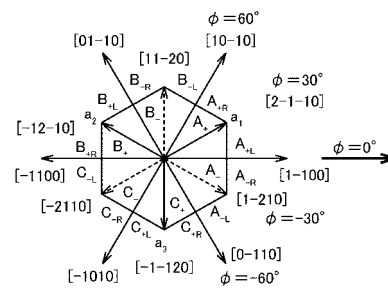
図9



【図 10】

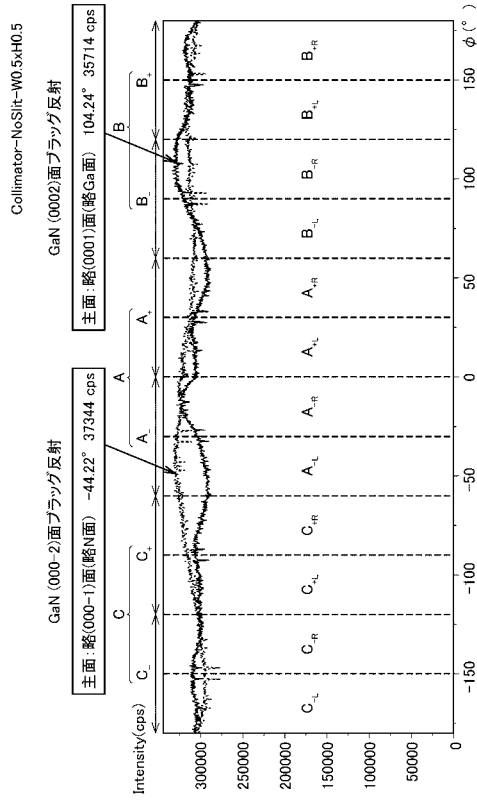
図10

GaN結晶の結晶方位と領域



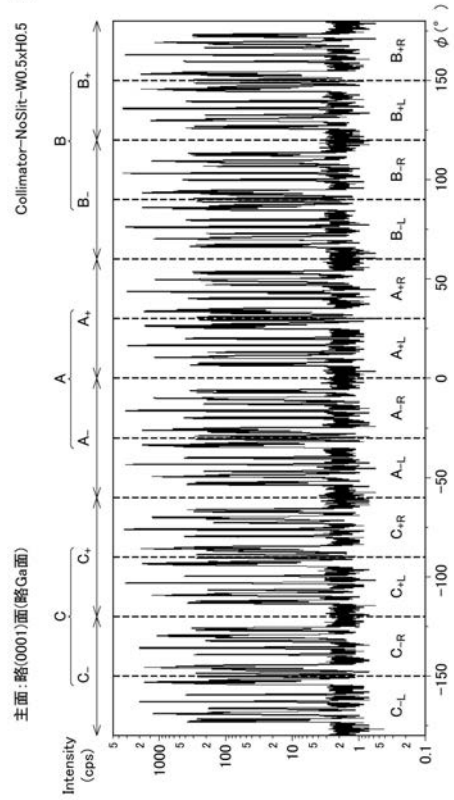
【図 1 1】

図11



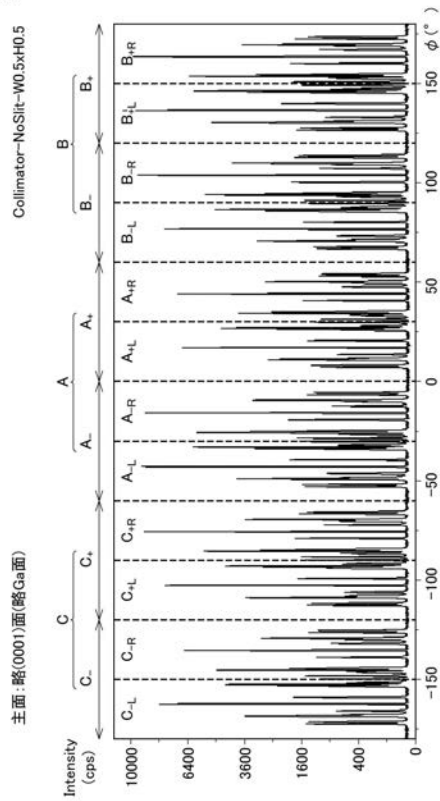
【図 1 2】

図12



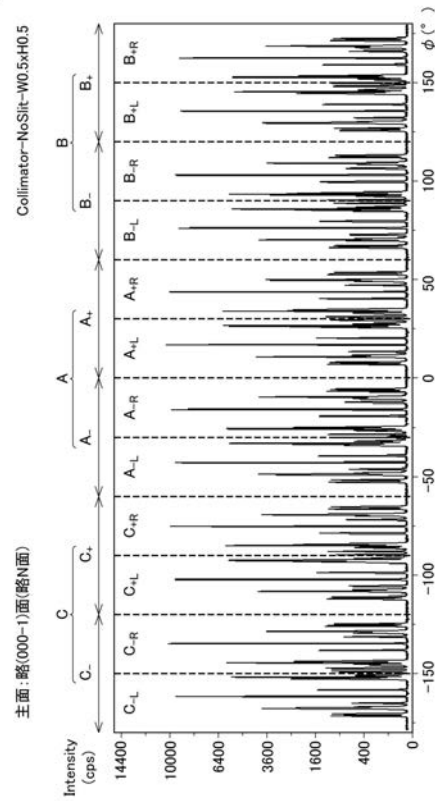
【図 1 3】

図13



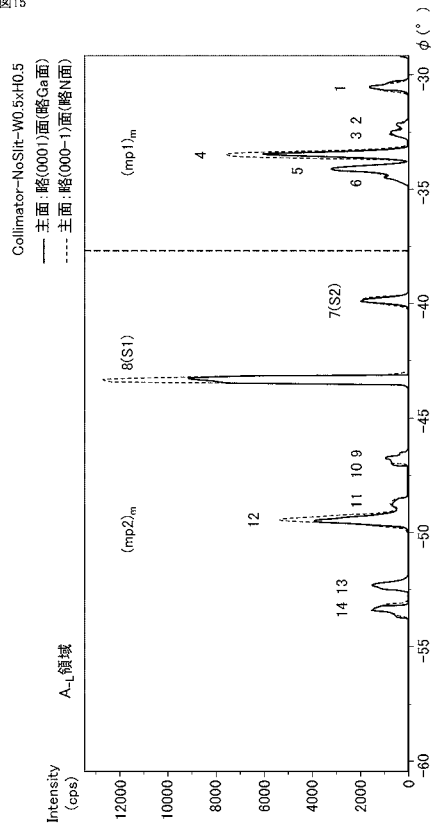
【図 1 4】

図14



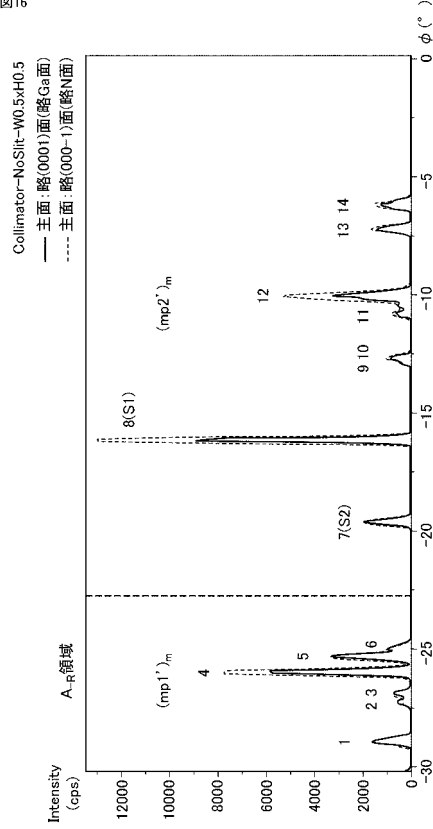
【図 15】

図15



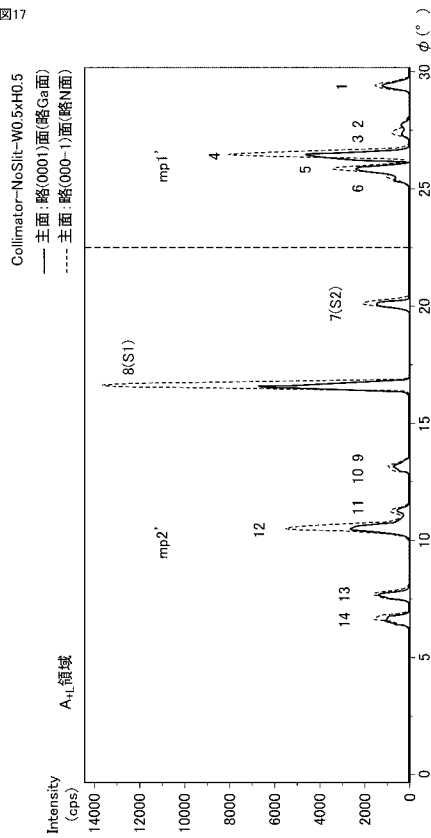
【図 16】

図16



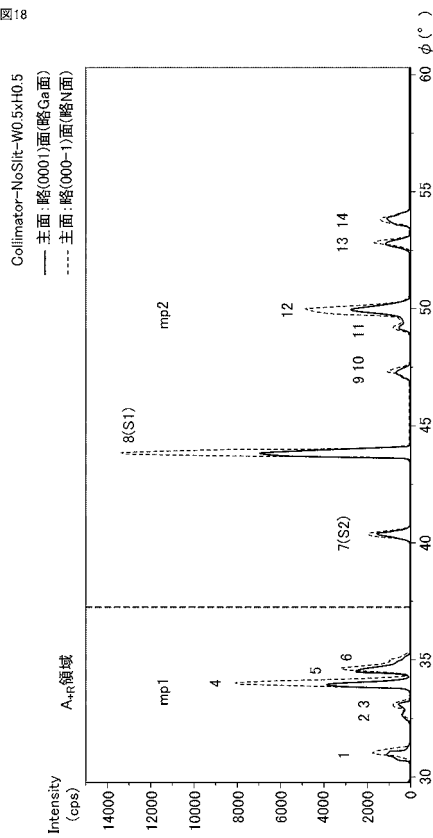
【図 17】

図17



【図 18】

図18



フロントページの続き

- (72)発明者 大鉢 忠
京都府京田辺市三山木七瀬川 3-19
- (72)発明者 竹本 菊郎
兵庫県宝塚市中筋 7-77-406
- (72)発明者 佐藤 祐喜
京都府京田辺市多々羅都谷 1-3 同志社大学内
- (72)発明者 吉門 進三
京都府京田辺市多々羅都谷 1-3 同志社大学内
- (72)発明者 和田 元
京都府京田辺市多々羅都谷 1-3 同志社大学内
- (72)発明者 羽木 良明
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- (72)発明者 善積 祐介
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- (72)発明者 長田 英樹
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- (72)発明者 佐藤 史隆
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- (72)発明者 美濃部 周吾
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- (72)発明者 藪原 良樹
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- (72)発明者 中西 文毅
兵庫県神戸市西区高塚台一丁目 9 番 2 号 住電半導体材料株式会社内
- F ターム(参考) 2G001 AA01 BA20 CA01 DA08 EA01 FA03 FA18 GA13 JA02 JA06
JA08 KA08 LA11 MA05 NA03 NA15 NA20 PA12 SA02 SA07
4G077 AA03 AB02 AB08 BE15 DB04 DB05 DB08 EA02 EA04 ED06
GA03 GA05 HA12